



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006109832/04, 29.03.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.03.2005

(30) Конвенционный приоритет:
29.03.2004 JP 2004-096083
20.07.2004 JP 2004-211856

(43) Дата публикации заявки: 10.10.2007

(45) Опубликовано: 20.11.2008 Бюл. № 32

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 2002120074 A1, 29.08.2002. RU
2183648 C2, 20.06.2002.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: 29.03.2006

(86) Заявка РСТ:
JP 2005/006570 (29.03.2005)

(87) Публикация РСТ:
WO 2005/092956 (06.10.2005)

Адрес для переписки:
191036, Санкт-Петербург, а/я 24, "НЕВИНПАТ",
пат.пов. А.В.Поликарпову

(72) Автор(ы):

ВАДА Катсуюки (JP),
КИМУРА Казуки (JP),
УЕДА Хироко (JP),
КАНТО Теруюки (JP),
ФУДЖИМАРУ Хиротама (JP)

(73) Патентообладатель(и):

Ниппон Шокубаи Ко., Лтд. (JP)

(54) ВОДОПОГЛОЩАЮЩИЙ АГЕНТ В ВИДЕ ЧАСТИЦ, СОДЕРЖАЩИЙ В КАЧЕСТВЕ ОСНОВНОГО КОМПОНЕНТА ВОДОПОГЛОЩАЮЩУЮ СМОЛУ (ВАРИАНТЫ), ПОГЛОЩАЮЩЕЕ ИЗДЕЛИЕ НА ЕГО ОСНОВЕ И ВАРИАНТЫ СПОСОБА ПОЛУЧЕНИЯ ВОДОПОГЛОЩАЮЩЕГО АГЕНТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к водопоглощающему агенту в виде частиц, содержащему в качестве основного компонента водопоглощающую смолу, используемому в поглощающих изделиях. Техническая задача - создание водопоглощающего агента с улучшенными эксплуатационными характеристиками. Предложен водопоглощающий агент в виде частиц, сохраняющий превосходные поглощающие свойства в течение длительного времени даже при изменениях состава мочи. Водопоглощающий агент в виде частиц включает водопоглощающую смолу в виде частиц, полученную путем полимеризации с образованием

поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего в качестве основного компонента акриловую кислоту, и обладает способностью к удержанию жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе не менее 32 г/г, имеет среднемассовый размер частиц (D50) от 200 до 400 мкм, долю частиц диаметром менее 150 мкм от 0 до 2% масс., и величину повышения содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения, составляющую от 0 до 15% масс. Предложены варианты водопоглощающего агента и способы его получения, а также поглощающее изделие. 7 н. и 15 з.п. ф-лы, 7 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 338 763** ⁽¹³⁾ **C2**

(51) Int. Cl.

C08L 101/14 (2006.01)

A61L 15/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2006109832/04, 29.03.2005**

(24) Effective date for property rights: **29.03.2005**

(30) Priority:
29.03.2004 JP 2004-096083
20.07.2004 JP 2004-211856

(43) Application published: **10.10.2007**

(45) Date of publication: **20.11.2008 Bull. 32**

(85) Commencement of national phase: **29.03.2006**

(86) PCT application:
JP 2005/006570 (29.03.2005)

(87) PCT publication:
WO 2005/092956 (06.10.2005)

Mail address:
191036, Sankt-Peterburg, a/ja 24, "NEVINPAT",
pat.pov. A.V.Polikarpovu

(72) Inventor(s):

VADA Katsujuki (JP),
KIMURA Kazuki (JP),
UEDA Khiroko (JP),
KANTO Terujuki (JP),
FUDZhiMARU Khivotama (JP)

(73) Proprietor(s):

Nippon Shokubai Co., Ltd. (JP)

(54) WATER-ABSORBING AGENT IN FORM OF PARTICLES, CONTAINING BASE COMPONENT IN FORM OF WATER-ABSORBING RESIN (VERSIONS), ABSORBING OBJECT BASED ON AGENT AND VERSIONS OF METHODS OF OBTAINING WATER-ABSORBING AGENT

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention pertains to a water-absorbing agent in form of particles, which contains a water-absorbing resin as the base component, used in absorbing objects. Proposal is given of a resin, used in absorbing objects. Proposal is given of a water absorbing agent in form of particles, which retain excellent absorbing properties for a long period of time even when the composition of water is changed. The water absorbing agent consists of a water absorbing resin in form of particles, obtained through polymerisation with formation of transverse bonds of unsaturated monomer, containing a base component in form of acrylic

acid, and is capable of retaining liquid after centrifugal treatment (CRC) in a normal saline solution of not less than 32g/g. The agent has mass-average size of particles (D50) from 200 to 400 mcm. The ratio of particles with diameter less than 150 mcm ranges from 0 to 2 wt %. The water absorbing agent has value of increasing content of extractable substances under destruction effect ranging from 0 to 15 wt %. Versions of the water absorbing agent and methods of obtaining it, as well as an absorbing object, are proposed.

EFFECT: design of a water absorbing agent with improved extraction characteristics.

22 cl, 7 tbl, 30 ex

Текст описания приведен в факсимильном виде.

Настоящее изобретение относится к водопоглощающему агенту в виде частиц, содержащему в качестве основного компонента водопоглощающую смолу. В частности, изобретение относится к водопоглощающему агенту в виде частиц с улучшенной поглощающей способностью, который не может быть получен традиционными способами и который может быть использован в поглощающих изделиях, таких как подгузники (памперсы).

Уровень техники

В настоящее время в качестве компонентов гигиенических материалов (поглощающих изделий), таких как бумажные пеленки и подгузники, гигиенические салфетки, прокладки для больных недержанием и тому подобное, широко применяются водопоглощающие смолы, предназначенные для поглощения физиологических жидкостей, и гидрофильные волокна, такие как целлюлозная масса. В качестве основного сырья для водопоглощающих смол используют, например, частично нейтрализованную поперечносшитую полиакриловую кислоту, гидролизаты графт-полимера крахмала и акриловой кислоты, омыленные сополимеры винилацетата и сложного эфира акриловой кислоты, гидролизаты сополимеров акрилонитрила или сополимеров акриламида или поперечносшитых сополимеров указанных веществ, поперечносшитые полимеры катионных мономеров и подобные им вещества.

Традиционно все возрастающими являются требования к свойствам водопоглощающей смолы, таким как увеличение количества поглощаемой воды или скорости поглощения воды, увеличение прочности геля и проницаемости геля при контакте с водной жидкостью, такой как физиологическая жидкость, а также повышение силы всасывания воды из субстрата, содержащего водную жидкость. Кроме того, в недавнее время возникла необходимость создания порошка водопоглощающей смолы с очень узким распределением размеров частиц или водопоглощающей смолы с высокой поглощающей способностью и низким содержанием экстрагируемых водой веществ, а также особенная необходимость достижения высокой поглощающей способности под давлением

и проницаемости жидкости под давлением. Кроме вышеуказанных требований, необходимы следующие характеристики геля: он не должен разрушаться в течение длительного времени и должен сохранять поглощающую способность даже в набухшем и желированном состоянии при поглощении физиологической жидкости или мочи.

Например, было опубликовано много патентных заявок, по многим параметрам описывающих разнообразные свойства указанных водопоглощающих смол или водопоглощающих агентов, содержащих в качестве основного компонента водопоглощающую смолу, или способы их измерения (переизданный патент US 32649, UK 2267094B, US 5051259, US 5419956, US 6087002, EP 0629441, EP 0707603, EP 0712659, EP 1029886, US 5462972, US 5453323, US 5797893, US 6127454, US 6184433, US 6297335, переизданный патент US 37021, US 5140076, US 6414214B1, US 5994440, US 6444744, US 6194531, EP 0940148, EP 1153656, EP 0605215, US 5147343, US 5149335, EP 0532002, US 5601452, US 5562646, US 5669894, US 6150582, WO 02/053198, EP 0937739).

В переизданном патенте US 32649 описаны водопоглощающие смолы с улучшенной прочностью геля, пониженным содержанием экстрагируемых веществ и повышенной поглощающей способностью. В UK 2267094B описана водопоглощающая смола с улучшенной проницаемостью жидкости при отсутствии давления, скоростью поглощения и поглощающей способностью. В US 5051259, US 5419956, US 6087002 и EP 0629441 также предложена методика, характеризующая специфическое распределение размеров частиц. Кроме того, водопоглощающая смола с повышенной поглощающей способностью под давлением при различных нагрузках и многочисленные способы измерения этого свойства, а также водопоглощающие смолы, обладающие повышенной поглощающей способностью под давлением, отдельно или в сочетании с другими свойствами предложены в EP 0707603, EP 0712659, EP 1029886, US 5462972, US 5453323, US 5797893, US 6127454, US 6184433, US 6297335 и переизданном патенте US 37021.

В US 5140076 и US 6414214B1 предложены водопоглощающие смолы с низким показателем снижения свойств при ударе. В US 5994440 предложена водопоглощающая смола со специфическим количеством порошкообразной пыли, а в US 6444744 предложена менее окрашенная водопоглощающая

смола. В US 6194531 и EP 0940148 предложены водопоглощающие смолы с повышенной стойкостью геля в водном растворе L-аскорбиновой кислоты, что является показателем стойкости к моче, или водопоглощающие смолы с повышенной водопоглощающей способностью. Водопоглощающая смола с повышенной воздухопроницаемостью предложена в EP 1153656. В EP 0605215 предложена водопоглощающая смола с пониженным содержанием остаточных мономеров.

Кроме того, в US 5147343, US 5149335, EP 0532002, US 5601452, US 5562646, US 5669894, US 6150582 и WO 02/053198 предложены водопоглощающие смолы со специфическими свойствами, пригодные для изготовления водопоглощающих изделий, таких как подгузники с определенными свойствами, составом или концентрацией полимера. Кроме того, в EP 0937739 предложен способ поперечной сшивки поверхности по меньшей мере части частиц смолы при их измельчении.

Сущность изобретения

Среди водопоглощающих смол и водопоглощающих агентов, разработанных, как описано выше, на основании многих их свойств, были получены продукты с целевыми или специфическими свойствами; однако их характеристики при практическом использовании, например, в бумажных подгузниках и подобных изделиях все же не являются удовлетворительными, несмотря на контроль указанных свойств.

В настоящее время, несмотря на то, что уже разработано большое количество водопоглощающих смол и водопоглощающих агентов, на практике все еще не получены их удовлетворительные характеристики, даже при регулировании или создании таких свойств, как скорость водопоглощения, способность удержания жидкости после центробежной обработки (centrifuge retention capacity, CRC), поглощающая способность под давлением, прочность геля, стойкость, содержание экстрагируемых веществ и размер частиц. Таким образом, задачей настоящего изобретения является создание водопоглощающего агента, пригодного для практического использования в традиционном субстрате для водопоглощающего агента.

Описание предпочтительного варианта (вариантов) выполнения

В результате исследований, направленных на решение задачи, было обнаружено, что при нахождении в моче водопоглощающего агента, предлагаемого в соответствии с настоящим изобретением и имеющего специфическое распределение размеров частиц и поглощающую способность, компоненты мочи постепенно разрушают поперечносшитую структуру водопоглощающей смолы, что увеличивает тенденцию водопоглощающего агента к разрушению, а указанное разрушение под действием мочи приводит к увеличению содержания экстрагируемых веществ и изменяет водопоглощающие свойства. Традиционно, свойства водопоглощающих смол или водопоглощающих агентов определяют в физиологическом солевом растворе (водный 0,9% масс. раствор NaCl) или различных растворах искусственной мочи; однако компоненты искусственной мочи, применяемые в каждом патенте, различаются, и, кроме того, состав натуральной мочи также не является постоянным, но зависит от жизненного окружения, состава пищи, возраста и времени года, а также отличается в зависимости от времени или физического состояния конкретного человека. Поскольку поглощающие свойства традиционных водопоглощающих смол и водопоглощающих агентов оценивали, используя один вид специфической поглощаемой жидкости, такой как конкретный физиологический раствор или раствор искусственной мочи, выбранный в качестве модельного раствора мочи, оценка реакции водопоглощающего агента на смену состава мочи была затруднена, и, таким образом, было выяснено, что традиционный водопоглощающий агент не может иметь нужных для практического использования характеристик, поскольку состав экстрагируемых веществ в водопоглощающем агенте изменяется в зависимости от состава мочи.

Таким образом, в соответствии с настоящим изобретением, «разрушение под действием мочи» определено как разрушение водопоглощающего агента под действием мочи конкретных людей, или под действием изменения состава мочи, вызванного сезонными или физическими условиями в организме конкретного человека; в качестве показателей степени разрушения под действием мочи в настоящем изобретении введены понятия «повышение содержания экстрагируемых веществ, вызванное разрушением» и «повышение соотношения экстрагируемых веществ, вызванное разрушением». В

соответствии с настоящим изобретением «повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» и «повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения» определяют при помощи следующих формул. В соответствии с настоящим изобретением, если не указано особо, испытательная разрушающая жидкость означает физиологический солевой раствор, содержащий 0,05% масс. L-аскорбиновой кислоты, а физиологический солевой раствор означает водный 0,9% масс. раствор NaCl, используемый при комнатной температуре (25°C±2°C), если иное не оговорено особо. Способы измерения описаны в представленных ниже примерах.

«Повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» (% масс.) = вещества, извлекаемые в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью (% масс.) – вещества, извлекаемые в течение одного часа физиологическим солевым раствором (% масс.)

«Повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения» = вещества, извлекаемые в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью (% масс.) / вещества, извлекаемые в течение одного часа физиологическим солевым раствором (% масс.)

Если количество веществ в испытательной разрушающей жидкости после разрушения превышает количество указанных веществ до разрушения, это значит, что экстрагируемые вещества легче покидают поглощающий субстрат, что, в свою очередь, затрудняет диффузию жидкости, такой как кровь или моча, в поглощающий субстрат и, следовательно, снижает его поглощающие свойства. Кроме того, значительное возрастание содержания экстрагируемых веществ связано с разрушением поперечно-сшитой структуры водопоглощающего агента, что затрудняет удержание физиологических жидкостей, таких как кровь или моча, в водопоглощающем агенте и поэтому снижает поглощающие характеристики. Такое снижение поглощающих характеристик проявляется в виде повышения повторного увлажнения поглощающего субстрата или поглощающих изделий. Таким образом, предпочтительно, чтобы «повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» и «повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения» находилось в определенных пределах, позволяющих замедлить повышение повторного увлажнения.

5 Подробное исследование разрушения под действием мочи показало, что
степень разрушения в основном зависит от площади поверхности
водопоглощающего агента, а содержание экстрагируемых веществ под
действием разрушения значительно увеличивается в водопоглощающем агенте
10 с распределением размеров частиц, которому соответствует более низкий
среднемассовый размер частиц, например, в водопоглощающем агенте со
среднемассовым размером частиц D50, не превышающим 400 мкм.
Среднемассовый размер частиц является важным фактором, влияющим на
поглощающие характеристики водопоглощающей смолы или
15 водопоглощающего агента, а также изготовление поглощающего изделия,
такого как подгузник, и таким образом проблема замедления разрушения под
действием мочи не может быть решена простым увеличением среднемассового
размера.

20 Кроме того, разрушение водопоглощающего агента под действием мочи
также коррелирует с поглощающей способностью, и повышение поглощающей
способности значительно увеличивает содержание экстрагируемых веществ из-
25 за разрушения, вызванного действием мочи. Таким образом, для увеличения
поглощаемого количества жидкости в поглощающем изделии, таком как
подгузник (памперс), и достижения более длительного срока использования,
недостаточно повышения одной лишь поглощающей способности
30 водопоглощающей смолы.

35 Это указывает на то, что в настоящее время, когда производство
нацелено на создание более тонких поглощающих изделий, водопоглощающий
агент с небольшим среднемассовым размером частиц D50, не превышающим
400 мкм, высокой поглощающей способностью и некоторым ограниченным
диапазоном содержания экстрагируемых веществ вне зависимости от состава
40 мочи оказывается более выгодным по сравнению с традиционным
водопоглощающими агентами; однако, далее следует отметить, что такой
водопоглощающий агент, как агент с небольшим среднемассовым размером
45 частиц D50, не превышающим 400 мкм, высокой поглощающей способностью и
некоторым ограниченным диапазоном содержания экстрагируемых веществ вне
зависимости от состава мочи трудно изготовить, и следовательно, он не был
изготовлен ранее.

Рассмотрев вышесказанное, авторы настоящего изобретения считают, что указанная проблема может быть решена, согласно изобретению, путем изготовления водопоглощающего агента, имеющего высокую стойкость по отношению к моче, характеризующегося определенным среднемассовым размером частиц, поперечно-сшитой структурой, определенной способностью к удержанию жидкости после центробежной обработки (centrifuge retention capacity, CRC), определенным распределением размеров частиц и среднемассовым размером частиц, а также определенным диапазоном значений показателей «повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» и «повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения».

Первый водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в соответствии с настоящим изобретением, представляет собой:

водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу в виде частиц, полученную при полимеризации с образованием поперечных связей (crosslinking polymerization) ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу и/или ее соль в качестве основного компонента, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет требованиям, перечисленным в пунктах (a) - (d):

(a) способность к удержанию жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(c) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс; и

(d) повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения, выражаемое вышеуказанной формулой, составляет от 0 до 15% масс., и количество веществ, экстрагируемых в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью, составляет от 0,1 до 30% масс.

Второй водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в соответствии с настоящим изобретением, представляет собой:

водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу в виде частиц, полученную при полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу

и/или ее соль в качестве основного компонента, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет требованиям, перечисленным в пунктах (а) - (с) и (е):

(а) способность к удержанию жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс; и

(е) повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения, выражаемое вышеуказанной формулой, составляет от 1 до 4, и количество веществ, экстрагируемых в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью, составляет от 0,1 до 30% масс.

Третий водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в соответствии с настоящим изобретением, представляет собой:

водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу в виде частиц, полученную при полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу и/или ее соль в качестве основного компонента, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет требованиям, перечисленным в пунктах (а) - (с), (f) и (g):

(а) способность к удержанию жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс;

(f) содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе, спустя 16 часов, находится в диапазоне от 0,1 до 10% масс.; и

(g) поглощающая способность под давлением 4,8 кПа (AAP4,8 кПа) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 21 г/г.

Способ приготовления первого водопоглощающего агента в виде частиц, предлагаемого в соответствии с настоящим изобретением, характеризуется тем, что включает следующие операции:

операцию полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего в качестве основного компонента не нейтрализованную акриловую кислоту и/или ее соль, в присутствии сшивающего агента и агента переноса цепи; и

операцию образования поперечных связей на поверхности частицы водопоглощающей смолы, полученной при полимеризации и отвечающей требованиям, перечисленным в нижеследующих пунктах (а) - (с):

(а) способность к удержанию жидкости после центробежной обработки (CRC) частиц смолы в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер (D50) частиц смолы находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц смолы, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс.

Способ приготовления второго водопоглощающего агента в виде частиц, предлагаемого в соответствии с настоящим изобретением, характеризуется тем, что включает следующие операции:

операцию полимеризации с образованием поперечных связей водного раствора ненасыщенного мономера, имеющего концентрацию от 10 до 30% масс. и содержащего в качестве основного компонента не нейтрализованную акриловую кислоту, в присутствии сшивающего агента;

операцию нейтрализации, проводимую после полимеризации; и

операцию образования поперечных связей на поверхности частицы водопоглощающей смолы, полученной при полимеризации и отвечающей требованиям, перечисленным в нижеследующих пунктах (а) - (с):

(а) способность к удержанию жидкости после центробежной обработки (CRC) частиц смолы в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер (D50) частиц смолы находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц смолы, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс.

Способ приготовления третьего водопоглощающего агента в виде частиц, предлагаемого в соответствии с настоящим изобретением, характеризуется тем, что включает следующие операции:

операцию полимеризации с образованием поперечных связей водного раствора ненасыщенного мономера, содержащего в качестве основного компонента не нейтрализованную акриловую кислоту и/или ее соли, в присутствии сшивающего агента; и

операцию образования поперечных связей на поверхности частицы водопоглощающей смолы, полученной при полимеризации и отвечающей требованиям, перечисленным в нижеследующих пунктах (а) - (с):

(а) способность к удержанию жидкости после центробежной обработки (CRC) частиц смолы в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц смолы (D50) находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц смолы, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс.; и

операцию добавления хелатирующего агента, производимую в один или более моментов, выбранных из группы, состоящей из следующих:

(i) во время полимеризации

(ii) после полимеризации, но до сшивки поверхности

(iii) во время сшивки поверхности

(iv) после сшивки поверхности.

Преимущества настоящего изобретения

Применение водопоглощающего агента в виде частиц, предлагаемого в соответствии с настоящим изобретением, благодаря наличию особенной поглощающей способности и особенного распределения размеров частиц позволяет на практике при изготовлении поглощающих изделий, таких как подгузники, получать рабочие характеристики, в особенности, поглощающую способность за короткое время, превосходящие характеристики агентов, получаемых традиционными способами. В частности, может быть снижено повторное смачивание и значительно улучшено ощущение сухости поверхности подгузника.

Кроме того, благодаря замедлению разрушения, вызываемого мочой, изделие имеет повышенную устойчивость геля и сохраняет поглощающие способности в течение длительного времени и, таким образом, снижает дискомфорт у людей, использующих поглощающие изделия.

В соответствии с настоящим изобретением, вследствие возможности замедления разрушения под действием мочи, а также благодаря специфическому распределению размера частиц, снижается разделение по размерам, а при транспортировке порошка во время производства водопоглощающего агента в виде частиц или изготовления поглощающих изделий, таких как подгузники, обеспечивается улучшенная текучесть порошка при поршневом режиме потока, что сглаживает пульсации, вызываемые периодическим изменением количества загружаемого порошка. Кроме того, при изготовлении поглощающих изделий, таких как подгузники, облегчается операция смешивания водопоглощающего агента в виде частиц с гидрофильным волокном, таким как размолотая древесная масса, что приводит к быстрому получению гомогенной композиции.

Лучшие примеры осуществления изобретения

Ниже будут описаны сырье, применяемое для изготовления водопоглощающей смолы и водопоглощающего агента, предлагаемого в соответствии с настоящим изобретением, а также условия протекания соответствующих реакций. В соответствии с настоящим изобретением, при помощи способов, описанных далее в примерах, измеряли следующие характеристики: (a) способность к удержанию жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе, (b) среднемассовый размер частиц (D50), (d) повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения, (e) повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения, (f) содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, (g) поглощающая способность под давлением 4,8 кПа (AAP4,8 кПа) в физиологическом солевом растворе, (i) поглощающая способность под давлением 1,9 кПа (AAP1,9 кПа) в физиологическом солевом растворе, (j) скорость поглощения в физиологическом солевом растворе, измеренная методом воронки, (k) текучесть после поглощения влаги, (l) логарифмическое стандартное

отклонение распределения размеров частиц и содержания экстрагируемых веществ после 1-часового пребывания в испытательной разрушающей жидкости.

5

(1) Водопоглощающая смола

Водопоглощающая смола, предлагаемая в соответствии с настоящим изобретением, означает поперечно-сшитый полимер, который может образовывать гидрогель, набухать в воде, но не растворяться в ней; например, набухание в воде означает, что, находясь в воде, очищенной ионообменом, материал поглощает большое количество воды – например, по существу, количество воды, в 5 раз или более превышающее его массу, и предпочтительно, количество воды, в 50-1000 раз превышающее его массу. Нерастворимость в воде означает, что после 1-часового пребывания материала в воде количество экстрагируемых веществ не превышает 50% масс. и находится в диапазоне, описанном ниже. Способы определения указанных характеристик описаны ниже в примерах.

Для достижения целей настоящего изобретения в качестве водопоглощающей смолы в основном применяли водопоглощающую смолу, полученную при полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу и/или ее соль, и предпочтительно применяли (частично) нейтрализованный полимер полиакриловой кислоты, полученный при полимеризации и поперечной сшивке ненасыщенного мономера, в основном состоящего из акриловой кислоты и/или ее солей. Для целей настоящего изобретения может быть использована любая водопоглощающая смола, имеющая поперечно-сшитую полимеризованную структуру; она может представлять собой водопоглощающую смолу, полученную путем реакции поперечной сшивки с помощью сшивающего агента после полимеризации ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу, и/или его солей.

45

(2) Водопоглощающий агент и способ его изготовления

Водопоглощающий агент, предлагаемый в соответствии с настоящим изобретением, представляет собой твердеющий агент, предназначенный для поглощения водной жидкости, основной компонент которого представляет

50

с собой водопоглощающую смолу. Водная жидкость не ограничена водой, но также включает водосодержащие вещества, природа которых по существу не ограничена, такие как моча, кровь, выделения, жидкие отходы, влагу или водяной пар, лед, смесь воды и органических растворителей или неорганических растворителей, дождевую воду и подземную (грунтовую) воду, предпочтительно мочу и особо предпочтительно мочу человека. В соответствии с настоящим изобретением, водопоглощающая смола может быть использована как таковая, в качестве водопоглощающего агента; в ней, возможно, могут содержаться добавки или вода. Содержание водопоглощающей смолы в водопоглощающем агенте составляет от 70 до 100% масс. от массы водопоглощающего агента, предпочтительно от 80 до 100% масс. и еще более предпочтительно от 90 до 100% масс. Что касается остальных компонентов, обычно в качестве основного или существенного компонента применяют воду, и кроме того, применяют дополнительные добавки, описанные ниже.

Водопоглощающий агент, предлагаемый в соответствии с настоящим изобретением, может быть получен, например, при помощи способов изготовления 1-3, представленных ниже, хотя выбор способа не ограничен, если этот способ дает удовлетворительные свойства продукта.

Способ изготовления 1:

Способ полимеризации с образованием поперечных связей, проводимой в водном растворе ненасыщенного мономера, содержащего не нейтрализованную акриловую кислоту и/или ее соли в качестве основного компонента, в присутствии сшивающего агента и агента переноса цепи, с последующим регулированием для получения определенного распределения размеров частиц, после чего проводят поперечную сшивку поверхности полученных частиц водопоглощающей смолы, имеющих определенную поглощающую способность.

Способ изготовления 2:

Способ полимеризации с образованием поперечных связей, проводимой в водном растворе, содержащем определенную концентрацию ненасыщенного мономера, содержащего не нейтрализованную акриловую кислоту в качестве основного компонента, в присутствии сшивающего агента, с последующей нейтрализацией, регулированием для получения определенного

распределения размеров частиц, после чего проводят поперечную сшивку поверхности полученных частиц водопоглощающей смолы, имеющих определенную поглощающую способность.

Способ изготовления 3:

Способ полимеризации с образованием поперечных связей, проводимой в водном растворе ненасыщенного мономера, содержащего не нейтрализованную акриловую кислоту и/или ее соли в качестве основного компонента, в присутствии сшивающего агента, с последующим регулированием для получения определенного распределения размеров частиц, после чего проводят поперечную сшивку поверхности полученных частиц водопоглощающей смолы, имеющих определенную поглощающую способность, при этом добавляют хелатирующий агент в один или более моментов, выбранных из следующих:

- (i) во время полимеризации
- (ii) после полимеризации, но до сшивки поверхности
- (iii) во время сшивки поверхности
- (iv) после сшивки поверхности.

Ниже будет более подробно описан способ получения водопоглощающего агента, предлагаемого в соответствии с настоящим изобретением, а также водопоглощающий агент, предлагаемый в соответствии с настоящим изобретением.

(3) Ненасыщенный мономер

В качестве ненасыщенного мономера, составляющего водопоглощающую смолу (здесь и далее называемого просто мономером), в качестве основного компонента применяют акриловую кислоту и/или ее соли; для получения водопоглощающей смолы их можно использовать как таковые или в сочетании с другими мономерами. Указанные другие мономеры включают водный или гидрофобный ненасыщенный мономер, такой как метакриловая кислота, малеиновый ангидрид, малеиновая кислота, фумаровая кислота, кротоновая кислота, итаконовая кислота, винилсульфоновая кислота, 2-(мет)акриламид-2-метилпропансульфоновая кислота, (мет)акрилоксиалкансульфоновая кислота и соль этой кислоты и щелочного металла или аммонийная соль, N-винил-2-пирролидон, N-винилацетамид,

(мет)акриламид, N-изопропил(мет)акриламид, N,N-диметил(мет)акриламид, 2-гидроксиэтил(мет)акрилат, метоксиполи-этиленгликоль(мет)акрилат, полиэтиленгликоль(мет)акрилат, изобутилен, лаурил(мет)акрилат и т.д. Эти мономеры могут быть использованы по отдельности или в виде сочетания двух или более их типов.

При использовании мономеров, отличных от акриловой кислоты (ее солей) в сочетании с акриловой кислоты (ее солями) для достижения целей настоящего изобретения, доля мономера, отличного от акриловой кислоты (ее солей), предпочтительно составляет от 0 до 30% мол. от общего количества акриловой кислоты и ее солей, более предпочтительно от 0 до 10% мол. от общего количества акриловой кислоты и ее солей, и наиболее предпочтительно от 0 до 5% мол. от общего количества акриловой кислоты и ее солей.

Если в качестве мономера применяют ненасыщенный мономер, содержащий кислотную группу, то его соли включают соли щелочных и щелочноземельных металлов и соли аммония, предпочтительными с точки зрения характеристик, промышленной доступности и безопасности получаемой водопоглощающей смолы являются соли натрия и калия. Ненасыщенный мономер, содержащий кислотную группу, такой как акриловая кислота, предпочтительно нейтрализуют по кислотной группе с целью достижения нужных свойств и показателя pH; при этом степень нейтрализации кислотной группы обычно составляет от 20 до 100% мол., предпочтительно от 30 до 95% мол., и более предпочтительно от 40 до 80% мол. Нейтрализация кислотной группы может быть произведена в водном растворе, содержащем мономер, или она может быть произведена после получения полимера, как показано в способе изготовления 2; возможно сочетание этих способов.

(4) Внутренний сшивающий агент

Водопоглощающая смола, применяемая в соответствии с настоящим изобретением, представляет собой поперечно-сшитый полимер, поперечно-сшитая структура которого может быть получена самосшивающейся, без использования сшивающего мономера, или может быть использован внутренний сшивающий агент, например так называемый сшивающий мономер. Для создания нужных свойств предпочтительно производить сополимеризацию или реакцию с внутренним сшивающим агентом, содержащим в молекуле не

менее 2 полимеризуемых ненасыщенных групп или не менее 2 реакционноспособных групп. Благодаря тому, что он является поперечно-сшитым полимером, водопоглощающий агент не растворяется в воде.

Конкретные примеры таких внутренних сшивающих агентов включают, например, N,N'-метилэбис(мет)акриламид, (поли)этиленгликольди(мет)акрилат, (поли)пропиленгликольди(мет)акрилат, триметилпропантри(мет)акрилат, глицеринтри(мет)акрилат, глицеринакрилат-метакрилат, модифицированный этиленоксидом триметилпропантри(мет)акрилат, пентаэритриттетра(мет)акрилат, триаллилцианурат, триаллилизотианурат, триаллилфосфат, триаллиламин, поли(мет)аллилоксиалкан, диглицидиловый эфир (поли)этиленгликоля, диглицидиловый эфир глицерина, этиленгликоль, полиэтиленгликоль, пропиленгликоль, глицерин, пентаэритрит, этилендиамин, этиленкарбонат, пропиленкарбонат, полиэтиленимин, глицидил(мет)акрилат и т.д.

Указанные внутренние сшивающие агенты могут быть использованы по отдельности или, при необходимости, в виде смеси двух или более типов агентов. Указанные внутренние сшивающие агенты могут быть добавлены в реакционную систему за один раз или порциями. С точки зрения получения нужных свойств конечной водопоглощающей смолы или водопоглощающего агента, при использовании по меньшей мере одного или не менее 2 типов внутренних сшивающих агентов, предпочтительно в основном использовать для полимеризации соединение, содержащее не менее двух полимеризуемых ненасыщенных групп.

Используемое количество указанных внутренних сшивающих агентов предпочтительно находится в диапазоне от 0,001 до 2% мол. от общего количества ненасыщенного мономера (за исключением внутренних сшивающих агентов), более предпочтительно от 0,005 до 0,5% мол., еще более предпочтительно от 0,01 до 0,2% мол., и особенно предпочтительно от 0,03 до 0,15% мол. Использование менее 0,001% мол. или более 2% мол. внутренних сшивающих агентов может приводить к неудовлетворительным поглощающим свойствам. Использование меньших, чем в указанном диапазоне, количеств внутренних сшивающих агентов не приводит к получению достаточно сшитой структуры, что увеличивает количество экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе или количество экстрагируемых веществ в

испытательной разрушающей жидкости, описанной ниже, величины повышения содержания экстрагируемых веществ, вызванного разрушением, и повышения соотношения экстрагируемых веществ, вызванного разрушением, а также увеличивает «содержание экстрагируемых веществ спустя 16 часов», и, следовательно, является нежелательным. С другой стороны, использование более высоких, чем в указанном диапазоне, количеств внутренних сшивающих агентов снижает количество экстрагируемых веществ, однако также снижает поглощающую способность водопоглощающей смолы или водопоглощающего агента, что, в свою очередь, снижает поглощающую способность поглощающих изделий, таких как подгузники, и, следовательно, нежелательно.

При добавлении внутреннего сшивающего агента для получения поперечно-сшитой структуры внутри полимера, внутренний сшивающий агент может быть добавлен в реакционную систему до, во время или после полимеризации мономера, или после нейтрализации.

(5) Инициатор полимеризации

Инициатор, используемый при полимеризации мономера для получения водопоглощающей смолы, применяемой в соответствии с настоящим изобретением, включает инициатор радикальной полимеризации, такой как персульфат калия, персульфат аммония, персульфат натрия, перацетат калия, перацетат натрия, перкарбонат калия, перкарбонат натрия, трет-бутилгидропероксид, пероксид водорода, 2,2'-азобис(2-амидинопропан)-дигидрохлорид; инициаторы фотополимеризации, такие как 2-гидрокси-2-метил-1-фенилпропан-1-он. Для создания нужных свойств используемое количество инициатора полимеризации находится в диапазоне от 0,001 до 2% мол., предпочтительно от 0,01 до 0,1% мол. (от общего количества мономеров). При использовании менее 0,001% мол. инициатора полимеризации, возрастает количество остаточного непрореагировавшего мономера, а при использовании более 2% мол. инициатора полимеризации затруднено управление реакцией полимеризации, и, следовательно, это нежелательно.

(6) Способ полимеризации

В соответствии с настоящим изобретением, может быть осуществлена полимеризация в массе или полимеризация в осадке; однако, для создания

нужных свойств предпочтительной является полимеризация в водном растворе или полимеризация в суспензии с обращением фаз с приготовлением водного раствора мономера. При приготовлении водного раствора мономера концентрация мономера в водном растворе (здесь и далее называемом водным раствором мономера) зависит от температуры водного раствора или мономера и особо не ограничена; она предпочтительно составляет от 10 до 70% масс., более предпочтительно, от 20 до 60% масс. При проведении полимеризации в водном растворе, при необходимости, может быть также использован отличный от воды растворитель, и тип дополнительного растворителя практически не ограничен. После проведения полимеризации при необходимости может быть проведено измельчение.

Полимеризацию начинают с использованием инициатора полимеризации. Для этого может быть использована активированная лучистая энергия, такая как УФ-излучение, электронный луч или γ -излучение сами по себе или в сочетании с инициатором полимеризации. Температура полимеризации зависит от типа используемого инициатора полимеризации, однако предпочтительно она находится в диапазоне от 15 до 130°C, и более предпочтительно в диапазоне от 20 до 120°C.

Полимеризация с обращением фаз представляет собой способ полимеризации, проводимый при суспендировании водного раствора мономера в гидрофобном органическом растворителе; примеры такой полимеризации описаны в патентах US 4093776, US 4367323, US 4446261, US 4683274, US 5244735 и т.д. Полимеризация в водном растворе представляет собой способ полимеризации в водном растворе мономера без использования диспергирующего растворителя; примеры такой полимеризации описаны в US 4625001, US 4873299, US 4286082, US 4973632, US 4985518, US 5124416, US 5250640, US 5264495, US 5145906, US 5380808, EP 0811636, EP 0955086, EP 0922717 и т.д. Мономеры или инициаторы полимеризации, упомянутые в указанных патентах и заявках, также применимы к настоящему изобретению.

Как указано выше, степень нейтрализации кислотных групп водопоглощающего агента, предлагаемого в настоящем изобретении, обычно составляет от 20 до 100% мол., но при проведении полимеризации ненасыщенного мономера этот ненасыщенный мономер может быть полимеризован без его нейтрализации и нейтрализован после полимеризации,

или же может быть проведена полимеризация заранее нейтрализованного ненасыщенного мономера. Таким образом, степень нейтрализации ненасыщенного мономера в водном растворе мономера может находиться в
любом диапазоне от 0 до 100% мол. Кроме того, при проведении способов изготовления 1 или 3 может быть осуществлена полимеризация с
нейтрализацией, и полимеризация может быть проведена в водном растворе
мономера со степенью нейтрализации от 20 до 100% мол., предпочтительно, от
30 до 95% мол, и более предпочтительно, от 40 до 80% мол. Возможные
варианты проведения нейтрализации включают: начало полимеризации не
нейтрализованного ненасыщенного мономера с последующей нейтрализацией
в середине полимеризации; полимеризацию ненасыщенного мономера,
нейтрализованного заранее до указанной выше степени; и дальнейшую
нейтрализацию в середине полимеризации; все эти способы обеспечивают
полимеризацию в конечном итоге нейтрализованного ненасыщенного
мономера, а степень нейтрализации означает значение в начале
полимеризации.

С другой стороны, может быть использован так называемый способ полимеризации кислоты с последующей нейтрализацией, при котором полимеризуют не нейтрализованный ненасыщенный мономер, содержащий кислотную группу, в частности, содержащий в качестве основного компонента не нейтрализованную акриловую кислоту, с последующей нейтрализацией кислотной группы. Это соответствует способу изготовления 2. То есть, способ изготовления 2, предлагаемый в настоящем изобретении, представляет собой способ полимеризации, с образованием поперечных связей, водного раствора ненасыщенного мономера, имеющего определенную концентрацию и содержащего в качестве основного компонента не нейтрализованную акриловую кислоту, в присутствии сшивающего агента, с последующей нейтрализацией и регулированием для получения определенного размера частиц, и последующим осуществлением поперечной сшивки на поверхности полученных частиц водопоглощающей смолы, имеющей определенную поглощающую способность. В способе изготовления 2 основной компонент представляет собой не нейтрализованная акриловая кислота, и после полимеризации с образованием поперечных связей с использованием мономерной не нейтрализованной акриловой кислоты, составляющей,

предпочтительно, от 30 до 100% мол., более предпочтительно от 90 до 100% мол., и особенно предпочтительно 100% мол., с последующим добавлением соли щелочного металла для последующей нейтрализации с получением
5 неполной соли щелочного металла, ее используют в качестве водопоглощающей смолы, предлагаемой в настоящем изобретении. Если водопоглощающую смолу, полученную этим способом полимеризации,
10 используют в качестве водопоглощающего агента в соответствии с настоящим изобретением, то возможно получить поглощающий субстрат с высокой поглощающей способностью и повышенной устойчивостью к действию мочи. При полимеризации не нейтрализованного ненасыщенного мономера имеется
15 тенденция к увеличению возможного используемого количества внутреннего сшивающего агента, хотя природа такой зависимости неизвестна; таким образом, устойчивость полимера к действию мочи может быть увеличена путем
20 увеличения плотности поперечных сшивок.

В соответствии с настоящим изобретением, наряду с акриловой кислотой при необходимости могут быть использованы и другие мономеры. Конкретные
25 примеры полимеризуемых мономеров, внутренних сшивающих агентов, типов инициаторов полимеризации, добавок и подобных веществ уже были описаны в разделах (3), (4) и (5). При применении способа изготовления 2 концентрация полимеризуемого мономера, если используют растворитель, особо не
30 ограничена; однако обычно она достаточно низка и составляет от 5 до 30% масс., предпочтительно от 10 до 30% масс., и полимеризацию обычно проводят в водном растворе при достаточно низкой температуре, от 10 до 25°C.

Соединения щелочных металлов, применяемые для нейтрализации кислотных групп ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу, или кислотных групп полученного полимера, для получения неполной соли
40 щелочного металла, включают гидроксид щелочного металла (гидроксид натрия, гидроксид калия, гидроксид лития и т.д.), карбонат щелочного металла (карбонат натрия, бикарбонат калия и т.д.), и т.д. С точки зрения технических
45 характеристик, промышленной доступности и безопасности получаемой водопоглощающей смолы наиболее предпочтительными из них являются соли натрия и калия. В соответствии с настоящим изобретением, от 50 до 90% мол., предпочтительно от 60 до 80% мол. кислотных групп полимера превращают в
50

соли щелочного металла посредством реакции нейтрализации с соединением щелочного металла.

В способе изготовления 2 после полимеризации полимер по существу нейтрализован. Если полимеризацию проводят в растворе, то способ нейтрализации полимера соединением щелочного металла включает прибавление водного раствора соединения щелочного металла во время нарезки полученного гелеобразного полимера на мелкие кусочки, не превышающие 1 см^3 , с последующим перемешиванием геля в месильной машине или измельчителе-«мясорубке». Температура нейтрализации, при которой получают водопоглощающий агент, предлагаемый в настоящем изобретении, находится в диапазоне от 50 до 100°C , предпочтительно от 60 до 90°C , а нейтрализацию предпочтительно производят равномерно и так, что первый показатель нейтрализации не превышает 10 (определен как степень нейтрализации 200 частиц), как описано в п.1 формулы изобретения US 6187872.

(7) Агент переноса цепи

В соответствии с настоящим изобретением, агент переноса цепи может быть в основном использован в полимеризации. При помощи полимеризации ненасыщенного мономера в присутствии водного агента переноса цепи, внутреннего сшивающего агента и инициатора полимеризации, и при последующем использовании полученной водопоглощающей смолы в качестве водопоглощающего агента, предлагаемого в настоящем изобретении, может быть получен поглощающий субстрат с высокой поглощающей способностью и повышенной устойчивостью к действию мочи. При использовании в сочетании с агентом переноса цепи, используемое количество внутреннего сшивающего агента может быть увеличено, и сопротивление разрушению под действием мочи может быть усилено благодаря увеличению плотности сшивок. Тип водного агента переноса цепи, применяемого для полимеризации в соответствии с настоящим изобретением, особо не ограничен, если он растворяется в воде или водном растворе этиленненасыщенного мономера, и включает тиолы, тиоляты, вторичные спирты, амины, фосфиты, гипофосфиты и т.д. Конкретно, для указанной цели могут быть использованы меркаптоэтанол, меркаптопропанол, додецилмеркаптан, тиогликоли, тиояблочная кислота, 3-

меркаптопропионовая кислота, изопропанол, фосфит натрия, фосфит калия, гипофосфит натрия, муравьиная кислота и ее соли, и может быть использован один тип агента переноса цепи или не менее 2 типов, выбранных из указанной группы. Для достижения нужного эффекта предпочтительно применяют соединения фосфора, в частности гипофосфиты, такие как гипофосфит натрия.

Используемое количество агента переноса цепи зависит от типа водного агента переноса цепи и концентрации мономера в водном растворе, однако это количество составляет от 0,001 до 1% мол. от общего количества всех мономеров и предпочтительно составляет от 0,005 до 0,3% мол. При использовании менее 0,001% мол. получают высокую плотность сшивок при используемом в настоящем изобретении количестве внутреннего сшивающего агента, но слишком низкую поглощающую способность, что нежелательно. С другой стороны, применение более 1% мол. агента переноса цепи, напротив, приводит к увеличению количества экстрагируемых веществ и снижению устойчивости, что также нежелательно. Агент переноса цепи можно добавлять путем растворения в водном растворе мономера до полимеризации, или постепенно в середине полимеризации. Водный агент переноса цепи играет существенную роль в способе изготовления 1 и может быть использован в способах изготовления 2 и 3.

(8) Сушка

Поперечно-сшитый полимер, полученный вышеуказанными способами полимеризации, представляет собой гидратированный гелеобразный поперечно-сшитый полимер, который при необходимости может быть измельчен и далее высушен. Сушку обычно проводят при температуре нагревающей среды в диапазоне от 60 до 250°C, предпочтительно от 100 до 220°C, и более предпочтительно от 120 до 200°C. Время сушки зависит от площади поверхности и содержания воды в полимере, а также от типа сушилки, и его выбирают таким образом, чтобы получить нужное содержание воды. В соответствии с настоящим изобретением, после сушки поперечно-сшитый полимер называют водопоглощающей смолой.

Содержание воды в водопоглощающей смоле, применяемой в соответствии с настоящим изобретением, особенно не ограничено; однако его выбирают таким образом, чтобы обеспечить текучесть (сыпучесть) частиц даже

при комнатной температуре и состоянии порошка, в котором содержание воды более предпочтительно составляет от 0,2 до 30% масс., еще более предпочтительно от 0,3 до 15% масс., и особенно предпочтительно от 0,5 до 10% масс. Слишком высокое содержание воды не только снижает текучесть (сыпучесть) и, следовательно, затрудняет производство, но также делает невозможным измельчение водопоглощающей смолы и может мешать получению нужного распределения размеров частиц. Содержание воды в водопоглощающей смоле определяют как количество содержащейся в водопоглощающей смоле воды, измеренное по потере массы после сушки при 180°C в течение 3 часов.

В качестве способа сушки могут быть выбраны различные способы, при помощи которых может быть достигнуто нужное содержание воды; эти способы включают сушку при нагревании, сушку горячим воздухом, сушку при пониженном давлении, сушку под действием инфракрасного излучения, сушку под действием микроволнового излучения, обезвоживание азеотропным способом при добавлении гидрофобного органического растворителя и сушку при высокой влажности с использованием высокотемпературного водяного пара; однако выбор способа особо не ограничен.

Форма водопоглощающей смолы, предлагаемой в соответствии с настоящим изобретением и получаемой вышеуказанными способами, особо не ограничена, если она пригодна для способов обработки, принятых для порошков, и указанная смола включает сферические, волокнистые, палочкообразные, почти сферические, плоские частицы, частицы неправильной формы, агломераты, частицы с пористой структурой; однако предпочтительно используют неравномерно измельченные частицы, полученные при размалывании в порошок.

(9) Измельчение, сортировка и контроль размеров частиц и поглощающая способность

Для изготовления водопоглощающего агента в виде частиц, предлагаемого в соответствии с настоящим изобретением, водопоглощающую смолу, применяемую в настоящем изобретении, предпочтительно обрабатывают так, чтобы она имела определенное распределение размеров частиц.

Диаметр частиц водопоглощающей смолы, используемой в настоящем изобретении для изготовления водопоглощающего агента согласно изобретению, обычно регулируют в узком диапазоне, составляющем для
5 среднемассового размера частиц от 180 до 420 мкм, предпочтительно от 200 до 400 мкм, более предпочтительно от 225 до 380 мкм, и особенно предпочтительно от 250 до 350 мкм, а долю частиц диаметром менее 150 мкм
10 регулируют таким образом, что она находится в диапазоне от 0 до 3% масс., предпочтительно от 0 до 2% масс., и более предпочтительно от 0 до 1% масс.

Насыпную плотность (определяемую в соответствии со стандартом JIS K-
15 3362-1998) водопоглощающей смолы, предлагаемой в настоящем изобретении, для изготовления водопоглощающего агента согласно настоящему изобретению, регулируют таким образом, что она находится в диапазоне, предпочтительно, от 0,40 до 0,90 г/мл, и более предпочтительно от 0,50 до 0,80
20 г/мл. Доля частиц диаметром от 150 до 600 мкм предпочтительно составляет от 90 до 100% масс. от массы всех частиц, более предпочтительно от 95 до 100% масс., и еще более предпочтительно от 98 до 100% масс. Стандартное логарифмическое отклонение (σ_z) распределения размеров частиц регулируют
25 таким образом, что оно предпочтительно составляет от 0,20 до 0,50, более предпочтительно от 0,20 до 0,45, и особенно предпочтительно от 0,20 до 0,40.

При получении поперечно-сшитого полимера при помощи полимеризации
30 в суспензии с обращением фаз, размеры частиц можно регулировать дисперсионной полимеризацией в виде частиц и распределительной сушкой; однако обычно их регулируют, в частности, при полимеризации в водном
35 растворе, путем измельчения и сортировки после сушки, контролируя среднемассовый размер частиц D50 и долю частиц с диаметрами менее 150 мкм, которые обычно являются взаимоисключающими параметрами, и, таким
40 образом, достигают нужного распределения размера частиц. Например, при регулировании до определенного размера частиц для получения среднемассового размера частиц D50 не более 400 мкм и снижения количества
45 мелких частиц диаметром менее 150 мкм, более крупные и более мелкие частицы могут быть удалены при помощи обычной сортировочной машины, такой как сито (грохот) после измельчения. В этом случае диаметр удаляемых
50 крупных частиц, предпочтительно, находится в диапазоне от 400 до 5000 мкм, более предпочтительно от 400 до 2000 мкм, еще более предпочтительно от 400

до 1000 мкм. С другой стороны, диаметр мелких частиц, удаляемых при обработке, предпочтительно составляет менее 150 мкм, и более предпочтительно менее 200 мкм. Таким образом удаленные крупные и мелкие частицы могут быть просто отброшены. Однако крупные частицы предпочтительно подвергают повторному измельчению. При этом удаленные мелкие частицы для снижения потерь подвергают операции увеличения размера частиц, описанной в следующем пункте (10).

Полученная таким образом в соответствии с настоящим изобретением водопоглощающая смола после обработки содержит частицы вышеуказанного размера, а способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе для указанной смолы до проведения операции образования поперечных связей на поверхности регулируют так, чтобы оно предпочтительно составляло не менее 32 г/г, более предпочтительно от 35 до 70 г/г, еще более предпочтительно от 40 до 65 г/г, и особенно предпочтительно от 45 до 60 г/г. «Способность удержания жидкости после центробежной обработки» можно регулировать, используя определенное количество внутреннего сшивающего агента, добавляемого в водный раствор ненасыщенного мономера, или регулируя условия полимеризации или условия сушки. Водопоглощающая смола может быть использована в качестве водопоглощающего агента как таковая, и для получения водопоглощающего агента согласно настоящему изобретению, имеющего способность удержания жидкости после центробежной обработки не менее 32 г/г, необходимо, чтобы водопоглощающая смолы также имела способность удержания жидкости после центробежной обработки не менее 32 г/г.

(10) Увеличение диаметра мелких частиц

Мелкие частицы, удаленные при измельчении, сортировке и регулировании размеров частиц, описанных в разделе (9), превращают в более крупные частицы или агрегаты частиц для последующего их использования в качестве водопоглощающей смолы, предлагаемой в соответствии с настоящим изобретением. В этом случае могут быть использованы способы, описанные в патентах US 6228930, US 5264495, US 4950692, US 5478879 и EP 844270, и регенерированная таким образом водопоглощающая смола имеет по существу пористую структуру.

Доля регенерированной таким способом водопоглощающей смолы в водопоглощающей смоле, предлагаемой в соответствии с настоящим изобретением, предпочтительно составляет от 0 до 50% масс., более предпочтительно от 5 до 40% масс., и наиболее предпочтительно от 10 до 30% масс. Регенерированная таким способом водопоглощающая смола при использовании ее в качестве водопоглощающей смолы согласно настоящему изобретению имеет более высокую площадь поверхности, чем нерегенерированная смола, и обеспечивает более высокую скорость поглощения, т.е. улучшенные характеристики. Водопоглощающую смолу, содержащую частицы с увеличенным таким способом диаметром, обычно подвергают измельчению, сортировке и регулированию размеров частиц, после смешивания ее с водопоглощающей смолой, полученной в операции сушки (8).

(11) Образование поперечных связей на поверхности

Водопоглощающая смола, предлагаемая в настоящем изобретении, может представлять собой, как показано при описании способов изготовления 1-3, смолу с определенной поглощающей способностью, полученной регулированием до определенного распределения размеров частиц и последующей сшивкой с образованием поперечных связей на поверхности. Способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) водопоглощающей смолы, используемой в соответствии с настоящим изобретением, при такой поверхностной сшивке снижается, обычно составляя, например, от 50 до 95% способности удержания жидкости после центробежной обработки (CRC), определенного для смолы, не подвергшейся такой обработке, и далее от 60 до 90%. Уменьшение способности удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) можно регулировать типом и количеством сшивающего агента, температурой и временем реакции.

Выбор поверхностного сшивающего агента, используемого в настоящем изобретении, особо не ограничен, однако, например, в качестве сшивающего агента могут быть использованы агенты, описанные в патентах US 6228930, US 6071976, US 6254990 и им подобных документах; эти агенты включают, например, многоатомные спирты, такие как моно-, ди-, три-, тетра- или полиэтиленгликоль, монопропиленгликоль, 1,3-пропандиол, дипропиленгликоль, 2,3,4-триметил-1,3-пентандиол, полипропиленгликоль,

глицерин, полиглицерин, 2-бутен-1,4-диол, 1,4-бутандиол, 1,3-бутандиол, 1,5-пентандиол, 1,6-гександиол, 1,2-циклогександиметанол и т.д.; эпоксидные соединения, такие как диглицидиловый эфир этиленгликоля, глицидол и т.д.;
5 полиамины, такие как этилендиамин, диэтилентриамин, триэтилентетрамин, тетраэтиленпентамин, пентаэтиленгексамин, полиэтиленимин, полиамидополиамин и т.д.; галоген-эпоксидные соединения, такие как
10 эпихлоргидрин, эпибромгидрин, α -метилэпихлоргидрин и т.д.; конденсаты полиаминов и галоген-эпоксидных соединений; производные оксазолидинона, такие как 2-оксазолидинон и т.д.; циклическая мочевина; производные
15 алкиленкарбонатов, такие как этиленкарбонат и т.д. Эти вещества могут быть использованы по отдельности или в сочетании двух или более типов веществ. Для полной реализации преимуществ настоящего изобретения, из указанных
20 сшивающих агентов в основном предпочтительно используют многоатомный спирт. Из многоатомных спиртов предпочтительно используют спирт, содержащий от 2 до 10 атомов углерода, более предпочтительным является спирт, содержащий от 3 до 8 атомов углерода.

25 Применяемое количество поверхностного сшивающего агента зависит от используемых веществ или их сочетания, однако предпочтительно оно составляет от 0,001 до 10% масс. в расчете на массу водопоглощающей смолы,
30 и более предпочтительно от 0,01 до 5% масс.

Для проведения сшивки поверхности в соответствии с настоящим изобретением, в качестве растворителя предпочтительно используют воду. В
35 этом случае используемое количество воды зависит от содержания воды в используемой водопоглощающей смоле, однако предпочтительно оно находится в диапазоне от 0,5 до 20% масс. в расчете на массу водопоглощающей смолы, и более предпочтительно в диапазоне от 0,5 до 10%
40 масс. Может быть использован отличный от воды гидрофильный органический растворитель. При использовании гидрофильного органического растворителя его количество предпочтительно находится в диапазоне от 0 до 10% масс. в
45 расчете на массу водопоглощающей смолы, более предпочтительно в диапазоне от 0 до 5% масс., и еще более предпочтительно в диапазоне от 0 до 3% масс.

50 Предпочтительный способ, применяемый для сшивки поверхности в соответствии с настоящим изобретением, заключается в предварительном

смешивании поверхностного сшивающего агента в воде и/или гидрофильном органическом растворителе с последующим распылением или прибавлением по каплям указанного раствора к водопоглощающей смоле; более предпочтительно использовать распылительный способ. Размер распыляемых капель, как и средний размер частиц, предпочтительно находится в диапазоне от 0,1 до 300 мкм, и более предпочтительно в диапазоне от 0,1 до 200 мкм.

Оборудование для смешивания водопоглощающей смолы, сшивающего агента и воды или гидрофильного органического растворителя предпочтительно развивает высокие усилия смешивания, обеспечивая равномерное и надежное перемешивание компонентов. Подходящее оборудование для смешивания включает, например, смеситель барабанного типа, конический смеситель с двойной стенкой, смеситель с высокоскоростной мешалкой, смеситель V-образной формы, ленточный смеситель, червячный смеситель, двухлопастную месильную машину, размалывающую месильную машину, смеситель ротационного типа, смеситель с потоком воздуха, турбулизатор, смеситель Ледиге периодического действия, смеситель Ледиге непрерывного действия и т.д.

После прибавления сшивающего агента водопоглощающую смолу предпочтительно подвергают тепловой обработке. Температура нагрева (температура нагревательной среды или температура материала) предпочтительно находится в диапазоне от 100 до 250⁰С, более предпочтительно в диапазоне от 150 до 250⁰С, а время нагрева предпочтительно находится в диапазоне от 1 минуты до 2 часов. Подходящими сочетаниями температуры нагрева и времени нагрева, например, являются следующие: 180⁰С в течение 0,1-1,5 часа и 200⁰С в течение 0,1-1 часа. При помощи указанных способов может быть получена водопоглощающая смола в виде частиц.

(12) Агломерация

В дополнение к вышеуказанным процессам обработки водопоглощающая смола, применяемая в настоящем изобретении, может быть дополнительно подвергнута агломерации. Агломерация включает прибавление водной жидкости к водопоглощающей смоле после поверхностной обработки с образованием поперечных связей, последующее нагревание с поддержанием

содержания воды от 1 до 10% масс. и далее при необходимости регулирование частиц водопоглощающей смолы до определенного размера, осуществляемое путем измельчения и сортировки, описанных выше.

В соответствии с настоящим изобретением, агломерацию предпочтительно производят распылением или прибавлением по каплям воды или водного раствора, содержащего другие растворенные добавки, к водопоглощающей смоле; в частности, предпочтительным является распылительный способ. Размер распыляемых капель, как и средний размер частиц, предпочтительно находится в диапазоне от 0,1 до 300 мкм, и более предпочтительно в диапазоне от 0,1 до 200 мкм. Для достижения нужной степени агломерации или прочности агломерации производят тепловую обработку, поддерживая содержание воды (измеренное по потере массы после сушки при 180⁰С в течение 3 часов) в водопоглощающей смоле в диапазоне от 1 до 10% масс., более предпочтительно от 2 до 8% масс., еще более предпочтительно от 2,5 до 6% масс. Для нагревания применяют нагревательную среду, такую как горячий воздух, и температура нагревания (температура нагревательной среды или температура материала) предпочтительно находится в диапазоне от 40 до 120⁰С, более предпочтительно в диапазоне от 50 до 100⁰С, а время нагревания предпочтительно находится в диапазоне от 1 минуты до 2 часов. Во многих случаях температурой нагревания называют температуру нагревательной среды. Подходящими примерами сочетания температуры нагревания и времени нагревания являются: 60⁰С в течение 0,1-1,5 часа и 100⁰С в течение 0,1-1 часа. Нагревание и прибавление воды может быть произведено в том же оборудовании или в отдельном оборудовании. Нагревание может быть произведено при перемешивании или без перемешивания, если при этом возможен контроль температуры или содержания воды, но предпочтительным является нагревание без перемешивания. Более предпочтительным является нагревание водопоглощающей смолы, с добавлением воды или подобного растворителя, сложенной в кучку высотой от 1 до 100 см, более предпочтительно от 5 до 80 см, и особенно предпочтительно от 10 до 70 см. При нагревании может быть получена отвержденная водопоглощающая смола, а водопоглощающая смола в виде частиц может быть получена при последующем измельчении и сортировке.

В качестве оборудования для агломерации предпочтительно применяют оборудование, обеспечивающее сильное перемешивание, такое оборудование включает барабанный смеситель, конический смеситель с двойной стенкой, смеситель с высокоскоростной мешалкой, смеситель V-образной формы, ленточный смеситель, червячный смеситель, двухлопастную месильную машину, размалывающую месильную машину, смеситель ротационного типа, смеситель с потоком воздуха, турбулизатор, смеситель Ледиге периодического действия, смеситель Ледиге непрерывного действия и т.д.

Вода, добавляемая в водопоглощающую смолу, может содержать другие добавки, такие как хелатирующие агенты, описанные ниже, компоненты, полученные из растений, антимикробные добавки, водные полимеры, неорганические соли и т.д. Содержание добавок находится в диапазоне от 0,001 до 50% масс. от массы водного раствора.

(13) Добавление хелатирующего агента

К водопоглощающему агенту в виде частиц, предлагаемому в настоящем изобретении, может быть добавлен хелатирующий агент, в частности, многоосновная карбоновая кислота или ее соли.

В частности, способ изготовления 3, предлагаемый в настоящем изобретении, представляет собой способ полимеризации, с образованием поперечных связей, водного раствора ненасыщенного мономера, содержащего в качестве основного компонента не нейтрализованную акриловую кислоту и/или ее соли, в присутствии сшивающего агента с последующим регулированием определенного распределения размеров частиц и дальнейшим образованием поперечных связей на поверхности частиц полученной таким образом водопоглощающей смолы, имеющей определенную поглощающую способность, причем хелатирующий агент добавляют во время полимеризации либо до или после сшивки поверхности. При помощи добавления хелатирующего агента возможно замедление действия компонентов, разрушающих или ухудшающих поперечно-сшитую структуру, и, следовательно, получение водопоглощающего агента, обладающего улучшенной стойкостью к действию мочи.

Хелатирующий агент, применяемый при изготовлении водопоглощающего агента, предлагаемого в соответствии с настоящим

изобретением, предпочтительно, представляет собой хелатирующий агент с высокой блокирующей или хелатирующей способностью по отношению к ионам Fe и Cu, конкретно, имеющий константу устойчивости по отношению к иону Fe не ниже 10, предпочтительно не ниже 20, еще более предпочтительно представляет собой аминокпроизводное многоосновной карбоновой кислоты и ее соли, и особенно предпочтительно – аминокарбоновую кислоту, содержащую не менее 3 карбоксильных групп, и ее соли. Среди указанных солей аминокарбоновых кислот могут быть соли, некоторые или все карбоксильные группы которых нейтрализованы. Конкретно, такие аминокпроизводные многоосновных карбоновых кислот включают: диэтилентриаминпентауксусную кислоту, триэтилентетрамингексауксусную кислоту, циклогексан-1,2-диаминтетрауксусную кислоту, N-гидроксиэтилэтилендиаминтриуксусную кислоту, диэтиловый эфир этиленгликольдиаминтетрауксусной кислоты, этилендиаминтетрапропионовоуксусную кислоту, N-алкил-N'-карбоксиметил-аспарагиновую кислоту, N-алкенил-N'-карбоксиметил-аспарагиновую кислоту и соли указанных кислот и щелочных металлов; соли щелочноземельных металлов; соли аммония или аминов. Они могут быть использованы по отдельности или в сочетании двух или более типов соединений. Среди них наиболее предпочтительными являются диэтилентриаминпентауксусная кислота, триэтилентетрамингексауксусная кислота, N-гидроксиэтилэтилендиаминтриуксусная кислота и соли указанных соединений.

Используемое количество хелатирующего агента, в частности, аминокпроизводного многоосновной карбоновой кислоты обычно находится в диапазоне от 0,00001 до 10 масс. частей в расчете на 100 масс. частей водопоглощающей смолы, то есть основного компонента, и предпочтительно составляет от 0,0001 до 1 масс. частей. Применение более 10 масс. частей не только экономически невыгодно, поскольку не дает эффекта, сопоставимого с затраченным количеством хелатирующего агента, но также снижает поглощающую способность. С другой стороны, применение менее 0,00001 масс. частей не приводит к достаточному дополнительному эффекту.

В случае прибавления хелатирующего агента во время полимеризации, хелатирующий агент может быть добавлен к водному раствору ненасыщенного мономера, с последующей полимеризацией, или он может быть добавлен в

середине полимеризации, или он может быть добавлен к гелеобразному поперечно-сшитому полимеру или полученной водопоглощающей смоле. При добавлении хелатирующего агента во время сшивки поверхности, образование поперечных связей (сшивка) на поверхности может быть произведена с использованием раствора, содержащего агент поверхностной сшивки, к которому добавлен хелатирующий агент. Кроме того, в случае добавления хелатирующего агента после сшивки поверхности, он может быть добавлен к водопоглощающей смоле после сшивки. Кроме того, в случае проведения агломерации, описанной в пункте (12), можно проводить распыление воды с растворенным в ней хелатирующим агентом, затем материал нагревают, поддерживая содержание воды в водопоглощающей смоле в диапазоне от 1 до 10% масс., как описано выше. Если после прибавления необходимо произвести сушку, температуру выбирают в таком диапазоне, чтобы не ухудшить свойства хелатирующего агента, и обычно эта температура находится в диапазоне, описанном для процесса агломерации в пункте (12). Для осуществления способа изготовления 3 добавление хелатирующего агента необходимо; однако его можно добавлять и к водопоглощающей смоле, получаемой в соответствии со способом изготовления 1 и способом изготовления 2.

(14) Другие добавки

В соответствии с настоящим изобретением, кроме хелатирующего агента в качестве второстепенных компонентов могут быть добавлены следующие вещества: (А) компоненты, получаемые из растений, (В) соли многовалентных металлов и органических кислот, (С) мелкие неорганические частицы (включая (D) композитные гидратированные оксиды), при помощи которых водопоглощающей смоле, получаемой в соответствии с настоящим изобретением, могут быть приданы разнообразные качества. Способы введения добавок включают, если добавки представляют собой растворы, различные варианты добавления в виде раствора, в виде водной дисперсии или как таковые; если же добавки представляют собой нерастворимые в воде порошки, то способы введения добавок включают различные варианты добавления в виде водной дисперсии или как таковые; если же добавки растворимы в воде, то применяют те же варианты, что и для растворов.

Используемое количество добавок (А) – (D) и других добавок (Е) зависят от достигаемых целей и придаваемых качеств, однако обычно количество добавки одного вида составляет от 0 до 10 масс. частей в расчете на 100 масс. частей водопоглощающей смолы, предпочтительно от 0,001 до 5 масс. частей, и более предпочтительно от 0,002 до 3 масс. частей. Применение менее 0,001 масс. частей обычно не приводит к достаточному эффекту и не обеспечивает наличия дополнительных качеств, в то время как применение более 10 масс. частей не дает эффекта, сопоставимого с затраченным количеством добавки, и даже может снижать поглощающую способность.

(А) Компоненты, получаемые из растений

К водопоглощающему агенту, предлагаемому в настоящем изобретении, для достижения дезодорирующего эффекта могут быть добавлены получаемые из растений компоненты в количествах, описанных выше. Компоненты, полученные из растений и применяемые в соответствии с настоящим изобретением, предпочтительно представляют собой по меньшей мере одно соединение, выбираемое из полифенола, флавоноидов, их производных и кофеина. Далее, предпочтительно, если компонент, полученный из растений, представляет собой по меньшей мере одно соединение, выбираемое из танина, дубильной кислоты, *stachyurus praecox*, желчной или галловой кислоты.

Растения, содержащие получаемые из растений компоненты, применяемые в соответствии с настоящим изобретением, включают, например, растение вида *Theaceae*, такое как камелия, растение *Hikasaki* и *Sprague*; растение вида *Gramineae*, такое как рис, бамбук-саса (*sasa-bamboo*), бамбук, кукурузу, пшеницу и т.д.; и растение вида *Rubiaceae*, такое как кофе.

Форма получаемых из растений компонентов, применяемых в соответствии с настоящим изобретением, включает экстракт растения (эфирное масло), само растение (молотый порошок, полученный из растения), остатки растения или остатки экстракта в виде побочных продуктов, получаемых при промышленной переработке растений или в пищевой промышленности, но не ограничена указанными формами.

(В) Соль многовалентного металла

К водопоглощающему агенту, предлагаемому в настоящем изобретении, для повышения текучести (сыпучести) порошка и для поддержания текучести порошка после поглощения воды может быть добавлена соль многовалентного

металла, в частности, соль многовалентного металла и органической кислоты в количествах, указанных выше.

Примеры используемых солей многовалентных металлов и органических кислот, а также способов смешивания солей многовалентных металлов указаны в заявке WO PCT/2004/JP1355; соль многовалентного металла и органической кислоты, применяемая в соответствии с настоящим изобретением и содержащая не менее 7 атомов углерода в молекуле, включает соли многовалентных металлов жирных кислот, нефтяных (нафтенowych) кислот или полимерных кислот, в частности, соли кальция, алюминия, магния или цинка. Они могут быть использованы по отдельности или в сочетании двух или более типов солей.

Органическая кислота, образующая соль многовалентного металла, представляет собой длинноцепочечные или разветвленные жирные кислоты, такие как капроновая кислота, октиловая кислота, октиновая кислота, декановая кислота, лауриновая кислота, миристиновая кислота, пальмитиновая кислота, олеиновая кислота, стеариновая кислота и т.д.; нефтяные кислоты, такие как бензойная кислота, миристициновая кислота, нафтеновая кислота, нафтойная кислота, нафтоксиуксусная кислота и т.д.; полимерные кислоты, такие как поли(мет)акриловая кислота, полисульфоновая кислота и им подобные; предпочтительные кислоты содержат в молекуле карбоксильную группу и, более предпочтительно, включают жирные кислоты, такие как капроновая кислота, октиловая кислота, октиновая кислота, декановая кислота, лауриновая кислота, миристиновая кислота, пальмитиновая кислота, олеиновая кислота, стеариновая кислота, талловая кислота (tallow acid) или гидрированная жирная кислота касторового масла и т.д. Кроме того, предпочтительно, они представляют собой жирные кислоты, не содержащие в молекуле ненасыщенных связей, например, капроновую кислоту, октиловую кислоту, декановую кислоту, лауриновую кислоту, миристиновую кислоту, пальмитиновую кислоту, стеариновую кислоту. Наиболее предпочтительно они представляют собой длинноцепочечные жирные кислоты, содержащие не менее 12 атомов углерода в молекуле, не содержащие в молекуле ненасыщенных связей, такие как лауриновая кислота, миристиновая кислота, пальмитиновая кислота и стеариновая кислота.

(C) Мелкие неорганические частицы

К водопоглощающему агенту, предлагаемому в настоящем изобретении, для поддержания текучести (сыпучести) после поглощения влаги могут быть добавлены мелкие неорганические частицы, в частности, мелкие неорганические частицы, нерастворимые в воде. Конкретные неорганические порошки, применяемые в настоящем изобретении, включают, например, оксиды металлов, такие как диоксид кремния, оксид титана и т.д.; кремниевую кислоту (силикат), такой как природный цеолит, синтетический цеолит и т.д.; каолин, тальк, глину, бентонит и т.д. Они могут быть использованы по отдельности или в сочетании двух или более типов веществ. Более предпочтительными среди них являются диоксид кремния и кремниевая кислота (силикат); еще более предпочтительными являются диоксид кремния и кремниевая кислота (силикат) со средним диаметром частиц, измеренным при помощи способа с использованием счетчика Култье (Coulter counter method), составляющим от 0,001 до 200 мкм.

(D) Композитные гидратированные оксиды

Кроме того, к водопоглощающему агенту согласно настоящему изобретению для поддержания улучшенной текучести (сыпучести) после поглощения влаги (текучести порошка после поглощения влаги водопоглощающей смолой или водопоглощающим агентом) и улучшенного дезодорирующего действия могут быть добавлены композитные гидратированные оксиды, содержащие цинк и кремний или цинк и алюминий.

(E) Другие добавки

К водопоглощающему агенту согласно настоящему изобретению могут быть факультативно добавлены другие добавки, такие как антимикробные агенты, водный полимер, вода, мелкие органические частицы и подобные им вещества, при условии, что при этом получают водопоглощающий агент в соответствии с настоящим изобретением.

(15) Водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в настоящем изобретении

Водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в настоящем изобретении и получаемый, например, в соответствии со способами изготовления 1-3, представляет собой новый водопоглощающий агент с новыми

характеристиками, которые не могут быть получены традиционными способами.

То есть, первый водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в настоящем изобретении, представляет собой:

водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу в виде частиц, полученную при полимеризации, с образованием поперечных связей, ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу, и/или ее соль в качестве основного компонента, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет требованиям, перечисленным в пунктах (a) - (d):

(a) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(c) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс; и

(d) повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения, выраженное вышеуказанной формулой, составляет от 0 до 15% масс., и количество веществ, экстрагируемых в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью, составляет от 0,1 до 30% масс.

Второй водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в настоящем изобретении, представляет собой:

водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу в виде частиц, полученную при полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу и/или ее соль в качестве основного компонента, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет требованиям, перечисленным в пунктах (a) - (c) и (e):

(a) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(c) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс; и

(е) повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения, выраженное вышеуказанной формулой, составляет от 1 до 4 раз, и количество веществ, экстрагируемых в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью, составляет от 0,1 до 30% масс.

Третий водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в соответствии с настоящим изобретением, представляет собой:

водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу в виде частиц, полученную при полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу и/или ее соль в качестве основного компонента, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет требованиям, перечисленным в пунктах (а) - (с), (f) и (g):

(а) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2% масс;

(f) содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов находится в диапазоне от 0,1 до 10% масс.; и

(g) поглощающая способность под давлением 4,8 кПа (AAP4,8 кПа) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 21 г/г.

Контроль водопоглощающего агента, предлагаемого в настоящем изобретении, осуществляют так, чтобы он имел следующие характеристики: (b) среднемассовый размер частиц (D50) обычно в узком диапазоне, от 180 до 400 мкм, предпочтительно от 200 до 400 мкм, более предпочтительно от 225 до 380 мкм, и особенно предпочтительно от 250 до 350 мкм; (с) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, в диапазоне от 0 до 2% масс. и более предпочтительно от 0 до 1% масс. Регулирование размера частиц предпочтительно производят до проведения сшивки поверхности, однако оно может быть произведено при помощи измельчения, сортировки и агломерации после сшивки поверхности. Если распределение размеров частиц находится за пределами указанного диапазона, то получение нужных поглощающих характеристик готового подгузника невозможно. В частности, показатель (b)

5 влияет на поглощающие характеристики водопоглощающего агента в
поглощающих изделиях, таких как подгузник, и если среднемассовый размер
частиц превышает 400 мкм, площадь поверхности на единицу массы
уменьшается, что снижает площадь контакта между водопоглощающим агентом
и мочой и подобными жидкостями; таким образом, для поглощения водной
10 жидкости требуется больший период времени. С другой стороны, если
среднемассовый размер частиц составляет менее 180 мкм, площадь
поверхности на единицу массы увеличивается, что снижает время поглощения;
однако скорость проникновения разрушающих компонентов мочи вовнутрь
15 частицы также увеличивается, таким образом, скорость разрушения под
действием мочи может возрасть. Увеличение доли мелких частиц также
требует регенерации и, следовательно, невыгодно с точки зрения стоимости.
Кроме того, при непрерывном производстве мелкие частицы диаметром менее
20 150 мкм, которые выпадают за пределы возможностей сортировочной машины,
могут вызывать проблемы и затруднять регулирование доли частиц с
диаметром менее 150 мкм.

25 Если (с) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, превышает 3%
масс., то поглощающая способность может снижаться за счет слипания геля в
поглощающих изделиях; в ином случае гель, набухший в результате контакта с
физиологической жидкостью в процессе использования, может
30 непосредственно контактировать с кожей (гель на коже) использующего
изделие человека из-за высыпания частиц мелкого порошка из поглощающего
изделия через поверхностное покрытие еще до начала набухания поглотителя.
35 Кроме того, могут происходить потери из-за высыпания при производстве
поглощающих изделий, и это может создавать вредную окружающую
атмосферу на производстве, что нежелательно.

40 Водопоглощающий агент, предлагаемый в соответствии с настоящим
изобретением, имеет вышеуказанное распределение размеров частиц и (а)
способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) в
физиологическом солевом растворе не менее 32 г/г, предпочтительно от 33 до
45 75 г/г, более предпочтительно от 35 до 70 г/г, еще более предпочтительно от 40
до 65 г/г, и особенно предпочтительно от 45 до 60 г/г. Если способность
удержания жидкости после центробежной обработки составляет менее 32 г/г, то
50 для сохранения необходимой поглощающей способности поглощающего

изделия необходимо большое количество водопоглощающего агента, что на практике нежелательно.

Водопоглощающий агент, предлагаемый в настоящем изобретении, удовлетворяет вышеуказанным требованиям, а также требованию (d), согласно которому повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения обычно составляет от 0 до 15% масс., более предпочтительно от 0 до 12% масс., еще более предпочтительно от 0 до 10% масс., особенно предпочтительно от 0 до 8% масс., и наиболее предпочтительно от 0 до 5% масс. Причиной, по которой для измерений «повышения содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» в качестве испытательной разрушающей жидкости выбран физиологический солевой раствор, содержащий 0,05% масс. L-аскорбиновой кислоты, является то, что разрушение водопоглощающего агента под действием мочи вызвано воздействием на него L-аскорбиновой кислоты, содержащейся в моче, а осмотическое давление испытательной разрушающей жидкости соответствует осмотическому давлению физиологических жидкостей. Повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения, как видно из формулы, представляет собой сравнительное абсолютное количество экстрагируемых веществ, повышенное при разрушении под действием мочи; таким образом, чем меньше это значение, тем меньше степень разрушения. В соответствии с настоящим изобретением, повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения, находящееся в диапазоне от 0 до 15% масс., показывает устойчивость водопоглощающего агента по отношению к физиологическим жидкостям, таким как моча, и, следовательно, настоящее изобретение отвечает указанному диапазону. Если повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения превышает 15% масс., устойчивость водопоглощающего агента к действию физиологических жидкостей, таким как моча, недостаточна, таким образом, недостаточна его поглощающая способность в течение длительного периода времени практического применения поглощающего субстрата.

Аналогично, показатель (e) «повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения» согласно настоящему изобретению обычно составляет от 1 до 4 раз, предпочтительно от 1 до 3 раз, более предпочтительно от 1 до 2 раз, еще более предпочтительно от 1 до 1,5 раз и

особенно предпочтительно от 1 до 1,3 раз. Повышение соотношения экстрагируемых веществ под действием разрушения представляет собой общее соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения и, следовательно, чем меньше это значение, тем меньше степень разрушения, вызываемого мочой. Повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения, находящееся в диапазоне от 1 до 4 раз, показывает устойчивость водопоглощающего агента по отношению к физиологическим жидкостям, таким как моча, и, если повышение соотношения экстрагируемых веществ, вызванное разрушением, превышает 4 раза, устойчивость водопоглощающего агента к действию физиологических жидкостей, таким как моча, недостаточна, и невозможно достичь достаточной поглощающей способности при практическом применении поглощающего субстрата в течение длительного периода времени.

Количество веществ, экстрагируемых в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью, предпочтительно находится в диапазоне от 0,1 до 30% масс., более предпочтительно от 0,2 до 25% масс., еще более предпочтительно от 0,3 до 22% масс., особенно предпочтительно от 0,4 до 20% масс., и наиболее предпочтительно от 0,5 до 18% масс. Если количество веществ, экстрагируемых в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью, находится вне указанного диапазона, набухший гель разрушается в течение длительного периода использования, и количество экстрагируемых веществ возрастает. Экстрагируемые вещества извлекаются из поглощающего субстрата и могут замедлять диффузию жидкости, такой как кровь или моча, в поглощающий субстрат. Достижение более низкого значения указанного показателя возможно, однако вышеуказанный нижний предел выбран с точки зрения целесообразности затрат на производство.

Если значения показателей (d) - повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения и/или (e) - повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения превышают верхние пределы указанных диапазонов, то удержание физиологических жидкостей, таких как моча, в набухшем геле становится затруднительным из-за значительного разрушения поперечно-сшитой структуры водопоглощающего агента, что может вызывать значительное повторное смачивание в таких изделиях, как подгузник. Кроме того, набухший гель, поперечно-сшитая

структура которого разрушена, превращается в водный полимер, который может вытекать в виде ожиженного полимера на поверхность поглощающего изделия, такого как подгузник. Таким образом, указанное явление может вызывать повышенное чувство дискомфорта у человека, использующего поглощающее изделие, что нежелательно.

Как описано выше, распределение размеров частиц коррелирует с показателями «повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» и «повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения»; таким образом, водопоглощающий агент, показатель которого (b), означающий среднемассовый размер частиц (D50), доведен до достаточно низкого значения, не более 400 мкм, а также ограниченные показатели (d) «повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» и (e) «повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения» достаточно низки, ранее не был получен. Однако в настоящем изобретении значения (d) «повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» и (e) «повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения» регулируют таким образом, что они составляют от 0 до 15% масс. и от 1 до 4 раз, соответственно, что позволяет изготавливать водопоглощающий агент с улучшенными тактильными ощущениями и улучшенными поглощающими свойствами в течение длительного периода применения. Такой водопоглощающий агент может быть изготовлен в соответствии с описанными выше способами, однако, как будет показано в примерах, он может быть получен и другими способами.

В настоящем изобретении может быть достаточно соответствие указанным требованиям лишь одного из показателей, (d) «повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения» или (e) «повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения», однако предпочтительно одновременное соответствие обоих показателей. В настоящем изобретении, как показано далее в испытаниях, проводимых в примере, использовали набухший гель, полученный при добавлении 1 г водопоглощающего агента в 25 мл испытательной разрушающей жидкости и соответствующий 25-кратному набуханию подгузника; при этом было обнаружено, что повышение содержания экстрагируемых

веществ под действием разрушения или повышение соотношения экстрагируемых веществ под действием разрушения коррелирует с практическим использованием подгузника, и что водопоглощающий агент, имеющий определенное распределение размеров частиц, определенную поглощающую способность и (d) повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения или (e) повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения, придает подгузнику улучшенные свойства независимо от состава мочи или периода практического использования. Оценка количества экстрагируемых веществ посредством диспергирования водопоглощающей смолы в большом избытке физиологического солевого раствора при комнатной температуре, или свойство водопоглощающей смолы, описанное в стандарте JP-A-8-337726, и подобные оценки не определяют продолжительности практического использования и, следовательно, бесполезны.

Количество веществ, экстрагируемых из водопоглощающего агента, предлагаемого в настоящем изобретении, в течение одного часа физиологическим солевым раствором, по существу не превышает 50% масс., предпочтительно находится в диапазоне от 0,1 до 30% масс., более предпочтительно от 0,2 до 25% масс., еще более предпочтительно от 0,3 до 20% масс., и еще более предпочтительно от 0,4 до 15% масс., особенно предпочтительно от 0,5 до 10% масс., и наиболее предпочтительно от 0,5 до 8% масс. Если количество веществ, экстрагируемых в течение одного часа, превышает указанный верхний предел, экстрагируемые вещества выделяются в поглощающий субстрат при водопоглощении, что может затруднять диффузию жидкости, такой как кровь или моча, в поглощающий субстрат. Достижение значения, более низкого чем 0,1% масс., обычно затруднительно и не оправдывает затрат на производство.

В случае изготовления водопоглощающего агента в виде частиц, имеющего произвольный показатель (d) повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения или (e) повышение соотношения экстрагируемых веществ под действием разрушения, то есть в случае третьего водопоглощающего агента в виде частиц, его показатель (f), т.е. содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, должен находиться в диапазоне от 0,1 до 10% масс.,

предпочтительно от 0,6 до 8% масс. и особенно предпочтительно от 0,7 до 5% масс. Если этот показатель превышает 10% масс., экстрагируемые вещества выделяются из поглощающего субстрата при водопоглощении, что может затруднять диффузию жидкости, такой как кровь или моча, в поглощающий субстрат. Кроме того, если протекает разрушение под действием мочи, то оно может протекать до такой степени, что разрушается поперечно-сшитая структура, что нежелательно. Кроме того, показатель (g), поглощающая способность под давлением 4,8 кПа (AAP4,8 кПа) в физиологическом солевом растворе при 4,8 кПа (примерно 50 г/см², или 0,7 фунтов на кв. дюйм), предпочтительно составляет не менее 21 г/г, более предпочтительно не менее 22 г/г, еще более предпочтительно не менее 23 г/г, особенно предпочтительно не менее 24 г/г, и наиболее предпочтительно не менее 25 г/г. Если указанное значение менее 21 г/г, то жидкость, содержащаяся в водопоглощающем агенте, может вытекать под давлением, оказываемым на водопоглощающий агент при практическом использовании. В результате тщательных исследований поглощающих свойств было показано, что даже если показатели (d) повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения или (e) повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения не имеют удовлетворительных значений, но при этом показатели (a), (b) и (c), а также показатели «(f) содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов» и «(g) поглощающая способность под давлением 4,8 кПа (AAP4,8 кПа)» находятся в указанных пределах, то практические характеристики поглощающего субстрата не снижаются даже в течение длительного периода поглощения мочи, имеющего место при использовании поглощающего изделия. Причиной того, что практические характеристики поглощающего субстрата могут сохраняться в течение долгого времени использования, является то, что в водопоглощающем агенте до разрушения сохраняется низкое содержание экстрагируемых веществ в течение 16 часов, даже при определенном разрушении поперечно-сшитой структуры, вызываемом действием мочи.

Было обнаружено, что поглощающая способность под давлением 4,8 кПа (AAP4,8 кПа) тем выше, чем больше количество внутреннего сшивающего агента, при той же поглощающей способности. Природа этого явления не ясна, однако учитывая тот факт, что увеличение количества внутреннего

сшивающего агента снижает степень разрушения под действием мочи, поглощающая способность под давлением 4,8 кПа (AAP4,8 кПа), вероятно, опосредовано связана с указанным количеством. То есть для получения желаемых характеристик водопоглощающего агента после разрушения поглощающего субстрата под действием мочи, основанного на оценке разрушения под действием мочи, характеристики водопоглощающего агента до разрушения должны находиться в вышеуказанном диапазоне. Верхний предел показателя (g) практически не ограничен, однако в некоторых случаях с точки зрения возрастания стоимости вследствие трудностей в производстве достаточным является примерно 40 г/г.

Даже для третьего водопоглощающего агента в виде частиц показатель (d) повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения или (e) повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения предпочтительно должен находиться в указанных диапазонах.

(16) Другие свойства водопоглощающего агента в виде частиц, предлагаемого в настоящем изобретении

(i) поглощающая способность под давлением 1,9 кПа (AAP1,9 кПа) в физиологическом солевом растворе при 1,9 кПа

Поглощающая способность водопоглощающего агента, предлагаемого в настоящем изобретении, в физиологическом солевом растворе под давлением 1,9 кПа (при нагрузке), предпочтительно составляет не менее 20 г/г, более предпочтительно, не менее 25 г/г, еще более предпочтительно не менее 30 г/г и особенно предпочтительно не менее 35 г/г. Если это значение ниже 20 г/г, преимущества настоящего изобретения не могут быть реализованы. Верхний предел этого показателя особо не ограничен, однако в некоторых случаях с точки зрения возрастания стоимости вследствие трудности производства достаточным является примерно 60 г/г.

(h) Частицы диаметром от 150 до 600 мкм; (l) Стандартное логарифмическое отклонение

Насыпную плотность (определяемую в соответствии со стандартом JIS K-3362) водопоглощающего агента, предлагаемого в настоящем изобретении, регулируют таким образом, что она предпочтительно находится в диапазоне от

0,40 до 0,90 г/мл и более предпочтительно от 0,50 до 0,80 г/мл. Доля «(h) частиц диаметром от 150 до 600 мкм» предпочтительно находится в диапазоне от 90 до 100% масс. в расчете на общее количество частиц, более предпочтительно от 95 до 100% масс., и еще более предпочтительно от 98 до 100% масс. (L) Стандартное логарифмическое отклонение (σ_z) распределения размеров частиц предпочтительно находится в диапазоне от 0,20 до 0,40, более предпочтительно от 0,20 до 0,38 и особенно предпочтительно от 0,20 до 0,36. При использовании частиц, размеры которых находятся в указанных диапазонах, для изготовления подгузников, могут быть достигнуты улучшенные свойства изделий.

(k) Текучесть после поглощения влаги (Коэффициент слеживаемости)

Водопоглощающий агент, предлагаемый в соответствии с настоящим изобретением, превосходит по технологическим свойствам порошка подобные известные материалы благодаря низкой текучести (сыпучести) после поглощения влаги, описанной далее в примерах. Текучесть после поглощения влаги предпочтительно находится в диапазоне от 0 до 30% масс., более предпочтительно от 0 до 20% масс., еще более предпочтительно от 0 до 10% масс. и особенно предпочтительно от 0 до 5% масс. Текучесть после поглощения влаги, превышающая 30% масс., создает проблемы при производстве подгузников из-за плохой текучести порошка. Нужная текучесть после поглощения влаги может быть достигнута с помощью использования добавок.

(j) Скорость поглощения, определяемая способом воронки (vortex method)

Скорость поглощения для водопоглощающего агента согласно настоящему изобретению составляет менее 60 секунд, предпочтительно от 1 до 55 секунд, и более предпочтительно от 2 до 50 секунд. Водопоглощающий агент со скоростью поглощения более 60 секунд может проявлять недостаточную поглощающую способность при использовании его в поглощающем субстрате, таком как подгузник.

(17) Поглощающее изделие

Области применения водопоглощающего агента в виде частиц, предлагаемого в настоящем изобретении, особо не ограничены, однако

предпочтительно водопоглощающий агент применяют в поглощающем субстрате и поглощающих изделиях.

Поглощающий субстрат, предлагаемый в настоящем изобретении, получают с использованием водопоглощающего агента в виде частиц. В соответствии с настоящим изобретением, под поглощающим субстратом понимают субстрат, получаемый из водопоглощающего агента в виде частиц и гидрофильного волокна, используемых в качестве основных компонентов. Содержание водопоглощающего агента (концентрация в средней (сердцевинной) части) в поглощающем субстрате согласно настоящему изобретению в расчете на общую массу водопоглощающего агента и гидрофильного волокна предпочтительно находится в диапазоне от 20 до 100% масс., более предпочтительно от 30 до 100% масс. и особенно предпочтительно от 40 до 100% масс.

Кроме того, поглощающее изделие, предлагаемое в настоящем изобретении, представляет собой изделие, содержащее поглощающий субстрат согласно настоящему изобретению, поверхностный слой, проницаемый для жидкости, и подкладочный слой, непроницаемый для жидкости.

Способ изготовления поглощающих изделий, предлагаемых в настоящем изобретении, может представлять собой, например, следующий способ: изготовление поглощающего субстрата (поглощающей сердцевины) путем смешивания волокнистых субстратов с водопоглощающим агентом настоящего изобретения или размещения (прослаивания) волокнистых субстратов между слоями водопоглощающего агента настоящего изобретения, с последующим размещением поглощающего наполнителя между субстратом, проницаемым для жидкости (поверхностный слой), и субстратом, непроницаемым для жидкости (подкладочный слой), и, при необходимости, введением эластичных деталей, диффузионных слоев, чувствительных к давлению клейких лент и подобных приспособлений для получения поглощающего изделия, в частности, подгузника для ребенка, подгузника для взрослого человека или гигиенической прокладки. Плотность указанной поглощающей сердцевины составляет от 0,06 до 0,50 г/см³, и ее подвергают компрессионному формованию таким образом, что значения ее базовой массы находятся в диапазоне от 0,1 до 0,20 г/см². Примеры используемого волокнистого субстрата включают гидрофильное

волокно, размолотую древесную массу или хлопковый пух, поперечно-сшитое целлюлозное волокно, вискозное волокно, хлопковое волокно, шерстяное волокно, ацетатное волокно, винилоновое волокно и т.д. Предпочтительно указанные волокна используют непосредственно после получения воздушным формованием.

Водопоглощающий агент, предлагаемый в настоящем изобретении, проявляет улучшенные поглощающие свойства. Примеры поглощающих изделий, содержащих этот агент, включают гигиенические продукты, от бумажных подгузников для взрослых людей, которые в последнее время находят все более широкое применение, до подгузников для детей, гигиенических прокладок, так называемых прокладок для больных недержанием и т.п., однако применение поглощающих изделий не ограничено указанными примерами. Основная идея состоит в том, что благодаря усовершенствованию водопоглощающего агента, предлагаемого в настоящем изобретении, который содержится в поглощающем изделии получают поглощающее изделие с меньшим обратным смачиванием и значительным усилением ощущения сухости, что позволяет значительно облегчить жизнь людей, использующих такие предметы, а также работу медицинского персонала.

Примеры

Настоящее изобретение будет более подробно описано при помощи нижеследующих примеров и сравнительных примеров, однако оно не ограничено указанными примерами.

Для исследования различных характеристик водопоглощающего агента применяли следующие способы. Характеристики также оценивали, используя водопоглощающую смолу вместо водопоглощающего агента. Во всех примерах применяли электрооборудование с номинальным напряжением 100 вольт и частотой 60 Гц. Если не указано особо, испытания водопоглощающей смолы, водопоглощающего агента и поглощающего изделия проводили при температуре $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}$ и относительной влажности 50%. В качестве физиологического солевого раствора использовали водный раствор хлорида натрия с концентрацией 0,90% масс.

Коммерчески доступная водопоглощающая смола и коммерчески доступные подгузники/памперсы, а также водопоглощающая смола, извлеченная из подгузников, которая может поглощать влагу при распределении, могут быть использованы для сравнительных испытаний после вакуумной сушки под уменьшенным давлением (например, в течение 16 часов при 60-80°C), при необходимости до равновесного содержания влаги (от 2 до 8% масс., приблизительно 5% масс.) в водопоглощающей смоле.

(а) Способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) для физиологического солевого раствора

0,20 г водопоглощающего агента равномерно распределили внутри мешочка (60 мм x 85 мм), изготовленного из нетканой ткани, и погрузили в физиологический солевой раствор, находящийся при температуре 25±2°C. Спустя 30 минут мешочек с содержащимся в нем водопоглощающим агентом извлекли из солевого раствора и подвергли обезвоживанию в течение 3 минут при 250 G (250 x 9,81 м/с²) при помощи центрифуги (малоразмерная центрифуга, модель H-122, изготовлена Kokusan Corporation), а затем взвешивали, получая массу W2 (г). Массу W1 (г) мешочка, измеряли после аналогичной операции в отсутствие водопоглощающего агента. Способность удержания жидкости после центробежной обработки (г/г) вычисляли, исходя из масс W1 и W2 в соответствии со следующей формулой:

Способность удержания жидкости после центробежной обработки (г/г) =
((масса W2 (г) – масса W1 (г))/масса водопоглощающего агента (г)) – 1

(b) Поглощающая способность под давлением 4,8 кПа (AAP4,8 кПа) в физиологическом солевом растворе

0,90 г водопоглощающего агента равномерно рассыпали по проволочной сетке 400 меш, изготовленной из нержавеющей стали (размер ячейки 38 мкм), приваренной к нижнему краю передней поверхности пластикового поддерживающего цилиндра, имеющего внутренний диаметр 60 мм. Сверху на водопоглощающий агент поместили поршень (покровную пластину), внешний диаметр которой немного меньше 60 мм, так что между внутренней поверхностью поддерживающего цилиндра и поршнем не было зазора, но

поршень мог свободно перемещаться вверх и вниз. Измеряли общую массу W3 (г) поддерживающего цилиндра, водопоглощающего агента и поршня. Сборку измерительной установки завершали, располагая на поршне нагрузку такой массы, что на поглощающий агент равномерно действовало давление 4,8 кПа (примерно 50 г/см², или 0,7 фунтов на квадратный дюйм) с учетом массы поршня. В чашку Петри диаметром 150 мм помещали стеклянный фильтр диаметром 90 мм и толщиной 5 мм, а затем в чашку наливали физиологический солевой раствор, находящийся при температуре 25±2°С, до уровня, совпадающего с верхней поверхностью стеклянного фильтра. На поверхность стеклянного фильтра помещали лист фильтровальной бумаги диаметром 9 см (No.2 от Toyo Roshi Kaisha Ltd.), так что бумага была полностью смочена, а затем удаляли избыток раствора, находящийся выше увлажненной фильтровальной бумаги.

Измерительную установку поместили на увлажненную фильтровальную бумагу, и жидкость поглощалась водопоглощающим агентом, находящимся под нагрузкой. Уровень жидкости поддерживали постоянным, добавляя жидкость по мере того, как уровень жидкости опускался ниже верхней поверхности фильтровальной бумаги. Спустя один час измерительную установку поднимали и измеряли массу W4 (г) за исключением нагрузки (общая масса поддерживающего цилиндра, набухшего водопоглощающего агента и поршня). Поглощающую способность под давлением (AAP4,8 кПа) (г/г) измеряли, исходя из масс W3, W4 в соответствии со следующей формулой:

$$\text{Поглощающая способность под давлением (г/г)} = \frac{\text{масса W4 (г)} - \text{масса W3 (г)}}{\text{масса водопоглощающего агента (г)}}$$

(с) Поглощающая способность под давлением 1,9 кПа (AAP1,9 кПа) в физиологическом солевом растворе

Поглощающую способность под давлением (AAP1,9 кПа) измеряли и вычисляли в соответствии со способом, указанным в пункте (b), с тем лишь исключением, что на водопоглощающий агент действовала нагрузка 1,9 кПа (примерно 20 г/см², или 0,3 фунта на квадратный дюйм), включая массу поршня.

(d) Среднемассовый размер частиц (D50), стандартное логарифмическое отклонение ($\sigma\zeta$) и массовое доля в процентах частиц диаметром меньше 150 мкм

Водопоглощающий агент подвергали сортировке при помощи стандартных JIS сит, размер ячейки которых составлял: 850 мкм, 710 мкм, 600 мкм, 500 мкм, 425 мкм, 300 мкм, 212 мкм, 150 мкм, 106 мкм и 45 мкм, и измеряли массовую долю в процентах частиц диаметром менее 150 мкм; при этом массовые доли в процентах R частиц каждого размера, не проходящего в ячейку, наносили на график вероятностей в логарифмическом масштабе. Таким образом определяли размер частиц соответствующий R=50% масс., который выбирали в качестве среднемассового размера частиц (D50). Стандартное логарифмическое отклонение ($\sigma\zeta$) представлено следующей формулой, в которой меньшее значение $\sigma\zeta$ соответствует более узкому распределению размеров частиц:

$$\sigma\zeta = 0,5 \times \ln (X2/X1)$$

(где X1 и X2 означают диаметры частиц для R = 84,1% масс. и R = 15,9% масс., соответственно).

Для проведения сортировки при помощи сит 10,00 г водопоглощающего агента загрузили в каждое из сит со стандартным JIS размером ячеек (ситовый анализатор IIDA с внутренним диаметром, равным 80 мм) и просеивали в течение 5 минут, используя встряхиватель для сит типа Ro-tap (встряхиватель для сит, модель ES-65, поставляемый Iida Seisakusho Co., Ltd.).

Среднемассовый размер частиц (D50) означает диаметр частиц для стандартного сита, соответствующий 50% масс. от общей массы частиц, при условии что просеивание было произведено при помощи стандартных сит с определенными размерами ячеек, как описано в патенте США 5051259 и подобных ему заявках.

(e) Экстрагируемые вещества (вещества, экстрагируемые физиологическим солевым раствором в течение 1 часа и 16 часов)

Прежде всего будет описана подготовка к определению количества экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 1 час и 16 часов (здесь и далее называемых экстрагируемыми веществами в течение 1

часа и экстрагируемыми веществами в течение 16 часов, соответственно). При помощи буферных растворов с pH 4.0, 7.0 и 10.0 калибровали pH-электрод. Для определения объема титрования V_{ab} (мл) водного раствора гидроксида натрия, расходуемого в холостом опыте, в стеклянную мензурку емкостью 100 мл наливали 50 мл заранее приготовленного физиологического солевого раствора, используемого для холостого опыта, куда затем при перемешивании мешалкой с длиной перемешивающего стержня, равной 30 мм, добавляли по каплям водный раствор гидроксида натрия концентрацией 0,1 мол/л до тех пор, пока pH раствора не достигал 10. Затем для определения объема титрования V_{bb} (мл) соляной кислоты, расходуемой в холостом опыте, к указанному солевому раствору при перемешивании добавляли по каплям водный раствор соляной кислоты концентрацией 0,1 мол/л до достижения раствором pH 2.7.

200 мл приготовленного заранее физиологического солевого раствора наливали в полипропиленовую чашку емкостью 250 мл, снабженную крышкой, а затем туда добавляли 1,0 г (= m (г)) водопоглощающего агента, полученного в примерах или сравнительных примерах, которые будут описаны далее. Для извлечения экстрагируемых веществ солевой раствор перемешивали мешалкой длиной 30 мм и диаметром 8 мм со скоростью 500 ± 50 об/мин в течение 1 часа или 16 часов. После перемешивания в течение одного часа или 16 часов солевой раствор фильтровали через фильтровальную бумагу (No.2, изготовленная Toyo Roshi Kaisha Ltd.; размер улавливаемых бумагой частиц составляет 5 мкм в соответствии со стандартом JIS P 3801) и получали фильтрат.

Полученные таким образом 20 мл фильтрата (обозначаемого F (мл)) вылили в стеклянную мензурку емкостью 100 мл, а затем доводили физиологическим солевым раствором до 50 мл, получая фильтрат для титрования. Если объем получаемого фильтрата меньше 20 мл, то полное количество полученного фильтрата обозначали F (мл), а затем доводили до 50 мл водным раствором хлорида натрия с концентрацией 0,90% масс, получая фильтрат для титрования.

Затем к фильтрату для титрования при перемешивании цилиндрической мешалкой длиной 300 мм и диаметром 8 мм прибавляли по каплям водный раствор гидроксида натрия с концентрацией 0,1 мол/л до тех пор, пока pH раствора не достигал 10, и определяли объем титрования V_a (мл) водного

раствора гидроксида натрия. Затем к фильтрату при перемешивании прибавляли по каплям водный раствор соляной кислоты с концентрацией 0,1
5 титрования V_b (мл) водного раствора соляной кислоты. Количество экстрагируемых веществ (%) определяли по следующей формуле:

10 Количество экстрагируемых веществ (%) = $((W_a + W_b) / m) \times 100$

где W_a (г) означает относительную массу фрагментов экстрагируемых веществ
15 с кислотной группой, содержащихся в водопоглощающем агенте, а W_b (г) означает относительную массу фрагментов экстрагируемых веществ с карбоксилатной группой, нейтрализованной щелочным металлом, содержащихся в водопоглощающем агенте. Каждую из указанных величин
20 рассчитывают по следующим формулам:

25 W_a (г) = $N_a \times 72 \times 200/F$

W_b (г) = $N_b \times 94 \times 200/F$

где значение 72 представляет собой массу одного моля повторяющегося звена
30 в полиакриловой кислоте, а если производят сополимеризацию с мономером, содержащего кислотную группу, но отличного от акриловой кислоты, то это значение заменяют средней величиной массы повторяющегося звена, включая
35 такой мономер. Значение 94 представляет собой массу одного моля повторяющегося звена в полиакрилате натрия, и при необходимости его заменяют соответствующим значением, если полимер получают сополимеризацией с мономером, имеющим кислотную группу, отличную от
40 акриловой кислоты, или если в качестве соли щелочного металла вместо натриевой соли используют соли калия, лития и подобные им соли.

N_a (мол) представляет собой количество молей кислотных групп,
45 содержащихся в экстрагируемых веществах, находящихся в фильтрате, а N_b (мол) представляет собой количество молей карбоксилатных групп, нейтрализованных щелочным металлом, которые содержатся в экстрагируемых
50 веществах, находящихся в фильтрате. Каждое из этих значений вычисляют по следующим формулам:

$$N_a (\text{мол}) = (V_a - V_{ab})/1000 \times 0,1$$

$$N_b (\text{мол}) = N_1 - N_a$$

где N_1 (мол) представляет собой полное количество молей экстрагируемых веществ, находящихся в определяемом фильтрате, и вычисляется по следующей формуле:

$$N_1 (\text{мол}) = (V_b - V_{bb})/1000 \times 0,1$$

Количество экстрагируемых веществ, вычисляемое по указанным формулам, разделяли на количество экстрагируемых веществ в течение одного часа (%) в фильтрате, полученном при перемешивании физиологического солевого раствора в течение одного часа, и количество экстрагируемых веществ в течение 16 часов (%) в фильтрате, полученном при перемешивании физиологического солевого раствора в течение 16 часов.

(f) Оценка устойчивости к действию мочи (количество экстрагируемых веществ в течение одного часа в испытательной разрушающей жидкости, повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения, повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения)

Для получения испытательной жидкости с концентрацией L-аскорбиновой кислоты 0,05% масс. ее прибавили к заранее приготовленному физиологическому солевому раствору. А именно: для приготовления испытуемой разрушающей жидкости 0,50 г L-аскорбиновой кислоты растворили в 999,5 г физиологического солевого раствора.

Для получения набухшего геля 25 мл испытательной разрушающей жидкости налили в полипропиленовую чашку емкостью 250 мл, снабженную крышкой, а затем туда добавили 1,0 г водопоглощающего агента. Затем чашку герметично закрыли крышкой и оставили набухший гель в атмосфере при 37°C на 16 часов.

Спустя 16 часов прибавили 175 мл физиологического солевого раствора, а затем из гидратированного геля извлекали экстрагируемые вещества после

разрушения, перемешивая в течение 1 часа способом, описанным в пункте (d), при помощи цилиндрической мешалки длиной 30 мм и диаметром 8.

После экстракции при перемешивании в течение одного часа, солевой раствор профильтровали и подвергали рН-титрованию тем же способом, который описан выше в пункте (d) для определения количества экстрагируемых веществ в течение одного часа (%) в испытательной разрушающей жидкости, в соответствии с теми же формулами, что указаны в пункте (d). Для сравнения абсолютного количества повышенного содержания экстрагируемых веществ при разрушении с целью оценки устойчивости к действию мочи, повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения (% масс.) было вычислено по следующей формуле:

Повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения (% масс.) = вещества, извлекаемые в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью (% масс.) – вещества, извлекаемые в течение одного часа физиологическим солевым раствором (% масс.)

Для сравнения количества экстрагируемых веществ, полученных под действием разрушения, с количеством экстрагируемых веществ до разрушения с целью оценки устойчивости к действию мочи, повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения (коэффициент) вычисляли по следующей формуле:

Повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения = вещества, извлекаемые в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью (% масс.) / вещества, извлекаемые в течение одного часа физиологическим солевым раствором (% масс.)

(g) Оценка скорости поглощения (метод воронки)

К водному раствору хлорида натрия с концентрацией 0,90% масс. (физиологический солевой раствор), составляющему 1000 масс. частей, добавили 0,02 масс. части индикатора бриллиантовый синий FCF, представляющего собой пищевую добавку, и выдерживали при 30°C. Для измерения скорости поглощения (секунды) в мензурку емкостью 100 мл помещали 50 мл физиологического солевого раствора, и при перемешивании со скоростью 600 об/мин цилиндрической мешалкой длиной 40 мм и диаметром 8 мм к нему добавляли 2,0 г водопоглощающего агента. Скорость поглощения

(секунды) – это время, необходимое для того, чтобы испытательная жидкость полностью покрывала концевую часть («чип») мешалки, по мере того как водопоглощающий агент поглощает физиологический солевой раствор; указанную скорость измеряют в соответствии со стандартом, описанным в JIS K 7224 (1996) “Testing method for water absorption speed of super absorbent resins – Description” (Метод определения скорости водопоглощения смол-суперабсорбентов – Описание).

(h) Сыпучесть (текучесть) после поглощения влаги (% масс.)

2 г водопоглощающего агента равномерно распределили по дну алюминиевой чашки диаметром 52 мм и высотой 22 мм и быстро поставили в термостат с контролируемой влажностью (PLATIOOUS LUCIFER PL-2G, от Espres Corp.), заранее доведенный до 25⁰C и относительной влажности 90%, и оставили на 60 минут. Поглотивший воду водопоглощающий агент затем переносили на стандартное JIS сито с диаметром 7,5 см и размером отверстий ячеек 2000 мкм. В случае, если поглотивший воду водопоглощающий агент слишком сильно прилип к алюминиевой чашке и его не извлечь, водопоглощающий агент следует очень осторожно отделить от чашки и перенести в сито, чтобы не разрушить блок материала. Перенесенный на сито водопоглощающий агент немедленно просеивали в течение 8 секунд, используя встряхиватель для сит (встряхиватель для сит Iida, тип ES-65 серийный No. 0501). Затем измеряли массу W5 (г) водопоглощающего агента, оставшегося на сите, и массу W6 (г) водопоглощающего агента, прошедшего через сито. Сыпучесть (текучесть) после поглощения влаги (коэффициент слипания) (% масс.) вычисляли по следующей формуле. Чем ниже значение текучести после поглощения влаги, тем лучше свойства водопоглощающего агента в отношении сыпучести (текучести) после поглощения влаги и технологичности порошка.

Сыпучесть (текучесть) после поглощения влаги (% масс.) =

(масса W5 (г) / (масса W5 (г) + масса W6 (г))) x 100

(i) Испытание на дезодорацию (оценка водопоглощающего агента)

50 мл мочи, собранной у 20 взрослых человек, налили в полипропиленовую чашку, емкостью 120 мл, снабженную крышкой, и добавили

2,0 г водопоглощающего агента для получения набухшего геля. Использовали мочу спустя 2 часа после сбора. Чашку закрыли крышкой, и набухший гель выдерживали при 37°C. Спустя 6 часов крышку сняли с поглотителя, и 20 взрослых экспериментаторов оценивали дезодорирующий эффект, нюхая содержимое на расстоянии 3 см от верхнего края чашки. Каждый экспериментатор оценивал запах по шестибалльной шкале в соответствии с нижеследующими критериями оценки, а затем определяли среднее значение. Аналогично оценивали мочу без водопоглощающего агента; ей присваивали значение 5, которое использовали в качестве стандартной оценки.

0: без запаха

1: едва заметный запах

2: заметный, но допустимый запах

3: легко заметный запах

4: сильный запах

5: очень сильный запах

(j) Оценка технических характеристик в качестве поглощающего субстрата (уровень повторного смачивания в течение 10 минут и при разрушении)

Для оценки водопоглощающего агента, применяемого в качестве поглощающего субстрата, готовили поглощающий субстрат и подвергали его испытанию на повторное смачивание.

Сначала будет описан способ приготовления поглощающего субстрата, применяемого для оценки.

1 масс. часть водопоглощающего агента, описанного ниже, смешивали в сухом состоянии с 2 масс. частями размолотой древесной массы при помощи смесителя. Полученную таким образом смесь распределяли на проволочном грохоте 400 меш (размер ячеек 38 мкм), получая полотно диаметром 90 мм. На полотно действовали давлением 196,14 кПа (2 кгс/см²) в течение 1 минуты, получая для оценки поглощающий субстрат с базовой массой 0,05 г/см².

Далее будет описан способ оценки уровня повторного смачивания спустя 10 минут.

Поглощающий субстрат, предназначенный для оценки, помещали на дно чашки Петри с внутренним диаметром 90 мм, изготовленной из нержавеющей стали, и на него помещали нетканую ткань диаметром 90 мм. Затем на

нетканую ткань наливали 30 мл испытательной разрушающей жидкости, используемой в пункте (f) (оценка стойкости по отношению к моче), и оставляли поглощаться в течение 10 минут без нагрузки. Затем на нетканую ткань и поглощающий субстрат помещали 30 листов фильтровальной бумаги диаметром 90 мм (No.2, поставляемая Toyo Roshi Kaisha Ltd.), массу которых (W7 (г)) измеряли заранее. Затем на фильтровальную бумагу помещали поршень и нагрузку (общая масса поршня и нагрузки составляли 20 кг) диаметром 90 мм, равномерно распределяя нагрузку на поглощающий субстрат, нетканую ткань и фильтровальную бумагу. Фильтровальная бумага поглощала жидкость, выделяемую при повторном смачивании под давлением в течение 5 минут. Затем указанные 30 листов фильтровальной бумаги взвешивали, получая массу W8 (г), и рассчитывали уровень повторного смачивания спустя 10 минут.

Уровень повторного смачивания спустя 10 минут (г) = W8 (г) – W7 (г)

Способ оценки уровня повторного смачивания при разрушении описан ниже.

30 мл заранее приготовленной, как указано выше, испытательной разрушающей жидкости налили на нетканую ткань и поглощающий субстрат, предназначенный для оценки, и оставляли поглощать без нагрузки в атмосфере при 37°C в течение 16 часов. Чашку Петри поместили в запаянный полиэтиленовый мешок размером 140 мм x 200 мм для предотвращения испарения влаги во время стояния.

Спустя указанное время на нетканую ткань и поглощающий субстрат поместили 30 листов фильтровальной бумаги диаметром 90 мм (No.2, поставляемая Toyo Roshi Kaisha Ltd.), массу которых (W9 (г)) измеряли заранее. Затем на фильтровальную бумагу помещали поршень и нагрузку (общая масса поршня и нагрузки составляли 20 кг) диаметром 90 мм, равномерно распределяя нагрузку на поглощающем субстрате, нетканой ткани и фильтровальной бумаге. Фильтровальная бумага поглощала жидкость, выделяемую при повторном смачивании под давлением в течение 5 минут. Затем указанные 30 листов фильтровальной бумаги взвешивали, получая массу W10 (г) для расчета уровня повторного смачивания при разрушении.

Уровень повторного смачивания при разрушении (г) = W10 (г) – W9 (г)

Контрольный пример 1

4,3 г полиэтиленгликольдиакрилата (среднее количество молей звеньев добавленного этиленоксида равно 9) растворяли в 1500 г водного раствора акрилата натрия, имеющего степень нейтрализации 75% мол. (концентрация мономера 24% масс.) с получением реакционной жидкости. Полученную таким образом реакционную жидкость выливали в поднос длиной 320 мм, шириной 220 мм и высотой 50 мм, изготовленный из нержавеющей стали; высота слоя реакционной жидкости в подносе составляла 17 мм. Затем верхнюю часть подноса герметично закрывали полиэтиленовой пленкой, снабженной отверстием для ввода газообразного азота, отверстием для вывода отходящих газов и отверстием для ввода инициатора полимеризации, после чего поднос из нержавеющей стали погружали в водяную баню, находящуюся при температуре 30⁰С. Далее в реакционную жидкость пропускали газообразный азот для удаления растворенного в жидкости кислорода, поддерживая реакционную жидкость при температуре 30⁰С. Подачу газообразного азота затем продолжали, продувая верхнюю часть реактора, а отвод азота осуществляли с другой стороны. Затем к реакционной жидкости при соответствующем перемешивании магнитной мешалкой добавляли следующие инициаторы полимеризации: 5,1 г водного раствора 2,2'-азобис(2-амидинопропан)дигидрохлорида с концентрацией 10% масс., 2,5 г водного раствора персульфата натрия с концентрацией 10% масс., 0,4 г водного раствора L-аскорбиновой кислоты с концентрацией 1% масс. и 2,2 г водного раствора пероксида водорода с концентрацией 0,35% масс. Так как полимеризация началась спустя 1 минуту после добавления инициаторов полимеризации, то для контроля температуры полимеризации поднос из нержавеющей стали периодически погружали на глубину 10 мм, считая от дна подноса, в водяную баню, находящуюся при 12⁰С. Спустя 55 минут после начала полимеризации температура полимеризации достигла максимума 80⁰С; при этом поднос погрузили в водяную баню, находящуюся при 70⁰С, на глубину 10 мм, считая от дна подноса, и оставили на 60 минут для созревания геля. Полученный таким образом гидратированный гелеобразный полимер размалывали мясорубкой (модель No.32 Hiraga Seisakusho Inc.), снабженной насадкой, имеющей диаметр отверстия 9,5 мм, затем распределяли по

проволочной сетке 50 меш (размер отверстия 300 мкм) и сушили в горячем воздухе при 160⁰С в течение 60 минут. Высушенный материал затем измельчали на валковой мельнице и просеивали на проволочных сетках, имеющих размер отверстий, равный 710 мкм и 150 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (а). Способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC), среднемассовый размер частиц (D50) и массовая доля в процентах частиц диаметром меньше 150 мкм для полученной таким образом водопоглощающей смолы (а) показаны в таблице 1. Аналогично оценивали водопоглощающие смолы (b)-(l), полученные в последующих контрольных примерах; результаты оценки также показаны в таблице 1.

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (а) смешивали с 3,9 масс. частями поверхностного сшивающего агента, содержащего 0,55 масс. частей пропиленгликоля, 0,35 масс. частей 1,4-бутандиола и 3 масс. части воды. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды, равной 210⁰С, в течение 40 минут, получая водопоглощающую смолу (1).

Контрольный пример 2

4,0 г полиэтиленгликольдиакрилата (среднее число молей звеньев добавленного этиленоксида равно 9) растворяли в 5500 г водного раствора акрилата натрия, имеющего степень нейтрализации 75% мол. (концентрация мономера 40% масс.) с получением реакционной жидкости. Затем полученную реакционную жидкость загружали в реактор, полученный при помощи присоединения крышки к двухлопастной месильной машине емкостью 10 л, изготовленной из нержавеющей стали и снабженной рубашкой и двумя Σ -видными (сигмоидальными) перемешивающими лопастями; из реакционной системы затем удаляли растворенный кислород, пропуская в нее газообразный азот при температуре реакционной жидкости, равной 30⁰С. Затем к реакционной жидкости при перемешивании добавляли 29,8 г водного раствора персульфата натрия с концентрацией 10% масс. и 1,5 г водного раствора L-аскорбиновой кислоты с концентрацией 1% масс.; полимеризация началась спустя 1 минуту. Температура полимеризации достигла максимума 93⁰С спустя 15 минут после начала полимеризации. Спустя 60 минут после начала

полимеризации гидратированный гелеобразный полимер, находящийся в
размолотом состоянии с частицами диаметром от 1 до 4 мм, извлекали из
реактора. Размолотый гидратированный гелеобразный полимер распределяли
по проволочной сетке 50 меш (размер отверстия 300 мкм) и сушили в горячем
воздухе при 160°C в течение 60 минут. Высушенный таким образом материал
затем измельчали на шаровой мельнице и просеивали на проволочных сетках,
имеющих размер отверстий 710 мкм и 150 мкм, получая неравномерный
измельченный порошок водопоглощающей смолы (b).

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей
смолы (b) смешивали с 3,53 масс. частями поверхностного сшивающего агента,
содержащего 0,5 масс. частей пропиленгликоля, 0,03 масс. частей
диглицидилового эфира этиленгликоля, 0,3 масс. частей 1,4-бутандиола и 2,7
масс. частей воды. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды
210°C в течение 45 минут, получая водопоглощающую смолу (2).

Контрольный пример 3

2,5 г полиэтиленгликольдиакрилата (среднее количество молей
добавляемого этиленоксида равно 9) растворяли в 5500 г водного раствора
акрилата натрия, имеющего степень нейтрализации 75% мол. (концентрация
мономера 38% масс.), получая реакционную жидкость. После извлечения
растворенного кислорода тем же способом, что и в контрольном примере 2,
реакционную жидкость загружали в реактор, описанный в контрольном примере
2, и реакционную систему продували газообразным азотом при температуре
реакционной жидкости, равной 30°C. Затем к реакционной жидкости при
перемешивании добавляли 29,8 г водного раствора персульфата натрия с
концентрацией 10% масс. и 1,5 г водного раствора L-аскорбиновой кислоты с
концентрацией 1% масс.; полимеризация началась спустя 1 минуту.
Температура полимеризации достигла максимума 86°C спустя 17 минут после
начала полимеризации. Спустя 60 минут после начала полимеризации
гидратированный гелеобразный полимер, находящийся в размолотом
состоянии с частицами диаметром от 1 до 4 мм, извлекали из реактора.
Размолотый гидратированный гелеобразный полимер сушили и измельчали
тем же способом, что и в контрольном примере 2, и просеивали на

проволочных сетках, имеющих размер отверстий 710 мкм и 150 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (с).

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (с) смешивали с 3,53 масс. частями сшивающего агента для сшивки поверхности, имеющего тот же состав, что и в контрольном примере 2. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды 195⁰С в течение 40 минут, получая водопоглощающую смолу (3).

Контрольный пример 4

19,6 г полиэтиленгликольдиакрилата (среднее число молей звеньев добавленного этиленоксида равно 9) и 36,3 г пентагидрата динатрийфосфита растворяли в 5500 г водного раствора акрилата натрия, имеющего степень нейтрализации 75% мол. (концентрация мономера 33% масс.), получая реакционную жидкость. После удаления растворенного кислорода тем же способом, что и в контрольном примере 2, реакционную жидкость загружали в реактор, описанный в контрольном примере 2, и реакционную систему продували газообразным азотом при температуре реакционной жидкости, равной 30⁰С. Затем к реакционной жидкости при перемешивании добавляли 20,5 г водного раствора персульфата натрия с концентрацией 10% масс. и 1,0 г водного раствора L-аскорбиновой кислоты с концентрацией 1% масс.; полимеризация началась спустя 1 минуту. Температура полимеризации достигла максимума 85⁰С спустя 17 минут после начала полимеризации. Спустя 60 минут после начала полимеризации гидратированный гелеобразный полимер, находящийся в размолотом состоянии с частицами диаметром от 1 до 4 мм, извлекали из реактора. Гидратированный гелеобразный полимер сушили и измельчали тем же способом, что и в контрольном примере 2, и просеивали на проволочных сетках, имеющих размер отверстий 600 мкм и 150 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (d).

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (d) смешивали с 3,53 масс. частями поверхностного сшивающего агента того же состава, что и в контрольном примере 2. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды 210⁰С в течение 35 минут, получая водопоглощающую смолу (4).

Контрольный пример 5

20,0 г полиэтиленгликольдиакрилата (среднее количество молей добавляемого этиленоксида равно 9) и 3,3 г фосфината натрия растворяли в 5500 г водного раствора акрилата натрия, имеющего степень нейтрализации 75% мол. (концентрация мономера 30% масс.), получая реакционную жидкость. После удаления растворенного кислорода тем же способом, что и в контрольном примере 2, реакционную жидкость загружали в реактор, описанный в контрольном примере 2, и реакционную систему продували газообразным азотом при температуре реакционной жидкости, равной 30°C. Затем к реакционной жидкости при перемешивании добавляли 22,6 г водного раствора персульфата натрия с концентрацией 10% масс. и 1,1 г водного раствора L-аскорбиновой кислоты с концентрацией 1% масс.; полимеризация началась спустя 1 минуту. Температура полимеризации достигла максимума 82°C спустя 18 минут после начала полимеризации. Спустя 40 минут после начала полимеризации гидратированный гелеобразный полимер, находящийся в размолотом состоянии с частицами диаметром от 1 до 4 мм извлекали из реактора. Гидратированный гелеобразный полимер сушили и измельчали тем же способом, что и в контрольном примере 2, и просеивали на проволочных сетках, имеющих размер отверстий 600 мкм и 150 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (е).

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (е) смешивали с 3,8 масс. частями поверхностного сшивающего агента, содержащего 0,5 масс. частей пропиленгликоля, 0,3 масс. частей 1,3-пропандиола и 3 масс. части воды. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды 195°C в течение 40 минут, получая водопоглощающую смолу (5).

Контрольный пример 6

1,9 г тетрааллилоксиэтана растворяли в 1500 г водного раствора акриловой кислоты (концентрация мономера 20% масс.), получая реакционную жидкость. Полученную таким образом реакционную жидкость выливали в поднос, изготовленный из нержавеющей стали, описанный в контрольном примере 1; высота слоя реакционной жидкости в подносе составляла 17 мм. Затем поднос герметично закрывали, как описано в контрольном примере 1, и

погружали в водяную баню, находящуюся при температуре 20°C. Затем в реакционную жидкость при температуре 20°C пропускали газообразный азот для удаления растворенного в жидкости кислорода. Пропускание азота продолжали, продувая верхнюю часть реактора; отвод азота осуществляли с другой стороны подноса. Затем к реакционной жидкости при перемешивании магнитной мешалкой добавляли следующие инициаторы полимеризации: 8,3 г водного раствора 2,2'-азобис(2-амидинопропан)дигидрохлорида с концентрацией 10% масс., 0,6 г водного раствора L-аскорбиновой кислоты с концентрацией 1% масс. и 2,1 г водного раствора пероксида водорода с концентрацией 3,5% масс.; полимеризация началась спустя 1 минуту после добавления инициаторов полимеризации. Попеременное охлаждение и нагревание реагентов в течение реакции полимеризации производили через нижнюю поверхность подноса. Спустя 35 минут после начала полимеризации температура полимеризации достигла максимума 75°C. Спустя 90 минут после начала полимеризации извлекали гидратированный гелеобразный полимер. Полученный таким образом гидратированный гелеобразный полимер нарезали ножницами на квадратные кусочки, стороны которых составляли примерно 5 см. Полученные таким образом квадратные кусочки гидратированного гелеобразного полимера, стороны которых примерно составляли 5 см, загружали с постоянной скоростью в ту же мясорубку, что и в контрольном примере 1, куда также загружали с постоянной скоростью 702 г водного раствора карбоната натрия с концентрацией 22% масс., предназначенного для нейтрализации. Размолотый гель, полученный на выходе из мясорубки, оставляли на воздухе при температуре примерно 70°C до тех пор, пока при наливании на гель раствора фенолфталеина он не прекращал окрашиваться в красный цвет. Затем гель сушили и измельчали так же, как в контрольном примере 1, и просеивали на проволочных сетках, имеющих размер отверстий 600 мкм и 150 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (f).

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (f) смешивали с 3,83 масс. частями поверхностного сшивающего агента, содержащего 0,5 масс. частей пропиленгликоля, 0,03 масс. частей диглицидилового эфира этиленгликоля, 0,3 масс. частей 1,3-пропандиола и 3

масс. части воды. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды 195⁰С в течение 40 минут, получая водопоглощающую смолу (6).

5 Контрольный пример 7

Высушенный материал гидратированного гелеобразного полимера, полученный в контрольном примере 2, измельчали на той же шаровой
10 мельнице, что и в контрольном примере 2, но с такими параметрами, что получали более мелкие частицы, чем в контрольном примере 2, а затем просеивали на проволочных сетках, имеющих размер отверстий 425 мкм и 150
15 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (g).

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (g) смешивали с 4,93 масс. частями сшивающего агента для сшивки
20 поверхности, содержащего 1 масс. часть пропиленгликоля, 0,03 масс. частей диглицидилового эфира этиленгликоля, 3 масс. части воды и 0,9 масс. частей метанола. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды 210⁰С в
25 течение 45 минут, получая водопоглощающую смолу (7).

Контрольный пример 8

30 Высушенный материал гидратированного гелеобразного полимера, полученный в контрольном примере 3, измельчали на той же шаровой мельнице, что и в контрольном примере 3, но с такими параметрами, что получали более мелкие частицы, чем в контрольном примере 3, а затем
35 просеивали на проволочных сетках, имеющих размер отверстий 500 мкм и 150 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (h).

40 100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (h) смешивали с 3,53 масс. частями сшивающего агента для сшивки поверхности, имеющего тот же состав, что и в контрольном примере 3. Смесь
45 нагревали при температуре нагревательной среды 210⁰С в течение 45 минут, получая водопоглощающую смолу (8).

50

Контрольный пример 9

Высушенный материал гидратированного гелеобразного полимера, полученный в контрольном примере 2, измельчали на той же шаровой мельнице, что и в контрольном примере 2, но с такими параметрами, что получали более крупные частицы, чем в контрольном примере 2, а затем просеивали на проволочных сетках, имеющих размер отверстий 850 мкм и 106 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (i).

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (i) смешивали с 3,53 масс. частями сшивающего агента для сшивки поверхности, имеющего тот же состав, что и в контрольном примере 2. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды 210⁰С в течение 55 минут, получая водопоглощающую смолу (9).

Контрольный пример 10

Высушенный материал гидратированного гелеобразного полимера, полученный в контрольном примере 3, измельчали на той же шаровой мельнице, что и в контрольном примере 9, но с такими параметрами, что получали еще более крупные частицы, чем в контрольном примере 9, а затем просеивали на проволочных сетках, имеющих размер отверстий, равный 850 мкм и 150 мкм, получая неравномерный измельченный порошок водопоглощающей смолы (j).

100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (j) смешивали с 3,53 масс. частями сшивающего агента для сшивки поверхности, имеющего тот же состав, что и в контрольном примере 2. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды 195⁰С в течение 45 минут, получая водопоглощающую смолу (10).

Контрольный пример 11

Водопоглощающую смолу (11) получали при обработке, аналогичной описанной в контрольном примере 4, но без добавления пентагидрата динатрийфосфита, как это было сделано в контрольном примере 4.

Пример 1

Водопоглощающую смолу (1), полученную в контрольном примере 1, использовали как таковую в качестве водопоглощающего агента (1).
Полученные значения способности удержания жидкости после центробежной обработки, поглощающей способности под давлением 4,8 кПа, количества экстрагируемых веществ спустя 16 часов в физиологическом солевом растворе, поглощающей способности под давлением 1,9 кПа, стойкости по отношению к моче, скорости поглощения и распределения размеров частиц водопоглощающего агента (1) показаны в таблицах 2-4.

Пример 2

К 100 масс. частей водопоглощающей смолы (2), полученной в контрольном примере 2, прибавляли при помощи распыления 2 масс. части водного раствора диэтилентриаминпентаацетата натрия, так что содержание диэтилентриаминпентаацетата натрия на водопоглощающей смоле (2) составило 50 частей на миллион. Полученную таким образом смесь отверждали при 60°C в течение 1 часа, получая водопоглощающий агент (2). Параметры водопоглощающего агента (2) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение способа распылительного смешивания водного раствора и процесса отверждения привело к получению водопоглощающего агента (2), находящегося в агломерированном состоянии.

Пример 3

К 100 масс. частей водопоглощающей смолы (3), полученной в контрольном примере 3, добавляли при помощи распыления 2 масс. части водного раствора диэтилентриаминпентаацетата натрия, так что содержание диэтилентриаминпентаацетата натрия на водопоглощающей смоле (3) составило 100 частей на миллион. Полученную таким образом смесь отверждали при 60°C в течение 1 часа, получая водопоглощающий агент (3). Параметры водопоглощающего агента (3) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение способа распылительного смешивания водного раствора и процесса отверждения

привело к получению водопоглощающего агента (3), находящегося в агломерированном состоянии.

5

Пример 4

К 100 масс. частей водопоглощающей смолы (4), полученной в контрольном примере 4, добавляли при помощи распыления 2 масс. части воды. Полученную таким образом смесь отверждали при 60⁰С в течение 1 часа, получая водопоглощающий агент (4). Параметры водопоглощающего агента (4) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению водопоглощающего агента (4), находящегося в агломерированном состоянии.

20

Пример 5

Повторяли те же процедуры, что и в примере 4, но вместо водопоглощающей смолы (4), полученной в контрольном примере 4, использовали водопоглощающую смолу (5), полученную в контрольном примере 5, с получением водопоглощающего агента (5). Параметры водопоглощающего агента (5) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению водопоглощающего агента (5), находящегося в агломерированном состоянии.

35

Пример 6

Повторяли те же процедуры, что и в примере 4, но вместо водопоглощающей смолы (4), полученной в контрольном примере 4, использовали водопоглощающую смолу (6), полученную в контрольном примере 6, с получением водопоглощающего агента (6). Параметры водопоглощающего агента (6) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению водопоглощающего агента (6), находящегося в агломерированном состоянии.

50

Пример 7

Повторяли те же процедуры, что и в примере 2, но вместо водопоглощающей смолы (2), полученной в контрольном примере 2, использовали водопоглощающую смолу (7), полученную в контрольном примере 7, с получением водопоглощающего агента (7). Параметры водопоглощающего агента (7) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению водопоглощающего агента (7), находящегося в агломерированном состоянии.

Пример 8

Повторяли те же процедуры, что и в примере 3, но вместо водопоглощающей смолы (3), полученной в контрольном примере 3, использовали водопоглощающую смолу (8), полученную в контрольном примере 8, с получением водопоглощающего агента (8). Параметры водопоглощающего агента (8) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению водопоглощающего агента (8), находящегося в агломерированном состоянии.

Сравнительный пример 1

Повторяли те же процедуры, что и в примере 2, но вместо водопоглощающей смолы (2), полученной в контрольном примере 2, использовали водопоглощающую смолу (9), полученную в контрольном примере 9, с получением сравнительного водопоглощающего агента (1). Параметры сравнительного водопоглощающего агента (1) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению сравнительного водопоглощающего агента (1), находящегося в агломерированном состоянии.

Сравнительный пример 2

Повторяли те же процедуры, что и в примере 3, но вместо водопоглощающей смолы (3), полученной в контрольном примере 3,

использовали водопоглощающую смолу (10), полученную в контрольном примере 10, с получением сравнительного водопоглощающего агента (2).
5 Параметры сравнительного водопоглощающего агента (2) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение
10 способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению сравнительного водопоглощающего агента (2), находящегося в агломерированном состоянии.

Сравнительный пример 3

15 Повторяли те же процедуры, что и в примере 2, но вместо водного раствора диэтилентриаминпентаацетата натрия использовали воду, с получением сравнительного водопоглощающего агента (3). Параметры
20 сравнительного водопоглощающего агента (3) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Кроме того, оценивали текучесть (сыпучесть) агента после поглощения влаги. Результаты показаны в
25 таблице 5. Применение способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению сравнительного водопоглощающего агента (3), находящегося в агломерированном состоянии.

Сравнительный пример 4

30 Повторяли те же процедуры, что и в примере 3, но для получения сравнительного водопоглощающего агента (4) использовали воду вместо водного
35 раствора диэтилентриаминпентаацетата натрия. Параметры сравнительного водопоглощающего агента (4) оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Кроме того, оценивали текучесть (сыпучесть) агента после поглощения влаги. Результаты показаны в
40 таблице 5. Применение способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к получению сравнительного водопоглощающего агента (4), находящегося в агломерированном состоянии.

Сравнительный пример 5

45 Повторяли те же процедуры, что и в примере 4, но вместо водопоглощающей смолы (4), полученной в контрольном примере 4,
50 использовали водопоглощающую смолу (11), полученную в контрольном

примере 11, с получением сравнительного водопоглощающего агента (5).
Параметры сравнительного водопоглощающего агента (5) оценивали тем же
способом, что и в примере 1. Результаты показаны в таблицах 2-4. Применение
способа распылительного смешивания воды и процесса отверждения привело к
получению сравнительного водопоглощающего агента (5), находящегося в
агломерированном состоянии.

Пример 9

К 100 масс. частям водопоглощающего агента (1), полученного в примере
1, прибавляли при перемешивании (сухое смешивание) 0,3 масс. части
тонкодисперсного стеарата алюминия (изготавливаемого Kanto Chemical Co.,
Inc.), с получением водопоглощающего агента (9). При измерении
распределения размеров частиц полученного таким образом
водопоглощающего агента (9) практически не обнаружено изменений. А
именно, значения среднемассового размера частиц (D50), стандартного
логарифмического отклонения (σ_z) и массовой доли в процентах частиц
диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у водопоглощающего
агента (1) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по
отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в
физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как
и у водопоглощающего агента (1) до смешивания. Для водопоглощающего
агента (9) были измерены значения способности удержания жидкости после
центрифужной обработки, поглощающую способность под давлением 1,9 кПа,
содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе
спустя 16 часов, стойкость по отношению к моче, скорость поглощения,
поглощающую способность под давлением 4,8 кПа и текучесть (сыпучесть)
после поглощения влаги. Результаты показаны в таблице 5.

Пример 10

К 100 масс. частям водопоглощающего агента (2), полученного в примере
2, прибавляли при перемешивании (сухое смешивание) 0,3 масс. части
тонкодисперсного диоксида кремния (торговая марка Aerosil 200 (средний
размер первичных частиц 12 нм), изготавливаемого Nippon Aerosil Co., Inc.),
получая водопоглощающий агент (10). При измерении распределения размера

частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (10) практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц (D50), стандартного логарифмического отклонения ($\sigma\zeta$) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (2) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (2) до смешивания. Водопоглощающий агент (10) оценивали так же, как и в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Пример 11

Применяли те же процедуры, что и в примере 10, но вместо тонкодисперсного диоксида кремния использовали тонкодисперсный стеарат алюминия, с получением водопоглощающего агента (11). При измерении распределения размера частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (11) практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц (D50), стандартного логарифмического отклонения ($\sigma\zeta$) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (2) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (2) до смешивания. Водопоглощающий агент (11) оценивали так же, как и в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Пример 12

Применяли те же процедуры, что и в примере 10, но вместо водопоглощающего агента (2), полученного в примере 2, использовали водопоглощающий агент (3), полученный в примере 3, с получением водопоглощающего агента (12). При измерении распределения размера частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (12) практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц

(D50), стандартного логарифмического отклонения (σ_z) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (3) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (3) до смешивания. Водопоглощающий агент (12) оценивали так же, как и в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Пример 13

Применяли те же процедуры, что и в примере 10, но вместо водопоглощающего агента (2), полученного в примере 2, использовали водопоглощающий агент (3), полученный в примере 3, и, кроме того, вместо тонкодисперсного диоксида кремния использовали тонкодисперсный стеарат алюминия, с получением водопоглощающего агента (13). При измерении распределения размера частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (13) практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц (D50), стандартного логарифмического отклонения (σ_z) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (3) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (3) до смешивания. Водопоглощающий агент (13) оценивали так же, как и в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Пример 14

К 100 масс. частям водопоглощающего агента (4), полученного в примере 4, прибавляли при перемешивании (сухое смешивание) 0,3 масс. части тонкодисперсного диоксида кремния (торговая марка Aerosil 200), с получением водопоглощающего агента (14). При измерении распределения размера частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (14) практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц

(D50), стандартного логарифмического отклонения (σ_z) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (4) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (4) до смешивания. Водопоглощающий агент (14) оценивали так же, как и в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Пример 15

К 100 масс. частям водопоглощающего агента (5), полученного в примере 5, прибавляли при перемешивании (сухое смешивание) 0,3 масс. части тонкодисперсного стеарата магния (изготавливаемого Kanto Chemical Co., Inc.), с получением водопоглощающего агента (15). При измерении распределения размера частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (15) практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц (D50), стандартного логарифмического отклонения (σ_z) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (5) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (5) до смешивания. Водопоглощающий агент (15) оценивали так же, как и в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Примеры 16 - 18

Применяли те же процедуры, что и в примере 10, но вместо водопоглощающего агента (2), полученного в примере 2, использовали водопоглощающие агенты (6) - (8), полученные в примерах 6 - 8, соответственно, с получением водопоглощающих агентов (16) - (18). При измерении распределений размеров частиц полученных таким образом водопоглощающих агентов (16) - (18) ни у какого агента практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц

(D50), стандартного логарифмического отклонения ($\sigma\zeta$) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у соответствующих водопоглощающих агентов (6) - (8) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у соответствующих водопоглощающих агентов (6) - (8) до смешивания. Водопоглощающие агенты (16) - (18) оценивали так же, как в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Сравнительные примеры 6 и 7

Применяли те же процедуры, что и в примере 10, но вместо водопоглощающего агента (2), полученного в примере 2, использовали сравнительные водопоглощающие агенты (1) и (2), полученные в сравнительных примерах 1 и 2, соответственно, с получением сравнительных водопоглощающих агентов (6) и (7). При измерении распределения размеров частиц полученных таким образом сравнительных водопоглощающих агентов (6) и (7) для каждого из них практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц (D50), стандартного логарифмического отклонения ($\sigma\zeta$) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у соответствующих водопоглощающих агентов (1) и (2) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у соответствующих сравнительных водопоглощающих агентов (1) и (2) до смешивания. Водопоглощающие агенты (6) и (7) оценивали так же, как и в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Кроме того, для сравнительных водопоглощающих агентов (3) и (4) также измеряли текучесть (сыпучесть) после поглощения влаги. Результаты показаны в таблице 5.

Пример 19

К 100 масс. частей водопоглощающей смолы (2), полученной в контрольном примере 2, прибавляли при помощи распыления 2 масс. части водного раствора, включающего диэтилентриаминпентаацетат натрия и 15%

масс. водного раствора экстракта листьев растения Theaseae (торговая марка FS-80MO, поставщик Shiraimatu Shinyaku Co., Ltd., адрес: 37-1 Ugawa, Mizuguchi-Cho, Kouga-Gun, Shiga-Ken, Japan) (количество каждого компонента
5 выбирали таким образом, что содержание диэтилентриаминпентаацетата натрия и 15% масс. водного раствора экстракта листьев растения Theaseae на водопоглощающей смоле (2) составило 50 частей на миллион и 0,1% масс.,
10 соответственно, в расчете на массу водопоглощающей смолы (2)). Полученную таким образом смесь отверждали при 60°C в течение 1 часа, получая водопоглощающий агент (19). Распределение размера частиц полученного
15 таким образом водопоглощающего агента (19) не отличалось от распределения, полученного в примере 10, в котором не добавляли 15% масс. водный раствор экстракта листьев растения Theaseae. Кроме того, для водопоглощающего агента (19) были определены значения способности
20 удержания жидкости после центробежной обработки, поглощающей способности под давлением 1,9 кПа, испытания на дезодорацию, количества экстрагируемых веществ спустя 16 часов в физиологическом солевом растворе,
25 стойкости по отношению к моче, поглощающей способности под давлением 4,8 кПа. Результаты представлены в таблице 6.

Пример 20

Применяли те же процедуры, что и в примере 10, но вместо тонкодисперсного диоксида кремния использовали композитный гидратированный оксид цинка и кремния (торговая марка Ceratiox SZ-100, Titan
35 Когую К.К., массовое соотношение содержания Zn и Si: 82/18, средний размер частиц 0,36 мкм), с получением водопоглощающего агента (20). Распределение размеров частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (20) не
40 отличалось от распределения, полученного для водопоглощающего агента (10). Кроме того, водопоглощающий агент (20) оценивали так же, как и водопоглощающий агент (19). Результаты показаны в таблице 6.

Пример 21

Применяли те же процедуры, что и в примере 10, но вместо водопоглощающей смолы (2), полученной в контрольном примере 2,
50 использовали водопоглощающую смолу (3), полученную в контрольном

примере 3, с получением водопоглощающего агента (21). Распределение размера частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (21) не отличалось от распределения, полученного для водопоглощающего агента (12).
5 Кроме того, водопоглощающий агент (21) оценивали так же, как и водопоглощающий агент (19). Результаты показаны в таблице 6.

10 Пример 22

Применяли те же процедуры, что и в примере 12, но вместо тонкодисперсного диоксида кремния использовали композитный гидратированный оксид цинка и кремния (торговая марка Ceratiox SZ-100,
15 изготавливаемый Titan Kogyo K.K., массовое соотношение содержания Zn и Si: 82/18, средний размер частиц 0,36 мкм), с получением водопоглощающего агента (22). Распределение размера частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (22) не отличалось от распределения, полученного для водопоглощающего агента (12). Кроме того, водопоглощающий агент (20) оценивали так же, как и водопоглощающий агент (19). Результаты показаны в
20 таблице 6.

Кроме того, результаты испытаний на дезодорацию сравнительных водопоглощающих агентов (3) и (4) также представлены в таблице 6.

30 Пример 23

Для оценки характеристик поглощающего субстрата, изготовленного из водопоглощающего агента (2), полученного в примере 2, в соответствии со
35 способом (j) был приготовлен поглощающий субстрат (1), предназначенный для оценки характеристик поглощающего субстрата, описанных выше, для определения уровня повторного смачивания спустя 10 минут и уровня повторного смачивания после разрушения. Результаты представлены в
40 таблице 7.

45 Примеры 24 - 27

Применяли те же процедуры, что и в примере 23, но вместо водопоглощающего агента (2), используемого в примере 23, использовали водопоглощающие агенты (13) и (16) - (18), полученные в примерах 13 и 16 - 18,
50

с получением используемых для оценки поглощающих субстратов (2) - (5), соответственно.

Оценки уровней повторного смачивания полученных таким образом поглощающих изделий представлены в таблице 7.

Сравнительные примеры 8 - 12

Применяли те же процедуры, что и в примере 23, но вместо водопоглощающего агента (2), используемого в примере 23, использовали сравнительные водопоглощающие агенты (3) - (7), полученные в сравнительных примерах 3 - 7, соответственно, для получения сравнительных поглощающих субстратов с (1) по (5), применяемых для сравнительной оценки.

Оценки уровней повторного смачивания полученных таким образом сравнительных поглощающих субстратов (1) - (5), применяемых для сравнительной оценки, представлены в таблице 7.

Пример 28

В 1500 г водного раствора акриловой кислоты (концентрация мономера 20% масс.) растворяли 3,1 г N,N'-метиленабисакриламида, получая реакционную жидкость; полученную таким образом реакционную жидкость загружали в поднос, изготовленный из нержавеющей стали и описанный в контрольном примере 1 так, что высота слоя реакционной жидкости в подносе составляла 17 мм. Поднос герметично закрывали, как описано в контрольном примере 1, погружали в водяную баню, находящуюся при температуре 20°C, и через реакционную жидкость при температуре 20°C пропускали газообразный азот для удаления растворенного в жидкости кислорода. После этого пропускание азота продолжали, подавая его в верхнюю часть реактора и осуществляя отвод азота с другой стороны подноса. Затем к реакционной жидкости при перемешивании магнитной мешалкой добавляли следующие инициаторы полимеризации: 20,0 г водного раствора 2,2'-азобис(2-амидинопропан)дигидрохлорида с концентрацией 10 % масс., 18,0 г водного раствора L-аскорбиновой кислоты с концентрацией 1% масс. и 20,0 г водного раствора пероксида водорода с концентрацией 3,5% масс.; полимеризация началась спустя 1 минуту после добавления инициаторов полимеризации. Попеременное охлаждение и нагревание реагентов в течение реакции

полимеризации производили через нижнюю поверхность подноса; температура полимеризации достигла максимума 60°C через 12 минут после начала полимеризации. Спустя 100 минут после начала полимеризации извлекали гидратированный гелеобразный полимер. Полученный таким образом гидратированный гелеобразный полимер нарезали ножницами на квадратные кусочки, длина стороны которых составляла примерно 5 см, которые затем загружали с постоянной скоростью в ту же самую мясорубку, что и в контрольном примере 1, куда также загружали с постоянной скоростью 749 г водного раствора гидроксида натрия с концентрацией 40% масс., для одновременного размалывания и нейтрализации геля. Размолотый гель, полученный на выходе из мясорубки, оставляли на воздухе при температуре примерно 70°C до тех пор, пока при наливании на гель фенолфталеин не прекращал окрашиваться в красный цвет; затем гель сушили и измельчали так же, как и в контрольном примере 1, а затем подвергали сортировке на металлических ситах, имеющих размер отверстий 710 мкм и 150 мкм, получая неравномерно измельченный порошок водопоглощающей смолы (1). Способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC), среднемассовый размер частиц (D50) и массовая доля в процентах частиц диаметром меньше 150 мкм для полученной таким образом водопоглощающей смолы (1) показаны в таблице 1.

Затем 100 масс. частей полученного таким образом порошка водопоглощающей смолы (1) смешивали с 3,53 масс. частями сшивающего агента для сшивки поверхности, содержащего 0,5 масс. частей пропиленгликоля, 0,03 масс. частей диглицидилового эфира этиленгликоля, 0,3 масс. частей 1,4-бутандиола и 2,7 масс. частей воды. Смесь нагревали при температуре нагревательной среды 195°C в течение 60 минут, получая водопоглощающую смолу (12).

Полученную таким образом водопоглощающую смолу (12) использовали как таковую в качестве водопоглощающего агента (23), который оценивали тем же способом, что и в примере 1. Результаты представлены в таблицах 2-4.

Пример 29

К 100 масс. частям водопоглощающего агента (23), полученного в примере 28, прибавляли при перемешивании (сухое смешивание) 0,1 масс.

части тонкодисперсного стеарата кальция (изготавливаемого NOF Corp.), получая водопоглощающий агент (24). При измерении распределения размеров частиц полученного таким образом водопоглощающего агента (24) практически не обнаружено изменений. А именно, значения среднемассового размера частиц (D50), стандартного логарифмического отклонения (σ_z) и массовой доли в процентах частиц диаметром менее 150 мкм оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (23) до смешивания. Кроме того, результаты испытания на стойкость по отношению к моче, а также содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 часов, оказались такими же, как и у водопоглощающего агента (23) до смешивания. Водопоглощающий агент (23) оценивали так же, как и в примере 9. Результаты показаны в таблице 5.

Пример 30

Для оценки характеристик поглощающего субстрата, изготовленного на основе водопоглощающего агента (23), полученного в примере 28, в соответствии со способом (j) был приготовлен поглощающий субстрат (6) для оценки, предназначенный для оценки характеристик поглощающего субстрата, для определения уровня повторного смачивания спустя 10 минут и уровня повторного смачивания после разрушения. Результаты представлены в таблице 7.

Таблица 1

5		Порошок водопоглощающей смолы	CRC (г/г)	Среднемассовый размер частиц (мкм)	Массовая доля частиц размером менее 150 мкм(%)
	Контрольный пример 1	Порошок водопоглощающей смолы (а)	42	370	1,5
10	Контрольный пример 2	Порошок водопоглощающей смолы (b)	45	360	1,5
	Контрольный пример 3	Порошок водопоглощающей смолы (с)	57	360	1,6
15	Контрольный пример 4	Порошок водопоглощающей смолы (d)	48	310	1,5
	Контрольный пример 5	Порошок водопоглощающей смолы (е)	52	355	1,7
20	Контрольный пример 6	Порошок водопоглощающей смолы (f)	50	310	1,4
	Контрольный пример 7	Порошок водопоглощающей смолы (g)	46	225	1,5
25	Контрольный пример 8	Порошок водопоглощающей смолы (h)	57	230	1,6
	Контрольный пример 9	Порошок водопоглощающей смолы (i)	45	350	5,0
30	Контрольный пример 10	Порошок водопоглощающей смолы (j)	56	495	0,5
	Контрольный пример 11	Порошок водопоглощающей смолы (k)	32	355	1,5
35	Пример 28	Порошок водопоглощающей смолы (1)	48	370	0,5

Пр.: Пример,

Ср.Пр.: Сравнительный пример,

ВА: Водопоглощающий агент,

Ср. ВА: Сравнительный водопоглощающий агент,

CRC: способность удержания жидкости после центробежной обработки,

ААР: поглощающая способность под давлением

Таблица 2

	Водопогло- щающий агент	Не менее 850 мкм (% масс.)	Не менее 710мкм, менее 850мкм (% масс.)	Не менее 600мкм, менее 710мкм (% масс.)	Не менее 500мкм, менее 600мкм (% масс.)	Не менее 425мкм, менее 500мкм (% масс.)	Не менее 300мкм, менее 425мкм (% масс.)	Не менее 212мкм, менее 300мкм (% масс.)	Не менее 150мкм, менее 212мкм (% масс.)	Не менее 45мкм, менее 150мкм (% масс.)	Менее 45мкм (% масс.)
Пр. 1	ВА (1)	0,0	0,0	5,0	15,3	18,3	30,1	20,0	9,8	1,3	0,2
Пр. 2	ВА (2)	0,0	0,0	2,3	16,3	18,6	33,3	19,9	8,9	0,6	0,1
Пр. 3	ВА (3)	0,0	0,0	2,3	15,3	19,4	33,5	19,8	8,9	0,8	0,0
Пр. 4	ВА (4)	0,0	0,0	0,0	1,1	15,6	42,6	28,1	11,3	1,1	0,2
Пр. 5	ВА (5)	0,0	0,0	0,1	10,6	19,4	46,5	18,2	3,7	1,4	0,1
Пр. 6	ВА (6)	0,0	0,0	0,0	5,4	17,4	40,9	29,4	5,5	1,1	0,3
Пр. 7	ВА (7)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,6	11,4	59,8	26,8	1,2	0,2
Пр. 8	ВА (8)	0,0	0,0	0,0	0,0	6,6	11,7	55,8	24,5	1,2	0,2
Ср. пр. 1	ВА (1)	0,0	1,1	5,5	15,6	13,9	33,7	17,1	9,7	3,3	0,1
Ср. пр. 2	ВА (2)	0,1	4,0	27,2	20,6	10,6	23,0	11,3	2,5	0,6	0,1
Ср. пр. 3	ВА (3)	0,0	0,0	2,8	16,4	18,7	33,5	18,7	9,1	0,7	0,1
Ср. пр. 4	ВА (4)	0,0	0,0	4,2	14,9	19,7	34,5	17,6	8,5	0,5	0,1
Ср. пр. 5	ВА (5)	0,0	0,0	0,0	2,3	15,8	43,1	25,2	12,3	1,0	0,3
Пр. 28	ВА (23)	0,0	0,0	1,9	13,9	20,5	36,8	18,5	7,6	0,8	0,0

Пр.: Пример, Ср. пр.: Сравнительный пример, ВА: Водопоглощающий агент, Ср. ВА: Сравнительный водопоглощающий агент, CRC: коэффициент удержания жидкости после центробежной обработки, ААР: поглощающая способность под давлением

Таблица 3

	Водопоглощающий агент	Среднемассовый размер частиц D50 (мкм)	Стандартное логарифмическое отклонение (σ_z)
Пример 1	Водопоглощающий агент (1)	373	0,397
Пример 2	Водопоглощающий агент (2)	373	0,369
Пример 3	Водопоглощающий агент (3)	372	0,367
Пример 4	Водопоглощающий агент (4)	321	0,322
Пример 5	Водопоглощающий агент (5)	367	0,281
Пример 6	Водопоглощающий агент (6)	335	0,298
Пример 7	Водопоглощающий агент (7)	238	0,201
Пример 8	Водопоглощающий агент (8)	245	0,241
Сравнительный пример 1	Сравнительный водопоглощающий агент (1)	369	0,423
Сравнительный пример 2	Сравнительный водопоглощающий агент (2)	508	0,367
Сравнительный пример 3	Сравнительный водопоглощающий агент (3)	376	0,371
Сравнительный пример 4	Сравнительный водопоглощающий агент (4)	381	0,361
Сравнительный пример 5	Сравнительный водопоглощающий агент (5)	326	0,333
Пример 28	Водопоглощающий агент (23)	375	0,343

45

50

Таблица 4

Водопо- глоща- ющий агент	CRC (г/г)	AAP при 1,9 кПа (г/г)	Содержание экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе, спустя 16 часов (%)	Повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения (%)	Повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения	Скорость поглощения (сек.)	AAP при 4,8 кПа (г/г)	Количество экстрагируемых веществ в испыт. разруш. жидкости спустя 1 час (%)
Пр. 1 ВА (1)	33	33	8	14	3,8	45	25	19
Пр. 2 ВА (2)	35	33	18	2	1,2	46	23	11
Пр. 3 ВА (3)	43	38	30	2	1,2	42	15	13
Пр. 4 ВА (4)	37	32	23	14	2,1	42	22	27
Пр. 5 ВА (5)	41	30	32	13	2,0	44	16	26
Пр. 6 ВА (6)	45	35	8	9	4,0	43	19	12
Пр. 7 ВА (7)	35	33	18	5	1,5	32	23	15
Пр. 8 ВА (8)	45	37	30	3	1,3	29	15	14
Ср. пр. 1 (1)	35	33	18	3	1,4	48	24	11
Ср. пр. 2 (2)	42	33	30	2	1,2	63	14	12
Ср. пр. 3 (3)	35	33	18	41	5,6	46	23	50
Ср. пр. 4 (4)	43	34	30	59	6,4	45	15	70
Ср. пр. 5 (5)	29	23	5	13	5,3	50	27	16
Пр. 28 ВА (23)	38	35	2	8	5,0	43	26	10

Пр.: Пример, Ср.пр.: Сравнительный пример, ВА: Водопоглощающий агент, Ср. ВА: Сравнительный водопоглощающий агент,

CRC: коэффициент удержания жидкости после центробежной обработки, AAP: поглощающая способность под давлением

Таблица 5

	Водопогло- щающий агент	CRC (г/г)	ААР при 1,9 кПа (г/г)	Содержание экстрагир. веществ в физиолог. солевом растворе спустя 16 часов (%)	Повышение содержания экстрагир. веществ под действием разрушения (%)	Повыше- ное соотношение экстрагир. веществ под действием разрушения	Скорость поглоще- ния (сек.)	Текучесть (сыпучесть) после поглощения влаги (%)	ААР при 4,8 кПа (г/г)	Количество экстрагируемых веществ в испыт. разрушающей жидкости спустя 1 час (%)
Пр. 9	ВА (9)	33	33	8	14	3,8	48	0	25	19
Пр. 10	ВА (10)	35	30	18	2	1,2	40	0	19	11
Пр. 11	ВА (11)	35	33	18	2	1,2	49	0	23	11
Пр. 12	ВА (12)	43	29	30	2	1,2	34	0	9	13
Пр. 13	ВА (13)	43	38	30	2	1,2	45	0	15	13
Пр. 14	ВА (14)	37	29	23	14	2,1	38	0	15	27
Пр. 15	ВА (15)	41	30	32	13	2,0	47	0	16	26
Пр. 16	ВА (16)	45	24	8	9	4,0	35	0	9	3
Пр. 17	ВА (17)	34	30	18	5	1,5	25	0	18	15
Пр. 18	ВА (18)	44	28	30	3	1,3	25	0	8	14
Ср. пр. 3	ВА (3)	35	33	18	41	5,6	46	70	23	50
Ср. пр. 4	ВА (4)	43	34	30	59	6,4	45	50	15	70
Ср. пр. 6	ВА (6)	35	30	18	3	1,4	44	0	17	11
Ср. пр. 7	ВА (7)	42	25	30	2	1,2	60	0	8	12
Пр. 29	ВА (24)	38	35	26	8	5,0	47	0	26	10

Пр.: Пример, Ср. пр.: Сравнительный пример, ВА: Водопоглощающий агент, Ср. ВА: Сравнительный водопоглощающий агент,
CRC: коэффициент удержания жидкости после центробежной обработки, ААР: поглощающая способность под давлением

Таблица 6

	Водопогло- щающий агент	CRC (г/г)	AAP при 1,9 кПа (г/г)	Результат испыта- ния на дезодо- рацию	Содер- жание экстраги- руемых веществ в физиологи- ческом солевом растворе спустя 16 часов (%)	Повышение содержания экстраги- руемых веществ под действием разрушения (%)	Повышенное соотношение экстраги- руемых веществ под действием разрушения	AAP при 4,8 кПа (г/г)	Коли- чество экстраги- руемых веществ в испыт. разру- шающей жидкости спустя 1 час (%)
Пр. 19	ВА (19)	33	33	2,5	18	2	1,2	23	11
Пр. 20	ВА (20)	35	30	2,6	18	2	1,2	19	11
Пр. 21	ВА (21)	43	29	2,6	30	2	1,2	15	13
Пр. 22	ВА (22)	43	29	2,7	30	2	1,2	9	13
Ср. пр. 3	Ср.ВА (3)	35	33	4,8	18	41	5,6	23	50
Ср. пр. 4	Ср.ВА (4)	43	34	4,9	30	59	6,4	15	70

Пр.: Пример, Ср.пр.: Сравнительный пример, ВА: Водопоглощающий агент,

Ср. ВА: Сравнительный Водопоглощающий агент, CRC: коэффициент удержания жидкости после центробежной обработки, AAP: поглощающая способность под давлением

Таблица 7

	Поглощающий субстрат	Используемый водопоглощающий агент	Уровень повторного смачивания спустя 10 минут	Уровень повторного смачивания после разрушения
Пример 23	Поглощающий субстрат (1), применяемый для оценки	Водопоглощающий агент (2)	8	6
Пример 24	Поглощающий субстрат (2), применяемый для оценки	Водопоглощающий агент (13)	6	1
Пример 25	Поглощающий субстрат (3), применяемый для оценки	Водопоглощающий агент (16)	4	3
Пример 26	Поглощающий субстрат (4), применяемый для оценки	Водопоглощающий агент (17)	8	6
Пример 27	Поглощающий субстрат (5), применяемый для оценки	Водопоглощающий агент (18)	3	1
Сравнит. пример 8	Поглощающий субстрат (1), применяемый для сравнительной оценки	Сравнительный водопоглощающий агент (3)	8	17
Сравнит. пример 9	Поглощающий субстрат (1), применяемый для сравнительной оценки	Сравнительный водопоглощающий агент (4)	6	20
Сравнит. пример 10	Поглощающий субстрат (1), применяемый для сравнительной оценки	Сравнительный водопоглощающий агент (5)	12	10
Сравнит. пример 11	Поглощающий субстрат (1), применяемый для сравнительной оценки	Сравнительный водопоглощающий агент (6)	10*	6
Сравнит. пример 12	Поглощающий субстрат (1), применяемый для сравнительной оценки	Сравнительный водопоглощающий агент (7)	10	1
Пример 30	Поглощающий субстрат (1), применяемый для оценки	Водопоглощающий агент (23)	7	2

* После определения уровня повторного смачивания спустя 10 минут, на нетканой ткани наблюдали мелкие частицы геля, позволяющие судить о проникновении геля на кожу.

Как видно из таблиц 2-4, водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в настоящем изобретении, имеет хорошо регулируемый размер частиц, высокую поглощающую способность, небольшую разницу между количеством экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе, содержащем и не содержащем L-аскорбиновую кислоту, и, следовательно, он проявляет устойчивые эксплуатационные характеристики, не зависящие от изменений в составе мочи (индивидуальные различия, сезонные изменения и тому подобное) и продолжительности использования.

Как видно из таблицы 5, водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в настоящем изобретении, обладает лучшей скоростью поглощения и при возможном добавлении дезодоранта имеет высокие дезодорирующие свойства, как видно из таблицы 6.

Как видно из таблицы 7, водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в настоящем изобретении, позволяет получать поглощающие изделия (поглощающие субстраты в таблице 7), обеспечивающие лишь небольшое повторное смачивание для любого типа жидкости. Кроме того, водопоглощающий агент в виде частиц, предлагаемый в настоящем изобретении, препятствует просачиванию мелких частиц геля из поглощающего субстрата, и, таким образом, обеспечивает высокие эксплуатационные характеристики, не зависящие от изменений в составе мочи (индивидуальные различия, сезонные изменения и тому подобное) и продолжительности использования.

Промышленная применимость

Водопоглощающая смола, получаемая в соответствии с настоящим изобретением, имеет хорошо отрегулированное специальное распределение размера частиц и высокую стойкость к действию мочи; применение этой смолы для получения поглощающего субстрата в таком изделии, как подгузник (памперс), позволяет обеспечить поглощающий субстрат с очень высокими, по сравнению с традиционным поглощающим субстратом, поглощающими характеристиками.

Формула изобретения

1. Водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу, полученную путем полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу и/или ее соль, содержащего в качестве основного компонента акриловую кислоту, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет следующим требованиям (a)-(d):

(а) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) водопоглощающего агента в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) водопоглощающего агента находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц водопоглощающего агента, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2 мас.%; и

(d) повышение содержания в водопоглощающем агенте экстрагируемых веществ под действием разрушения, выраженное следующей формулой:

Повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения (мас.%) = вещества, извлекаемые в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью (мас.%) - вещества, извлекаемые в течение одного часа физиологическим солевым раствором (мас.%)

составляет от 0 до 15 мас.%, и количество веществ, экстрагируемых из водопоглощающего агента в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью, составляет от 0,1 до 30 мас.%, причем испытательная разрушающая жидкость представляет собой физиологический солевой раствор, содержащий 0,05 мас.% L-аскорбиновой кислоты.

2. Водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу, полученную путем полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу и/или ее соль, содержащего в качестве основного компонента акриловую кислоту, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет следующим требованиям (а)-(с) и (е):

(а) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) водопоглощающего агента в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) водопоглощающего агента находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2 мас.%; и

(е) повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения, выраженное следующей формулой:

Повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения = вещества, извлекаемые в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью (мас.%) / вещества, извлекаемые в течение одного часа физиологическим солевым раствором (мас.%)

составляет от 1 до 4 раз, и количество веществ, экстрагируемых из водопоглощающего агента в течение одного часа испытательной разрушающей жидкостью, составляет от 0,1 до 30 мас.%, причем испытательная разрушающая жидкость представляет собой физиологический солевой раствор, содержащий 0,05 мас.% L-аскорбиновой кислоты.

3. Водопоглощающий агент в виде частиц, включающий водопоглощающую смолу, полученную путем полимеризации с образованием поперечных связей ненасыщенного мономера, содержащего кислотную группу и/или ее соль, содержащего в качестве основного компонента акриловую кислоту, причем указанный водопоглощающий агент удовлетворяет следующим требованиям (а)-(с), (f) и (g):

(а) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) водопоглощающего агента в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(b) среднемассовый размер частиц (D50) водопоглощающего агента находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2 мас.%;

(f) содержание в водопоглощающем агенте экстрагируемых веществ в физиологическом солевом растворе спустя 16 ч находится в диапазоне от 0,1 до 10 мас.%; и

(g) поглощающая способность абсорбента под давлением 4,8 кПа (AAP 4,8 кПа) в физиологическом солевом растворе составляет не менее 21 г/г.

4. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-3, в котором водопоглощающая смола дополнительно подвергнута сшивке поверхности.

5. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-4, в котором дополнительно (h) от 90 до 100 мас.% частиц водопоглощающего агента в виде частиц имеют диаметр в диапазоне от 600 до 150 мкм.

6. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-5, причем водопоглощающий агент дополнительно удовлетворяет условию (i): поглощающая способность под давлением 1,9 кПа (AAP 1,9 кПа) в физиологическом солевом растворе не менее 20 г/г.

7. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-6, причем указанный водопоглощающий агент дополнительно удовлетворяет условию (j): скорость поглощения в физиологическом солевом растворе, измеренная методом воронки, составляет не более 60 с.

8. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-7, причем указанный водопоглощающий агент дополнительно удовлетворяет условию (k): значение текучести после поглощения влаги находится в диапазоне от 0 до 20 мас.%.

9. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-8, причем указанный водопоглощающий агент дополнительно удовлетворяет условию (l): стандартное логарифмическое отклонение распределения размеров частиц находится в диапазоне от 0,20 до 0,40.

10. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-9, который помимо водопоглощающей смолы, используемой в качестве основного компонента, дополнительно включает один или более второстепенных компонентов, выбранных из группы, состоящей из хелатирующего агента, дезодоранта, соли многовалентного металла и мелких неорганических частиц.

11. Водопоглощающий агент в виде частиц по п. 10, в котором хелатирующий агент представляет собой один или более агентов, выбранных из группы, состоящей из аминокислоты и ее солей.

12. Водопоглощающий агент в виде частиц по п. 10, в котором дезодорант представляет собой компонент, полученный из растений.

13. Водопоглощающий агент в виде частиц по п. 10, в котором соль многовалентного металла представляет собой соль многовалентного металла и органической кислоты.

14. Водопоглощающий агент в виде частиц по п. 10, в котором мелкие неорганические частицы представляют собой частицы композитного гидратированного оксида.

15. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-14, в котором частицы водопоглощающей смолы имеют форму неравномерно измельченных частиц.

16. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-15, в котором вышеуказанный показатель (d) повышение содержания экстрагируемых веществ под действием разрушения составляет от 0 до 12 мас.%.

17. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 2-16, в котором вышеуказанный показатель (e) повышенное соотношение экстрагируемых веществ под действием разрушения составляет от 1 до 3.

18. Водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-17, в котором вышеуказанный показатель (g) поглощающая способность под давлением 4,8 кПа в физиологическом солевом растворе составляет не менее 22 г/г.

19. Поглощающее изделие, предназначенное для поглощения выделений организма, мочи или крови, которое изготовлено формованием таким образом, что включает водопоглощающий агент в виде частиц по любому из пп. 1-18, а также гидрофильные волокна.

20. Способ приготовления водопоглощающего агента в виде частиц по любому из пп. 14-18, который включает:

операцию полимеризации с образованием поперечных связей водного раствора

ненасыщенного мономера, содержащего в качестве основного компонента не нейтрализованную акриловую кислоту и/или ее соли, в присутствии сшивающего агента и агента переноса цепи; и

операцию образования поперечных связей на поверхности частицы водопоглощающей смолы, полученной при полимеризации и отвечающей следующим требованиям (а)-(с):

(а) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) частицей смолы в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(б) среднемассовый размер (D50) частиц смолы находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц смолы, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2 мас.%.
21. Способ приготовления водопоглощающего агента в виде частиц по любому из пп.2, 4-

18, который включает следующие операции:

операцию полимеризации с образованием поперечных связей водного раствора ненасыщенного мономера, имеющего концентрацию от 10 до 30 мас.% и содержащего в качестве основного компонента не нейтрализованную акриловую кислоту, в присутствии сшивающего агента;

операцию нейтрализации, проводимую после полимеризации; и

операцию образования поперечных связей на поверхности частицы водопоглощающей смолы, полученной путем нейтрализации и отвечающей следующим требованиям (а)-(с):

(а) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) частицей смолы в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(б) среднемассовый размер (D50) частиц смолы находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц смолы, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2 мас.%.
22. Способ приготовления водопоглощающего агента в виде частиц по любому из пп.3-

18, который включает:

операцию полимеризации с образованием поперечных связей водного раствора ненасыщенного мономера, содержащего в качестве основного компонента не

нейтрализованную акриловую кислоту и/или ее соли, в присутствии сшивающего агента; и операцию образования поперечных связей на поверхности частицы водопоглощающей

смолы, полученной при полимеризации и отвечающей следующим требованиям (а)-(с):

(а) способность удержания жидкости после центробежной обработки (CRC) частицей смолы в физиологическом солевом растворе составляет не менее 32 г/г;

(б) среднемассовый размер (D50) частиц смолы находится в диапазоне от 200 до 400 мкм;

(с) доля частиц смолы, имеющих диаметр менее 150 мкм, находится в диапазоне от 0 до 2 мас.%; и

операцию добавления хелатирующего агента, производимую в один или более из моментов, выбранных из группы, состоящей из следующих:

(i) во время полимеризации,

(ii) после полимеризации, но до сшивки поверхности,

(iii) во время сшивки поверхности,

(iv) после сшивки поверхности.

Приоритет по пунктам:

Приоритет по пп.1, 2, 4-17, 19-22 от 29.03.2004 согласно заявке Японии №2004-096083. Приоритет по пп.3 и 18 от 29.03.2005 согласно заявке PCT/JP 2005/006570.