

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6839202号  
(P6839202)

(45) 発行日 令和3年3月3日(2021.3.3)

(24) 登録日 令和3年2月16日(2021.2.16)

|                         |                     |
|-------------------------|---------------------|
| (51) Int.Cl.            | F I                 |
| C O 8 L 33/02 (2006.01) | C O 8 L 33/02       |
| C O 8 K 3/00 (2018.01)  | C O 8 K 3/00        |
| C O 8 F 20/06 (2006.01) | C O 8 F 20/06       |
| C O 8 J 3/24 (2006.01)  | C O 8 J 3/24        |
| A 6 1 F 13/53 (2006.01) | A 6 1 F 13/53 3 0 0 |

請求項の数 11 (全 62 頁)

(21) 出願番号 特願2018-542968 (P2018-542968)  
 (86) (22) 出願日 平成29年9月29日(2017.9.29)  
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2017/035663  
 (87) 国際公開番号 W02018/062539  
 (87) 国際公開日 平成30年4月5日(2018.4.5)  
 審査請求日 平成31年3月29日(2019.3.29)  
 (31) 優先権主張番号 特願2016-194827 (P2016-194827)  
 (32) 優先日 平成28年9月30日(2016.9.30)  
 (33) 優先権主張国・地域又は機関  
 日本国(JP)

(73) 特許権者 000004628  
 株式会社日本触媒  
 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号  
 (74) 代理人 110000338  
 特許業務法人HARAKENZO WORLD PATENT & TRADEMARK  
 (72) 発明者 岩村 卓  
 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内  
 (72) 発明者 中嶋 康久  
 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸水性樹脂組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

表面架橋されたポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂と、キレート剤と、界面活性剤および／または滑剤とを含み、かつ、

以下の物性を有していることを特徴とする、吸水性樹脂組成物：

- (1) 遠心分離機保持容量（CRC）が35 g/g以上；
- (2) 劣化試験後の1時間溶出可溶分が19質量％以下；
- (3) 加圧下吸収倍率0.7 psi（AAP0.7）が10 g/g以上；かつ、
- (4) 粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して300 ppm以下。

ここで、前記遠心分離機保持容量（CRC）とは、EDANA法（ERT441.2-02）に準拠して測定した値であり、

前記劣化試験後の1時間溶出可溶分とは、EDANA法（ERT470.2-02）で規定される測定方法において、0.90質量％塩化ナトリウム水溶液を、0.90質量％塩化ナトリウム水溶液にL-アスコルビン酸を0.05質量％混合した水溶液（劣化試験液）に変更し、60℃、2時間静置した後に1時間攪拌したときの水可溶分であり、

前記加圧下吸収倍率0.7 psi（AAP0.7）は、EDANA法（ERT442.2-02）に準拠して、荷重条件を4.83 kPaにして測定した値であり、

前記粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量とは、下記の式によって算出される値である：

粉塵中の吸水性樹脂の量 [ppm] = 粉塵量 [ppm] × 吸水性樹脂成分量 / (吸

水性樹脂成分量＋吸水性樹脂以外の成分量)、

〔式中、粉塵量とはダストメータによって測定した、吸水性樹脂組成物から生じる粉塵量である。〕

【請求項 2】

キレート剤を、前記吸水性樹脂組成物 100 質量部に対して、0.0001 質量部以上、1.0 質量部以下含んでいることを特徴とする、請求項 1 に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 3】

表面張力が 65 mN/m 以上であることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 4】

含水率が 5 質量% 以下であることを特徴とする、請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 5】

多価金属塩および／または無機微粒子を含んでいることを特徴とする、請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 6】

加圧下垂直拡散吸収倍率 0.3 psi (VDAUP 0.3) が 10 g/g 以上であることを特徴とする、請求項 1 ～ 5 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 7】

表面溶出可溶分が 2.0 質量% 以下であることを特徴とする、請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 8】

目開き 150 μm の分級網を通過できる粒子の割合が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して 5 質量% 以下であることを特徴とする、請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 9】

0.9 質量% 塩化ナトリウム水溶液の液滴を滴下したときに、接触角が 90 度以下となることを特徴とする、請求項 1 ～ 8 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 10】

前記吸水性樹脂組成物の全質量を 100 質量部として、ポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂粒子を 60 ～ 100 質量部含む粒子状吸水性樹脂組成物であることを特徴とする、請求項 1 ～ 9 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 11】

請求項 1 ～ 10 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物を含んでいる、衛生物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、吸水性樹脂組成物および吸水性樹脂組成物の製造方法に関する。より具体的には、耐尿性に優れた吸水性樹脂組成物、および耐尿性に優れた吸水性樹脂組成物の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

紙オムツ、生理用ナプキンおよびいわゆる失禁パッド等の衛生材料には、体液を吸収させることを目的として、吸水性樹脂を構成材料の主成分とする吸水性樹脂組成物が幅広く利用されている。

【0003】

近年、これらの衛生材料は、高機能化が進んでおり、例えば、界面活性剤、イオン封止剤などを添加することにより、吸水性樹脂組成物に種々の機能を追加する研究開発が行われている。

10

20

30

40

50

## 【0004】

例えば、特許文献1には、高い流動性、吸水性能を達成し、かつ吸収液との接触時の吸収液の表面張力の低下を抑制する方法として、(A)表面架橋剤、(B)界面活性剤または粉体の滑剤、を成分として含有する表面処理剤を吸水性樹脂に添加して、当該吸水性樹脂表面を架橋させる吸水剤の製造方法が開示されている。

## 【0005】

また、特許文献2には、尿吸収時の劣化の少ない、いわゆる耐尿性を有する吸水剤を達成する方法として、表面架橋された吸水性樹脂に対して、水およびキレート剤を添加して造粒する、吸水剤の製造方法が開示されている。

## 【0006】

更に、特許文献3、4、および5には、表面架橋工程後に界面活性剤およびキレート剤を添加する、吸水剤の製造方法が開示されている。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0007】

【特許文献1】国際公開第2005/075070号パンフレット(2005年8月18日公開)

【特許文献2】日本国公開特許公報「特開2009-154155号公報(2009年7月16日公開)」

【特許文献3】日本国公開特許公報「特開2014-073448号公報(2014年4月24日公開)」

【特許文献4】国際公開第2012/133734号パンフレット(2012年4月10日公開)

【特許文献5】国際公開第2009/048145号パンフレット(2009年4月16日公開)

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0008】

しかしながら、上述のような従来技術は、高い遠心分離機保持容量(CRC)を有する吸水性樹脂組成物において、十分な耐尿性が得られないという問題がある。

## 【0009】

本発明は、前記の問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、戻り量低減、吸液時間の短縮、べとつき低減など、おむつとしての実使用に適した吸水性樹脂組成物を提供することにある。本発明のさらなる課題は、高い遠心分離機保持容量(CRC)と、十分な耐尿性の付与とを両立させる吸水性樹脂組成物およびその製造方法を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0010】

本発明の一態様は、組成物として以下の物性を有していることを特徴とする、吸水性樹脂組成物である：

(1) 遠心分離機保持容量(CRC)が35g/g以上；

(2) 劣化試験後の1時間溶出可溶分が19質量%以下；

(3) 加圧下吸収倍率0.7psi(AAP0.7)が10g/g以上；かつ、

(4) 粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して300ppm以下。

## 【発明の効果】

## 【0011】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物は、おむつとして実使用した際に、戻り量低減、吸液時間の短縮、およびべとつき低減の効果を奏する。また本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法は、高い遠心分離機保持容量(CRC)と、十分な耐尿

10

20

30

40

50

性の付与とを両立させることができる。

【発明を実施するための形態】

【0012】

本発明の一実施形態について説明すると以下の通りであるが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0013】

本明細書中、数値範囲に関して「A～B」と記載した場合、当該記載は「A以上B以下」を意図する。

【0014】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法は、遠心分離機保持容量（CRC）が35 g/g以上である吸水性樹脂組成物の製造方法であって、吸水性樹脂粒子に、界面活性剤および／または滑剤と、キレート剤と、を添加する。

【0015】

本願の基礎出願（特願2016-19482号）において、本発明者らは、以下の知見を見出していた。

【0016】

本発明の一実施形態に係る製造方法においては、それ自身としては耐尿性を向上させる（劣化試験後の1時間溶出可溶分の量を低下させる）効果がない界面活性剤および／または滑剤を、吸水性樹脂に耐尿性を与えるキレート剤と共に添加することにより、吸水性樹脂組成物の耐尿性が、キレート剤のみを添加した場合よりも向上している。

【0017】

これに対し、前記特許文献1が扱っているのは、低い遠心分離機保持容量（CRC：34 g/g以下）の吸水性樹脂である。したがって、本発明が対象とする高い遠心分離機保持容量（CRC）の吸水性樹脂に関する知見は、開示されていない。また、耐尿性に対する前記のような相乗効果についての示唆も開示されていない。

【0018】

一方、前記特許文献2は、高い遠心分離機保持容量（CRC）の吸水性樹脂にキレート剤を添加することにより、耐尿性を向上させる効果を得ているが、イオン封止剤（すなわちキレート剤）のみから得られる耐尿性向上の効果は、不十分であった。

【0019】

本発明者らは、吸水性樹脂粒子に界面活性剤および／または滑剤と、キレート剤とを添加したところ、吸水性樹脂粒子にキレート剤のみを添加した場合と比較して、劣化試験後の1時間溶出可溶分が顕著に低下していること、言い換えれば、耐尿性が顕著に向上していることを見出した。界面活性剤および／または滑剤自体には耐尿性向上の効果が無いことを考えると、界面活性剤および／または滑剤と、キレート剤とを併用すると、耐尿性に関して相乗的な効果が生じることは、驚くべきことである。

【0020】

かかる相乗的な効果が生じる理由としては、以下のように考えられる。高い遠心分離機保持容量（CRC）の吸水性樹脂は、ポリマーの架橋密度が低いため、僅かな劣化（ポリマー鎖の切断）で可溶分が増加する（耐尿性が低下する）傾向にある。そして、可溶分の増加は、例えばオムツのベタツキにつながり、好ましくない。このような吸水性樹脂の劣化を防ぐ方法の一つに、キレート剤の添加がある。

【0021】

従来の手法の問題点として、吸水性樹脂組成物の中に、吸水性樹脂の微粉および粉塵が多く含まれている場合、キレート剤を添加しても、単位重量あたりの粒子表面積が大きい微粉および粉塵に、当該キレート剤の多くが分布することになることが見出された。例えば、吸水性樹脂組成物に含まれる吸水性樹脂粒子を球状粒子と仮定した場合、粒径rが半分になると、吸水性樹脂組成物の単位重量（g）あたりの表面積は2倍となる。一方、比較的粒径の大きい吸水性樹脂粒子は単位重量あたりの表面積が相対的に小さいことから、キレート剤の分布が少なくなり、期待されるキレート剤の効果が得られなくなる。

## 【0022】

本発明の吸水性樹脂組成物およびその製造方法の一例においては、界面活性剤および／または滑剤の添加により、製造プロセスにおける吸水性樹脂粒子の表面の破壊等のダメージ（プロセスダメージ）が軽減される。これにより、微粉および粉塵の発生量を抑えることができ、結果として粒径の大きい吸水性樹脂粒子にキレート剤を多く分布させる事ができる。結果として、上述した相乗効果が得られたと考えられる。

## 【0023】

また、添加されたキレート剤は吸水性粒子表面に存在する。ここで、プロセスダメージにより生じる微粉および粉塵は、吸水性樹脂の表面破壊から発生しやすい。このことも原因となって、粒径の小さい吸水性樹脂にキレート剤が多く含有される傾向にある。

10

## 【0024】

さらに、吸水性樹脂の微粉および粉塵自体も、単位重量当たりの粒子表面積が大きいために可溶分が溶出しやすい。このため、吸水性樹脂の微粉および粉塵量が多いこと自体も、耐尿性の低下につながる原因となっている。

## 【0025】

以上の知見を鑑みて、本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物では、耐尿性向上に影響を与える因子として、微粉および粉塵量に初めて着目した。

## 【0026】

また、一般に高CRCの吸水性樹脂を製造する過程では、粉碎工程に供する粒子の粒径が大きくなる傾向がある。このため、所定の平均粒子径の吸水性樹脂を得るためには、強い粉碎エネルギーでの粉碎、または、長時間の粉碎が必要となる。この結果として、プロセスダメージが大きくなり、微粉および粉塵の量が増加してしまうため、耐尿性の低下につながる原因となる。

20

## 【0027】

このように、本発明では前記特許文献1～5について、従来なんら着目されていなかった微粉及び粉塵量に着目し、吸水性樹脂組成物中の粉塵に含まれる吸水性樹脂の量が耐尿性に影響することを見出し、本発明を完成させた。

## 【0028】

ここで、微粉および粉塵の発生量を抑える方法としては、界面活性剤および／または滑剤を添加する方法（下記（1））以外にも、下記（2）および（3）の方法も考えられる。これらの方法は、併用してもよい。

30

（1）プロセスダメージの軽減：吸水性樹脂粒子の製造工程において界面活性剤および／または滑剤を使用して、プロセスダメージを軽減させる。その結果、発生する微粉および粉塵の量を軽減させる。

（2）生成した微粉および粉塵の除去：吸水性樹脂粒子に追加の分級工程（第二、第三の分級工程）を課すことにより、生成した微粉および粉塵を除去する。

（3）吸水性樹脂に粉塵が発生しないように、所定量の可塑剤、特に水を添加または含有させる。

## 【0029】

前記（1）～（3）のひとつ以上を含む製造方法により製造され、さらにキレート剤を添加された吸水性樹脂組成物（換言すれば、微粉および粉塵の含有量が少ない吸水性樹脂組成物）が、高いCRCと優れた耐尿性とを両立することを本発明者らは見出し、本発明を完成させたのである。

40

## 【0030】

なお、付言するならば、低CRC（例えば、CRCが35 g/g未満）の吸水性樹脂はポリマーの架橋密度が高いため、ポリマーの劣化を起因とするベトツキは、あまり問題にならない。しかし、低CRCの吸水性樹脂を含む吸水性樹脂組成物を衛生物品（オムツなど）に用いる場合は、十分な液体の吸収量を確保するために、多くの吸水性樹脂組成物が必要になってしまう。このため、このような吸水性樹脂組成物は、コスト面から好ましくない。

50

## 【0031】

## 〔1〕用語の定義

## (1-1) 吸水性樹脂組成物

本明細書における「吸水性樹脂組成物」とは、吸水性樹脂粒子を主成分（好ましくは全体の60質量%以上、より好ましくは80質量%以上、さらに好ましくは90質量%以上、上限は100質量%）とする水性液のゲル化剤である。

## 【0032】

本発明で吸水性樹脂組成物は本発明の規定を満たす限り吸水性樹脂が100質量%の場合も組成物とするが、他の任意成分として水、無機微粒子、カチオン性高分子化合物、水溶性多価金属カチオン含有化合物、着色防止剤、耐尿性向上剤、消臭剤、香料、抗菌剤、発泡剤、顔料、染料、肥料、酸化剤および還元剤などを、それぞれ0質量%以上10質量%以下、好ましくは0.1質量%以上1質量%以下含有してもよい。

## 【0033】

好ましくは、本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物は、吸水性樹脂粒子を主成分（60～100質量%）する。また好ましくは、前記吸水性樹脂組成物はさらに、後述のキレート剤、界面活性剤および／または滑剤、水、多価金属塩および／または無機微粒子のひとつ以上、または複数を含む吸水樹脂組成物である。ここで、他の化合物を含む吸水性樹脂組成物の場合、吸水性樹脂の含有量の上限は100%未満となる。吸水性樹脂組成物の形状は特に問わないが、好ましくは粒子状である。つまり、吸水性樹脂粒子が種々の添加剤を含有（好ましくは一体化）した、粒子状の吸水性樹脂組成物である。本明細書において、粒子状吸水性樹脂組成物とは、吸水性樹脂組成物として粒子形状であることを意味する。

## 【0034】

## (1-2) 「吸水性樹脂粒子」

本明細書における吸水性樹脂粒子とは、粒子状の吸水性樹脂をいい、吸水性樹脂組成物の製造工程において存在する粒子状の吸水性樹脂をすべて含める趣旨である。したがって、吸水性樹脂粒子には、重合工程で生成する粒子状の含水ゲル状架橋重合体、ゲル粉碎工程で得られる粒子状の含水ゲル状架橋重合体、乾燥工程で得られる乾燥された粒子状の含水ゲル状架橋重合体（乾燥重合体）、粉碎工程で得られる粉碎された粒子状の乾燥重合体、分級工程で得られる粒度調整された粒子状の吸水性樹脂、表面架橋された粒子状の吸水性樹脂などがすべて含まれる。本明細書において「粒子状」とは、不定形破碎状、球状、繊維状、棒状、略球状、扁平状を含む趣旨である。ここで吸水性樹脂とは、水膨潤性水不溶性の高分子ゲル化剤を意味する。なお、「水膨潤性」とは、ERT441.2-02で規定するCRC（遠心分離機保持容量）が5g/g以上であることをいい、また、「水不溶性」とは、ERT470.2-02で規定するExtr（水可溶分）が0質量%以上50質量%以下であることをいう。

## 【0035】

## (1-3) 「CRC」

本明細書における「CRC」とは、Centrifuge Retention Capacityの略称であり、遠心分離機保持容量を意味する。なお、遠心分離機保持容量は、無加圧下吸収倍率と同義である。CRCは、本明細書においては、EDANA法（ERT441.2-02）に準拠して測定した結果得られた値をいう。本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法は、遠心分離機保持容量（CRC）が35g/g以上である吸水性樹脂組成物の製造方法である。

## 【0036】

## 〔2〕界面活性剤および／または滑剤

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法では、吸水性樹脂粒子に対して、界面活性剤および／または滑剤と、キレート剤と、を添加する。言い換えれば、本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法では、吸水性樹脂粒子に対して、界面活性剤および滑剤から選ばれる少なくともいずれかと、キレート剤と、を添加する。

## 【0037】

吸水性樹脂粒子に添加する界面活性剤および／または滑剤の使用量（実質的に、吸水性樹脂組成物中の含有量でもある）は、吸水性樹脂組成物100質量部に対して0.0001質量部～0.1質量部、好ましくは0.0001質量部～0.05質量部、より好ましくは0.0003～0.02質量部、さらに好ましくは0.0004～0.015質量部、特に好ましくは0.0005～0.01質量部、最も好ましくは0.0005～0.005質量部である。吸水性樹脂粒子に添加する界面活性剤および／または滑剤の使用量が前記範囲内であれば、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量（CRC）を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られる。ここで、吸水性樹脂粒子に添加する界面活性剤および／または滑剤の使用量とは、界面活性剤のみを添加する場合は界面活性剤の使用量を、滑剤のみを添加する場合は滑剤の使用量を、界面活性剤と滑剤とを併用する場合は界面活性剤の使用量と滑剤の使用量との合計を意味する。

10

## 【0038】

添加する界面活性剤および／または滑剤の使用量が0.0001質量部以上であれば、耐尿性が向上するため好ましい。一方、後述の実施例2と比較例6との対比に示すように、添加する界面活性剤および／または滑剤の使用量が0.1質量部（好ましくは0.05質量部）以下であれば、例えばオムツとして使用した場合に、べたつきが生じるという問題、戻り量が増加するという問題を改善することができるため好ましい。

## 【0039】

ここで、界面活性剤の量が多過ぎる場合に、べたつきが生じる原因として、以下のことが考えられる。すなわち、界面活性剤の添加量が過剰であると、吸水性樹脂粒子の流動性が上がり過ぎ、加熱装置内（例えば、表面架橋を行う連続式パドルミキサー）での滞留時間が短くなる（滞留時間は、流動量／装置の内容量として算出される）。このため、吸水性樹脂粒子の加熱が不十分となり、結果として表面架橋が不十分となる。表面架橋が不十分な吸水性樹脂粒子は、劣化試験後の1時間溶出可溶分が増加し、べたつきが生じる。

20

## 【0040】

また、界面活性剤の量が多過ぎる場合に、戻り量が増加する原因として、以下のことが考えられる。すなわち、界面活性剤の添加量が過剰であると、吸水性樹脂組成物中の界面活性剤が被吸収液中に溶出する。このため、前記被吸収液の表面張力が低下し、戻り量が増加する。

30

## 【0041】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法において添加する界面活性剤および滑剤について以下に説明する。

## 【0042】

## （2-1）界面活性剤

本明細書において界面活性剤とは、分子内に親水性の部分と親油性（疎水性）の部分とを併せ持ち、親水と親油とのバランスにより物体の表面に吸着されて、当該物体の表面特性を改質するものである。使用できる界面活性剤としては、例えば、特許文献1、3～5などに例示されたアニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤などを挙げることができる。

40

## 【0043】

本発明の一実施形態で使用される界面活性剤のHLB（親水性－疎水性バランス。グリフィン法で規定）は特に限定されるものではないが、好ましくは8～18、より好ましくは、9～17、さらに好ましくは10～17、特に好ましくは11～16、最も好ましくは12～16の範囲である。HLBが前記の範囲であるならば、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量（CRC）を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られる。

## 【0044】

アニオン性界面活性剤としては、混合脂肪酸ナトリウム石けん、半硬化牛脂脂肪酸ナト

50

リウム石けん、ステアリン酸ナトリウム石けん、オレイン酸カリウム石けん、ヒマシ油カリウム石けんなどの脂肪酸塩；ラウリル硫酸ナトリウム、高級アルコール硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸トリエタノールアミンなどのアルキル硫酸エステル塩；ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムなどのアルキルベンゼンスルホン酸塩；アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムなどのアルキルナフタレンスルホン酸塩；ジアルキルスルホコハク酸ナトリウムなどのアルキルスルホコハク酸塩；アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸ナトリウムなどのアルキルジフェニルエーテルジスルホン酸塩；アルキルリン酸カリウムなどのアルキルリン酸塩；ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸ナトリウムなどのポリオキシエチレンアルキル（またはアルキルアリル）硫酸エステル塩；特殊反応型アニオン界面活性剤；特殊カルボン酸型界面活性剤； $\beta$ -ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩、特殊芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩などのナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物；特殊ポリカルボン酸型高分子界面活性剤；ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルなどがある。

10

**【0045】**

ノニオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレン高級アルコールエーテルなどのポリオキシエチレンアルキルエーテル；ポリオキシエチレンニルフェニルエーテルなどのポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル；ポリオキシエチレン誘導体；ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタントリスステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリオレエート、ソルビタンセスキオレエート、ソルビタンジステアレートなどのソルビタン脂肪酸エステル；ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミテート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタントリスステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート、ポリオキシエチレンソルビタントリオレエートなどのポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル；テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビットなどのポリオキシエチレンソルビットール脂肪酸エステル；グリセロールモノステアレート、グリセロールモノオレエート、自己乳化型グリセロールモノステアレートなどのグリセリン脂肪酸エステル；ポリエチレングリコールモノラウレート、ポリエチレングリコールモノステアレート、ポリエチレングリコールジステアレート、ポリエチレングリコールモノオレエートなどのポリオキシエチレン脂肪酸エステル；ポリオキシエチレンアルキルアミン；ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油；アルキルアルカノールアミドなどがある。

20

30

**【0046】**

カチオン性界面活性剤および両面界面活性剤としては、ココナットアミンアセテート、ステアリルアミンアセテートなどのアルキルアミン塩；ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、アルキルベンジルジメチルアンモニウムクロライドなどの第四級アンモニウム塩；ラウリルベタイン、ステアリルベタイン、ラウリルカルボキシメチルヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタインなどのアルキルベタイン；ラウリルジメチルアミンオキサライドなどのアミンオキサライドがある。

40

**【0047】**

さらに、界面活性剤としては、フッ素系界面活性剤がある。本発明の一実施形態において使用されるフッ素系界面活性剤としては、種々のものがあるが、例えば一般の界面活性剤の疎水基の水素をフッ素に置き換えてパーフルオロアルキル基とし、界面活性が格段に強くなっている物質である。

**【0048】**

50

フッ素系界面活性剤の場合、疎水基として同じ構造のフルオロカーボン鎖を用いていても、親水基を変えることにより、アニオン型、ノニオン型、カチオン型および両性型の4種類の界面活性剤となり得る。疎水基である炭素鎖は直鎖であっても分枝状であっても使用可能である。代表的なフッ素系界面活性剤としては、以下のものがある。

#### 【0049】

フルオロアルキル (C2～C10) カルボン酸、N-パーフルオロオクタンスルホニルグルタミン酸ナトリウム、3-[フルオロアルキル (C6～C11) オキシ]-1-アルキル (C3～C4) スルホン酸ナトリウム、3-[ω-フルオロアルカノイル (C6～C8)-N-エチルアミノ]-1-プロパンスルホン酸ナトリウム、N-[3-(パーフルオロオクタンスルホンアミド) プロピル]-N, N-ジメチル-N-カルボキシメチレンアンモニウムベタイン、フルオロアルキル (C11～C20) カルボン酸、パーフルオロアルキルカルボン酸 (C7～C13)、パーフルオロオクタンスルホン酸ジエタノールアミド、パーフルオロアルキル (C4～C12) スルホン酸塩 (Li、K、Na)、N-プロピル-N-(2-ヒドロキシエチル) パーフルオロオクタンスルホンアミド、パーフルオロアルキル (C6～C10) アルホンアミドプロピルトリメチルアンモニウム塩、パーフルオロアルキル (C6～C10)-N-エチルスルホニルグリシン塩 (K)、リン酸ビス (N-パーフルオロオクチルスルホニル-N-エチルアミノエチル)、モノパーフルオロアルキル (C6～C16) エチルリン酸エステル、パーフルオロアルキル第四級アンモニウムヨウ化物 (商品名フロラード FC-135、住友スリーエム株式会社製カチオン性フッ素系界面活性剤)、パーフルオロアルキルアルコキシレート (商品名フロラード FC-171、住友スリーエム株式会社製ノニオン性界面活性剤)、パーフルオロアルキルスルホン酸カリウム塩 (商品名フロラード FC-95およびFC-98、住友スリーエム株式会社製アニオン性界面活性剤)。ここで、記号「C」の後の数字は、炭素数を表す。例えば、C2～C10とは、「炭素数が2以上10以下」を意図する。

#### 【0050】

本発明の一実施形態では、有機金属界面活性剤も用いることができる。本発明の一実施形態において使用される有機金属界面活性剤は、分子の主鎖や側鎖にSi、Ti、Sn、Zr、Geなどの金属を有するものであり、好ましくは分子の主鎖にSiを有するものであり、より好ましくはシロキサン系界面活性剤である。

#### 【0051】

代表的な有機金属界面活性剤としては、吉田、近藤、大垣、山中『新版 界面活性剤ハンドブック』工学図書、1966、34頁に記載の有機金属界面活性剤などが挙げられる。有機金属界面活性剤に含まれる金属としては、SiまたはTiの代わりにSn、Zr、Geなどを用いることができる。本発明の一実施形態で使用される界面活性剤は前記界面活性剤に限定されるものではない。

#### 【0052】

これらの界面活性剤の中で、安全性の面からノニオン性界面活性剤が好ましく、その中でも脂肪酸エステルがより好ましく、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステルが特に好ましい。

#### 【0053】

界面活性剤として用いられる脂肪酸エステルの酸価は、0.001mg KOH/g～2.5mg KOH/gが好ましく、0.001mg KOH/g～1.5mg KOH/gがより好ましく、0.01mg KOH/g～1.0mg KOH/gがさらに好ましい。前記脂肪酸エステルの酸価が2.5以下であるならば、界面活性剤の疎水性の上昇が抑えられるため、溶け残りが生じたり、析出して噴霧ノズルの詰りを生じたりする虞がなく、取り扱いに優れるため好ましい。なお、本明細書において「脂肪酸エステルの酸価」は、JISK 0070 (1992) 記載の中和滴定法に準拠して測定した値をいう。

#### 【0054】

##### (2-2) 滑剤

滑剤とは、互いに滑りあう二面間にあって、摩擦(抵抗)を減少させる働きをする物質

をいう。物体と物体とが接触するとき、当該物体同士の表面状態により、滑りやすさおよび抵抗が異なるが、滑剤は、滑りやすさを増加させ、抵抗を減少させるためのものである。

#### 【0055】

本発明の一実施形態に用いられる滑剤としては、例えば、本発明では特許文献1などに例示された滑剤が使用できる。具体的には、高分子添加剤と、その他の滑剤とが挙げられる。以下、それぞれについて説明する。

#### 【0056】

(2-2a) 高分子添加剤

(高分子添加剤の組成)

本発明の一実施形態に用いることのできる高分子添加剤とは、炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体を(共)重合して得られる高分子化合物、または、反応性基を有する高分子化合物に炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に導入して得られる高分子化合物である。

#### 【0057】

前記炭化水素基とは、炭素と水素から構成される炭素数7以上の炭化水素ユニット部分を有する物であり、直鎖、分岐鎖、環状のいずれであってもよく、飽和、不飽和のいずれであってもよい。

#### 【0058】

前記炭化水素基を側鎖に有する単量体とは、重合した場合に高分子化合物の主鎖から炭化水素基が懸垂している状態になるような単量体のことである。なお、本明細書では重合過程において生じる分岐は側鎖としては考慮しない。つまり、高圧法ポリオレフィン(ポリエチレン、ポリプロピレンなど)合成法を応用するようなエチレン-アクリル酸共重合体、エチレン-無水マレイン酸共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、プロピレン-アクリル酸共重合体、プロピレン-無水マレイン酸共重合体、プロピレン-酢酸ビニル共重合体などのポリオレフィン部分の分岐鎖は側鎖とは解さない。これらの化合物ではポリマー構造が正確に制御されないため、吸湿時の流動性を向上させるのに多くの添加量が必要であり、経済的に好ましくない。

#### 【0059】

前記炭化水素基を有する側鎖の長さは、炭素数7以上が好ましく、8以上がより好ましく、10以上がさらに好ましく、12以上がさらに好ましく、14以上が最も好ましい。また、炭化水素基の長さの上限は特に限定されるものではないが、50以下が好ましく、40以下がさらに好ましく、30以下が最も好ましい。

#### 【0060】

また、本発明の一実施形態で高分子添加剤に用いられる単量体は、炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に含んでおればよく、その他側鎖にポリオキシエチレン基、ポリオキシプロピレン基なども含んでいてもよい。したがって、炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体は、水可溶性であっても水不溶性であってもかまわない。

#### 【0061】

本明細書において、水溶性単量体(親水性単量体)とは、温度20℃の水100gに対して1g以上、好ましくは5g以上、さらに好ましくは10g以上、最も好ましくは20g以上の溶解度を有する単量体を指す。

#### 【0062】

本明細書において、水不溶性単量体とは、温度20℃の水100gに対して1g未満(下限0g)、好ましくは0.5g以下、さらに好ましくは0.1g以下の溶解度を有する単量体を指す。

#### 【0063】

前記炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体としては、炭素数7以上の直鎖、分岐鎖または環状の炭化水素基を有するアルコールまたはアミンと、カルボキシル基を有するエチレン性不飽和単量体とを反応させて得られるエステルまたはアミド単量体を挙げ

10

20

30

40

50

ることができる。そのような単量体の代表例としては、2-エチルヘキシル（メタ）アクリレート、ラウリル（メタ）アクリレート、ステアリル（メタ）アクリレート、イソステアリル（メタ）アクリレート、パルミチル（メタ）アクリレート、ミリスチル（メタ）アクリレート、カプリル（メタ）アクリレート、セチル（メタ）アクリレート、イソボニル（メタ）アクリレート、ウンデシレニル（メタ）アクリレート、オレイル（メタ）アクリレート、2-エチルヘキシル（メタ）アクリルアミド、ラウリル（メタ）アクリルアミド、ステアリル（メタ）アクリルアミド、イソステアリル（メタ）アクリルアミド、パルミチル（メタ）アクリルアミド、ミリスチル（メタ）アクリルアミド、カプリル（メタ）アクリルアミド、セチル（メタ）アクリルアミド、イソボニル（メタ）アクリルアミド、ウンデシレニル（メタ）アクリルアミド、オレイル（メタ）アクリルアミドなどの（メタ）アクリル酸エステル類、アルキル置換（メタ）アクリルアミド類を挙げる事ができる。さらに、マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イタコン酸など類似の単量体の前記エステル、アミドも含まれる。

10

#### 【0064】

前記炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体は、炭素数7以上の直鎖、分岐鎖または環状の炭化水素基を有するカルボン酸と、ヒドロキシ基を有するエチレン性不飽和単量体とを反応させて得られるエステル単量体であってもよい。そのような単量体の代表例としては、カプリル酸ビニル、カプリン酸ビニル、ラウリン酸ビニル、ミリスチン酸ビニル、パルミチン酸ビニル、ステアリン酸ビニル、イソステアリン酸ビニル、ウンデシレン酸ビニル、ベヘニン酸ビニル、ナフテン酸ビニル、リノール酸ビニル、リノレン酸ビニルなどのビニルエステル類を挙げる事ができる。さらに、ヒドロキシアルキル（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコール（メタ）クリレートなど類似の単量体の前記エステルも含まれる。当該化合物の例としては、ウンデシレノキシポリエチレングリコール（メタ）クリレートなどを挙げる事ができ、特に好適に使用される。

20

#### 【0065】

前記炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体は、炭素数7以上の直鎖、分岐鎖または環状の炭化水素基を有するカルボン酸と、アミノ基を有するエチレン性不飽和単量体とを反応させて得られるアミド単量体であってもよい。そのような単量体の代表例としては、カプリル酸-N-ビニルアミド、カプリン酸-N-ビニルアミド、ラウリン酸-N-ビニルアミド、ミリスチン酸-N-ビニルアミド、パルミチン酸-N-ビニルアミド、ステアリン酸-N-ビニルアミド、イソステアリン酸-N-ビニルアミド、パルミチン酸-N-ビニルアミド、ウンデシレン酸-N-ビニルアミド、ベヘニン酸-N-ビニルアミド、ナフテン酸-N-ビニルアミド、リノール酸-N-ビニルアミド、リノレン酸-N-ビニルアミドなどのビニルアミド類を挙げる事ができる。

30

#### 【0066】

前記炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体は、炭素数7以上の直鎖、分岐鎖または環状の炭化水素基を有するハロゲン化物、アルコールまたはカルボン酸と、アミノ基を有するエチレン性不飽和単量体とを反応させて得られる4級塩単量体、中和塩、アミンでもよい。そのような単量体の代表例としては、ジアルキルアミノアルキル（メタ）アクリレート、ジアルキルアミノアルキル（メタ）アクリルアミド、ビニルアミン、アリルアミン、エチレンイミンのヘプチル、オクチル、2-エチルヘキシル、ノニル、ラウリル、パルミチル、ステアリル、イソステアリル、ウンデシレニル、ベヘニル、ナフチル、オレイル、セチル、イソボニル基などを有する4級塩、中和塩、アミンを挙げる事ができる。

40

#### 【0067】

前記炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体は、炭素数7以上の直鎖、分岐鎖または環状の炭化水素基を有するアルコールと、スルホン酸基またはリン酸基を有するエチレン性不飽和単量体とを反応させて得られるエステル単量体でもよい。そのような単量体の代表例としては、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-（メタ）アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、（メタ）アクリロキシアルカンスルホン酸などの

50

ヘプチルエステル、オクチルエステル、2-エチルヘキシルエステル、ノニルエステル、ラウリルエステル、パルミチルエステル、ステアリルエステル、イソステアリルエステル、ウンデシレニルエステル、ベヘニルエステル、ナフチルエステル、オレイルエステル、イソボニルエステル、セチルエステルなどを挙げる事ができる。

#### 【0068】

前記炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体は、炭素数7以上の直鎖、分岐鎖、環状の炭化水素基を側鎖に有する $\alpha$ -オレフィンでもよい。そのような単量体の代表例としては、1-ノネン、1-デセン、1-オクタデセンなどを挙げる事ができる。

#### 【0069】

上述した単量体は単独で用いてもよく、適宜2種類以上を混合して用いてもよい。

10

#### 【0070】

また、高分子化合物の有するカルボキシル基、アミノ基、ヒドロキシル基、スルホン酸基、リン酸基などの反応性基に、炭素数7以上の炭化水素基を後から反応させて得られる炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する高分子化合物も、(共)重合の場合と同様に高分子添加剤として解釈する。

#### 【0071】

すなわち、カルボキシル基、アミノ基、ヒドロキシル基、スルホン酸基、リン酸基などの反応性基を有する高分子化合物に、炭素数7以上の炭化水素基を有するアルコール、カルボン酸、スルホン酸、アミンなどを反応させて、炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する高分子添加剤を得てもよい。

20

#### 【0072】

前記高分子添加剤が、炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有することにより、前記高分子添加剤を吸水性樹脂粒子に添加し、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量(CRC)を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られる。

#### 【0073】

高分子添加剤を、共重合で得る場合には、前記炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体の量は、高分子添加剤である(共)重合体に対して15~100質量%、含んで(共)重合されていることが好ましく、20~85質量%含んで(共)重合されていることがより好ましく、20~70質量%含んで(共)重合されていることがさらに好ましい。

30

#### 【0074】

高分子添加剤を、反応性基を有する高分子化合物に炭素数7以上の炭化水素基を後から導入して得る場合には、前記炭素数7以上の炭化水素基の炭化水素基の量は、繰り返し単位(単量体ユニット)換算で、高分子添加剤である重合体に対して15~100質量%含まれていることが好ましく、20~85質量%含まれていることがより好ましく、20~70質量%以下含んでいることがさらに好ましい。前記繰り返し単位(単量体ユニット)換算とは、例えばポリアクリル酸にステアリルアルコールを反応させて、ステアリル基を側鎖に有する高分子添加剤を得た場合、アクリル酸とステアリルアクリレートの共重合体と解釈し、高分子添加剤である重合体に対するステアリル基を含む単量体(ステアリレート)の比率(質量)で前記比率が計算されることを指す。

40

#### 【0075】

炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体の量が前記範囲内にあるならば、前記高分子添加剤を吸水性樹脂粒子に添加し、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量(CRC)を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られる。

#### 【0076】

前記高分子添加剤は炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有していれば良く、それ以外はどのような単量体が使用されてもよい。

#### 【0077】

50

具体的には、炭素数が7未満の炭化水素基を側鎖に有する単量体、または水可溶性の単量体であってもよい。そのような単量体の例としては、(メタ)アクリル酸、(無水)マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イタコン酸、ビニルスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、(メタ)アクリロキシアルカンスルホン酸およびそれらのエステル、アミド、N-ビニル-2-ピロリドン、N-ビニルアセトアミド、(メタ)アクリルアミド、N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、イソブチレンなどを挙げる事ができる。これらの単量体は単独で用いてもよく、適宜2種類以上を混合して用いてもよい。

10

#### 【0078】

吸水性樹脂組成物表面の親水性および疎水性を制御するためには、炭素数7以上の炭化水素基を側鎖に有する単量体以外に、水可溶性の単量体を(共)重合された高分子添加剤を使用することが好ましい。そのような水可溶性単量体としては、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリルアミド、N-ビニル-2-ピロリドン、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコール(メタ)アクリレートが好適である。

#### 【0079】

前記高分子添加剤は、疎水性である水不溶性単量体および親水性である水可溶性単量体の両方が共重合されているものであることが好ましい。水不溶性単量体：水可溶性単量体の質量比率は、15：85から85：15が好ましく、20：80から80：20がより好ましく、20：80から70：30がさらに好ましく、20：80から60：40が最も好ましい。

20

#### 【0080】

高分子鎖に水溶性の単量体および水不溶性の単量体を共重合してなる高分子添加剤を吸水性樹脂粒子に添加することにより、前記高分子添加剤を吸水性樹脂粒子に添加し、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量(CRC)を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られる。

#### 【0081】

また、吸水性樹脂粒子に添加する前記高分子添加剤の親水性単量体にカルボキシル基を有する単量体、スルホン酸基を有する単量体、リン酸基を有する単量体、アミノ基を有する単量体を使用した場合には、前記高分子添加剤が、中和塩(アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、遷移金属塩、アンモニウム塩、ハロゲン化物塩、有機酸塩、リン酸塩、スルホン酸塩など)の形態をとってもよい。好ましいのは1価以上の金属塩であり、ナトリウム、カリウム、鉄、マグネシウム、銀、亜鉛、銅、錫などを挙げる事ができる。好ましい中和度合いとしては、前記高分子添加剤中の全カルボキシル基、スルホン酸基、アミノ基のモル数に対して75モル%以下(下限0モル%)、より好ましくは50モル%以下、さらに好ましくは25モル%以下、最も好ましくは10モル%以下である。

30

#### 【0082】

前記高分子添加剤が粉体状態または懸濁液状態で吸水性樹脂粒子に添加される場合には、前記単量体に併せて、1分子中に2個以上の重合性不飽和基または2個以上の反応性基を有する架橋単量体(架橋剤とも言う)を、共重合または反応させてもよい。これら架橋剤の具体例としては、例えば、N,N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチルロールプロパントリ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリレート、グリセリンアクリレートメタアクリレート、エチレンオキサイド変性トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールヘキサ(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、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、ポリ(メタ)アリロキシアルカン、(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレングリコ

40

50

ール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレンジアミン、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ポリエチレンイミン、グリシジル（メタ）アクリレートなどを挙げることができる。

#### 【0083】

これら架橋剤は、単独で用いてもよく、適宜2種類以上を混合して用いてもよい。また、これら架橋剤は、反応系に一度に全量を添加してもよく、数回に分けて添加してもよい。

#### 【0084】

このような架橋剤の有無、および架橋剤量の多少によって、中性の水に対する高分子添加剤の溶解性を、可溶性にも不溶性にも調整することが可能である。これら架橋剤の使用量は前記単量体（内部架橋剤を除く）に対して、好ましくは0.001～10モル%、より好ましくは0.005～5モル%、さらに好ましくは0.01～1モル%である。

#### 【0085】

前記高分子添加剤の融点、ガラス転移点または軟化点は、好ましくは40～250℃であり、より好ましくは50～200℃、さらに好ましくは60～150℃である。40℃以上のものを使用した場合には、前記高分子添加剤を吸水性樹脂粒子に添加し、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量（CRC）を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られるため好ましい。また、添加する高分子添加剤の融点、ガラス転移点または軟化点が250℃以下であれば、基材や吸水性樹脂組成物の熱的劣化が起こらないので好ましい。

#### 【0086】

前記高分子添加剤の分子量は通常、質量平均分子量で1,000～1,000,000、好ましくは5,000～1,000,000、さらに好ましくは10,000～1,000,000、最も好ましくは50,000～1,000,000である。高分子添加剤の分子量が前記範囲であるならば、前記高分子添加剤を吸水性樹脂粒子に添加し、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量（CRC）を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られるため好ましい。

#### 【0087】

前記高分子添加剤を吸水性樹脂粒子に添加するときの前記高分子添加剤の形態は、溶液状態、懸濁液状態、粉体状態のいずれであってもよい。

#### 【0088】

前記高分子添加剤が粉体（微粒子）の状態で吸水性樹脂粒子に添加される場合、高分子添加剤粉体の粒子径、粒子形状は特に限定されないが、通常、吸水性樹脂粒子の質量平均粒子径よりも小さく、高分子添加剤粉体の全量に対して90質量%以上（上限100質量%）が0.01～100μmの範囲内にあることが好ましい。その中でも、高分子添加剤粉体の全量に対して90質量%以上が0.01～75μmの範囲内にあることがより好ましく、5～75μmの範囲内にあることがさらに好ましく、5～50μmの範囲内にあることが最も好ましい。

#### 【0089】

また、高分子添加剤粉体の平均粒子径（D50）は、0.01～100μmである事が好ましく、0.01～75μmである事がさらに好ましく、0.01～50μmである事が最も好ましい。粒子径分布、平均粒子径はコールターカウンター法、レーザー回折散乱法などの従来の測定方法で容易に測定される。また、与えられる粒子の形状は、微粒子の造粒物であっても、一次粒子（単粒子）であってもよい。

#### 【0090】

前記高分子添加剤粉体（微粒子）の粒子径が前記範囲内ならば、前記高分子添加剤を吸水性樹脂粒子に添加し、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量（CRC）を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られるため好ましい。

#### 【0091】

## (2-2b) その他の滑剤

本発明の一実施形態に用いることのできる前記高分子添加剤以外の滑剤は、固体の滑剤であれば特に限定されるものではないが、例えば、炭化水素系滑剤、脂肪酸系滑剤、脂肪酸アミド系滑剤、エステル系滑剤、アルコール系滑剤、金属石鹼滑剤などを挙げることができる。中でも、滑剤としての作用に加えて安定剤としての作用も有する点において、金属石鹼滑剤を用いることが好ましい。

## 【0092】

炭化水素系滑剤としては、低重合ポリエチレンなどを用いることができる。低重合ポリエチレンは、1500～2000程度の分子量のポリエチレンのことである。

## 【0093】

脂肪酸系滑剤としては、滑剤として作用する脂肪酸であれば特に限定されるものではないが、炭素数が12(C12)以上の脂肪酸を用いることが好ましい。具体的には、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラキジン酸、ベヘニン酸などを挙げることができる。中でも、入手が容易であることからステアリン酸を用いることが好ましい。また、これら脂肪酸系滑剤は、微粒子状のものを用いることが好ましく、吸水性樹脂粒子の劣化を促進させるFe、Niなどの重金属を含有せず、ヨウ素価・エステル価の低い精製品であることが望ましい。

## 【0094】

脂肪酸アミド系滑剤は、脂肪酸から誘導される一般化学式 $\text{RCONH}_2$ で示される化合物である。これら脂肪酸アミドとしては、第一アミド( $\text{RCONH}_2$ )、第二アミド( $(\text{RCO})_2\text{NH}$ )、第三アミド( $(\text{RCO})_3\text{N}$ )があり、第一アミドを用いることが好ましい。具体的には、ステアリルアミド、パルミチルアミド、オレイルアミド、メチレンビスステアロアミド、エチレンビスステアロアミドなどを挙げることができる。中でも、メチレンビスステアロアミドやエチレンビスステアロアミドは、相溶性、透明性、耐候性、非粘着性に優れているためより好ましい。

## 【0095】

エステル系滑剤としては、脂肪酸の多価アルコールエステル、脂肪酸ポリグリコールエステルなどを挙げることができる。脂肪酸の多価アルコールエステルとしては、硬化ヒマシ油が好ましく用いられる。また、脂肪酸ポリグリコールエステルとしては、エチレングリコールモノステアレートが好ましく用いられる。

## 【0096】

アルコール系滑剤は、炭化水素系滑剤や脂肪酸系滑剤の水素を水酸基で置換したものである。アルコール系滑剤としては、炭化水素系滑剤や脂肪酸系滑剤の水素を水酸基で置換したものであれば特に限定されるものではないが、分子内に1個の水酸基を有するセチルアルコールやステアリルアルコールなどの脂肪アルコール；分子内に2個の水酸基を有するポリエチレングリコールなどのグリコール類；分子内に3個の水酸基を有するポリグリセロールなどを用いることができる。ポリエチレングリコールやポリグリセロールは、滑剤としての作用に加えて帯電防止作用をも有する。

## 【0097】

金属石鹼滑剤は、有機酸である脂肪酸、石油酸、高分子酸などのアルカリ金属塩以外の金属塩からなる。

## 【0098】

滑剤は通常、粉末の形状でありその粒径は特に限定されるものではないが、通常、吸水性樹脂粒子の質量平均粒子径よりも小さく、粉末の90質量%以上は100 $\mu\text{m}$ 以下であり、好ましくは50 $\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは10 $\mu\text{m}$ 以下のものが使用される。

## 【0099】

なお、前記の各滑剤は、単独で用いてもよく、2種類以上を併用してもよい。

## 【0100】

滑剤の吸水性樹脂粒子への添加方法については、高分子添加剤の吸水性樹脂粒子への添加方法と同様である。

10

20

30

40

50

## 【0101】

前記滑剤をスラリー状に分散させて吸水性樹脂粒子に混合する場合、スラリー中の滑剤濃度は、使用する滑剤、分散溶媒の種類およびスラリーの粘性により適宜選択され、特に限定されるものではないが、通常0.0001質量%～0.1質量%、好ましくは0.001質量%～0.05質量%の範囲内である。

## 【0102】

滑剤と混合される吸水性樹脂粒子が粉体である場合、滑剤と混合される際の吸水性樹脂粒子の粉体温度は、通常室温以上であるが、吸水性樹脂組成物の安定した吸水特性、流下速度およびかさ密度を得るために、好ましくは40℃以上、より好ましくは50℃以上である。

10

## 【0103】

(2-3) 界面活性剤および／または滑剤の添加

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法において、界面活性剤および／または滑剤は、前記吸水性樹脂製造の任意の段階において添加され得る。後述するように、前記吸水性樹脂組成物の製造には、重合工程、ゲル粉碎工程、乾燥工程、粉碎工程、分級工程、表面架橋工程、添加剤添加工程などの工程が含まれており、このうちいずれの工程において界面活性剤および／または滑剤を添加してもよい。

## 【0104】

具体的な界面活性剤および／または滑剤を添加する段階、および添加する方法としては、例えば以下のような例がある。なお、ここでいう分級工程とは、表面架橋工程前に行う分級工程をいい、より好ましくは、重合し、乾燥し、粉碎された吸水性樹脂粒子を表面架橋工程前に分級する工程である。

20

1. 吸水性樹脂の重合工程終了後から分級工程開始前までの任意の段階、例えば、重合工程終了時に得られた粒子状の含水ゲル状架橋重合体、ゲル粉碎工程中、ゲル粉碎工程終了後乾燥工程開始前、乾燥工程中、乾燥工程終了後粉碎工程開始前、粉碎工程中、粉碎工程終了後分級工程開始前などに、各段階の吸水性樹脂粒子に界面活性剤および／または滑剤を添加し、必要に応じてゲル粉碎、乾燥・粉碎・分級、表面架橋、添加物添加などを施し、吸水性樹脂組成物を得る方法。

2. 表面架橋前の吸水性樹脂粒子に、分級工程終了後から表面架橋工程終了時までの任意の段階、例えば、分級工程終了後表面架橋工程前、表面架橋工程中に、界面活性剤および／または滑剤を添加し、必要に応じて表面架橋、添加物添加などを施し、吸水性樹脂組成物を得る方法。なお、界面活性剤および／または滑剤は、表面架橋剤を含む表面架橋剤溶液と同時に、表面架橋剤溶液と別にまたは混合して添加してもよいし、表面架橋剤溶液添加前に添加してもよいし、表面架橋剤溶液添加後加熱前に添加してもよいし、表面架橋液添加後であって加熱中または加熱後に添加してもよい。

30

3. 表面架橋後の任意の段階、例えば、表面架橋後添加剤添加工程前、添加剤添加工程中、添加剤添加工程後に界面活性剤および／または滑剤を添加し、必要に応じて添加物添加などを施し、吸水性樹脂組成物を得る方法。

4. 吸水性樹脂粒子に界面活性剤および／または滑剤を添加し、攪拌しながら加熱して界面活性剤および／または滑剤を溶解させた後に、冷却して吸水性樹脂組成物を製造する方法。

40

## 【0105】

上述した工程の中でも、界面活性剤および／または滑剤の添加は、重合工程またはゲル粉碎工程において、含水ゲル状架橋重合体の少なくとも一部が粒子状となった時から表面架橋工程の終了時の間において行うことが好ましく、粉碎工程終了時から表面架橋工程の終了時の間において行うことがより好ましく、分級工程終了時から表面架橋工程の終了時の間において行うことが特に好ましい。すなわち、上述の例の中では2が最も好ましい。上述の段階において界面活性剤および／または滑剤を添加することにより、キレート剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量(CRC)を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性を得られる。

50

## 【0106】

また、界面活性剤および／または滑剤の添加と、後述するキレート剤の添加は、同時に行ってもよいし、異なる時点で行ってもよい。界面活性剤および／または滑剤の添加と、後述するキレート剤の添加とは、上述した界面活性剤および／または滑剤の添加の時期と、後述するキレート剤の添加の時期との任意の組合せで有りうる。中でも界面活性剤および／または滑剤の添加は、キレート剤の添加よりも前に行うことがより好ましい。このような順序で添加することにより、高い遠心分離機保持容量（CRC）を有する吸水性樹脂組成物においても、より十分な耐尿性を得ることが可能となる。

## 【0107】

界面活性剤および／または滑剤の添加の時期と、キレート剤の添加の時期との組合せとしては、（i）重合工程またはゲル粉碎工程において、含水ゲル状架橋重合体の少なくとも一部が粒子状となった時から表面架橋工程の終了時の間において界面活性剤および／または滑剤を添加し、その後であって、重合工程終了時から添加物添加工程の終了時の間においてキレート剤を添加することが好ましく、（ii）分級工程終了時から表面架橋工程の終了時の間において界面活性剤および／または滑剤を添加し、その後にキレート剤を添加することがより好ましく、（iii）分級工程終了時から表面架橋工程の終了時の間において界面活性剤および／または滑剤を添加し、その後であって、表面架橋工程終了後にキレート剤を添加することが更に好ましい。前記（iii）の一態様としては、表面架橋工程において表面架橋剤と界面活性剤および／または滑剤とを含む表面処理液として、界面活性剤および／または滑剤を添加し、その後添加剤添加工程において水及び必要に応じて添加剤とともにキレート剤を添加することも好ましい。このことにより、高い遠心分離機保持容量（CRC）を有する吸水性樹脂組成物においても、十分な耐尿性が得られる。

## 【0108】

## 〔3〕キレート剤

本発明の一実施形態に用いられるキレート剤としては、例えば、アミノカルボン酸およびその塩、ポリカルボン酸およびその誘導体、（ポリ）リン酸およびその誘導体、N-アシル化グルタミン酸およびN-アシル化アスパラギン酸およびそれらの塩、 $\beta$ -ジケトン誘導体、トロポロン誘導体、有機リン酸化合物などを挙げることができる。

## 【0109】

アミノカルボン酸およびその塩としては、ジヒドロキシエチルグリシン、イミノジ酢酸、ヒドロキシエチルイミノジ酢酸、ジヒドロキシエチルグリシン、ニトリロトリ酢酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、ジエチレントリアミンペンタ酢酸、トリエチレントトラアミンヘキサ酢酸、シクロヘキサノー1, 2-ジアミンテトラ酢酸、N-ヒドロキシエチルエチレンジアミントリ酢酸、エチレングリコールジエチルエーテルジアミンテトラ酢酸、エチレンジアミンテトラプロピオン酸、N-アルキル-N'-カルボキシメチルアスパラギン酸、N-アルケニル-N'-カルボキシメチルアスパラギン酸、およびこれらのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩またはアミン塩が挙げられる。中でもカルボキシル基を3個以上有するアミノカルボン酸およびその塩がキレート能の点で好ましい。

## 【0110】

ポリカルボン酸およびその誘導体としては、コハク酸、ポリアクリル酸、クエン酸モノアルキルアミド、クエン酸モノアルケニルアミド、マロン酸モノアルキルアミド、マロン酸モノアルケニルアミド、およびこれらのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩またはアミン塩が挙げられる。

## 【0111】

（ポリ）リン酸およびその誘導体としては、ヘキサメタリン酸、メタリン酸、トリポリリン酸、リン酸アルキルエステル、リン酸アルケニルエステルおよびこれらのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩またはアミン塩が挙げられる。

## 【0112】

N-アシル化グルタミン酸およびN-アシル化アスパラギン酸およびそれらの塩として

10

20

30

40

50

は、例えば（株）味の素より市販されているアミソフトHS-11およびGS-11などが挙げられる。

【0113】

β-ジケトン誘導体としては、アセチルアセトン、ベンゾイルアセトンなどが挙げられる。

【0114】

トロポロン誘導体としてはトロポロン、β-ツヤプリシン、γ-ツヤプリシンなどが挙げられる。

【0115】

有機リン酸化合物としては、エチリデンホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、アミノトリメチレンホスホン酸、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）、ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）などを挙げることができる。特に好ましいものは1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）およびジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）である。塩として好ましいものとしては、Na塩、K塩などのアルカリ金属塩、アンモニウム塩、アミン塩を挙げることができる。これらの化合物は、金属封鎖剤の一種として知られているものである。

【0116】

これらキレート剤の中でも好ましくはカルボキシル基を3個以上有するアミノカルボン酸およびその塩であり、中でもジエチレントリアミンペンタ酢酸、トリエチレントetraアミンヘキサ酢酸、シクロヘキサン-1, 2-ジアミノテトラ酢酸、N-ヒドロキシエチルエチレンジアミントリ酢酸およびそれらの塩が、耐尿性の点で最も好ましい。

【0117】

本発明の一実施形態において前記キレート剤の使用量は、吸水性樹脂組成物100質量部に対して0.0001質量部～1.0質量部、より好ましくは0.0005質量部～0.1質量部、さらに好ましくは0.001質量部～0.05質量部、特に好ましくは0.005質量部～0.03質量部、より特に好ましくは0.008質量部～0.03質量部、最も好ましくは0.01質量部～0.03質量部の範囲である。使用量が1.0量部以下であるならば、界面活性剤および／または滑剤との併用により、十分な耐尿性の効果を得ることができ、経済的となる上に、十分な吸収量を得られる。また、0.0001質量部以上であるならば、耐尿性向上の効果が得られる。

【0118】

前記キレート剤の添加は、吸水性樹脂が粒子状であるならば、任意の段階で行うことができる。すなわち、後述する吸水性樹脂組成物の製造工程の中では、重合工程またはゲル粉碎工程において、含水ゲル状架橋重合体の少なくとも一部が粒子状となった時以降の任意の段階において、前記キレート剤は添加されうる。前記キレート剤は、重合工程終了時から添加物添加工程の終了時の間において行われることがより好ましい。かかる段階において、キレート剤を添加することにより、界面活性剤および／または滑剤も吸水性樹脂粒子に添加する場合に、高い遠心分離機保持容量（CRC）を有する吸水性樹脂組成物（例えば、CRCが35 g/g以上）においても、十分な耐尿性が得られる。

【0119】

上述の条件を満たす段階の中でも、キレート剤は、分級工程の終了時から添加剤添加工程終了時までの間に添加することがより好ましく、表面架橋工程中又は表面架橋工程終了後に添加することがさらに好ましく、表面架橋終了時から添加剤添加工程終了時までの間に添加することが特に好ましく、添加剤添加工程において添加することが最も好ましい。これにより、前記キレート剤を前記吸水性樹脂粒子の表面近傍に局在させ、十分な耐尿性を得ることが可能になる。添加剤添加工程において前記キレート剤を添加する場合は、製造に必要な工程数を削減することができ、経済的である。なお、ここでいう分級工程とは、表面架橋工程前に行う分級工程をいい、より好ましくは、重合し、乾燥し、粉碎された吸水性樹脂粒子を表面架橋工程前に分級する工程である。

## 【0120】

キレート剤を添加剤添加工程において添加する場合は、表面架橋剤を用いて表面架橋された吸水性樹脂粒子に、例えば、水および前記キレート剤を噴霧するなどして添加することにより、耐尿性に優れた吸水性樹脂組成物を得ることができる。この場合、水の添加量は前記吸水性樹脂粒子100質量部に対し、0.1質量部～20質量部の範囲であり、より好ましくは0.1質量部～10質量部の範囲であり、さらに好ましくは0.2質量部～5質量部の範囲であり、特に好ましくは0.3質量部～3質量部の範囲である。水の添加量が0.1質量部未満ならば、吸水性樹脂粒子表面におけるキレート剤の分布が不均一となるため、好ましくない。また、水の添加量が20質量部を超える場合、キレート剤が吸水性樹脂粒子内部に浸透してしまうことにより、本発明の目的とする吸水性樹脂組成物が得られないために好ましくなく、加えて、吸水性樹脂粒子表面の表面架橋層が壊れてしまうためにも好ましくない。

10

## 【0121】

キレート剤および水と吸水性樹脂粒子との混合性を改善するため、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコールなどの親水性有機溶媒を併用することができる。また、シリカまたは酸化チタンなどの無機微粒子の添加剤を、事前にまたはキレート剤と同時に添加することもできる。

## 【0122】

キレート剤を添加する方法は特に制限されない。前記の方法以外には、例えば、キレート剤を吸水性樹脂粒子に添加した後に、必要に応じて添加剤とともに水を添加し造粒する方法などが挙げられる。

20

## 【0123】

キレート剤の添加を、吸水性樹脂粒子の表面架橋後に行うことにより、キレート剤を吸水性樹脂粒子の表面近傍に局在化させることができる。吸水性樹脂粒子の劣化は粒子表面から発生するため、キレート剤を前記吸水性樹脂粒子の表面近傍に配することが有用である。

## 【0124】

一方、吸水性樹脂粒子を形成し得る水溶性単量体を重合する際に前記キレート剤を加えると、前記キレート剤の存在下に前記単量体の重合を行うことにより前記単量体の重合が阻害され、吸収性能に優れた吸水性樹脂粒子が得られなくなる虞がある。また、重合中にキレート剤がキレート能を失活させる虞がある。更に、重合時に前記キレート剤を加えるとキレート剤が粒子内部にも存在するため、同量のキレート剤を粒子形成後に添加した場合と比較すると、耐尿性向上の効果が低くなる虞がある。

30

## 【0125】

## 〔4〕吸水性樹脂組成物の製造方法

本発明の一実施形態に係る遠心分離機保持容量（CRC）が35 g/g以上である吸水性樹脂組成物の製造方法では、好ましくは、吸水性樹脂粒子に、界面活性剤および／または滑剤とキレート剤とを添加する。

## 【0126】

ここで、吸水性樹脂粒子は、これに限定されるものではないが、重合工程で得られる含水ゲル状架橋重合体を、必要によりゲル粉碎し、乾燥し、必要により粉碎・分級して得られる、表面架橋されていない吸水性樹脂粒子（ベースポリマー）の遠心分離機保持容量（CRC）が35 g/g以上であることが好ましく、40 g/g以上であることがより好ましく、45 g/g以上であることがさらに好ましく、48 g/g以上であることが特に好ましい。CRCの上限は、他の物性（特に耐尿性）とのバランスから通常70 g/g以下が好ましく、60 g/g以下がさらに好ましい。

40

## 【0127】

なお、後述する表面架橋工程によって遠心分離機保持容量（CRC）が低下することがあり、その場合には表面架橋されていない吸水性樹脂粒子（ベースポリマー）の遠心分離機保持容量（CRC）を高めに調整すればよい。例えば、表面架橋によって遠心分離機保

50

持容量（CRC）が10 g/g低下するのであれば、内部架橋剤量の調整によって表面架橋前の吸水性樹脂粒子の遠心分離機保持容量（CRC）を45 g/g以上としておけば、表面架橋後の吸水性樹脂粒子の遠心分離機保持容量（CRC）を35 g/g以上に調整する事ができる。

#### 【0128】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法で用いる吸水性樹脂粒子の製造方法は、以下の重合工程、ゲル粉碎工程、乾燥工程、粉碎工程、分級工程、表面架橋工程、添加剤添加工程、および、必要に応じて微粉除去工程を含み得る。

#### 【0129】

前記吸水性樹脂粒子は、内部架橋剤の存在下に不飽和カルボン酸を含む単量体成分を重合して得られる吸水性樹脂粒子の表面近傍を、架橋処理して得られる。内部架橋剤を用いることで、膨潤ゲルが劣化雰囲気さらされた場合に、ゲル内部からの可溶分の溶出を抑制することができる。造粒により、吸水性樹脂粒子の平均粒径が大きくなり、また吸湿流動性も改善され取り扱いやすくなる。

#### 【0130】

##### （4-1）重合工程

本工程は、不飽和単量体を含む水溶液を重合して、含水ゲル状架橋重合体（以下、「含水ゲル」と称する）を得る工程である。

#### 【0131】

##### （不飽和単量体（架橋剤を除く））

吸水性樹脂としては、例えば、ポリアクリル酸（塩）系架橋重合体、デンプン-アクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物、デンプン-アクリル酸グラフト重合体、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体のケン化物、アクリロニトリル共重合体もしくはアクリルアミド共重合体の加水分解物、またはこれらの架橋体、カルボキシル基含有架橋ポリビニルアルコール変性物および架橋イソブチレン-無水マレイン酸共重合体などを挙げることができる。これらの重合体の1種を用いてもよく、2種以上を併用することもできる。このため、吸水性樹脂を得るために用いる不飽和単量体としては、所望する物性を得ることができる単量体を選択すればよい。なお、得られる吸水性樹脂の物性の観点から、吸水性樹脂としては、ポリアクリル酸（塩）系架橋重合体（同義語：ポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂）を用いることが特に好ましい。

#### 【0132】

ポリアクリル酸（塩）系架橋重合体を用いる場合、不飽和単量体として、アクリル酸（塩）を主成分として使用すればよいが、アクリル酸（塩）以外の単量体（以下、「他の単量体」と称する）を共重合成分として用いてもよい。これによって、最終的に得られる吸水性樹脂組成物に対して、抗菌および消臭などの吸水性能とは別の性能を与えることができ、吸水性樹脂組成物をより安価に製造することができる。このようなポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂は任意にグラフト成分（例えば、澱粉、ポリビニルアルコールなど）を好ましくは0質量%以上50質量%以下、より好ましくは0質量%以上40質量%以下で含んでいてもよく、かかるグラフト重合体もポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂と総称する。

#### 【0133】

他の単量体としては、特に限定されないが、例えば、メタクリル酸、（無水）マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イタコン酸、ビニルスルホン酸、2-（メタ）アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、（メタ）アクリロキシアлкァンズルホン酸およびそのアルカリ金属塩またはアンモニウム塩、N-ビニル-2-ピロリドン、N-ビニルアセトアミド、（メタ）アクリルアミド、N-イソプロピル（メタ）アクリルアミド、N、N-ジメチル（メタ）アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、メトキシポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、イソブチレンおよびラウリル（メタ）アクリレートなどの水溶性または疎水性の不飽和単量体を挙げることができる。

## 【0134】

上述した他の単量体の使用量は、不飽和単量体全体の総モル数に対して、0～50モル%、好ましくは0～30モル%、より好ましくは0～10モル%、さらに好ましくは0～5モル%である。換言すれば、主成分としてのアクリル酸（塩）の使用量は、70モル%～100モル%が好ましく、90モル%～100モル%がより好ましく、95モル%～100モル%がさらに好ましいが、得られる吸水性樹脂組成物の吸水性能（AAPなど）の観点から実質的に100モル%が最も好ましい。

## 【0135】

なお、不飽和単量体（上述の他の単量体を含む）として、酸基を有する単量体を用いる場合、該不飽和単量体の塩として、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩またはアンモニウム塩を用いればよい。これらのうち、得られる吸水性樹脂組成物の性能、並びに、不飽和単量体塩の工業的な入手容易性および安全性などの観点から一価塩、特に一価金属塩、なかでもナトリウム塩およびカリウム塩を用いることが好ましい。

10

## 【0136】

また、不飽和単量体としてアクリル酸（塩）を用いる場合、アクリル酸とアクリル酸塩との合計のモル数に対し、（i）アクリル酸は0～50モル%含まれ、アクリル酸塩は50モル%～100モル%（ただし、両者の合計は100モル%以下。以下本段落において同様）含まれることが好ましく、（ii）アクリル酸は10モル%～40モル%含まれ、アクリル酸塩は60モル%～90モル%含まれることがより好ましく、（iii）アクリル酸は20モル%～30モル%、アクリル酸塩は70モル%～80モル%含まれることが更に好ましい。すなわち、アクリル酸およびアクリル酸塩の合計量に対するアクリル酸塩のモル比である「中和率」は、50モル%～100モル%が好ましく、60モル%～90モル%がより好ましく、70モル%～80モル%が更に好ましい。

20

## 【0137】

アクリル酸塩を形成するには、重合前の単量体状態でのアクリル酸を中和する、重合途中または重合後に重合体の状態で中和する、あるいは、これらの操作を併用することが挙げられる。また、アクリル酸およびアクリル酸塩を混合することで、アクリル酸（塩）を形成してもよい。

## 【0138】

（内部架橋剤）

30

本発明の一実施形態における吸水性樹脂は、水膨潤性および水不溶性を有していれば、内部架橋構造を有していると考えることができる。従って、内部架橋剤を用いずに不飽和単量体の自己架橋によって得られるものであってもよいが、好ましくは、不飽和単量体と内部架橋剤とを共重合または反応させて得られるものがよい。なお、該内部架橋剤としては、一分子内に2以上の重合性不飽和基および2以上の反応性基を有するものが挙げられる。

## 【0139】

内部架橋剤として具体的には、N，N'-メチレンビス（メタ）アクリルアミド、（ポリ）エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、（ポリ）プロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、グリセリントリ（メタ）アクリレート、グリセリンアクリレートメタクリレート、エチレンオキシサイド変性トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールヘキサ（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、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、ポリ（メタ）アリロキシアルカン、（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレンジアミン、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ポリエチレンジイミンおよびグリシジル（メタ）アクリレートなどを挙げることができる。

40

## 【0140】

これらの内部架橋剤は1種のみを単独で用いてもよく、適宜2種類以上を混合して用い

50

てもよい。また、内部架橋剤は、反応系に一括して添加してもよく、分割して添加してもよい。さらに最終的に得られる吸水性樹脂組成物の吸水性能などを考慮して、2以上の重合性不飽和基を有する内部架橋剤を重合時に用いることが好ましい。

#### 【0141】

内部架橋剤の使用量は、吸水性樹脂の良好な物性を得る観点から、架橋剤を除く単量体に対して、0.0005モル%～0.5モル%が好ましく、0.001モル%～0.3モル%がより好ましく、0.005モル%～0.2モル%がさらに好ましく、0.007モル%～0.1モル%が特に好ましく、0.005モル%～0.05モル%が最も好ましい。内部架橋剤の使用量は少ないほど遠心分離機保持容量（CRC）は上昇する傾向にあり、0.0005モル%～0.5モル%である場合、吸水性樹脂粒子および吸水性樹脂組成物の遠心分離機保持容量（CRC）が35g/g以上となる吸水性能が得られるため、好ましい。

10

#### 【0142】

内部架橋剤を用いて、内部架橋構造を吸水性樹脂内部に導入する場合には、内部架橋剤を、不飽和単量体の重合前もしくは重合途中、または重合後、あるいは中和後に反応系に添加するようにすればよい。

#### 【0143】

（重合開始剤）

重合工程において使用される重合開始剤は、重合形態によって適宜選択され、特に限定されないが、例えば、光分解型重合開始剤、熱分解型重合開始剤およびレドックス系重合開始剤などを例示することができる。

20

#### 【0144】

光分解型重合開始剤として、例えば、ベンゾイン誘導体、ベンジル誘導体、アセトフェノン誘導体、ベンゾフェノン誘導体、アゾ化合物などが挙げられる。また、熱分解型重合開始剤としては、例えば、過硫酸塩（過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム）、過酸化物（過酸化水素、*t*-ブチルパーオキシド、メチルエチルケトンパーオキシド）、アゾ化合物（2,2'-アゾビス（2-アミジノプロパン）ジヒドロクロリド、および、2,2'-アゾビス〔2-（2-イミダゾリン-2-イル）プロパン〕ジヒドロクロリドなど）などを例示することができる。また、レドックス系重合開始剤としては、過硫酸塩や過酸化物と、L-アスコルビン酸または亜硫酸水素ナトリウムなどの還元性化合物とを組み合わせた系を例示することができる。また、光分解型開始剤と熱分解型重合開始剤とを併用することも、好ましい形態として挙げるることができる。

30

#### 【0145】

これらの重合開始剤の使用量は、単量体に対して、0.001モル%～2モル%が好ましく、0.01モル%～0.1モル%がより好ましい。重合開始剤の使用量が0.001モル%以上であることにより、残存モノマー量を増加させるおそれがない。重合開始剤の使用量が2モル%を超えないことにより、重合の制御が困難とならない。

#### 【0146】

（重合方法）

本工程において適用される重合方法としては、特に限定されないが、吸水特性や重合制御の容易性等の観点から、好ましくは気相噴霧重合、気相液滴重合、水溶液重合、逆相懸濁重合、より好ましくは水溶液重合、逆相懸濁重合、更に好ましくは水溶液重合が挙げられる。中でも、連続水溶液重合が特に好ましく、連続ベルト重合、連続ニーダー重合の何れでも適用される。

40

#### 【0147】

具体的な重合形態として、連続ベルト重合は米国特許第4893999号、同第6241928号、米国特許出願公開第2005/0215734号等に、連続ニーダー重合は米国特許第6987151号、同第6710141号等に、それぞれ開示されている。これらの連続水溶液重合を採用することで、吸水性樹脂の生産効率が向上する。

#### 【0148】

50

不飽和単量体を水溶液重合する場合、該水溶液中の単量体濃度としては、水溶液の温度および単量体の種類によって決まり、特に限定されるものではないが、10質量%～70質量%が好ましく、20質量%～60質量%がより好ましい。

#### 【0149】

不飽和単量体の重合は、重合開始剤の添加、紫外線、電子線もしくはγ線などの活性エネルギー線の照射、またはこれらの併用によって開始する。なお、重合反応における反応温度としては、使用する重合開始剤および活性エネルギー線の種類に応じて適宜選択すればよく、特に限定されないが、15℃～130℃が好ましく、20℃～120℃がより好ましい。上述の好ましい範囲にあることにより、得られる吸水性樹脂の残存モノマー量が増加したり、自己架橋反応が過度に進行したりせず、吸水性樹脂の吸水性能が低下するお

10

#### 【0150】

なお、逆相懸濁重合とは、単量体水溶液を疎水性有機溶媒に懸濁させて重合を行う方法であって、例えば、米国特許第4093776号、同第4367323号、同第4446261号、同第4683274号および同第5244735号などに開示されている。

#### 【0151】

また、水溶液重合とは、分散溶媒を用いずに単量体水溶液を重合する方法であって、例えば、米国特許第4625001号、同第4873299号、同第4286082号、同第4973632号、同第4985518号、同第5124416号、同第5250640号、同第5264495号、同第5145906号、同第5380808号など、欧州

20

#### 【0152】

したがって、不飽和単量体および重合開始剤などを各特許文献に開示された重合方法に適用することで、吸水性樹脂を得ることができる。

#### 【0153】

##### (4-2) ゲル粉碎工程

本工程は、重合工程で得られた含水ゲルを、例えば、ニーダー、ミートチョッパー等のスクリー押し機、カッターミル等のゲル粉碎機でゲル粉碎し、粒子状の含水ゲルを得る工程である。本明細書においては、かかる粒子状の含水ゲルも「吸水性樹脂粒子」の一形態とする。なお、前記重合工程がニーダー重合の場合、重合工程とゲル粉碎工程が同時に実施されている。また、気相重合や逆相懸濁重合等、粒子状含水ゲルが重合過程で直接得られる場合には、該ゲル粉碎工程が実施されないこともある。

30

#### 【0154】

前記以外のゲル粉碎条件や形態については、国際公開第2011/126079号に開示される内容が、本発明に好ましく適用される。本明細書においては、ゲル粉碎工程を後述する乾燥工程の前に記載しているが、乾燥工程の後に行ってもよい。

#### 【0155】

##### (4-3) 乾燥工程

本工程は、前記重合工程及び／又はゲル粉碎工程で得られた含水ゲルを乾燥させて乾燥重合体を得る工程である。

40

#### 【0156】

乾燥は、目的の含水率とすることができれば、特に限定されず、種々の手法を採用することができる。具体的には、加熱乾燥、熱風乾燥、減圧乾燥、赤外線乾燥、マイクロ波乾燥、疎水性有機溶媒との共沸による脱水、および、高温の水蒸気を用いた高湿乾燥などを用いればよい。これらの中で熱風乾燥を行う場合、その熱風温度としては、通常60℃～250℃であり、好ましくは100℃～220℃、より好ましくは120℃～200℃である。また、乾燥時間としては、含水ゲルの表面積および含水率並びに乾燥装置の種類に依存するため、目的とする含水率となるように、例えば、1分間～5時間の範囲内で適宜

50

選択すればよい。

#### 【0157】

なお、逆相懸濁重合によって得られる含水ゲルは、特にゲル粉碎処理を行うことなく、以下の手順で乾燥することができる。すなわち、例えば、ヘキサンなどの炭化水素系の有機溶媒中に含水ゲルを分散させた状態で共沸脱水をし、含水ゲルの含水率を40質量%以下、好ましくは30質量%以下とする。その後、デカンテーションまたは、蒸発によって、有機溶媒と含水ゲルとを分離することで、吸水性樹脂粒子が得られる。したがって、重合工程を逆相懸濁重合により行う場合は、乾燥処理の終了した時点で粒子状の吸水性樹脂が得られることになり、以降の任意の段階でキレート剤を添加してよい。この場合でも、必要に応じてさらに乾燥処理を行ってもよい。なお、これら乾燥工程中に、乾燥と同時に表面架橋を行ってもよい。

10

#### 【0158】

乾燥工程後の含水率は、乾燥減量（粉末または粒子1gを180℃で3時間加熱することを乾燥の条件とする）から求められ、乾燥後の樹脂固形分（100－含水率により求められる）は、好ましくは80質量%以上、より好ましくは85～99質量%、さらに好ましくは90～98質量%の範囲に調整され、乾燥重合体を得ることができる。

#### 【0159】

##### （4－4）粉碎工程、分級工程

本工程は、乾燥工程で得られた乾燥重合体を、粉碎および／または分級して、所定範囲の粒度に調整（分級工程）された吸水性樹脂粒子を得る工程であり、粉碎工程後に得られる吸水性樹脂粒子を粉碎物と称することもある。

20

#### 【0160】

なお、逆相懸濁重合においては、分散重合時に粒子径の制御が行われるため、粉碎工程は任意であるが、必要により、粉碎または凝集物の解砕（凝集をほぐす操作）を行ってもよい。また、水溶液重合においても、重合時および重合後のゲル細分化の程度によって、乾燥後の粉碎工程を省略することも可能ではあるが、さらに粉碎および分級を行うことが好ましい。

#### 【0161】

すなわち、乾燥工程で得られた乾燥重合体を、そのまま吸水性樹脂とすることもできるが、本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物を得るため、好ましくは粉碎および分級によって、特定粒度に調整することが好ましい。粒度調整は、本粉碎工程および分級工程に限らず、重合工程、微粉回収工程および造粒工程などで適宜実施することができる。本発明一実施形態における分級工程での粒度調整方法としては、特に限定されないが、例えば、JIS標準篩（JIS Z 8801-1（2000））を用いた篩分級や気流分級等が挙げられる。

30

#### 【0162】

本発明の一実施形態においては、本工程で得られる吸水性樹脂粒子（ベースポリマー）は、重量平均粒子径（D50）として、好ましくは200μm～600μm、より好ましくは250μm～550μm、更に好ましくは300μm～500μm、特に好ましくは350μm～450μmである。また、粒子径150μm未満の粒子の割合は、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5質量%以下、更に好ましくは1質量%以下、特に好ましくは0.5質量%以下であり、粒子径850μm以上の粒子の割合は、好ましくは5質量%以下、より好ましくは3質量%以下、更に好ましくは1質量%以下、特に好ましくは0.5質量%以下である。なお、これらの粒子の割合の下限值としては、何れの場合も少ないほど好ましく、0質量%が望まれるが、0.1質量%程度でもよい。更に、粒度分布の対数標準偏差（σ<sub>z</sub>）は、好ましくは0.20～0.50、より好ましくは0.25～0.40、更に好ましくは0.27～0.35である。なお、これらの粒度は、米国特許第7638570号やEDANA ERT420.2-02に開示されている測定方法に準じて、標準篩を用いて測定される。

40

#### 【0163】

50

上述した粒度は、本発明の一実施形態において得られる吸水性樹脂組成物についても適用される。そのため、吸水性樹脂組成物において、前記範囲の粒度を維持するように、表面架橋処理されることが好ましく、表面架橋処理後に、整粒工程を設けて粒度調整されることがより好ましい。

#### 【0164】

また、前記した表面架橋処理後の整粒工程において、微粉（粒子径150 μm未満の粒子）を分級にて除くことが好ましい。オムツ中の吸水性樹脂組成物の微粉量が多いと、オムツ使用時にゲルオンスキン等の問題が起こる可能性があり、好ましくない。

#### 【0165】

尚、吸水性樹脂組成物製造工程中の吸水性樹脂粒子の輸送方法としては、バケットコンベア、パネコンベア、空気輸送等の手法が挙げられるが、メンテナンスの負荷が低いこと、管路の制約が少ないことから空気輸送が好ましく、更には管の摩耗や粒体の破碎を防止するという点から低速プラグ式高濃度空気輸送が好ましい。

#### 【0166】

##### （４－５）表面架橋工程

上述した工程を経て得られる吸水性樹脂粒子は、さらに、該吸水性樹脂粒子の表面に架橋処理を施すことによって、表面近傍の架橋密度を高めて、吸水性樹脂の諸物性の改良を行うことが好ましい。

#### 【0167】

以下、吸水性樹脂組成物の製造方法において、好適に使用される表面架橋組成（表面架橋原料）について述べる。

#### 【0168】

吸水性樹脂組成物の製造方法において、上述の表面架橋工程で使用される表面架橋剤としては、得られる吸水性樹脂粒子の物性を良好なものとするものであれば、特に限定されないが、多価アルコール化合物、エポキシ化合物、多価アミン化合物、多価アミン化合物とハロエポキシ化合物との縮合物、オキサゾリン化合物、モノオキサゾリジノン化合物、ジオキサゾリジノン化合物、ポリオキサゾリジノン化合物、多価金属塩およびアルキレンカーボネート化合物などから選択される１種または２種以上を併用することが好ましい。

#### 【0169】

より具体的には、米国特許第6228930号、同第6071976号および同第6254990号などに開示されている表面架橋剤を用いることができる。すなわち、モノエチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、モノプロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、ジプロピレングリコール、2,3,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、2-ブテン-1,4-ジオール、1,4-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオールおよび1,2-シクロヘキサンジメタノールなどの多価アルコール化合物；エチレングリコールジグリシジルエーテルおよびグリシドールなどのエポキシ化合物；エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリエチレンイミンおよびポリアミドポリアミンなどの多価アミン化合物；エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリンおよびα-メチルエピクロロヒドリンなどのハロエポキシ化合物；多価アミン化合物とハロエポキシ化合物との縮合物；2-オキサゾリジノンなどのオキサゾリジノン化合物；並びにエチレンカーボネートなどのアルキレンカーボネート化合物などを挙げることができる。

#### 【0170】

また、表面架橋剤に加えて、イオン結合性表面架橋剤、多価金属塩およびポリアミンポリマーを使用してもよい。また、有機表面架橋剤以外に無機表面架橋剤を使用して通液性などを向上させてもよい。使用される無機表面架橋剤は2価以上、好ましくは3価もしくは4価の多価金属の塩（有機塩もしくは無機塩）または水酸化物が例示できる。使用できる多価金属としてはアルミニウムおよびジルコニウムなどが挙げられ、アルミニウムと

10

20

30

40

50

しては、乳酸アルミニウムおよび硫酸アルミニウムが挙げられる。

【0171】

また、後述のように、好ましくは、本発明の吸水性樹脂組成物は多価金属塩および／または無機微粒子をさらに含んでいる。一方、本発明の一実施形態に係る製造方法において、好ましくは、多価金属塩および／または無機微粒子は、表面架橋と同時にまたはその前後に、吸水性樹脂に添加される。より好ましくは、前記多価金属塩および／または無機微粒子は、吸水性樹脂粒子の表面近傍に分布するように添加される。

【0172】

これらの表面架橋剤のうち、吸水性樹脂粒子の各種特性をできるだけ良好なものとするために、共有結合性の表面架橋剤が好ましく、表面架橋時の含水率低下を防ぐために（かつ、吸水性樹脂の耐衝撃安定性を高めるために）、低温で反応可能なエポキシ化合物、ハロエポキシ化合物およびオキサゾリジノン化合物が好ましく、少なくとも、エポキシ化合物およびハロエポキシ化合物のいずれか一方を用いることがさらに好ましく、エポキシ化合物を用いることが特に好ましい。

【0173】

なお、アルキレンカーボネートおよび多価アルコールから選ばれる脱水反応性表面架橋剤を使用して高温で表面架橋を行う場合、表面架橋後に適宜水をさらに添加して後述の含水率に調整する。脱水反応性表面架橋剤に多価アルコールを使用する場合は、当該多価アルコールとして、炭素数2～10、好ましくは炭素数3～8の多価アルコールを用いることが好ましい。

【0174】

表面架橋剤の使用量は、用いる表面架橋剤の種類、および、吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤との組み合わせなどにもよるが、吸水性樹脂粒子100質量部に対して、0.001質量部～10質量部が好ましく、0.01質量部～5質量部がより好ましく、0.05質量部～2質量部が更に好ましく、0.1質量部～1質量部が特に好ましい。表面架橋剤の使用量が少ない場合、遠心分離機保持容量（CRC）は、表面架橋剤の使用量が多い場合と比較して上昇する傾向にある。前記範囲で表面架橋剤を使用するならば、遠心分離機保持容量（CRC）が35 g/g以上である吸水性樹脂組成物を得ることができる。

【0175】

表面架橋処理に際しては、表面架橋剤とともに、水を用いることが好ましい。このときに使用される水の量は、使用する吸水性樹脂の含水率にもよるが、通常、吸水性樹脂100質量部に対して、0.1質量部～20質量部、好ましくは0.5質量部～10質量部、更に好ましくは1質量部～5質量部の水を用いることが好ましい。

【0176】

表面架橋剤またはその水溶液を混合する際には、親水性有機溶媒または第三物質を混合助剤として用いてもよい。

【0177】

親水性有機溶媒を用いる場合には、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、イソブチルアルコールおよびt-ブチルアルコールなどの低級アルコール類；アセトンなどのケトン類；ジオキサン、テトラヒドロフランおよびメトキシ（ポリ）エチレングリコールなどのエーテル類；ε-カプロラクタムおよびN,N-ジメチルホルムアミドなどのアミド類；ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド類；並びに、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、1,3-プロパンジオール、ジプロピレングリコール、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、2-ブテン-1,4-ジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,2-シクロヘキサジメタノール、1,2-シクロヘキサノール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレン、オキシエチレン-オ

10

20

30

40

50

キシプロピレンブロック共重合体、ペンタエリスリトールおよびソルビトールなどの多価アルコールなどが挙げられる。

#### 【0178】

なお、多価アルコールは、吸水性樹脂と反応する条件の場合、表面架橋剤に分類され、反応しない場合、親水性有機溶媒に分類される。反応の有無は多価アルコールの残存量またはエステル（IR分析などにより検出できる）の増加で容易に判別できる。

#### 【0179】

親水性有機溶媒の使用量は、吸水性樹脂の種類、粒径および含水率などにもよるが、吸水性樹脂組成物100質量部に対して、10質量部以下が好ましく、0.1質量部～5質量部がより好ましい。また、第三物質として、欧州特許第0668080号明細書に示された無機酸、有機酸またはポリアミノ酸などを存在させてもよい。これらの混合助剤は表面架橋剤として作用させてもよいが、表面架橋後の吸水性樹脂の吸水性能を低下させないものが好ましい。特に沸点が150℃未満の揮発性アルコール類は表面架橋処理時に揮発してしまうので、残存物が残存せず望ましい。

#### 【0180】

吸水性樹脂と表面架橋剤とをより均一に混合するため、非架橋性の水溶性無機塩基類（好ましくは、アルカリ金属塩、アンモニウム塩、アルカリ金属水酸化物、および、アンモニアまたはその水酸化物）、または、非還元性アルカリ金属塩pH緩衝剤（好ましくは炭酸水素塩、リン酸二水素塩またはリン酸水素塩など）を、吸水性樹脂と表面架橋剤とを混合する際に共存させてもよい。これらの使用量は、吸水性樹脂の種類および粒径などにもよるが、吸水性樹脂組成物100質量部に対して、0.005質量部～10質量部が好ましく、0.05質量部～5質量部がより好ましい。

#### 【0181】

（表面架橋剤の添加方法）

表面架橋剤の添加は、種々の手法で行うことができる。例えば、吸水性樹脂が水溶液重合で得られる場合には、乾燥工程中または乾燥工程後の吸水性樹脂に、表面架橋剤を必要に応じて水および／または親水性有機溶媒と予め混合して、吸水性樹脂に滴下混合する方法が好ましく、噴霧する方法がより好ましい。噴霧される液滴の大きさは、平均液滴径として0.1μm～300μmが好ましく、1μm～200μmがより好ましい。

#### 【0182】

本発明の一実施形態に係る製造方法において、界面活性剤および／または滑剤の添加は、上述の手法に伴って行うことが好ましい。界面活性剤および／または滑剤は、表面架橋剤と同時に添加されてもよく、表面架橋剤とは別途添加されてもよい。前記の段階で界面活性剤および／または滑剤を添加することにより、キレート剤との併用により、高い遠心分離機保持容量（CRC）の吸水性樹脂の使用と、十分な耐尿性の付与とを好適に両立させることができる。

#### 【0183】

吸水性樹脂、表面架橋剤、水および親水性有機溶媒を混合する際に用いられる混合装置としては、これらの化合物を均一にかつ確実に混合するために、大きな混合力を備えているものが好ましい。このような混合装置としては、例えば、円筒型混合機、二重壁円錐型混合機、高速攪拌型混合機、V字型混合機、リボン型混合機、スクリュウ型混合機、双腕型ニーダー、粉碎型ニーダー、回転式混合機、気流型混合機、タービュライザー、バッチ式レディゲミキサーおよび連続式レディゲミキサーなどが好適に用いられる。なお、これらの混合装置はキレート剤、その他、後述の添加剤（多価金属塩、無機微粒子、水、制ダスト剤など）の混合にも使用できる。これらの添加剤は、表面架橋剤と同時に混合してもよく、表面架橋剤と別途に混合してもよい。

#### 【0184】

表面架橋剤と吸水性樹脂とを混合した後、好ましくは加熱処理が施される。加熱処理を行う際の条件として、吸水性樹脂の温度または加熱処理に用いる熱媒体の温度が、好ましくは60～250℃であり、より好ましくは100℃～230℃、さらに好ましくは15

10

20

30

40

50

0℃～200℃である。また、加熱処理の加熱時間は、好ましくは1分間～2時間の範囲である。加熱温度は低いほど、加熱時間は短いほど、得られる吸水性樹脂の遠心分離機保持容量（CRC）は、加熱温度が高い場合、加熱時間が長い場合と比較して上昇する傾向にある。加熱温度と加熱時間との組み合わせの好適例として、200℃で0.1時間～1.0時間、180℃で0.2時間～2.0時間を挙げることができる。このような例によれば、遠心分離機保持容量（CRC）が35g/g以上である吸水性樹脂組成物を作製することができる。

#### 【0185】

なお、表面架橋剤にアルキレンカーボネートまたは多価アルコールを使用する場合は、吸水性樹脂の温度または加熱処理に用いる熱媒体の温度が、好ましくは100～250℃であり、より好ましくは150～250℃、さらに好ましくは170～210℃であるとよい。表面架橋剤にアルキレンカーボネートまたは多価アルコールを使用し、該温度範囲で加熱する場合は、表面架橋後、後述する吸水性樹脂組成物の含水率に調整する。

10

#### 【0186】

また、表面架橋剤と吸水性樹脂との混合物を加熱する際には、混合物を静置状態で加熱してもよく、攪拌等の混合手段を用いて過熱してもよいが、該混合物全体にわたって均一に加熱できる点から、攪拌混合下で加熱することが好ましい。その中でも、バッチ式パドルミキサーや連続式パドルミキサーがより好ましく、連続式パドルミキサーが更に好ましい。

20

#### 【0187】

更に、吸水性樹脂が逆相懸濁重合で得られる場合には、重合終了後の共沸脱水途中および／または共沸脱水終了後などの、例えば、含水ゲルの含水率が50質量%以下、好ましくは40質量%以下、より好ましくは30質量%以下（下限は好ましくは5質量%以上、さらに好ましくは10質量%以上、特に好ましくは15質量%以上）であるときに、逆相懸濁重合で用いられる疎水性有機溶媒中に表面架橋剤、好ましくはグリシジルエーテル化合物を分散させることにより、表面架橋された吸水性樹脂を得ることができる。この場合、前記疎水性有機溶媒中に、界面活性剤および／または滑剤を含ませることが好ましい。

#### 【0188】

##### （4-6）添加剤添加工程

本工程は表面架橋後、表面架橋前または表面架橋中の吸水性樹脂、好ましくは表面架橋後の吸水性樹脂に種々の機能を与えるために、添加剤を添加する工程であり、一つまたは複数の工程から構成される。

30

#### 【0189】

添加剤としては、制ダスト剤、水、多価金属塩、無機微粒子、界面活性剤、香料、発泡剤、顔料、染料および肥料などの添加物を含有し、機能を付与したり高めたりするものであってもよい。付加機能としては、特に限定はされないが、例えば、吸水性樹脂組成物の搬送性、通液性、耐吸湿ブロッキング性、耐尿性、抗菌性、消臭性能、ダスト量低減といった機能が挙げられる。

#### 【0190】

好ましい実施形態において、本発明の吸水性樹脂組成物は、制ダスト剤を含んでいる。

40

#### 【0191】

他の好ましい実施形態において、本発明の吸水性樹脂組成物は、多価金属塩および／または無機微粒子を含んでいる。

#### 【0192】

さらに他の好ましい実施形態において、本発明の吸水性樹脂組成物は水を含んでいる。

#### 【0193】

そして、本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法は、これら添加剤の添加工程を含む。前記添加工程においては、粒子表面に添加剤を分布させることが好ましい。また、前記添加工程は、乾燥後の吸水性樹脂粒子に対して行われることが好ましい。

#### 【0194】

50

添加剤の量は、特に断りがない限り、表面架橋後の吸水性樹脂 100 質量%に対して 10 質量%未満、好ましくは 5 質量%未満、より好ましくは 1 質量%未満である。また、これらの添加剤の添加は、表面架橋工程と同時に、または別工程で行ってもよい。

#### 【0195】

本発明の一実施形態に係る製造方法において、キレート剤は添加剤添加工程において添加されることが好ましく、表面架橋後に行われる添加剤添加工程において添加されることがより好ましい。添加剤添加工程にキレート剤を添加することにより、キレート剤を吸水性樹脂の表面近傍に局在させ、劣化試験後の 1 時間溶出可溶分発生を防止する効果を十分に得ることができる。また、キレート剤以外の添加剤と同時に添加することも可能であり、この場合は製造工程数を削減することができるので、好ましい。

10

#### 【0196】

(4-7) 微粉および粉塵除去工程 (第二の分級工程)

本工程は、前記表面架橋工程の後に、更に分級工程 (換言すると、第二の分級工程) を設けて、吸水性樹脂の微粉および粉塵 (特に、目開き 150  $\mu\text{m}$  の分級網を通過できる吸水性樹脂粒子) の少なくとも一部を除去する工程のことを示す。

#### 【0197】

表面架橋前に行われる分級工程 (第 1 分級工程) において、吸水性樹脂の微粉および粉塵を除去してもよいが、分級効率の関係上、微粉および粉塵を 100% 除去できるとは限らない。例えば、後述の製造例 1、2 のように、分級の上限および下限を、それぞれ 850  $\mu\text{m}$  および 150  $\mu\text{m}$ 、または、710  $\mu\text{m}$  および 150  $\mu\text{m}$  として、表面架橋前の分級を行っても、当該分級後の吸水性樹脂粒子中には、150  $\mu\text{m}$  末の微粉が、数%から 0. 数%混入することもある。さらに、表面架橋工程でのダメージでも微粉および粉塵が発生することもあるため、表面架橋後にも再分級を行い、吸水性樹脂の微粉および粉塵を除去することが好ましい (第 2 分級工程)。

20

#### 【0198】

微粉および粉塵除去工程は、前記添加剤添加工程よりも前に行うことが好ましいが、添加剤添加工程の後にのみ行ってもよいし、添加剤添加工程の前後両方に行ってもよい。添加剤添加工程の前後両方において微粉および粉塵除去工程を行う場合は、添加剤添加工程の後に行われる微粉および粉塵除去工程を、「第三の分級工程」と呼ぶこともできる。微粉および粉塵除去工程は、篩網による重力式分級の他に、気流による分級を採用することができる。また、篩網および気流を組み合わせた分級を採用してもよい。

30

#### 【0199】

本工程で用いられる分級網の目開きとしては、好ましくは 300  $\mu\text{m}$  以下であり、より好ましくは 260  $\mu\text{m}$  以下であり、さらに好ましくは 210  $\mu\text{m}$  以下であり、最も好ましくは 180  $\mu\text{m}$  以下である。また、除去される目開き 150  $\mu\text{m}$  の分級網を通過できる吸水性樹脂粒子の割合は、表面架橋後の吸水性樹脂粒子 100 質量部に対して、好ましくは 0. 1 質量部以上、さらに好ましくは 0. 5 質量部以上、最も好ましくは 1. 0 質量部以上である。

#### 【0200】

気流による分級を行う場合の気流は、空気流、窒素ガス流またはこれらの混合ガス流などを用いることができる。前記気流は、露点以下の気流であることが好ましい。気流による分級を行う場合の気流量 (いわゆる風速) は、粉体を移動させることができる気流量ならば、特に限定されない。粉体の移動方向 (重力方向、水平方向など) および粉体が有する流動特性に応じて、気流量を適宜調整することが好ましい。

40

#### 【0201】

また、除去された「目開き 150  $\mu\text{m}$  の分級網を通過できる粒子を含む吸水性樹脂粒子」は、好ましくは (さらに好ましくは表面架橋工程前で除去された微粒子と混合された後に) 水 (および/または水溶液) と混合・造粒され、前記乾燥工程にリサイクルされる。

#### 【0202】

〔5〕 吸水性樹脂組成物

50

本発明の一態様は、以下の物性を有している、吸水性樹脂組成物（第1の吸水性樹脂組成物）である：

- (1) 遠心分離機保持容量（CRC）が35 g/g以上；
- (2) 劣化試験後の1時間溶出可溶分が19質量%以下；
- (3) 加圧下吸収倍率0.7 psi（AAP0.7）が10 g/g以上；かつ、
- (4) 粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して300 ppm以下。

【0203】

さらに、本発明の他の態様に係る吸水性樹脂組成物（第2の吸水性樹脂組成物）は、吸水性樹脂粒子およびキレート剤を含む吸水性樹脂組成物であって、キレート剤の含有量が、吸水性樹脂組成物全体の質量に対して1.0質量%以下であり、遠心分離機保持容量（CRC）が35 g/g以上、劣化試験後の1時間溶出可溶分が19%以下、である。

【0204】

さらには、本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物は、吸水性樹脂粒子と、界面活性剤および／または滑剤と、キレート剤とを含む吸水性樹脂組成物であることがより好ましい。

【0205】

本発明の他の実施形態に係る吸水性樹脂組成物（例えば、前記第1の吸水性樹脂組成物、および前記第2の吸水性樹脂組成物）は、以下の物性を有している：(1) 遠心分離機保持容量（CRC）が35 g/g以上；(2) 劣化試験後の1時間溶出可溶分が19質量%以下；(3) 加圧下吸収倍率0.7 psi（AAP0.7）が10 g/g以上；かつ、(4) 粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して300 ppm以下。

【0206】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれる吸水性樹脂粒子の形状は、特に限定されない。例えば、前記吸水性樹脂粒子は、不定形破砕状（不定形）、球状、繊維状、棒状、略球状、扁平状でありうる。子供用オムツなどの衛生物品への使用を考慮すると、液（尿）の拡散性、パルプからの脱着し難さなどの点から、上述した粒子の形状の中では、前記吸水性樹脂粒子は、不定形であることが好ましい。

【0207】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれるキレート剤の量は、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して、好ましくは1 ppm～10000 ppm、より好ましくは5 ppm～7000 ppm、さらに好ましくは10 ppm～5000 ppm、特に好ましくは50 ppm～4000 ppm、より特に好ましくは80 ppm～3000 ppm、最も好ましくは100 ppm～2000 ppmである。

【0208】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれているキレート剤の量は、〔3〕で説明したキレート剤の添加量と同じである。すなわち、吸水性樹脂組成物の全質量100質量部に対して0.0001質量部～1.0質量部であり、より好ましい含有量も、〔3〕の記載に準じる。

【0209】

なお、前記の含有量は、吸水性樹脂組成物の全質量を100質量%とすると、0.0001～1.0質量%であり、好ましくは0.0005～0.7質量%であり、より好ましくは0.001～0.05質量%であり、さらに好ましくは0.005～0.03質量%であり、特に好ましくは0.008～0.03質量%であり、最も好ましくは0.01～0.03質量%である。

【0210】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の製造方法はこれに限定されるものではないが、前記〔4〕に記載の方法によって製造することができる。

【0211】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の遠心分離機保持容量（C R C）は35 g / g 以上であればよいが、より好ましくは36 g / g 以上であり、さらに好ましくは37 g / g 以上であり、特に好ましくは38 g / g 以上であり、最も好ましくは39 g / g 以上である。C R C の上限は高いほど好ましいが、他の物性（特に劣化可溶分）とのバランスから70 g / g 以下が好ましく、以降、65 g / g 以下、60 g / g 以下、55 g / g 以下、50 g / g 以下の順に好ましくなる。

#### 【0212】

また、本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の劣化試験後の1時間溶出可溶分は、好ましくは19質量%以下であり、より好ましくは18質量%以下であり、さらに好ましくは17質量%以下である。劣化試験後の1時間溶出可溶分が19質量%以下であれば、吸水性樹脂組成物は耐尿性に優れている。下限は低いほど好ましいが、他の物性（特に劣化可溶分）とのバランスから2質量%、5質量%、または8質量%程度の存在は許容できる。ここで、劣化試験後の1時間溶出可溶分とは、後述する実施例に記載の方法により測定される値である。本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物によれば、高い遠心分離機保持容量（C R C）の吸水性樹脂の使用と、十分な耐尿性の付与とを両立させることができる。

10

#### 【0213】

また、本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の加圧下吸収倍率0.7 p s i（A A P 0.7）は、好ましくは10 g / g 以上、より好ましくは13 g / g 以上、さらに好ましくは15 g / g 以上、特に好ましくは18 g / g 以上、最も好ましくは20 g / g 以上である。上限値については特に限定されないが、製造コストや他の物性とのバランスから、好ましくは30 g / g 以下である。

20

#### 【0214】

前記A A P 0.7が10 g / g 以上の場合、吸収体に圧力が加わった際の液の戻り量（通常、「R e - W e t（リウエット）」と称する）が多くなりすぎないので、紙オムツ等の衛生用品の吸収体として適する。なお、A A Pは、粒度や表面架橋剤等で制御することができる。

#### 【0215】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物を、実施例に記載の方法で測定したときの表面張力は、好ましくは65 m N / m 以上、より好ましくは66 m N / m 以上、さらに好ましくは67 m N / m 以上、特に好ましくは68 m N / m 以上、最も好ましくは69 m N / m 以上である。上限値については特に限定されないが、好ましくは75 m N / m 以下であり、より好ましくは73 m N / m 以下である。また、場合により、上限値は70 m N / m 以下であってもよい。

30

#### 【0216】

前記表面張力が65 m N / m 以上の場合、吸収体に圧力が加わった際の液の戻り量（通常、「R e - W e t（リウエット）」と称する）が多くなりすぎないので、紙オムツ等の衛生用品の吸収体として適する。なお、本明細書において「表面張力」とは、実施例にて説明している方法にて測定した値をいう。

#### 【0217】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれる界面活性剤のH L B（親水性－疎水性バランス。グリフィン法で規定）は、好ましくは8～18、より好ましくは9～17、さらに好ましくは10～17、特に好ましくは11～16、最も好ましくは12～16である。

40

#### 【0218】

H L Bが前記の範囲である場合、高い遠心分離機保持容量と、十分な耐尿性とを両立できる。

#### 【0219】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれる界面活性剤の酸価は、好ましくは0.001 m g K O H / g ～2.5 m g K O H / g、より好ましくは0.001 m g K

50

OH/g $\sim$ 1.5 mg KOH/g、さらに好ましくは0.01 mg KOH/g $\sim$ 1.0 mg KOH/gである。前記界面活性剤の酸価が2.5以下である場合は、吸水性樹脂組成物の疎水性の上昇が抑えられるため、十分に短い吸液速度、十分に少ない戻り量が得られ、好ましい。

#### 【0220】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれる界面活性剤の量は、吸水性樹脂粒子組成物の全質量を100質量部とすると、0.0001質量部 $\sim$ 0.1質量部、好ましくは0.0001質量部 $\sim$ 0.05質量部、より好ましくは0.0003 $\sim$ 0.02質量部、さらに好ましくは0.0004 $\sim$ 0.015質量部、特に好ましくは0.0005 $\sim$ 0.01質量部、最も好ましくは0.0005 $\sim$ 0.005質量部である。

10

#### 【0221】

界面活性剤の量が0.0001質量部以下である場合、吸収体のベタツキが生じるのを防止でき、また戻り量が多くなりすぎないので、紙オムツ等の衛生用品の吸収体として適する。

#### 【0222】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれる界面活性剤および／または滑剤は、粒子内部よりも、粒子表面および表面近傍に多く存在していることが好ましい。具体的には、前記吸水性樹脂組成物に含まれる界面活性剤および／または滑剤は、前記吸水性樹脂粒子の表面から10 $\mu$ m程度内部までの領域に局在化していることが好ましい。すなわち、前記吸水性樹脂組成物の粒子表面および表面近傍に含まれる界面活性剤および／または滑剤は、前記吸水性樹脂組成物全体に含まれる界面活性剤および／または滑剤の全質量に対して、50%以上であることが好ましく、70%以上であることがより好ましく、90%以上であることがさらに好ましい。界面活性剤および／または滑剤が粒子表面および表面近傍に多く存在していることにより、前記吸水性樹脂粒子を含む吸収体のべたつきが改善される。

20

#### 【0223】

なお、前記吸水性樹脂粒子内部（すなわち、前記吸水性樹脂粒子のうち、前記吸水性樹脂粒子の表面から10 $\mu$ m程度内部までを除く領域）には、界面活性剤および／または滑剤が含まれていてもよいし、含んでいなくてもよい。

#### 【0224】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれるキレート剤は、粒子内部よりも、粒子表面および表面近傍に多く存在していることが好ましい。具体的には、前記吸水性樹脂組成物に含まれるキレート剤は、前記吸水性樹脂粒子の表面から10 $\mu$ m程度内部までの領域に局在化していることが好ましい。すなわち、前記吸水性樹脂組成物の粒子表面および表面近傍に含まれるキレート剤は、前記吸水性樹脂組成物全体に含まれるキレート剤の全質量に対して、50%以上であることが好ましく、70%以上であることがより好ましく、90%以上であることがさらに好ましい。キレート剤が粒子表面および表面近傍に多く存在していることにより、前記吸水性樹脂粒子を含む吸収体のべたつきが改善される。

30

#### 【0225】

なお、前記吸水性樹脂粒子内部（すなわち、前記吸水性樹脂粒子のうち、前記吸水性樹脂粒子の表面から10 $\mu$ m程度内部までを除く領域）には、キレート剤が含まれていてもよいし、含んでいなくてもよい。

40

#### 【0226】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物に含まれる（１）界面活性剤および／または滑剤と、（２）キレート剤とは、前記吸水性樹脂粒子の粒子表面近傍に多く存在していることが好ましい。

#### 【0227】

上述した（１）界面活性剤および／または滑剤、および／または（２）キレート剤の分布を有する吸水性樹脂組成物の製法の例としては、吸水性樹脂が粒子状になった後の時点

50

で、(1)界面活性剤および／または滑剤、および／または(2)キレート剤を添加する方法がある。このような製法とすることにより、吸水性樹脂粒子の表面近傍に(1)界面活性剤および／または滑剤、および／または(2)キレート剤を局在化させることができる。

#### 【0228】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物は、好ましくは、吸水性樹脂組成物の全質量を100質量部として、ポリアクリル酸(塩)系吸水性樹脂粒子を60～100質量部含む、粒子状吸水性樹脂組成物である。粒子状吸水性樹脂組成物の粒径(上限および下限、平均粒径、粒度分布)は、好ましくは前記(4-4)に記載の範囲であり、850～150 $\mu\text{m}$ を主成分とする。

10

#### 【0229】

吸水性樹脂および吸水性樹脂組成物の粒子の形状としては、球状、略球状、(乾燥前や乾燥後に粉碎された)不定形破碎状、およびそれらの造粒物が挙げられる。この中では、不定形破碎状粒子、およびその造粒物が好ましい。なお、後述の実施例は、乾燥前の含水ゲルおよび乾燥後の乾燥物を粉碎した、不定形破碎状の吸水性樹脂粒子および不定形破碎状の粒子状吸水性樹脂組成物について記載している。

#### 【0230】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物は、目開き150 $\mu\text{m}$ の分級網を通過できる粒子の割合が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して、好ましくは5質量%以下、より好ましくは4質量%以下、さらに好ましくは3質量%以下、特に好ましくは2質量%以下、最も好ましくは1質量%以下である。下限は特に限定されないが、好ましくは0.01質量%以上である。

20

#### 【0231】

目開き150 $\mu\text{m}$ の分級網を通過できる粒子の割合が5質量%以下である場合、消費者が紙オムツを使用する際に、ゲルオンスキン(gel on skin; 膨潤したゲルが装着者の皮膚に直接接触する状態)といった問題が起こり難くなり、好ましい。

#### 【0232】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の含水率は10質量%以下、好ましくは5質量%以下、より好ましくは4.5質量%以下、さらに好ましくは4.0質量%以下である。下限は特に限定されないが、好ましくは1質量%以上である。すなわち、本発明の吸水性樹脂組成物は、好ましくは、成分として吸水性樹脂および水を含有する。含水率を1質量%以上とすることで吸水性樹脂を可塑化でき、粉塵も低減することができる。一方、含水率が5質量%以下である場合、吸収倍率等の吸収特性を損なわないため、好ましい。

30

#### 【0233】

なお、含水率は、例えば実施例で説明されている方法によって、測定することができる。また、含水率は「(4-3)乾燥工程」にて説明した方法により、調節できる。

#### 【0234】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量は、吸水性樹脂粒子の全質量を基準として、好ましくは300ppm以下であり、より好ましくは280ppm以下であり、さらに好ましくは260ppm以下であり、特に好ましくは240ppm以下であり、最も好ましくは220ppm以下である。一方、粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量の下限値は、特に限定されないが、5ppm程度とすることができる。吸水性樹脂組成物の粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量は、実施例に記載の方法によって測定することができる。

40

#### 【0235】

粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量が前記の範囲内である吸水性樹脂組成物は、耐尿性に優れた耐尿性を有している。そのため、衛生物品(紙オムツなど)に使用した場合、ベトツキを抑えることができる。この機構は明らかではないが、前記したように粉塵中にキレート剤が多く取り込まれるため、粉塵でない吸水性樹脂粒子表面近傍に分布するキレート剤が相対的に減少する。その結果、吸水性樹脂組成物全体としての耐尿性が減少するとも

50

推定される。

#### 【0236】

吸水性樹脂組成物の粉塵に含まれる吸水性樹脂の量を抑えるためには、製造工程において、(1) プロセスダメージを低減する(例えば、表面架橋工程などにおいて界面活性剤および/または滑剤を使用する)、(2) 微粉および粉塵を除去する(例えば、添加剤添加工程の前に分級工程を設ける)、(3) 水などの可塑剤を添加または含有させる、などの手段を講じることが好ましい。

#### 【0237】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の、加圧下垂直拡散吸収倍率0.3 psi (VDAUP0.3)は、好ましくは10 g/g以上であり、より好ましくは15 g/g以上であり、さらに好ましくは18 g/g以上であり、特に好ましくは20 g/g以上である。一方、加圧下垂直拡散吸収倍率0.3 psiの上限値は特に限定されないが、30 g/g程度とすることができる。加圧下垂直拡散吸収倍率0.3 psiの測定方法は、実施例に記載の通りである。

10

#### 【0238】

加圧下垂直拡散吸収倍率0.3 psiを前記の範囲とすることにより、吸水性樹脂組成物をオムツに使用する際に、吸収体中の吸水性樹脂が効率的に使用されることとなる。このことにより、オムツのベトツキが低減される。

#### 【0239】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物の表面溶出可溶分は、好ましくは2.0質量%以下であり、より好ましくは1.5質量%以下であり、さらに好ましくは1.2質量%以下であり、特に好ましくは1.0質量%以下である。一方、表面溶出可溶分の下限値は、特に限定されないが、0.1質量%程度とすることができる。表面溶出可溶分の測定方法は、実施例に記載の通りである。

20

#### 【0240】

表面溶出可溶分を前記の範囲とすることにより、吸水性樹脂組成物をオムツに使用する際に、吸水性樹脂粒子表面から溶出する可溶分の量が減少する。このため、オムツのベトツキが低減される。

#### 【0241】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物は、多価金属塩および/または無機微粒子を含んでいることが好ましい。多価金属塩は表面架橋剤または添加剤、無機微粒子は添加剤として、吸水性樹脂組成物の製造工程で使用されることが一般的であるが、用途はこれらに限定されない。前記吸水性樹脂組成物に含まれていることが好ましい多価金属塩および/または無機微粒子の具体例、および好ましい含有量は、例えば、EP1594556A2、特開2015-107488号に記載の化合物が例示される。

30

#### 【0242】

無機微粒子の場合、その粒子径は、取扱い性や添加効果の点から、500 μm以下であることが好ましく、100 μm以下であることがより好ましく、10 μm以下であることが最も好ましい。また、多価金属塩としては、3価以上の多価金属塩を使用することができ、アルミニウム塩が好ましい。

40

#### 【0243】

前記粒子径は、1次粒子の粒子径であってもよいし、2次粒子(造粒物、凝集体)の粒子径であってもよい。非凝集体(1次粒子)のシリカやアルミナなどのように、粒子の硬度が高く、衝撃力で容易に壊れない粒子を使用する場合、1次粒子の粒子径は、好ましくは5 μm以下、より好ましくは1 μm以下、最も好ましくは0.1 μm以下である。なお、前記の粒径を有する1次粒子の、凝集体または造粒物(2次粒子)を添加してもよい。

#### 【0244】

本発明の一実施形態にかかる吸水性樹脂組成物に含まれる無機粒子の具体例としては、例えば、鉱産物(ハイドロタルサイト、リン酸カルシウム、タルク、カオリン、フラー土、ベントナイト、活性白土、重晶石、天然アスファルト、ストロンチウム鉱石、イルメ

50

ナイト、パーライトなど）；親水性のアモルファスシリカ類（例えば、乾式法で得られるものとしては、Reolosil QS-20（トクヤマ社製）、沈殿法で得られるものとしては、Sipernat 22 S、Sipernat 2200（いずれもDEGUS SA社製））；酸化物複合体類（酸化ケイ素・酸化アルミニウム・酸化マグネシウム複合体（例えば、Attage 1 #50（ENGELHARD社製））、酸化ケイ素・酸化アルミニウム複合体、酸化ケイ素・酸化マグネシウム複合体など）；などを挙げる事が出来る。

#### 【0245】

また多価金属塩の具体例としては、アルミニウム化合物類（硫酸アルミニウム14～18水塩（または無水物）、乳酸アルミニウム、硫酸カリウムアルミニウム12水塩、硫酸ナトリウムアルミニウム12水塩、硫酸アンモニウムアルミニウム12水塩、塩化アルミニウム、ポリ塩化アルミニウム、酸化アルミニウムなど）；その他の多価金属塩、多価金属酸化物および多価金属水酸化物などを挙げる事が出来る。

#### 【0246】

また、無機粒子および／または多価金属塩の添加量は、吸水性樹脂組成物の全質量を基準として、0.001～5質量%が好ましく、0.05～3質量%、0.1～1質量%の範囲がより好ましい。添加量が5質量%より多くなると吸収倍率の低下を招き、0.01質量%より少ないと添加の効果が得られなくなる恐れがある。

#### 【0247】

本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物は、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液の液滴を滴下したときに、接触角が90度以下となることが好ましく、70度以下となることがより好ましく、50度以下となることがさらに好ましく、30度以下となることが特に好ましい。なお、前記吸水性樹脂組成物の、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液の液滴を滴下したときの接触角の下限値は、0度である。接触角の測定方法は、実施例に記載の通りである。

#### 【0248】

接触角が90度以下である場合は吸水性樹脂組成物の親水性が高いため、当該吸水性樹脂組成物を吸収体に使用したときの、液の拡散性に優れる。それゆえ、前記吸収体における液の吸収面積が大きくなり、吸収体の性質が向上するため好ましい。

#### 【0249】

##### 〔6〕衛生物品

本発明の一実施形態の吸水性樹脂組成物は従来になく、高い遠心分離機保持容量（CRC）と、十分な耐尿性とが両立されたものであるため、紙おむつ、失禁パッド、医療用パッド等の衛生物品、特に紙おむつに好適に使用される。

#### 【0250】

その場合、着用者の体に隣接して配置される液体透過性のトップシート、着用者の身体から遠くに、着用者の衣類に隣接して配置される液体に対して不透過性のバックシート、及びトップシートとバックシートの間に配置された吸水性樹脂組成物を含む吸収体を含んでなる構成で使用されることが好ましい。吸収体は二層以上であっても良いし、パルプ層などとともに用いても良い。吸水性樹脂組成物を含む吸収体は吸水性樹脂組成物のみでもよいし、吸水性樹脂以外の繊維材料（特にパルプ）を含んでもよいが、吸収体中の吸水性樹脂組成物の含有量は通常10～100質量%、好ましくは30～100質量%、より好ましくは50～100質量%の範囲である。

#### 【0251】

低い遠心分離機保持容量（CRC）の吸水性樹脂粒子を使用すること、耐尿性を向上させる方法として考えられる。しかし、同量の吸水性樹脂組成物と比較した場合、低い遠心分離機保持容量（CRC）の吸水性樹脂粒子を含む吸水性樹脂組成物は、高い遠心分離機保持容量（CRC）の吸水性樹脂粒子を含む吸水性樹脂組成物よりも、吸収液の吸収量が低下する。このため、吸収体の部材として、低い遠心分離機保持容量（CRC）の吸水性樹脂粒子を含む吸水性樹脂組成物を使用する場合、吸収量が不足しベトツキが生じる原因となる。前記吸収体の吸収量を上げるには、使用する前記吸水性樹脂組成物の量を増や

10

20

30

40

50

す方法があるが、当該方法はコスト増加につながる。

【0252】

〔本発明の構成〕

本発明は、以下のように構成することができる。

【0253】

本発明の一態様は、以下の物性を有していることを特徴とする、吸水性樹脂組成物である：

- (1) 遠心分離機保持容量 (CRC) が  $35 \text{ g/g}$  以上；
- (2) 劣化試験後の1時間溶出可溶分が19質量%以下；
- (3) 加圧下吸収倍率  $0.7 \text{ psi (AAP0.7)}$  が  $10 \text{ g/g}$  以上；かつ、
- (4) 粉塵中に含まれる吸水性樹脂の量が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して300 ppm以下。

10

【0254】

前記吸水性樹脂組成物は、キレート剤を、前記吸水性樹脂組成物100質量部対して、1 ppm以上、1.0質量%以下含んでいることが好ましい。

【0255】

前記吸水性樹脂組成物は、界面活性剤および／または滑剤を含んでいることが好ましい。

【0256】

前記吸水性樹脂組成物は、表面張力が  $65 \text{ mN/m}$  以上であることが好ましい。

20

【0257】

前記吸水性樹脂組成物は、含水率が5質量%以下であることが好ましい。

【0258】

前記吸水性樹脂組成物は、多価金属塩および／または無機微粒子を含んでいることが好ましい。

【0259】

前記吸水性樹脂組成物は、加圧下垂直拡散吸収倍率  $0.3 \text{ psi (VDAUP0.3)}$  が  $10 \text{ g/g}$  以上であることが好ましい。

【0260】

前記吸水性樹脂組成物は、表面溶出可溶分が2.0質量%以下であることが好ましい。

30

【0261】

前記吸水性樹脂組成物は、目開き  $150 \mu\text{m}$  の分級網を通過できる粒子の割合が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して5質量%以下であることが好ましい。

【0262】

前記吸水性樹脂組成物は、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液の液滴を滴下したときに、接触角が90度以下となることが好ましい。

【0263】

前記吸水性樹脂組成物は、前記吸水性樹脂組成物の全質量を100質量部として、ポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂粒子を60～100質量部含む粒子状吸水性樹脂組成物であることが好ましい。

40

【0264】

本発明の他の態様は、前記吸水性樹脂組成物を含んでいる、衛生物品である。

【0265】

本発明はまた、以下のようにも構成することができる。

【0266】

本発明の一態様は、遠心分離機保持容量 (CRC) が  $35 \text{ g/g}$  以上である吸水性樹脂組成物の製造方法であって、吸水性樹脂粒子を使用し、前記吸水性樹脂粒子に、界面活性剤および／または滑剤と、キレート剤と、を添加することを特徴とする、吸水性樹脂組成物の製造方法である。

【0267】

50

本発明の他の態様は、遠心分離機保持容量（C R C）が35 g / g 以上である吸水性樹脂組成物の製造方法であって、表面架橋工程を含み、吸水性樹脂粒子に対して界面活性剤および／または滑剤を添加する工程と、吸水性樹脂粒子に対してキレート剤を添加する工程とを含み、前記界面活性剤および／または滑剤が、不飽和単量体を内部架橋剤の存在下で重合させて得られた含水ゲル状架橋重合体の少なくとも一部が粒子状となった時点から、前記表面架橋工程の終了の時点の間に添加されることを特徴とする、吸水性樹脂組成物の製造方法である。

【0268】

前記製造方法は、前記界面活性剤および／または滑剤が添加された後に、前記キレート剤が添加されることが好ましい。

10

【0269】

前記製造方法は、分級工程を含み、前記表面架橋工程は前記分級工程の後に行われるとともに、前記界面活性剤および／または滑剤が、前記分級工程の終了の時点から前記表面架橋工程の終了の時点の間に添加されることが好ましい。

【0270】

前記製造方法は、前記表面架橋工程が連続式パドルミキサーによって行われることが好ましい。

【0271】

前記製造方法は、前記表面架橋工程の後に、第二の分級工程を更に含み、前記第二の分級工程において、目開き150 μmの分級網を通過できる粒子の少なくとも一部が除去されることが好ましい。

20

【0272】

前記製造方法は、前記界面活性剤および／または滑剤の使用量が吸水性樹脂粒子組成物100質量部に対して0.0001質量部～0.05質量部であることが好ましい。

【0273】

前記製造方法は、前記キレート剤の使用量が前記吸水性樹脂粒子組成物100質量部に対して0.0001質量部～1.0質量部であることが好ましい。

【0274】

前記製造方法は、前記界面活性剤、滑剤、および／またはキレート剤が前記吸水性樹脂粒子に対して水溶液で添加されることが好ましい。

30

【0275】

前記製造方法は、製造過程に空気輸送工程を含むことが好ましい。

【0276】

本発明の他の態様は、遠心分離機保持容量（C R C）が35 g / g 以上である吸水性樹脂組成物であって、吸水性樹脂粒子と、界面活性剤および／または滑剤と、キレート剤とを含み、前記キレート剤の含有量が、吸水性樹脂組成物全体の質量に対して1.0質量%以下、且つ、劣化可溶分が19%以下、であることを特徴とする、吸水性樹脂組成物である。

【0277】

前記吸水性樹脂組成物は、加圧下吸収倍率0.7 p s i（A A P 0.7）が15 g / g 以上であることが好ましい。

40

【0278】

前記吸水性樹脂組成物は、表面張力が65 mN / m 以上であることが好ましい。

【0279】

前記吸水性樹脂組成物は、前記界面活性剤のH L Bが8～18であることが好ましい。

【0280】

前記吸水性樹脂組成物は、前記界面活性剤の量が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して100 p p m 以下であることが好ましい。

【0281】

前記吸水性樹脂組成物は、前記キレート剤の量が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対

50

して80～3000ppm以下であることが好ましい。

【0282】

前記吸水性樹脂組成物は、下記の条件(1)および(2)を満たすことが好ましい。

(1) 前記吸水性樹脂組成物に含まれる前記界面活性剤および／または滑剤は、前記吸水性樹脂の内部と比較して、前記吸水性樹脂粒子の表面近傍に多く存在している。

(2) 前記吸水性樹脂組成物に含まれる前記キレート剤は、前記吸水性樹脂の内部と比較して、前記吸水性樹脂粒子の表面近傍に多く存在している。

【0283】

前記吸水性樹脂組成物は、目開き150μmの分級網を通過できる粒子の割合が、前記吸水性樹脂組成物の全質量に対して5質量%以下であることが好ましい。

10

【0284】

前記吸水性樹脂組成物は、含水率が5質量%以下であることが好ましい。

【0285】

本発明の更に他の態様は、前記吸水性樹脂組成物を含む、衛生物品である。

【0286】

本発明は上述した各実施形態に限定されるものではなく、請求項に示した範囲で種々の変更が可能であり、異なる実施形態にそれぞれ開示された技術的手段を適宜組み合わせて得られる実施形態についても本発明の技術的範囲に含まれる。

【実施例】

【0287】

20

以下、実施例に基づき本発明を説明するが、本発明は実施例に限定されて解釈されるものではない。また、本明細書や実施例に記載の諸物性は、特に記載のない限り、室温(20～25℃)、湿度50%RHの条件下で、EDANA法及び以下の測定法に従って求めた。更に、実施例及び比較例に提示される電気機器は、200V又は100V、60Hzの電源を使用した。なお、便宜上「リットル」を「L」と記載する。

【0288】

〔物性の測定方法〕

(1) 遠心分離機保持容量(CRC:Centrifuge Retention Capacity)

本明細書において「遠心分離機保持容量(CRC)」は、EDANA法(ERT441.2-02)に準拠して測定した。

30

【0289】

(2) 加圧下吸収倍率0.3psi(AAP0.3:Absorbency Against Pressure 0.3)

本明細書において「加圧下吸収倍率0.3psi(AAP0.3)」は、EDANA法(ERT442.2-02)に準拠して測定した。なお、測定に当たり、荷重条件は2.03kPa(0.3psi)で行った。

【0290】

(3) 加圧下吸収倍率0.7psi(AAP0.7:Absorbency Against Pressure 0.7)

40

吸水性樹脂組成物に対して加える荷重を、4.83kPaにしたこと以外は、上述した加圧下吸収倍率0.3psi(AAP0.3)と同様の手法により、加圧下吸収倍率0.7psi(AAP0.7)(g/g)を測定した。

【0291】

(4) 加圧下垂直拡散吸収倍率0.3psi(VDAUP0.3:Vertical Diffusing Absorbency under Pressure)

上述した加圧下吸収倍率0.3psiの測定方法において(本項目(2)を参照)、吸水性樹脂の重量を5.000gに変更して、加圧下垂直拡散吸収倍率0.3psi(VDAUP0.3)(g/g)を求めた。

【0292】

50

## (5) 溶出可溶分

本明細書において「溶出可溶分」とは、EDANA法（ERT470.2-02）に準拠して測定した。

## 【0293】

より具体的には、250mL容量の蓋付きプラスチック容器（直径6cm×高さ9cm）に、0.90質量%塩化ナトリウム水溶液（生理食塩水）184.3gを量り取り、吸水性樹脂組成物1.00gを加えた。前記容器中の生理食塩水を、16時間、直径8mm、長さ25mmの磁気攪拌子を用いて500rpmの回転数で攪拌することにより、前記吸水性樹脂組成物中の溶出可溶分を抽出した。抽出液を濾紙（ADVANTEC東洋株式会社、品名：JISP 3801、No. 2、厚さ：0.26mm、保留粒子径：5μm）1枚を用いて濾過し、得られた濾液の50.0gを量り取り、測定溶液とした。

10

## 【0294】

まず、吸水性樹脂組成物を添加していない生理食塩水に対し、0.1N水酸化ナトリウム水溶液でpH10まで滴定を行い、その後、1N塩酸でpH2.7まで滴定して空滴定量（それぞれ、[bNaOH]、[bHCl]と称する）を得た。

## 【0295】

同様の滴定操作を測定溶液についても行うことにより、滴定量（それぞれ、[NaOH]、[HCl]と称する）を得た。

## 【0296】

既知量のアクリル酸およびそのナトリウム塩からなる吸水性樹脂組成物の場合は、当該吸水性樹脂組成物の単量体の平均分子量、および前記操作により得られた滴定量をもとに、吸水性樹脂組成物中の溶出可溶分を下記数式に従って算出した。未知量のアクリル酸およびそのナトリウム塩からなる吸水性樹脂組成物の場合は、滴定により下記数式に従って求めた中和率を用いて単量体の平均分子量を算出した後、溶出可溶分（質量%）を算出した。

20

## 【0297】

溶出可溶分（質量%）=  $0.1 \times (\text{単量体の平均分子量}) \times 184.3 \times 100 \times ([HCl] - [bHCl]) / (1000 \times 1.0 \times 50.0)$

中和率（モル%）=  $[1 - ([NaOH] - [bNaOH]) / ([HCl] - [bHCl])] \times 100$ 。

30

## 【0298】

## (6) 表面溶出可溶分

250mL容量の蓋付きプラスチック容器（直径6cm×高さ9cm）に、0.90質量%塩化ナトリウム水溶液（生理食塩水）20gを量り取り、吸水性樹脂組成物1.00gを加え、1時間静置した。その後、0.90質量%食塩水180gをさらに加えて、1分間攪拌した（500rpm；攪拌には直径8mm、長さ25mmの磁気攪拌子を用いた）。このようにして、前記吸水性樹脂組成物中の表面溶出可溶分を抽出した。

## 【0299】

1分間の攪拌が終了後すぐに、濾紙（ADVANTEC東洋株式会社、品名：JISP 3801、No. 2、厚さ：0.26mm、保留粒子径：5μm）1枚を用いて、抽出液を濾過た。得られた濾液から50.0gを量り取り、測定溶液とした。

40

## 【0300】

溶出可溶分の測定と同様の手法により滴定を行い（本項目の(5)を参照）、吸水性樹脂組成物の粒子表面近傍から溶出した可溶分（表面溶出可溶分、質量%）を算出した。

## 【0301】

## (7) 劣化試験後の1時間溶出可溶分

本明細書において、「劣化試験後の1時間溶出可溶分」とは、EDANA法（ERT470.2-02）で規定される測定方法において、0.90質量%塩化ナトリウム水溶液を、0.90質量%塩化ナトリウム水溶液にL-アスコルビン酸を混合した水溶液（劣化試験液）に変更し、60℃、2時間静置した後に1時間攪拌したときの水可溶分をいう。

50

## 【0302】

長さ35mmの回転子を入れた容量250mLの内蓋および外蓋付きプラスチック容器に、L-アスコルビン酸を0.05質量%、塩化ナトリウムを0.90質量%含有する水溶液（劣化試験液／L-アスコルビン酸0.10gと0.90質量%塩化ナトリウム水溶液199.90gとの混合物）200.0gを量り取った。次いで、吸水性樹脂組成物1.00gを前記水溶液に添加して、内蓋、外蓋で密栓した。その後、 $60 \pm 2^\circ\text{C}$ に調整した恒温器に2時間静置した。2時間経過後、恒温器から前記容器を取り出し、室温下で、スターラーを用いて1時間攪拌（回転数：約500rpm）した。前記操作により、粒子状吸水性樹脂組成物の水可溶分を抽出した。

## 【0303】

10

攪拌後、前記水溶液である抽出液を、濾紙（ADVANTEC東洋株式会社製；品名：JIS P 3801 No. 2／厚さ0.26mm、保留粒子径 $5\mu\text{m}$ ）1枚を用いて濾過し、得られた濾液50.0gを測定用液とした。次いで、前記測定用液をpH10になるまで0.1N-NaOH水溶液で滴定した後、pH2.7になるまで0.1N-HCl水溶液で滴定した。このときの滴定量を[NaOH]mLおよび[HCl]mLとして求めた。

## 【0304】

また、吸水性樹脂組成物を添加しないで劣化試験液200.0gのみを用いて、同様の操作を行い、空滴定量（[b2NaOH]mLおよび[b2HCl]mL）を求めた。前記滴定量および単量体平均分子量から下式7に従って、劣化試験後の1時間溶出可溶分を算出した。

20

劣化試験後の1時間溶出可溶分[質量%] =  $0.1 \times \text{単量体平均分子量} \times 200 \times 100 \times ([\text{HCl}] - [\text{b2HCl}]) / (1000 \times 1.0 \times 50.0)$

なお、単量体平均分子量が未知の場合は、前記(5)にて算出した中和率を用いて、単量体平均分子量を算出した。

## 【0305】

## (8) 含水率

底面の直径が4cm、高さ2cmのアルミ製カップの底面に、吸水性樹脂1.00gを均一に広げ、吸水性樹脂入りアルミニウム製カップの質量W1(g)を測定した。前記吸水性樹脂入りアルミニウム製カップを、 $180^\circ\text{C}$ に調温した乾燥機（EYELA、東京理化学株式会社製定温恒温乾燥器（ナチュラルオープン）NDO-450）中に3時間放置し、熱風乾燥機から取り出した直後（少なくとも1分以内）の吸水性樹脂入りアルミニウム製カップの質量W2(g)を測定した。W1およびW2の値から、次式に従って含水率（質量%）を算出した。

30

## 【0306】

含水率（質量%） =  $[(W1(g) - W2(g)) / (\text{吸水性樹脂の質量}(g))] \times 100$ 。

## 【0307】

(9) 粒度分布（質量平均粒径（D50）および粒度分布の対数標準偏差（ $\sigma_z$ ））

吸水性樹脂10.0gを、目開き $850\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m}$ 、 $300\mu\text{m}$ および $150\mu\text{m}$ のJIS標準ふるい（THE IIDA TESTING SIEVE：径8cm）に仕込んだ。次いで、振動分級器（IIDA SIEVE SHAKER、TYPE：ES-65型、SER. No. 0501）により、5分間、分級を行い、残留百分率Rを対数確率紙にプロットした。これにより、 $R = 50$ 質量%に相当する粒子径を重量平均粒径（D50）として読み取った。

40

## 【0308】

また、X1を $R = 84.1$ 質量%、X2を $R = 15.9$ 質量%に相当する粒子径とすると、対数標準偏差（ $\sigma_z$ ）は下記式で表される。下式において、 $\sigma_z$ の値が小さいほど、粒度分布が狭いことを意味する。

## 【0309】

50

$$\sigma \zeta = 0.5 \times \ln(X2/X1)。$$

## 【0310】

なお、測定に使用する吸水性樹脂は、予め  $60 \pm 5^\circ\text{C}$ 、減圧（ $1\text{ mmHg}$ （ $133.3\text{ Pa}$ ）未満）下で 24 時間乾燥してから測定した。

## 【0311】

## （10）表面張力

十分に洗浄された  $100\text{ mL}$  のビーカーに、 $23 \sim 25^\circ\text{C}$  に調整された生理食塩水  $50\text{ mL}$  を入れ、生理食塩水の表面張力を、表面張力計（K11 自動表面張力計、KRUS 社）を用いて測定した。この測定は水準を決定するための測定であるため、測定された表面張力の値が  $71 \sim 75\text{ mN/m}$  の範囲である必要がある。

10

## 【0312】

次に、表面張力測定後の生理食塩水を含んだビーカーを  $23 \sim 25^\circ\text{C}$  に調整し、十分に洗浄された  $25\text{ mm}$  長のフッ素樹脂製回転子および吸水性樹脂組成物  $0.5\text{ g}$  を投入して、 $500\text{ rpm}$  で 4 分間攪拌した。4 分後、攪拌を止め、含水した吸水性樹脂組成物が沈降した後に、上澄み液の表面張力を再度測定した。なお、本測定では白金プレートを用いるプレート法を採用し、プレートは全ての測定前に十分洗浄し、かつバーナーで加熱洗浄してから使用した。

## 【0313】

## （11）界面活性剤の酸価

界面活性剤の酸価は、JIS K 0070（1992）記載の中和滴定法に準拠して測定した。

20

## 【0314】

## （12）粉塵中の吸水性樹脂の量

粉塵中の吸水性樹脂の量（吸水性樹脂組成物  $100$  質量部から生じる粉塵中に含まれている、吸水性樹脂の量）を下記の手順により求めた。

手順 1：粉塵量を測定する。

手順 2：粉塵中に含まれている吸水性樹脂、 $\text{SiO}_2$  および硫酸アルミニウムの割合（質量％）を求める。なお、 $\text{SiO}_2$  および／または硫酸アルミニウムが含まれない場合は、粉塵中に含まれている割合を  $0$  質量％とする。

手順 3：粉塵中の吸水性樹脂の量を算出する。

30

## 【0315】

## &lt;粉塵量の測定&gt;

下記の測定条件で、所定時間にガラス繊維濾紙に吸引・捕捉されたダストの質量増を、吸水性樹脂組成物から生じる粉塵量として測定した。測定装置はホイバツハ・ダストメータ（Heubach DUSTMETER、Heubach Engineering GmbH（ドイツ）製）を使用し、測定モードは Type I とした。測定時の雰囲気温度および湿度は、 $25^\circ\text{C}$ （ $\pm 2^\circ\text{C}$ ）、相対湿度  $20 \sim 40\%$  であった。また、測定は常圧で行った。

## 【0316】

具体的な測定方法は、以下の通りである。

1. ダストメータの回転ドラムに、測定サンプルの吸水性樹脂組成物（ $100.00\text{ g}$ ）を入れた。

40

2. 保留粒子径  $0.5\text{ }\mu\text{m}$ （JIS P3801 に規定の沈殿保持性に基づいて、求められる）で、直径  $50\text{ mm}$  のガラス繊維濾紙の質量を、 $0.00001\text{ g}$  単位まで測定した（ $[\text{Da}]\text{ g}$  とする）。このようなガラス繊維濾紙としては、例えば、GLASS FIBER, GC-90（ADVANTEC 製）またはその相当品を、直径  $50\text{ mm}$  に加工したものをを用いることができる。

3. 回転ドラムに大型粒子分離機を取り付け、さらに、ガラス繊維濾紙を装着したフィルターケースを取り付けた。

4. ダストメータを下記の測定条件に設定し、測定した。

ドラム回転数： $30\text{ R/min}$ 、吸引風量： $20\text{ L/min}$ 、Time（測定時間）： $3$

50

0 分間。

5. 30 分後、ガラス繊維濾紙の質量を、0.00001 g 単位まで測定した（[D b] g）。

【0317】

粉塵量は、[D a] および [D b] に基づいて、以下の式から算出した。下記式により、吸水性樹脂組成物の全質量を基準とした、粉塵量 [p p m] が算出される。

粉塵量 [p p m] = { ( [D b] - [D a] ) / 100.00 } × 1000000。

【0318】

＜粉塵中の吸水性樹脂、S i O<sub>2</sub>、硫酸アルミニウムの割合（質量％）の定量＞

前述の粉塵量の測定によって捕集された粉塵中における、吸水性樹脂、S i O<sub>2</sub> および硫酸アルミニウムの割合（質量％）を、それぞれ定量した。

10

【0319】

前記定量のために、粉塵に含まれている N a 元素、S i 元素および A l 元素の割合を分析した。そして、吸水性樹脂（中和塩としてナトリウム塩を含む）の中和率と重量平均分子量とに基づいて、前記分析の結果から、吸水性樹脂、S i O<sub>2</sub> および硫酸アルミニウムの質量比を算出した。

【0320】

なお、吸水性樹脂の中和塩がナトリウム塩ではなく、カリウム塩、リチウム塩、アンモニウム塩などである場合にも、前記方法に準じて、粉塵中の吸水性樹脂、S i O<sub>2</sub>、硫酸アルミニウムの割合を求めることができる。例えば、吸水性樹脂の中和塩がカリウム塩である場合には、K 元素、S i 元素および A l 元素の割合を分析すればよい。

20

【0321】

粉塵に含まれている N a 元素、S i 元素および A l 元素の定量分析は、S E M・E D S (Energy Dispersive Xray Spectrometer) を用いて、Z A F 法により行った。

【0322】

前述した粉塵量の測定で用いたガラス繊維濾紙から、粉塵を適量採取し、前記定量分析に供した。そして、5 mm × 5 mm のカーボンテープを貼った S E M 用試料台に移し取った。このとき、カーボンテープ上に粉塵が均一になるように散布した。

【0323】

なお、例として、S i O<sub>2</sub> および硫酸アルミニウムの定量法を記載しているが、粉塵中に S i 元素および A l 元素以外を含む物質が存在する場合には、当該物質に含まれる元素を定量分析すればよい。また、水分など金属元素を含まない物質が存在する場合でも、公知技術により、適宜定量分析することができる。

30

【0324】

定量分析の測定条件は、下記の通りである。

・装置：走査電子顕微鏡（J O E L 製 J S M - 5 4 1 0 L V S C A N N I N G M I C R O S C O P E）

・加速電圧：20 k V

・倍率：20 倍

・測定視野：900 μ m × 1200 μ m 程度（測定視野における全面積の少なくとも 50 体積％以上が粉塵で覆われている状態で測定）

40

・S i ピーク：S i K α 1.739 K e V

・N a ピーク：N a K α 1.041 K e V

・A l ピーク：A l K α 1.486 K e V

なお、前述の注目する元素のピークに、他の元素のピークが重なる場合（例えば、N a K α に対する Z n L α など）は、当該他の元素に由来するピーク（Z n であれば Z n K α）の値を差し引き、測定値を較正した。

【0325】

N a 元素の質量％（以下、「N a %」と略記する）、A l 元素の質量％（以下、「A l %」と略記する）、および S i 元素の質量％（以下、「S i %」と略記する）、ならびに

50

、後述する吸水性樹脂の中和率 $N$  (mol%)、ポリマーユニット重量平均分子量 $M_w$ から、次式によって、粉塵中に含まれている吸水性樹脂、 $SiO_2$ および硫酸アルミニウムの割合(質量%)を算出することができる。

・ポリマーユニット重量平均分子量 $M_w = 72.06 \times (1 - N/100) + 94.05 \times N/100$

・吸水性樹脂成分量 $P = \{ (Na\% / 23) / (N/100) \} \times M_w$

・ $SiO_2$ 成分量 $S = (Si\% / 28.08) \times 60.08$

・硫酸アルミニウム成分量 $A = (Al\% / 26.98) \times 630.4 / 2$

・粉塵中に含まれている吸水性樹脂の割合(質量%) =  $\{ P / (P + S + A) \} \times 100$

・粉塵中に含まれている $SiO_2$ の割合(質量%) =  $\{ S / (P + S + A) \} \times 100$

・粉塵中に含まれている硫酸アルミニウムの割合(質量%) =  $\{ A / (P + S + A) \} \times 100$ 。

#### 【0326】

前記式中、吸水性樹脂の中和率 $N$ は、前述した溶出可溶分量の測定方法(本項目(5))を参照)により測定することができる。

#### 【0327】

粉塵中に含まれている吸水性樹脂、 $SiO_2$ および硫酸アルミニウムの割合は、前述した方法により測定されることが好ましい。しかし、成分が未知であったり、他の元素が多く存在したりする場合などには、従来公知の方法(元素分析など)で測定することもできる。

#### 【0328】

＜粉塵中の吸水性樹脂の量の測定＞

前記粉塵量の測定において捕集された粉塵量、および、定量された吸水性樹脂、 $SiO_2$ および硫酸アルミニウムの割合から、下記の計算式により、粉塵中の吸水性樹脂の量を算出することができる。前述した通り、下記式中の粉塵量の値は、吸水性樹脂組成物の全質量を基準としている。したがって、下記式中の粉塵中の吸水性樹脂の量の値も、吸水性樹脂組成物の全質量を基準としている。

粉塵中の吸水性樹脂の量 [ppm] = 粉塵量 [ppm]  $\times P / (P + S + A)$ 。

#### 【0329】

(13) FGBP (自由膨潤GBP)

基本的に、国際公開第2004/096304号に記載の「自由膨潤」条件下におけるゲルベッド透水性試験に準拠して、FGBPを測定した。ただし、前記文献では $300\mu m \sim 600\mu m$ の範囲の吸水性樹脂組成物を選別して測定を行ったが、本実施例では粒度による吸水性樹脂組成物の選別を行わず、実施例で得られた吸水性樹脂組成物そのものを測定に供した。

#### 【0330】

(14) 吸湿ブロッキング率

吸水性樹脂組成物約2gを、直径52mmのアルミカップに均一に散布した。その後、温度 $25^\circ C$ 、相対湿度 $80 \pm 5\% RH$ に調整した恒温恒湿器(エスペック株式会社製; MODEL: SH-641)中で、30分間静置した。

#### 【0331】

その後、前記アルミカップ中の吸水性樹脂組成物を、目開き $2000\mu m$  (8.6メッシュ)のJIS標準篩(The IIDA TESTING SIEVE/内径80mm)上に静かに移した。そして、ロータップ型篩振とう機(株式会社飯田製作所製; ES-65型篩振とう機/回転数230rpm、衝撃数130rpm)を用いて、温度 $20 \sim 25^\circ C$ 、相対湿度 $50\% RH$ の条件下にて、5秒間分級した。

#### 【0332】

前記JIS標準篩上に残存した吸水性樹脂組成物(質量 $W_3$  [g])、およびJIS標準篩を通過した吸水性樹脂組成物(質量 $W_4$  [g])の質量を測定し、下式に従って吸湿流動性(吸湿ブロッキング率)を算出した。吸湿ブロッキング率の値が低いほど、吸湿流

10

20

30

40

50

動性に優れている。

### 【0333】

吸湿ブロッキング率 [質量％] =  $\{W3 / (W3 + W4)\} \times 100$

#### (15) 接触角

SUS板上に両面粘着テープを貼り、その上に吸水性樹脂組成物を散布した。その後、両面テープに付着しなかった吸水性樹脂組成物を掻き落として、表面が吸水性樹脂組成物で覆われた試料板を作製した。

### 【0334】

前記試料板に、0.90質量％生理食塩水を接触させたときの接触角を、20℃、60%RHの条件下にて、接触角計（協和界面科学（株）製、FACE CA-X型）を用いて液滴法にて測定した。すなわち、0.90質量％生理食塩水の液滴を試料板に滴下してから1秒後の接触角を、1試料について5回測定し、その平均値を吸水性樹脂組成物の接触角とした。

### 【0335】

#### (16) 吸収体性能評価

吸水性樹脂（または吸水性樹脂組成物）を吸収体に用いた吸収性物品の性能を評価するために、吸収性物品を作製し手触り感試験、並びに、吸液時間および戻り量の測定を行った。

### 【0336】

#### （吸収性物品の作製）

吸水性樹脂組成物50質量部と木材粉碎パルプ50質量部とをミキサーを用いて乾式混合して、得られた混合物を400メッシュ（目開き38μm）のワイヤースクリーン上に、パッチ型空気抄造装置を用いて空気抄造を行い、120mm×400mmの大きさのウェブ（吸水性樹脂濃度50％の吸収体）を成形した。次いで、前記ウェブを196.14kPaの圧力で5秒間、プレスすることにより、吸水性樹脂組成物の坪量が約0.047[g/cm<sup>2</sup>]の吸収体を得た。

### 【0337】

続いて、液不透過性のポリプロピレンからなるいわゆるレッグギャザーを有するバックシート（液不透過性シート）、前記吸収体、および液透過性のポリプロピレンからなるトップシート（液透過性シート）を、この順序で両面テープを用いて互いに貼着した。その後、いわゆるテープファスナー二つを取り付けることで、吸収性物品（すなわち、紙オムツ）を作製した。この吸収性物品の質量は46gであった。

### 【0338】

#### （手触り感試験の方法）

作製した吸収性物品を、液透過性トップシートを上面にして平面に広げ、吸収性物品の中央部に樹脂製の円筒（内径70mm、内容積346cm<sup>3</sup>）を載置した。続いて、前記（5）に記載した劣化試験液300mLを、液が円筒からあふれないように注いだ。液全量が吸収性物品に吸収された後、吸液した吸収性物品をポリプロピレン製の袋（株式会社生産日本社製、チャック付ポリ袋 ユニパックI-4）に入れて、出来る限り空気を抜き、チャックを閉じて密閉した。

### 【0339】

その後、60±2℃に調整した恒温器に2時間静置した。2時間静置後、吸収性物品を袋から取り出し、液投入部のトップシートを触って、ベトツキ度合いを下記の5段階で評価した。少なくとも5人のパネラーが評価を行い、その平均値を評価結果とした。

<ベトツキ度合い>

5：とてもベトつく、4：ベトつく、3：少しベトつく、2：ほとんどベトつかない、1：ベトつかない。

### 【0340】

#### （吸液時間）

作製した吸収体物品の、トップシート（液透過性シート）上に、直径70mmの液投入

口を有するアクリル板（大きさ：120mm×400mm）を、当該液投入口がトップシートの中央部に位置するように置いた。更にその上に、2.1kPaの荷重が、前記アクリル板とトップシートとの接触面全体に均等に掛かるように調整された錘を置いた。

#### 【0341】

続いて、生理食塩水（0.9wt%塩化ナトリウム水溶液）75mLを、前記液投入口から30分間隔で合計5回注ぎ入れた（合計投入量：375mL）。5回目に投入した生理食塩水が、吸収体物品に吸収されるまでの時間（即ち、5回目の生理食塩水の投入時から、液透過性シートの上から吸収体物品中に生理食塩水が取り込まれるまでの時間）を「吸液時間」として記録した。

#### 【0342】

10

（戻り量（Re-Wet）の評価方法）

前記吸液時間の測定から30分後、前記錘およびアクリル板を取り外し、予め総質量（W1[g]）を測定したキッチンタオル（大きさ：120mm×400mm、王子ネピア株式会社製）30枚を載せた。更に、前記キッチンタオルの上に、錘（総質量10kg）を素早く置いた。

#### 【0343】

1分後、前記キッチンタオル30枚の質量（W2[g]）を測定し、次式に従って吸収体物品の戻り量を算出した。

#### 【0344】

戻り量[g] = W2 - W1。

20

#### 【0345】

〔製造例1〕

シグマ型羽根を2本有する内容積10Lのジャケット付きステンレス型双腕型ニーダーに、蓋を付けて形成した反応器中で、アクリル酸382.5g、37質量%水酸化ナトリウム水溶液4047.4g、純水544.8g、およびポリエチレングリコールジアクリレート（分子量523）1.96g（カルボキシル基含有不飽和単量体に対して0.019モル%）を溶解させて単量体水溶液（a1）とした。次に、前記単量体水溶液（a1）を、窒素ガス雰囲気下で20分間脱気した。続いて、前記単量体水溶液（a1）に、10質量%過硫酸ナトリウム水溶液12.74gおよび0.1質量%L-アスコルビン酸水溶液10.62gを攪拌しながら添加したところ、およそ1分後に重合が開始した。生成したゲルを粉碎しながら、20℃～95℃で重合を行い、重合が開始して30分後に含水ゲル（1）を取り出した。得られた含水ゲル（1）は、その径が約5mm以下に細分化されていた。

30

#### 【0346】

この細分化された前記含水ゲル（1）を、50メッシュの金網上に広げ、180℃で50分間熱風乾燥を行い、乾燥物をロールミルを用いて粉碎し、さらに目開き850μmおよび目開き150μmのJIS標準篩で分級することにより、粒径850～150μmの不定形破碎状の吸水性樹脂粒子（A1）を得た。吸水性樹脂粒子（A1）の遠心分離機保持容量（CRC）は51.2g/g、溶出可溶分量は25.9質量%であった。

#### 【0347】

40

〔製造例2〕

容量2Lのポリプロピレン製容器に、アクリル酸441.0g、内部架橋剤としてポリエチレングリコールジアクリレート（分子量523）0.768g（カルボキシル基含有不飽和単量体に対して0.024モル%）、1.0質量%のジエチレントリアミン5酢酸・3ナトリウム（DTPA・3Na）水溶液2.70g、48.5質量%の水酸化ナトリウム水溶液181.69g、および脱イオン水（イオン交換水）366.44gを投入し混合させて、単量体水溶液（a2'）を作製した。

#### 【0348】

次に、前記単量体水溶液（a2'）を攪拌しながら冷却した。液温が39.5℃となった時点で、40℃に調温した48.5質量%の水酸化ナトリウム水溶液189.76gを

50

加え、混合することで単量体水溶液（a 2）を作製した。このとき、該単量体水溶液（a 2）の作製直後の温度は、2 段目の中和熱によって 7 9 . 8 °C まで上昇した。

【0 3 4 9】

次に、攪拌状態の前記単量体水溶液（a 2）に 4 . 5 質量%の過硫酸ナトリウム水溶液 1 7 . 6 8 g を加えた後、直ちにステンレス製バット型容器（底面 3 4 0 mm × 3 4 0 mm、高さ 2 5 mm、内面；テフロン（登録商標）コーティング）に大気開放系で注いだ。なお、2 段目の中和開始から前記バット型容器に単量体水溶液（a 2）を注ぎ込むまでの時間は、5 5 秒間とし、前記バット型容器はホットプレート（NEO HOT PLATE HI-1 0 0 0 / 株式会社井内盛栄堂社）を用いて、表面温度が 4 0 °C となるまで加熱した。

10

【0 3 5 0】

前記単量体水溶液（a 2）がバット型容器に注がれてから 5 8 秒経過後に、重合反応が開始した。前記重合反応は、生成する重合体が水蒸気を発生しながら四方八方に膨脹発泡して進行した後、バット型容器よりも若干大きなサイズまで収縮した。重合反応の開始から 3 分経過後に、含水ゲル（2）を取り出した。なお、これら一連の操作は、大気開放系で行った。

【0 3 5 1】

前記重合反応で得られた含水ゲル（2）を、ミートチョッパー（HL-3 2 2 5 N、プレート孔径：1 0 . 0 mm / レマコム株式会社）を用いてゲル粉碎し、粒子状の含水ゲル（2）とした。

20

【0 3 5 2】

前記含水ゲル（2）の投入量は 2 3 0 g / m i n であり、前記含水ゲル（2）の投入と並行して、9 0 °C に調温した脱イオン水を 5 0 g / m i n で添加しながらゲル粉碎を行った。

【0 3 5 3】

前記操作で得られた粒子状の含水ゲル（2）を、目開き 8 5 0 μm のステンレス製の金網上に広げ、1 8 0 °C で 3 0 分間、熱風を通気させることで乾燥した。続いて、乾燥処理で得られた乾燥重合体（2）をロールミル（WML 型ロール粉碎機 / 有限会社井ノ口技研社）を用いて粉碎した後、目開き 7 1 0 μm および 4 5 μm の J I S 標準篩で分級することにより、粒径 7 1 0 ~ 4 5 μm の不定形破碎状の吸水性樹脂粒子（A 2）を得た。吸水性樹脂粒子（A 2）の遠心分離機保持容量（CRC）は 4 8 . 3 g / g、溶出可溶分量は 2 4 . 6 質量%であった。

30

【0 3 5 4】

〔実施例 1〕

製造例 1 で得た、不定形粒子状の吸水性樹脂粒子（A 1）（粒径：8 5 0 ~ 1 5 0 μm）1 0 0 質量部に、エチレンカーボネート 0 . 3 8 5 質量部、プロピレングリコール 0 . 6 4 4 質量部、純水 2 . 6 質量部、および濃度 1 0 質量%のポリオキシエチレン（2 0）ソルビタンモノステアレート溶液 0 . 0 1 質量部（ポリオキシエチレン（2 0）ソルビタンモノステアレートとして 0 . 0 0 1 質量部）を混合してなる表面処理剤溶液を均一に混合した。その後、混合物を 2 0 0 °C に加熱されたパドルミキサー中で加熱処理した。混合物の平均滞留時間は約 5 0 分であった。加熱物を冷却して、目開き 8 5 0 μm と 1 5 0 μm の J I S 標準篩で分級することにより、表面架橋された吸水性樹脂粒子（1）を得た。なお、8 5 0 μm 篩上にあった表面架橋後の吸水性樹脂粒子（粒径 8 5 0 μm を超える凝集粒子）は 8 5 0 μm 篩を通過するまで解砕した。

40

【0 3 5 5】

次いで、表面架橋された吸水性樹脂粒子（1）1 0 0 質量部に対し、純水 1 . 0 質量部およびジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム（DTPA・3 Na）0 . 0 1 質量部を混合してなる溶液を、均一に混合した。その後、無風条件下、6 0 °C で 4 5 分間加熱処理した後、8 5 0 μm を超える凝集粒子は目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過するまで解砕し、8 5 0 μm 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物（1）を得た。

50

## 【0356】

## 〔実施例2〕吸水性樹脂の変更

実施例1において、製造例2で得た不定形粒子状の吸水性樹脂粒子(A2)(粒径:710~45 $\mu$ m)100質量部を使用したこと以外は、実施例1と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子(2)、および850 $\mu$ m通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(2)を得た。

## 【0357】

## 〔実施例3〕表面架橋後の微粉除去(第2分級)

実施例1で得た吸水性樹脂組成物(1)を更に目開き150 $\mu$ mのJIS標準篩で分級することにより、目開き150 $\mu$ mの篩を通過するフラクションを除き、850~150 $\mu$ mの粒子状吸水性樹脂組成物(3)を得た。

## 【0358】

## 〔実施例4〕界面活性剤の種類の変更

実施例1において、ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート0.001質量部の代わりに、ソルビタンモノラウレート(商品名:イオネットS-20、三洋化成工業社製)0.001質量部を使用したこと以外は、実施例1と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子(4)、および850 $\mu$ m通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(4)を得た。

## 【0359】

## 〔実施例5〕界面活性剤の種類の変更

実施例2において、ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート0.001質量部の代わりに、ソルビタンモノラウレート(SPAN(登録商標)20、シグマアルドリッチ社製)0.010質量部、および、ジエチレントリアミン5酢酸・3ナトリウム(DTPA・3Na)0.01質量部の代わりに、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸5ナトリウム(EDTMP・5Na)0.01質量部を使用したこと以外は、実施例2と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子(5)、および850 $\mu$ m通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(5)を得た。

## 〔実施例6〕

実施例2において、濃度10質量%のポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート溶液の使用量を0.1質量部(ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレートとして0.01質量部)に変更したこと以外は、実施例2と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子(6)、および850 $\mu$ m通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(6)を得た。

## 【0360】

## 〔実施例7〕界面活性剤を含む表面架橋剤組成の変更

実施例2において、表面処理剤溶液として、1,4-ブタンジオール0.32質量部、プロピレングリコール0.5質量部、純水2.6質量部、および濃度10質量%のポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート溶液0.01質量部(ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレートとして0.001質量部)を混合してなる溶液を使用したこと以外は、実施例2と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子(7)、および850 $\mu$ m通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(7)を得た。

## 【0361】

## 〔実施例8〕表面架橋剤組成の変更

実施例7において、1,4-ブタンジオール0.32質量部を、1,3-プロパンジオール0.3質量部に変更したこと以外は実施例7と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子(8)、および850 $\mu$ m通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(8)を得た。

## 【0362】

## 〔実施例9〕界面活性剤を含む表面架橋剤組成の変更

実施例2において、表面処理剤溶液として、エチレングリコール1.0質量部、純水2.0質量部、および濃度10質量%のポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステア

10

20

30

40

50

レート溶液 0.01 質量部（ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレートとして 0.001 質量部）を混合してなる溶液を使用したこと以外は、実施例 2 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子（9）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状吸水性樹脂組成物（9）を得た。

#### 【0363】

〔実施例 10〕 表面架橋剤組成の変更

実施例 2 において、エチレングリコールジグリシジルエーテル 0.03 質量部を、表面処理剤溶液に追加したこと以外は実施例 2 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子（10）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状吸水性樹脂組成物（10）を得た。

#### 【0364】

〔実施例 11〕 界面活性剤の種類およびキレート剤の種類の変更

実施例 7 において、（1）ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレート 0.001 質量部を、ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノオレエート 0.001 質量部に変更し、さらに、（2）ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム（DTPA・3Na）0.01 質量部を、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム（TTHA・6Na）0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 7 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子（11）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状吸水性樹脂組成物（11）を得た。

#### 【0365】

〔実施例 12〕 キレート剤の種類の変更

実施例 11 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム（TTHA・6Na）0.02 質量部を、エチレンジアミン-N, N'-ジコハク酸・3 ナトリウム（EDDS・3Na）0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 11 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子（12）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状吸水性樹脂組成物（12）を得た。

#### 【0366】

〔実施例 13〕 キレート剤の種類の変更

実施例 11 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム（TTHA・6Na）0.02 質量部を、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム（EDTMP・5Na）0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 11 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子（13）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状吸水性樹脂組成物（13）を得た。

#### 【0367】

〔実施例 14〕 キレート剤の種類の変更

実施例 11 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム（TTHA・6Na）0.02 質量部を、3-ヒドロキシー-2,2-イミノジコハク酸・4 ナトリウム（HIDS・4Na）0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 11 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子（14）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状吸水性樹脂組成物（14）を得た。

#### 【0368】

〔実施例 15〕 界面活性剤の種類およびキレート剤の種類と量の変更

実施例 8 において、（1）ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレート 0.001 質量部を、ソルビタンモノステアレート（SPAN（登録商標）60）0.001 質量部に変更し、さらに、（2）ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム（DTPA・3Na）0.01 質量部を、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム（TTHA・6Na）0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 8 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子（15）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状吸水性樹脂組成物（15）を得た。

#### 【0369】

〔実施例 16〕 キレート剤の種類の変更

実施例 15 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム (T T H A・6 N a) 0.02 質量部を、エチレンジアミン-N, N'-ジコハク酸・3 ナトリウム (E D D S・3 N a) 0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 15 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子 (16)、および 850  $\mu$ m 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (16) を得た。

#### 【0370】

〔実施例 17〕キレート剤の種類の変更

実施例 15 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム (T T H A・6 N a) 0.02 質量部を、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム (E D T M P・5 N a) 0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 15 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子 (17)、および 850  $\mu$ m 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (17) を得た。

#### 【0371】

〔実施例 18〕キレート剤の種類の変更

実施例 15 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム (T T H A・6 N a) 0.02 質量部の代わりに、3-ヒドロキシ-2,2-イミノジコハク酸・4 ナトリウム (H I D S・4 N a) 0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 15 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子 (18)、および 850  $\mu$ m 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (18) を得た。

#### 【0372】

〔実施例 19〕界面活性剤の種類およびキレート剤の種類と量の変更

実施例 10 において、(1) ポリオキシエチレン (20) ソルビタンモノステアレート 0.001 質量部を、ポリエチレングリコールモノラウレート 0.001 質量部に変更し、さらに、(2) ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム (D T P A・3 N a) 0.01 質量部を、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム (T T H A・6 N a) 0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 10 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子 (19)、および 850  $\mu$ m 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (19) を得た。

#### 【0373】

〔実施例 20〕キレート剤の種類の変更

実施例 19 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム (T T H A・6 N a) 0.02 質量部を、エチレンジアミン-N, N'-ジコハク酸・3 ナトリウム (E D D S・3 N a) 0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 19 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子 (20)、および 850  $\mu$ m 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (20) を得た。

#### 【0374】

〔実施例 21〕キレート剤の種類の変更

実施例 19 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム (T T H A・6 N a) 0.02 質量部を、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム (E D T M P・5 N a) 0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 19 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子 (21)、および 850  $\mu$ m 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (21) を得た。

#### 【0375】

〔実施例 22〕キレート剤の種類の変更

実施例 19 において、トリエチレンテトラミン 6 酢酸・6 ナトリウム (T T H A・6 N a) 0.02 質量部を、3-ヒドロキシ-2,2-イミノジコハク酸・4 ナトリウム (H I D S・4 N a) 0.02 質量部に変更した。前記以外は、実施例 19 と同様の操作を行い、表面架橋された吸水性樹脂粒子 (22)、および 850  $\mu$ m 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (22) を得た。

#### 【0376】

## 〔実施例 2 3〕多価金属塩の添加

実施例 2 において、さらに、実施例 2 で得られた吸水性樹脂組成物 (2) に、硫酸アルミニウム 27.5 質量% 水溶液 (酸化アルミニウム換算で 8 質量%) 0.53 質量部、乳酸ナトリウム 60 質量% 水溶液 0.16 質量部、およびプロピレングリコール 0.01 質量部からなる混合液を添加した。得られた混合物を、無風条件下、60℃にて 1 時間乾燥させた後、目開き 850 μm の J I S 標準篩を通過するまで解砕して、850 μm 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (2 3) を得た。

## 【0 3 7 7】

## 〔実施例 2 4〕多価金属塩の添加

実施例 2 3 において、吸水性樹脂組成物 (2) に添加する混合液を、硫酸アルミニウム 27.5 質量% 水溶液 (酸化アルミニウム換算で 8 質量%) 1.00 質量部、乳酸ナトリウム 60 質量% 水溶液 0.30 質量部およびプロピレングリコール 0.02 質量部からなる混合液に変更した。前記以外は実施例 2 3 と同様の操作を行い、850 μm 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (2 4) を得た。

## 【0 3 7 8】

## 〔実施例 2 5〕多価金属塩の添加

実施例 2 4 において、吸水性樹脂組成物 (2) を吸水性樹脂組成物 (7) に変更した。前記以外は実施例 2 4 と同様の操作を行い、850 μm 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (2 5) を得た。

## 【0 3 7 9】

## 〔実施例 2 6〕多価金属塩の添加

実施例 2 4 において、吸水性樹脂組成物 (2) を吸水性樹脂組成物 (1 3) に変更した。前記以外は実施例 2 4 と同様の操作を行い、850 μm 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (2 6) を得た。

## 【0 3 8 0】

## 〔実施例 2 7〕多価金属塩の添加

実施例 2 3 において、吸水性樹脂組成物 (2) を吸水性樹脂組成物 (1 9) に変更した。前記以外は実施例 2 3 と同様の操作を行い、850 μm 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (2 7) を得た。

## 【0 3 8 1】

## 〔実施例 2 8〕無機微粒子の添加

実施例 2 において、さらに、実施例 2 で得られた吸水性樹脂組成物 (2) に、A e r o s i l (登録商標) 200 (日本アエロジル社製) を、0.30 質量部添加することにより、850 μm 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (2 8) を得た。

## 【0 3 8 2】

## 〔実施例 2 9〕制ダスト剤の添加

実施例 2 3 で得られた吸水性樹脂組成物 (2 3) に、濃度 10 質量% のポリエチレングリコール 600 水溶液 0.5 質量部を、さらに添加および混合して、850 μm 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物 (2 9) を得た。

## 【0 3 8 3】

## 〔実施例 3 0〕制ダスト剤の添加

実施例 2 9 において、濃度 10 質量% のポリエチレングリコール 600 水溶液 0.5 質量部を、濃度 10 質量% のポリエチレングリコール 400 水溶液 0.5 質量部に変更した。前記以外は実施例 2 9 と同様の操作を行い、吸水性樹脂組成物 (3 0) を得た。

## 〔実施例 3 1〕界面活性剤なし、キレート剤のみ添加

製造例 2 で得た、不定形粒子状の吸水性樹脂粒子 (A 2) (粒径: 710 ~ 45 μm) 100 質量部に、エチレンカーボネート 0.4 質量部、プロピレングリコール 0.6 質量部および純水 2.5 質量部を混合してなる表面処理剤溶液を、均一に混合した。その後、混合物を 200℃に加熱されたパドルミキサー中で、加熱処理した。前記パドルミキサー中における、混合物の平均滞留時間は約 55 分であった。加熱物を冷却して、J I S 標準

10

20

30

40

50

篩で分級した。分級には目開き $850\mu\text{m}$ の篩および目開き $212\mu\text{m}$ の篩を用い、目開き $850\mu\text{m}$ の篩を通過し、且つ、目開き $212\mu\text{m}$ の篩上に残った粒子を選別した。表面架橋された吸水性樹脂粒子(31)を得た。なお、実施例31では、分級に際して、 $850\mu\text{m}$ 篩非通過の凝集粒子の解砕は行わなかった。

#### 【0384】

次いで、表面架橋された吸水性樹脂粒子(31)100質量部に対し、純水1.0質量部およびジエチレントリアミン5酢酸・3ナトリウム(DTPA・3Na)0.01質量部を混合してなる溶液を、均一に混合した。得られた混合物を、無風条件下、 $60^{\circ}\text{C}$ にて45分間加熱処理した後、目開き $850\mu\text{m}$ のJIS標準篩を通過するまで解砕し、 $850\mu\text{m}$ 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(31)を得た。

10

〔実施例32〕表面架橋後の微粉の除去(第2分級)

実施例31において、表面架橋工程後の分級を、目開き $150\mu\text{m}$ の篩網を有する風力分級機(商品名:「ハイボルターMR-300S」、東洋ハイテック株式会社製)を用いた分級に変更した(架橋された吸水性樹脂粒子の供給量 $100\text{kg/hr}$ )。前記以外は、実施例31と同様の操作を行い、粒子状吸水性樹脂組成物(32)を得た。

#### 【0385】

〔実施例33〕多価金属塩の添加

実施例23において、吸水性樹脂組成物(2)を吸水性樹脂組成物(31)に変更した。前記以外は実施例23と同様の操作を行い、 $850\mu\text{m}$ 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(25)を得た。

20

#### 【0386】

〔実施例34〕多価金属塩の添加

実施例24において、吸水性樹脂組成物(2)を吸水性樹脂組成物(31)に変更した。前記以外は実施例24と同様の操作を行い、 $850\mu\text{m}$ 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(34)を得た。

#### 【0387】

〔実施例35〕制ダスト剤の添加

実施例34で得られた吸水性樹脂組成物(34)に、濃度10質量%のポリエチレングリコール400水溶液0.5質量部を、さらに添加・混合した。このようにして、 $850\mu\text{m}$ 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(35)を得た。

30

#### 【0388】

〔実施例36〕無機微粒子の添加

実施例31で得られた吸水性樹脂組成物(31)に、Aerosil(登録商標)200(日本アエロジル社製)を、0.30質量部添加した。このようにして、 $850\mu\text{m}$ 通過物の粒子状吸水性樹脂組成物(36)を得た。

#### 【0389】

〔比較例1〕界面活性剤なし

実施例1において、表面処理剤溶液に濃度10質量%のポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート溶液(商品名:レオドールTW-S120V、花王株式会社製)を使用しなかったこと以外は、実施例1と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子(1)、および $850\mu\text{m}$ 通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物(1)を得た。

40

#### 【0390】

〔比較例2〕界面活性剤なし

実施例2において、表面処理剤溶液に濃度10質量%のポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート溶液(商品名:レオドールTW-S120V、花王株式会社製)を使用しなかったこと以外は、実施例2と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子(2)、および $850\mu\text{m}$ 通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物(2)を得た。

#### 【0391】

50

## 〔比較例 3〕キレート剤なし

実施例 1 において、ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレート 0.001 質量部の代わりにソルビタンモノラウレート（商品名：イオネット S-20、三洋化成工業社製）0.001 質量部を使用したこと、および、ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム（DTPA・3Na）を使用しなかったこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（3）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（3）を得た。

## 【0392】

## 〔比較例 4〕キレート剤なし

実施例 2 において、ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム（DTPA・3Na）を使用しなかったこと以外は、実施例 2 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（4）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（4）を得た。

## 【0393】

## 〔比較例 5〕表面架橋後に界面活性剤を添加

製造例 2 で得た、不定形粒子状の吸水性樹脂粒子（A2）（粒径：710～45  $\mu\text{m}$ ）100 質量部に、エチレンカーボネート 0.385 質量部、プロピレングリコール 0.644 質量部、純水 2.6 質量部を混合してなる表面処理剤溶液を均一に混合した。その後、混合物を 200  $^{\circ}\text{C}$  に加熱されたパドルミキサー中で加熱処理した。混合物の平均滞留時間は約 50 分であった。加熱物を冷却して、目開き 850  $\mu\text{m}$  と 150  $\mu\text{m}$  の JIS 標準篩で分級することにより、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（5）を得た。なお、850  $\mu\text{m}$  篩上にあった表面架橋後の吸水性樹脂粒子（凝集物）は 850  $\mu\text{m}$  篩を通過するまで解砕した。

## 【0394】

次いで、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（5）100 質量部に対し、濃度 10 質量%のポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレート溶液 0.01 質量部（ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレートとして 0.001 質量部）、ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム（DTPA・3Na）0.01 質量部、および純水 1.0 質量部を混合してなる溶液を、均一に混合した。その後、無風条件下、60  $^{\circ}\text{C}$  で 45 分間加熱処理した後、目開き 850  $\mu\text{m}$  の JIS 標準篩を通過するまで解砕し、850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（5）を得た。

## 【0395】

## 〔比較例 6〕界面活性剤の増量

実施例 2 において、濃度 10 質量%のポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレート溶液の使用量を 1.2 質量部（ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレートとして 0.12 質量部）に変更したこと以外は、実施例 2 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（6）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（6）を得た。

## 【0396】

## 〔比較例 7〕界面活性剤なし

実施例 7 において、表面処理剤溶液に、濃度 10 質量%のポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレート溶液を使用しなかったこと以外は実施例 7 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（7）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（7）を得た。

## 【0397】

## 〔比較例 8〕界面活性剤なし

実施例 8 において、表面処理剤溶液に、濃度 10 質量%のポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノステアレート溶液を使用しなかったこと以外は実施例 8 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（8）、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（8）を得た。

## 【0398】

〔比較例 9〕 界面活性剤なし

実施例 9 において、表面処理剤溶液に、濃度 10 質量%のポリオキシエチレン (20) ソルビタンモノステアレート溶液を使用しなかったこと以外は実施例 9 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子 (9)、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物 (9) を得た。

【0399】

〔比較例 10〕 キレート剤なし

実施例 7 において、表面架橋された吸水性樹脂粒子に対して、ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム (DTPA・3Na) を使用しなかったこと以外は実施例 7 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子 (10)、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物 (10) を得た。

10

【0400】

〔比較例 11〕 キレート剤なし

実施例 8 において、表面架橋された吸水性樹脂粒子に対して、ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム (DTPA・3Na) を使用しなかったこと以外は実施例 8 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子 (11)、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物 (11) を得た。

【0401】

〔比較例 12〕 キレート剤なし

実施例 9 において、表面架橋された吸水性樹脂粒子に対して、ジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム (DTPA・3Na) を使用しなかったこと以外は実施例 9 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子 (12)、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物 (12) を得た。

20

【0402】

〔比較例 13〕 界面活性剤なし

実施例 11 において、表面処理剤溶液に、ポリオキシエチレン (20) ソルビタンモノオレエートを使用しなかったこと以外は実施例 11 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子 (13)、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物 (13) を得た。

【0403】

〔比較例 14〕 界面活性剤なし

実施例 12 において、表面処理剤溶液に、ポリオキシエチレン (20) ソルビタンモノオレエートを使用しなかったこと以外は実施例 12 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子 (14)、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物 (14) を得た。

30

【0404】

〔比較例 15〕 界面活性剤なし

実施例 13 において、表面処理剤溶液に、ポリオキシエチレン (20) ソルビタンモノオレエートを使用しなかったこと以外は実施例 13 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子 (15)、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物 (15) を得た。

40

【0405】

〔比較例 16〕 界面活性剤なし

実施例 14 において、表面処理剤溶液に、ポリオキシエチレン (20) ソルビタンモノオレエートを使用しなかったこと以外は実施例 14 と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子 (16)、および 850  $\mu\text{m}$  通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物 (16) を得た。

【0406】

〔比較例 17〕 キレート剤なし

実施例 11 において、表面架橋された吸水性樹脂粒子に対して、トリエチレンテトラミ

50

ン6酢酸・6ナトリウム（TTHA・6Na）を使用しなかったこと以外は実施例11と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（17）、および比較吸水性樹脂組成物（17）を得た。

#### 【0407】

〔比較例18〕キレート剤なし

実施例15において、表面架橋された吸水性樹脂粒子に対して、トリエチレンテトラミン6酢酸・6ナトリウム（TTHA・6Na）を使用しなかったこと以外は実施例15と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（18）、および850μm通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（18）を得た。

#### 【0408】

〔比較例19〕キレート剤なし

実施例19において、表面架橋された吸水性樹脂粒子に対して、トリエチレンテトラミン6酢酸・6ナトリウム（TTHA・6Na）を使用しなかったこと以外は実施例19と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（19）、および850μm通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（19）を得た。

#### 【0409】

〔比較例20〕特許文献3の実施例1の追試（表面架橋後の界面活性剤およびキレート剤の添加）

背景技術の特許文献3（特開2014-073448号）に記載されている、実施例1と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（20）、および850μm通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（20）を得た。

#### 【0410】

具体的には、特許文献3の〔実施例1〕に準じて、  

$$\text{CH}_3-\text{Si}(\text{CH}_3)_2-\text{O}-[\text{Si}(\text{CH}_3)_2-\text{O}]_m-[\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{R})-\text{O}]_n-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$$
 からなる反応性界面活性剤（X）を合成した。なお、式中、 $\text{R}=(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b-\text{NH}_2$ である。また、前記反応性界面活性剤（X）は、 $\text{HLB}=10$ 、粘度 $=4000\text{mm}^2/\text{s}$ であった。

#### 【0411】

さらに、特許文献3の製造例より得られた吸水性樹脂粒子（A）（粒径：850～1500μm）100質量部に対して、反応性界面活性剤（X）0.05質量部と2-プロパノール0.45質量部との混合溶液0.5質量部を、攪拌しながら添加した。続けて、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）5ナトリウム（以下、「EDTMP・5Na」と略称する）0.04質量部を水6.66質量部に溶解させた水溶液を攪拌しながら添加し、1分間混合した。その後、チャック付き袋（株式会社生産日本社製；ユニパック（登録商標））に移し替えて密閉し、80℃で1時間硬化させた。その後、目開き850μmのJIS標準篩を通過するまで硬化物を解砕して、比較吸水性樹脂組成物（20）（特許文献3の粒子状吸水剤（1））を得た。

#### 【0412】

〔比較例21〕特許文献4の実施例1の追試（表面架橋後の界面活性剤およびキレート剤の添加）

背景技術の特許文献4（国際公開第2012/133734号）に記載されている、実施例1と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子（21）、および850μm通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物（21）を得た。

#### 【0413】

具体的には、特許文献4の〔実施例1〕に準じて、ステアリン酸亜鉛水分散体（ADEKAケミカルサプライ株式会社製；商品名エフコディスパーZD（登録商標）／固形分42.5質量%、界面活性剤を含む）0.706質量部および水6.254質量部を混合した。その後、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）5ナトリウム（以下、「EDTMP・5Na」と略称する）0.04質量部を添加することで、分散液（1）を作製

10

20

30

40

50

した。

#### 【0414】

次に、特許文献4の製造例1で得られた表面架橋された吸水性樹脂粒子(A1)(表面架橋前の粒径:850~150 $\mu$ m)100質量部に対して、前記分散液(1)7質量部(実質添加量;ステアリン酸亜鉛0.3質量部、EDTMP・5NaO.04質量部、水6.66質量部)を攪拌しながら添加し、1分間混合した。その後、チャック付き袋に移し替えて密閉し、80℃で1時間硬化させた。その後、目開き850 $\mu$ mのJIS標準篩を通過するまで硬化物を解砕して吸水性樹脂粒子(B1)を得た。

#### 【0415】

さらに、ポリオキシエチレンアルキルエーテル(株式会社日本触媒製;ソフタノール90(登録商標)/固形分100質量%)0.1質量部および水2.0質量部からなる界面活性剤水溶液(1)を作製した。そして、吸水性樹脂粒子(B1)100質量部に対して、当該界面活性剤水溶液(1)2.1質量部を攪拌しながら添加し、1分間混合した。その後、チャック付き袋(株式会社生産日本社(製);ユニパック(登録商標))に移し替えて密閉し、80℃で1時間硬化させた。その後、目開き850 $\mu$ mのJIS標準篩を通過するまで硬化物を解砕(整粒)して、比較吸水性樹脂組成物(21)(特許文献4の粒子状吸水剤(1))を得た。

#### 【0416】

〔比較例2〕特許文献5の実施例14の追試(表面架橋後の界面活性剤およびキレート剤の添加)

背景技術の特許文献5(国際公開第2009/048145号)に記載されている、実施例14と同様の操作を行い、表面架橋された比較吸水性樹脂粒子(22)、および850 $\mu$ m通過物の粒子状比較吸水性樹脂組成物(22)を得た。

#### 【0417】

具体的には、特許文献5の〔実施例14〕に準じて、特許文献4の製造例1で得られた吸水性樹脂粒子(1)100質量部に、ヘキサン酸(和光純薬工業株式会社社製:CAS-No.142-62-1)を10質量ppm、酪酸エチル(和光純薬工業株式会社社製:CAS-No.105-54-4)を10質量ppm、3-メチル-2-シクロペンテン-1-オン(関東化学株式会社社製:CAS-No.2758-18-1)を10質量ppm、ジエチレントリアミン五酢酸三ナトリウムを0.01質量部、ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート(商品名:レオドールTW-S120V、販売者:花王株式会社)を0.002質量部、水を1.3質量部、エタノールを0.7質量部混合した溶液2.015質量部を添加混合した。その後、60℃の密閉した無風乾燥機内で1時間放置し、目開き850 $\mu$ mのJIS標準篩を通過させ、比較吸水性樹脂組成物(22)(特許文献4の吸水性樹脂組成物(14))を得た。

(結果)

粒子状吸水性樹脂組成物(1)~(36)および比較粒子状吸水性樹脂組成物(1)~(22)について各物性を測定し、表1にまとめた。

#### 【0418】

また、吸水性樹脂組成物(1)~(36)および比較吸水性樹脂組成物(1)~(22)について、これらを用いて吸収性物品を作製し、その性能を評価し、表1にまとめた。

#### 【0419】

なお、表には記載しないが、得られた吸水性樹脂組成物は、粒径850~150 $\mu$ mの粒子が全体の95質量%以上を占める、粒子状吸水性樹脂組成物であった。特に、再分級(第2分級)した実施例2などにおいては、150 $\mu$ m通過物は2.0%以下であった。

#### 【0420】

10

20

30

40

【表 1】

|              | CRC<br>g/g | AAP0.3<br>g/g | AAP0.7<br>g/g | VDAUP0.3<br>g/g | 表面<br>溶出<br>可溶分<br>質量% | 劣化試験後<br>の1時間<br>溶出可溶分<br>wt% | オムツ<br>でのベト<br>ツキ* | 界面活性剤<br>の酸価 | 含水率<br>質量% | 表面張力<br>mN/m | 粉塵中の<br>吸水性樹<br>脂の量<br>ppm | 吸湿ブ<br>ロック<br>ング率<br>% | FGBP | 吸液時間<br>秒 | 戻り量<br>g |
|--------------|------------|---------------|---------------|-----------------|------------------------|-------------------------------|--------------------|--------------|------------|--------------|----------------------------|------------------------|------|-----------|----------|
| 吸水性樹脂組成物(1)  | 40.0       | 33.8          | 20.5          | 20.2            | 1.9                    | 17.4                          | 2.0                | 0.11         | 2.8        | 72           | 185                        | 95                     | 4    | 270       | 12       |
| 吸水性樹脂組成物(2)  | 38.0       | 33.2          | 24.0          | 22.0            | 0.8                    | 16.8                          | 1.8                | 0.11         | 2.9        | 73           | 205                        | 100                    | 8    | 250       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(3)  | 38.4       | 33.5          | 24.2          | 21.8            | 0.8                    | 16.5                          | 1.8                | 0.11         | 3.0        | 73           | 177                        | 93                     | 8    | 240       | 13       |
| 吸水性樹脂組成物(4)  | 41.8       | 32.5          | 13.5          | 18.6            | 4.4                    | 17.6                          | 2.2                | 0.15         | 3.2        | 72           | 187                        | 96                     | 3    | 270       | 13       |
| 吸水性樹脂組成物(5)  | 36.0       | 32.0          | 25.1          | 22.3            | 0.6                    | 15.9                          | 1.6                | 0.17         | 3.1        | 72           | 203                        | 100                    | 20   | 260       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(6)  | 38.2       | 33.4          | 24.3          | 21.8            | 0.8                    | 16.3                          | 1.8                | 0.10         | 3.0        | 71           | 210                        | 95                     | 7    | 260       | 15       |
| 吸水性樹脂組成物(7)  | 38.2       | 33.0          | 24.3          | 21.7            | 0.9                    | 16.5                          | 1.6                | 0.11         | 2.7        | 73           | 195                        | 95                     | 7    | 250       | 13       |
| 吸水性樹脂組成物(8)  | 37.9       | 32.9          | 24.2          | 21.8            | 0.8                    | 16.6                          | 1.6                | 0.11         | 2.8        | 73           | 200                        | 100                    | 8    | 260       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(9)  | 37.4       | 32.2          | 24.0          | 21.4            | 0.8                    | 17.2                          | 1.8                | 0.11         | 2.8        | 72           | 210                        | 100                    | 10   | 260       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(10) | 36.8       | 33.5          | 25.3          | 22.3            | 0.6                    | 15.1                          | 1.4                | 0.11         | 2.9        | 73           | 208                        | 60                     | 12   | 240       | 12       |

\*)5人のパネラーの評価結果の平均値

【0 4 2 1】

10

20

30

40

(表 1 の続き)

|              | CRC<br>g/g | AAPO.3<br>g/g | AAPO.7<br>g/g | VDAUP0.3<br>g/g | 表面<br>溶出<br>可溶分<br>質量% | 劣化試験後<br>の 1 時間<br>溶出可溶分<br>wt% | オムツ<br>でのベト<br>ツキ* | 界面活性剤<br>の酸価 | 含水率<br>質量% | 表面張力<br>mN/m | 粉塵中の<br>吸水性樹<br>脂の量<br>ppm | 吸湿ブ<br>ロック<br>ンゲ率<br>% | FGBP | 吸液時間<br>秒 | 戻り量<br>g |
|--------------|------------|---------------|---------------|-----------------|------------------------|---------------------------------|--------------------|--------------|------------|--------------|----------------------------|------------------------|------|-----------|----------|
| 吸水性樹脂組成物(11) | 39.4       | 34.3          | 22.0          | 20.8            | 1.6                    | 15.8                            | 1.6                | 0.10         | 3.2        | 70           | 208                        | 95                     | 5    | 270       | 12       |
| 吸水性樹脂組成物(12) | 38.0       | 32.9          | 24.3          | 21.6            | 1.1                    | 15.0                            | 1.2                | 0.10         | 3.0        | 70           | 205                        | 97                     | 8    | 260       | 11       |
| 吸水性樹脂組成物(13) | 38.2       | 33.1          | 24.1          | 21.6            | 0.8                    | 15.5                            | 1.4                | 0.10         | 3.0        | 71           | 210                        | 95                     | 8    | 250       | 11       |
| 吸水性樹脂組成物(14) | 37.8       | 32.5          | 24.0          | 21.8            | 1.0                    | 15.3                            | 1.2                | 0.10         | 2.9        | 72           | 211                        | 95                     | 9    | 260       | 12       |
| 吸水性樹脂組成物(15) | 37.7       | 32.2          | 24.4          | 21.4            | 1.1                    | 15.5                            | 1.4                | 0.16         | 2.8        | 71           | 208                        | 98                     | 10   | 250       | 12       |
| 吸水性樹脂組成物(16) | 37.5       | 32.0          | 23.8          | 21.5            | 1.2                    | 15.2                            | 1.2                | 0.16         | 2.8        | 71           | 198                        | 99                     | 10   | 260       | 11       |
| 吸水性樹脂組成物(17) | 38.0       | 33.1          | 24.3          | 21.5            | 0.8                    | 15.7                            | 1.4                | 0.16         | 2.9        | 72           | 200                        | 100                    | 8    | 260       | 11       |
| 吸水性樹脂組成物(18) | 37.5       | 32.0          | 24.0          | 21.6            | 0.8                    | 15.0                            | 1.2                | 0.16         | 3.0        | 71           | 201                        | 95                     | 10   | 250       | 10       |
| 吸水性樹脂組成物(19) | 37.0       | 33.3          | 25.5          | 22.3            | 0.5                    | 15.0                            | 1.2                | 0.13         | 2.9        | 71           | 190                        | 52                     | 12   | 240       | 11       |
| 吸水性樹脂組成物(20) | 37.1       | 33.0          | 25.1          | 21.9            | 0.7                    | 14.8                            | 1.2                | 0.13         | 2.9        | 72           | 195                        | 61                     | 11   | 230       | 10       |
| 吸水性樹脂組成物(21) | 37.0       | 33.1          | 25.3          | 22.1            | 0.6                    | 15.5                            | 1.2                | 0.13         | 2.7        | 72           | 200                        | 55                     | 11   | 240       | 11       |
| 吸水性樹脂組成物(22) | 37.1       | 33.0          | 25.2          | 22.0            | 0.6                    | 14.9                            | 1.2                | 0.13         | 3.0        | 71           | 188                        | 56                     | 10   | 230       | 10       |

\*) 5 人のパネラーの評価結果の平均値

(表 1 の続き)

|              | CRC<br>g/g | AAP0.3<br>g/g | AAP0.7<br>g/g | VDAUP0.3<br>g/g | 表面<br>溶出<br>可溶分<br>質量% | 劣化試験後<br>の 1 時間<br>溶出可溶分<br>wt% | オムツ<br>でのベト<br>ツキ* | 界面活性剤<br>の酸価 | 含水率<br>質量% | 表面張力<br>mN/m | 粉塵中の<br>吸水性樹<br>脂の量<br>ppm | 吸湿ブ<br>ロッキ<br>ング率<br>% | FGBP | 吸液時間<br>秒 | 戻り量<br>g |
|--------------|------------|---------------|---------------|-----------------|------------------------|---------------------------------|--------------------|--------------|------------|--------------|----------------------------|------------------------|------|-----------|----------|
| 吸水性樹脂組成物(23) | 38.0       | 33.0          | 23.5          | 20.5            | 0.7                    | 17.0                            | 2.0                | 0.11         | 3.0        | 73           | 198                        | 38                     | 38   | 230       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(24) | 37.8       | 32.7          | 23.1          | 18.8            | 0.6                    | 17.0                            | 2.0                | 0.11         | 3.1        | 73           | 210                        | 25                     | 46   | 220       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(25) | 38.1       | 32.1          | 23.2          | 18.7            | 0.8                    | 16.8                            | 1.6                | 0.11         | 2.9        | 72           | 190                        | 31                     | 50   | 220       | 13       |
| 吸水性樹脂組成物(26) | 38.0       | 32.2          | 23.6          | 18.9            | 0.9                    | 16.1                            | 1.6                | 0.10         | 3.0        | 72           | 205                        | 28                     | 47   | 220       | 12       |
| 吸水性樹脂組成物(27) | 37.0       | 32.2          | 24.8          | 19.4            | 0.5                    | 15.2                            | 1.4                | 0.13         | 3.0        | 71           | 201                        | 3                      | 60   | 210       | 11       |
| 吸水性樹脂組成物(28) | 37.0       | 28.8          | 18.1          | 22.1            | 0.8                    | 15.6                            | 1.4                | 0.13         | 2.7        | 71           | 204                        | 0                      | 260  | 160       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(29) | 38.0       | 33.1          | 23.8          | 20.6            | 0.7                    | 17.0                            | 2.0                | 0.11         | 2.9        | 71           | 18                         | 5                      | 38   | 240       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(30) | 38.0       | 33.0          | 24.1          | 20.7            | 0.7                    | 16.8                            | 2.0                | 0.11         | 3.1        | 70           | 12                         | 7                      | 35   | 240       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(31) | 37.9       | 33.0          | 24.2          | 22.4            | 0.7                    | 16.4                            | 1.6                |              | 2.4        | 74           | 185                        | 93                     | 10   | 240       | 13       |
| 吸水性樹脂組成物(32) | 38.4       | 33.7          | 25.0          | 22.7            | 0.5                    | 15.8                            | 1.4                |              | 2.6        | 74           | 180                        | 90                     | 10   | 240       | 12       |
| 吸水性樹脂組成物(33) | 37.9       | 32.4          | 23.2          | 21.2            | 0.7                    | 16.8                            | 1.8                |              | 2.8        | 73           | 179                        | 33                     | 41   | 230       | 14       |
| 吸水性樹脂組成物(34) | 37.7       | 31.8          | 22.8          | 19.1            | 0.7                    | 17.1                            | 1.8                |              | 3.0        | 73           | 173                        | 21                     | 55   | 220       | 13       |
| 吸水性樹脂組成物(35) | 37.6       | 31.7          | 22.5          | 19.2            | 0.7                    | 17.0                            | 1.8                |              | 3.0        | 72           | 10                         | 4                      | 57   | 220       | 13       |
| 吸水性樹脂組成物(36) | 37.9       | 28.4          | 17.9          | 22.1            | 0.7                    | 16.3                            | 1.4                |              | 2.5        | 72           | 183                        | 0                      | 280  | 150       | 13       |

\*) 5 人のパネラーの評価結果の平均値

(表 1 の続き)

|                | CRC<br>g/g | AAPO.3<br>g/g | AAPO.7<br>g/g | VDAUP0.3<br>g/g | 表面<br>溶出<br>可溶分<br>質量% | 劣化試験後<br>の 1 時間<br>溶出可溶分<br>wt% | オムツ<br>でのベ<br>トツキ* | 界面活性剤<br>の酸価 | 含水率<br>質量% | 表面張力<br>mN/m | 粉塵中の<br>吸水性樹<br>脂の量<br>ppm | 吸湿ブ<br>ロッキ<br>ング率<br>% | FGBP | 吸液時間<br>秒 | 戻り量<br>g |
|----------------|------------|---------------|---------------|-----------------|------------------------|---------------------------------|--------------------|--------------|------------|--------------|----------------------------|------------------------|------|-----------|----------|
| 比較吸水性樹脂組成物(1)  | 40.1       | 31.3          | 18.5          | 14.8            | 3.2                    | 21.6                            | 3.2                | -            | 4.0        | 73           | 310                        | 98                     | 3    | 300       | 18       |
| 比較吸水性樹脂組成物(2)  | 37.8       | 31.2          | 21.3          | 19.7            | 2.2                    | 20.0                            | 3.0                | -            | 4.1        | 73           | 352                        | 100                    | 5    | 290       | 20       |
| 比較吸水性樹脂組成物(3)  | 40.5       | 33.0          | 19.2          | 15.4            |                        | 37.1                            | 5.0                | 0.15         | 4.0        | 73           |                            |                        |      |           |          |
| 比較吸水性樹脂組成物(4)  | 38.3       | 33.3          | 23.6          | 21.4            |                        | 34.4                            | 5.0                | 0.11         | 4.2        | 73           |                            |                        |      |           |          |
| 比較吸水性樹脂組成物(5)  | 37.9       | 31.0          | 21.2          | 19.6            | 2.2                    | 20.3                            | 3.2                | 0.11         | 4.1        | 71           | 305                        | 98                     | 7    | 290       | 19       |
| 比較吸水性樹脂組成物(6)  | 43.9       | 27.4          | 7.8           | 6.2             | 6.9                    | 28.0                            | 4.6                | 0.11         | 5.4        | 39           | 204                        | 100                    | 1    | 310       | 24       |
| 比較吸水性樹脂組成物(7)  | 38.0       | 30.8          | 21.1          | 19.5            | 2.3                    | 20.1                            | 3.0                | -            | 3.8        | 73           | 311                        | 99                     | 6    | 290       | 18       |
| 比較吸水性樹脂組成物(8)  | 38.1       | 30.9          | 21.0          | 19.5            | 2.2                    | 20.4                            | 3.2                | -            | 3.8        | 73           | 313                        | 100                    | 6    | 290       | 19       |
| 比較吸水性樹脂組成物(9)  | 37.3       | 30.4          | 20.7          | 19.2            | 2.4                    | 21.0                            | 3.4                | -            | 3.8        | 73           | 321                        | 98                     | 8    | 300       | 21       |
| 比較吸水性樹脂組成物(10) | 37.8       | 31.2          | 21.1          | 19.6            |                        | 34.5                            | 5.0                | 0.11         | 3.9        | 72           |                            |                        |      |           |          |
| 比較吸水性樹脂組成物(11) | 37.9       | 31.2          | 21.0          | 19.6            |                        | 34.8                            | 5.0                | 0.11         | 3.9        | 72           |                            |                        |      |           |          |
| 比較吸水性樹脂組成物(12) | 37.5       | 31.5          | 20.7          | 19.6            |                        | 35.0                            | 5.0                | 0.11         | 3.9        | 72           |                            |                        |      |           |          |

\*) 5 人のパネラーの評価結果の平均値

(表1の続き)

|                | CRC<br>g/g | AAP0.3<br>g/g | AAP0.7<br>g/g | VDAUP0.3<br>g/g | 表面<br>溶出<br>可溶分<br>質量% | 劣化試験後<br>の1時間<br>溶出可溶分<br>wt% | オムツ<br>でのベ<br>トツキ* | 界面活性剤<br>の酸価 | 含水率<br>質量% | 表面張力<br>mN/m | 粉塵中の<br>吸水性樹<br>脂の量<br>ppm | 吸湿ブ<br>ロック<br>ング率<br>% | FGBP | 吸液時間<br>秒 | 戻り量<br>g |
|----------------|------------|---------------|---------------|-----------------|------------------------|-------------------------------|--------------------|--------------|------------|--------------|----------------------------|------------------------|------|-----------|----------|
| 比較吸水性樹脂組成物(13) | 38.4       | 31.0          | 20.3          | 19.2            | 2.4                    | 20.0                          | 2.8                | -            | 3.8        | 73           | 309                        | 100                    | 5    | 290       | 17       |
| 比較吸水性樹脂組成物(14) | 38.0       | 30.5          | 20.5          | 19.1            | 2.3                    | 19.8                          | 2.8                | -            | 4.0        | 73           | 316                        | 100                    | 4    | 280       | 17       |
| 比較吸水性樹脂組成物(15) | 38.3       | 30.8          | 20.0          | 19.0            | 2.3                    | 20.1                          | 3.2                | -            | 4.0        | 72           | 321                        | 98                     | 4    | 290       | 18       |
| 比較吸水性樹脂組成物(16) | 38.4       | 30.9          | 20.1          | 19.1            | 2.5                    | 20.4                          | 3.0                | -            | 3.9        | 71           | 333                        | 98                     | 4    | 280       | 17       |
| 比較吸水性樹脂組成物(17) | 38.2       | 30.8          | 19.8          | 18.9            |                        | 34.2                          | 5.0                | 0.10         | 4.0        | 70           |                            |                        |      |           |          |
| 比較吸水性樹脂組成物(18) | 37.8       | 30.3          | 20.2          | 18.9            |                        | 33.8                          | 5.0                | 0.16         | 4.1        | 71           |                            |                        |      |           |          |
| 比較吸水性樹脂組成物(19) | 37.0       | 31.1          | 21.8          | 19.9            |                        | 32.7                          | 4.8                | 0.13         | 3.9        | 71           |                            |                        |      |           |          |
| 比較吸水性樹脂組成物(20) | 37.8       | 27.0          |               |                 |                        | 20.1                          | 3.0                | -            | 11         | 68           |                            |                        |      | 280       | 26       |
| 比較吸水性樹脂組成物(21) | 37.3       | 26.8          |               |                 |                        | 20.3                          | 3.2                | -            | 12.1       | 45           |                            |                        |      | 300       | 25       |
| 比較吸水性樹脂組成物(22) | 34.0       | 30.1          | 23.3          |                 |                        | 19.2                          | 2.2                | -            | 3.1        | 70           |                            |                        |      |           |          |

\*) 5人のパネラーの評価結果の平均値

【0425】

表1に示されているように、吸水性樹脂組成物(1)～(36)は、比較吸水性樹脂組

10

20

30

40

50

成物（１）～（２２）よりも、劣化試験後の１時間溶出可溶分が少なかった。また、吸水性樹脂組成物（１）～（３６）は、吸収体（おむつ）に加工した際の吸収体の手触りも、ベタツキが少なくなり、吸収体の吸液時間（秒）や戻り量（g）も改善されていた。

【０４２６】

また、実施例１、２と、比較例１～４との結果を比較、実施例７～１５と比較例７～１８とを対比することにより、本発明の吸水性樹脂組成物の製法方法の一例として、界面活性剤とキレート剤とを併用することにより、劣化試験後の１時間溶出可溶分が顕著に低下していた。

【０４２７】

これは、界面活性剤自体に劣化試験後の１時間溶出可溶分を低減する効果がないことを考えると、驚くべき結果であった。

10

【０４２８】

実施例１と実施例３との対比より、表面架橋後の微粉除去（第２分級）によって、劣化試験後の可溶分量を低減できることが分かる。

【０４２９】

実施例１、２と実施例４～６との対比より、界面活性剤の種類や量を変更しても、ほぼ同様の効果が得られることが分かる。

【０４３０】

実施例２と実施例７～９との対比より、表面架橋剤を変更しても、ほぼ同様の効果が得られることが分かる。

20

【０４３１】

実施例１１～１６より、界面活性剤の種類および/またはキレート剤の種類を変更しても、ほぼ同様の効果が得られることが分かる。

【０４３２】

比較例６より、界面活性剤が多すぎる場合、表面張力の低下のみならず、耐尿性および加圧下吸水倍率（AAP0.3、AAP0.7およびVDAUP0.3）も低下することが分かる。

【０４３３】

比較例２０～２２より、本発明の背景技術である特許文献３～５は、本発明の吸水性樹脂組成物を開示していないことが分かる。

30

【０４３４】

このように、本発明は、特許文献１～５のような従来技術ではなんら着目されていなかった粉塵量に着目し、粉塵中の吸水性樹脂の量を制御することによって、高い耐尿性を得ている。本発明の一実施形態に係る吸水性樹脂組成物は、特許文献１～５などに開示されている吸水性樹脂組成物に対して、おむつとして実使用した際に、戻り量低減、吸液時間の短縮、およびべとつき低減の面で、実使用に適した吸水性樹脂組成物である。したがって、前記吸水性樹脂組成物によれば、優れた衛生材料（特に紙おむつなど）が提供される。

【産業上の利用可能性】

【０４３５】

本発明の一実施形態に係る方法により製造された吸水性樹脂組成物は耐尿性に優れる。当該吸水性樹脂組成物は、例えば、吸水倍率に優れベトツキ感が低減された吸収体（おむつなど）に利用できる。

40

---

フロントページの続き

- (72)発明者 鳥井 一司  
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖９９２番地の１ 株式会社日本触媒内
- (72)発明者 藤本 拓  
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖９９２番地の１ 株式会社日本触媒内
- (72)発明者 河田 洋輝  
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖９９２番地の１ 株式会社日本触媒内

審査官 今井 督

- (56)参考文献 特開２０１２－１４３７５５（ＪＰ，Ａ）  
特開２０１５－１２０９３３（ＪＰ，Ａ）  
国際公開第２０１２／１０２４０６（ＷＯ，Ａ１）

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- |         |                           |
|---------|---------------------------|
| C 08 L  | 1 0 1 / 0 0 - 1 0 1 / 1 4 |
| C 08 K  | 3 / 0 0 - 1 3 / 0 8       |
| C 08 F  | 2 0 / 0 0 - 2 0 / 7 0     |
| C 08 J  | 3 / 0 0 - 3 / 2 8         |
| A 6 1 F | 1 3 / 0 0 - 1 3 / 8 4     |