

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4236745号  
(P4236745)

(45) 発行日 平成21年3月11日(2009.3.11)

(24) 登録日 平成20年12月26日(2008.12.26)

(51) Int.Cl.

F 1

<b>B29B</b>	<b>9/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 9 B	9/00
<b>B29B</b>	<b>9/08</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 9 B	9/08
<b>B29C</b>	<b>47/10</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 9 C	47/10
<b>B29K</b>	<b>33/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 9 K	33:00

請求項の数 13 (全 23 頁)

(21) 出願番号	特願平10-340188
(22) 出願日	平成10年11月30日(1998.11.30)
(65) 公開番号	特開平11-254429
(43) 公開日	平成11年9月21日(1999.9.21)
審査請求日	平成17年8月10日(2005.8.10)
(31) 優先権主張番号	特願平10-3327
(32) 優先日	平成10年1月9日(1998.1.9)
(33) 優先権主張国	日本国(JP)

(73) 特許権者	000004628 株式会社日本触媒 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号
(74) 代理人	110000338 特許業務法人原謙三國際特許事務所
(74) 代理人	100080034 弁理士 原 謙三
(72) 発明者	大六 賴道 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地 の1 株式会社日本触媒内
(72) 発明者	初田 卓己 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地 の1 株式会社日本触媒内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉体の連続造粒方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

粉体と液体バインダとを、攪拌部材の配列に沿って複数の供給口を有する連続押出式混合機に供給して混合することにより上記粉体を連続的に造粒する方法であつて、

上記粉体は、アクリル酸及び/またはその塩を主成分とする親水性単量体を重合及び架橋することにより得られた吸水性樹脂粉末であり、

上記粉体を、上記液体バインダよりも下流にて供給することを特徴とする粉体の連続造粒方法。

## 【請求項2】

上記液体バインダが水性液であることを特徴とする請求項1に記載の粉体の連続造粒方法。 10

## 【請求項3】

上記液体バインダの供給量が粉体100重量部に対して30重量部~400重量部の範囲内であることを特徴とする請求項1または2に記載の粉体の連続造粒方法。

## 【請求項4】

上記液体バインダの温度が40~100の範囲内であることを特徴とする請求項1~3の何れか1項に記載の粉体の連続造粒方法。

## 【請求項5】

上記粉体中における篩分級で規定される105μm以下の粒径を有する粉体の割合が50重量%以上であることを特徴とする請求項1~4の何れか1項に記載の粉体の連続造粒

方法。

**【請求項 6】**

さらに、上記粉体と上記液体バインダとの混合物である含水ゲル状造粒物を 110 ~ 300 で乾燥することを特徴とする請求項 1 ~ 5 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法。

**【請求項 7】**

さらに、上記吸水性樹脂粉末、および / または、吸水性樹脂粉末を造粒してなる含水ゲル状造粒物の乾燥体である吸水性樹脂造粒物を、表面架橋することを特徴とする請求項 1 ~ 6 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法。

**【請求項 8】**

上記粉体の温度が 40 ~ 100 の範囲内であることを特徴とする請求項 1 ~ 7 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法。

**【請求項 9】**

上記液体バインダには、架橋剤が含まれていることを特徴とする請求項 1 ~ 8 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法。

**【請求項 10】**

上記液体バインダは、90 重量 % 以上水を含んでいることを特徴とする請求項 1 ~ 9 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法。

**【請求項 11】**

上記吸水性樹脂中の未架橋の水可溶成分が 25 重量 % 以下であることを特徴とする請求項 1 ~ 10 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法。

**【請求項 12】**

上記吸水性樹脂は、上記親水性単量体に対して 0.005 ~ 2 モル % の内部架橋剤を、親水性単量体の重合時あるいは重合後、または重合し、中和後に添加して得られることを特徴とする請求項 1 ~ 11 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法。

**【請求項 13】**

上記吸水性樹脂は、その構成単位としてアクリル酸 10 モル % ~ 40 モル % およびアクリル酸塩 90 モル % ~ 60 モル % ( 但し、両者の合計量は 100 モル % とする ) の範囲にあるものであることを特徴とする請求項 1 ~ 12 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法。

**【発明の詳細な説明】**

**【0001】**

**【発明の属する技術分野】**

本発明は、例えば、吸水性樹脂粉末等の粉体を連続押出式混合機にて連続的に造粒する方法に関するものである。

**【0002】**

**【従来の技術】**

近年、紙オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パット等の衛生材料には、その構成材として、体液を吸収させることを目的とする吸水性樹脂が幅広く利用されている。

**【0003】**

上記の吸水性樹脂が備えるべき特性としては、体液等の水性液体に接した際の優れた吸水量や吸収速度、通液性、膨潤ゲルのゲル強度、水性液体を含んだ基材から水を吸い上げる吸引力等が挙げられる。しかしながら、該吸水性樹脂中に 150  $\mu\text{m}$  以下の粒径を有する粉末 ( 微粉末 ) が多く含まれている場合、かかる微粉末は、オムツ等の吸収物品中で目詰まりし、通液性が低下する要因となると共に、表面架橋を施したとしても、加圧下での吸収倍率等の諸物性が向上し難いという問題点を有している。

**【0004】**

また、一般的に、微粉末は、取り扱い時の粉塵としての口渉や塵肺等の問題をも有している。そして、発生した微粉末を廃棄することは、収率を大きく低下させることになると共に、廃棄コストの面からも不利となる。

10

20

30

40

50

**【0005】**

そこで、これら吸水性樹脂等の各種粉体の製造工程で必然的に発生してしまう微粉末を液体バインダを用いて造粒することで上記の問題を解決しようとする試みが種々なされている。

**【0006】**

従来、自足造粒機構により、これら吸水性樹脂等の粉体の造粒を行う方法としては、例えば、転動造粒法、流動床造粒法、攪拌混合造粒法等が知られている。そのなかでも、攪拌混合造粒法が、比較的小さい装置で大量の粉体を処理することができることから特に好適に用いられている。

**【0007】**

このような攪拌混合造粒に用いられる造粒機としては、従来、例えば、パグミル、ヘンシェル、アイリッヒ等の攪拌混合機が知られている。そして、従来、これらの混合機を用いて粉体の造粒を行う際には、先に粉体を混合機内に供給し、その後、該粉体の供給口よりも下流側、即ち、排出口側に設けられた液体供給口より液体バインダを供給することにより、粉体と液体バインダとを攪拌混合する方法が用いられている。

**【0008】****【発明が解決しようとする課題】**

しかしながら、本願発明者等が鋭意検討した結果、上記従来の方法では、造粒強度を高めるために液体バインダの供給量を増加させた場合、粉体と液体バインダとの混合が不均一になるという問題や、攪拌混合機内、特に、攪拌翼に、液体バインダによる粉体の付着が生じ、この結果、長時間連続して造粒を行うことができないという問題が生じることが判った。

**【0009】**

特に、上記粉体として吸水性樹脂、特に、微粉末状の吸水性樹脂の造粒を行う場合は、その表面積が大きいため、吸收速度が速く、例えば水性液等の液体バインダを均一に添加することは困難である。このため、従来、造粒に用いられてきた流動床や、例えば高速攪拌型ミキサ等の攪拌混合機では、水性液の添加量が10%を越えると、吸水性樹脂と水性液との混合が極端に不均一になり、連続的で安定的な混合が極めて困難であるという問題を招来すると共に、その不均一な水性液の添加によって、物性低下や造粒破壊が生じる。特に、上記吸水性樹脂が $105\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微粉末(粉体)を50重量%以上含んでいる場合には、工業的な造粒を行うことは極めて困難である。

**【0010】**

本発明は、上記従来の問題点に鑑みなされたものであって、その目的は、長時間連続して安定な造粒を行うことができると共に、造粒強度に優れた造粒物を得ることができる造粒方法を提供することにある。

**【0011】****【課題を解決するための手段】**

本願発明者等は、上記目的を達成すべく鋭意検討した結果、粉体と液体バインダとを、攪拌部材の配列に沿って複数の供給口を有する連続押出式混合機に供給して混合する際に、上記粉体を、上記液体バインダよりも下流にて供給することで、長時間連続して安定な造粒を行うことができると共に、造粒強度に優れた造粒物を得ることができることを見い出して本発明を完成させるに至った。

**【0012】**

即ち、請求項1記載の発明の粉体の連続造粒方法は、上記の課題を解決するために、粉体と液体バインダとを、攪拌部材の配列に沿って複数の供給口を有する連続押出式混合機に供給して混合することにより上記粉体を連続的に造粒する方法であって、上記粉体は、アクリル酸及び/またはその塩を主成分とする親水性単量体を重合及び架橋することにより得られた吸水性樹脂粉末であり、上記粉体を、上記液体バインダよりも下流にて供給することを特徴としている。

**【0014】**

10

20

30

40

50

請求項 2 記載の発明の粉体の連続造粒方法は、上記の課題を解決するために、請求項 1 記載の粉体の連続造粒方法において、上記液体バインダが水性液であることを特徴としている。

**【 0 0 1 5 】**

請求項 3 記載の発明の粉体の連続造粒方法は、上記の課題を解決するために、請求項 1 または 2 に記載の粉体の連続造粒方法において、上記液体バインダの供給量が粉体 100 重量部に対して 30 重量部 ~ 400 重量部の範囲内であることを特徴としている。

**【 0 0 1 6 】**

請求項 4 記載の発明の粉体の連続造粒方法は、上記の課題を解決するために、請求項 1 ~ 3 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法において、上記液体バインダの温度が 40 ~ 100 の範囲内であることを特徴としている。 10

**【 0 0 1 7 】**

請求項 5 記載の発明の粉体の連続造粒方法は、上記の課題を解決するために、請求項 1 ~ 4 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法において、上記粉体中における篩分級で規定される 105 μm 以下の粒径を有する粉体の割合が 50 重量 % 以上であることを特徴としている。また、請求項 6 記載の発明の粉体の連続造粒方法は、上記の課題を解決するために、請求項 1 ~ 5 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法において、さらに、上記粉体と上記液体バインダとの混合物である含水ゲル状造粒物を 110 ~ 300 で乾燥することを特徴としている。また、請求項 7 記載の発明の粉体の連続造粒方法は、上記の課題を解決するために、請求項 1 ~ 6 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法において、さらに、上記粉体が吸水性樹脂粉末であり、上記吸水性樹脂粉末、および / または、吸水性樹脂粉末を造粒してなる含水ゲル状造粒物の乾燥体である吸水性樹脂造粒物を、表面架橋することを特徴としている。また、請求項 8 記載の発明の粉体の連続造粒方法は、上記の課題を解決するために、請求項 1 ~ 7 の何れか 1 項に記載の粉体の連続造粒方法において、上記粉体の温度が 40 ~ 100 の範囲内であることを特徴としている。 20

**【 0 0 1 8 】**

上記請求項 1 の構成によれば、粉体の供給位置では既に液体バインダが存在していることから、従来のように液体投入口付近および該液体投入口と排出口との間に形成された攪拌翼および / または混合機内壁に、粉体と液体バインダとの混合物が多量に付着するがない。このため、上記連続押出式混合機内への付着物の付着量を低減させ、長時間連続して安定な造粒を行うことができると共に、造粒強度に優れた造粒物を得ることができる。 30

**【 0 0 1 9 】**

また、従来、吸水性樹脂粉末は、その表面積の大きさ故、連続的で安定な造粒が極めて困難であり、また、物性低下や造粒破壊等の問題点をも有していた。しかしながら、本発明は、このような吸水性樹脂粉末の造粒に好適に用いることができるものであり、特に、上記粉体中における篩分級で規定される 105 μm 以下の粒径を有する粉体の割合が 50 重量 % 以上である場合に、従来と比較してより顕著な効果を得ることができるものである。

**【 0 0 2 0 】**

そして、上記液体バインダは、得られる粉体の物性、造粒強度、効率、安全性、製造コスト等の面から水性液であることが好ましく、特に、吸水性樹脂粉末の造粒に好適に用いることができる。また、得られる造粒物の物性低下、乾燥効率、並びに、粉体と液体バインダとの混合の均一性等の面から、上記液体バインダの供給量は、粉体 100 重量部に対して 30 重量部 ~ 400 重量部の範囲内であることが好ましい。 40

**【 0 0 2 1 】**

さらに、上記液体バインダを 40 ~ 100 の範囲内に設定することで、得られる造粒物の粒径の制御が容易になると共に、上記造粒物が一体化した巨大なゲル状物となることを防止し、上記連続式押出混合機を稼働するためのモータへの負荷を低減させることができる。

**【 0 0 2 2 】**

### 【発明の実施の形態】

以下に、本発明の実施の一形態について、図1～図4を用いて詳しく説明する。

本発明の連続造粒方法は、粉体と液体バインダとを、攪拌部材の配列に沿って複数の供給口を有する連続押出式混合機に供給して混合することにより上記粉体を連続的に造粒する方法である。本発明によれば、上記粉体と液体バインダとを連続押出式混合機に供給する際に、上記粉体を、上記液体バインダよりも下流にて供給することで、上記連続押出式混合機内への付着物の付着量を低減させ、長時間連続して安定な造粒を行うことができると共に、造粒強度に優れた造粒物を得ることができる。

#### 【0024】

上記の液体バインダとしては、用いる粉体の種類や得られる造粒物の用途等に応じて適宜選択すればよく、特に限定されるものではないが、例えば、水や、水溶性塩類あるいは親水性有機溶剤等を含んだ水性液等が挙げられる。上記液体バインダとしては、物性、造粒強度、効率、安全性、製造コスト等の面から、水あるいは水性液であることが好ましく、90重量%以上、好ましくは99重量%以上、より好ましくは99～100重量%の範囲内が水であることが好ましく、水のみからなることが特に好ましい。また、該水性液中には、水不溶性の無機あるいは有機微粒子が分散していても構わない。さらに、上記液体バインダには、吸水性樹脂の官能基と反応し得る官能基を有する有機物が含まれていてもよい。該有機物としては、例えば架橋剤等が挙げられ、該有機物を用いることで、水可溶成分の低減や、造粒強度のさらなる向上を図ることができる。

#### 【0025】

本発明において、上記の粉体と液体バインダとの使用(供給)割合は、用いる粉体と液体バインダとの組み合わせや、得られる造粒物の用途等に応じて適宜設定すればよいが、粉体100重量部に対する液体バインダの供給量が、30重量部～400重量部の範囲内となるように設定されていることが好ましく、80重量部～280重量部の範囲内となるよう設定されていることがより好ましい。

#### 【0026】

上記液体バインダの使用量が400重量部を越えると、液体バインダの添加量の増加に見合った造粒強度の向上効果が得られず、乾燥コスト等の面で不利益である。また、上記液体バインダの使用量が400重量部を越えると、物性低下や、粉体と液体バインダとを十分均一に混合することができなくなる虞れがある。

#### 【0027】

一方、上記液体バインダの使用量が30重量部よりも少ない場合、造粒強度が不十分になり、最終製品において優れた特性を発揮することができなくなる虞れがある。また、混合が不均一になり、均一な造粒物が得られないことがある。

#### 【0028】

また、上記液体バインダとして、水性液あるいは水を用いる場合には、上記液体バインダの温度は、40以上であることが好ましく、50以上であることがより好ましく、60以上であることがより一層好ましく、70以上であることが特に好ましい。また、上限は液体バインダの沸点以下であり、沸点は塩類や他の溶媒の添加、圧力(減圧、加圧)等を変化させて種々調整してもよいが、温度が100を越えても大きな変化はないため、通常、100以下で行われる。

#### 【0029】

上述したように上記液体バインダを予め加熱することで、得られる造粒物の粒径の制御が容易になると共に、上記造粒物が一体化した巨大なゲル状物となることを防止し、上記連続式押出混合機を稼働するためのモータへの負荷を低減させることができる。

#### 【0030】

また、上記粉体の造粒を行う際には、上記液体バインダのみならず、粉体も加熱されていることがより好ましい。上記粉体の加熱温度は、通常40以上、好ましくは50以上であり、100を越えても大きな変化はないため、通常、100以下で行われる。

#### 【0031】

10

20

30

40

50

本発明にかかる上記連続造粒方法は、吸水性樹脂粉末に適用され、吸水性樹脂の微粉末（例えば、150 μm以下の粒径を有する粉末）に適用することが特に好ましい。

#### 【0032】

吸水性樹脂の微粉末は、取り扱い時の粉塵としてのロスや塵肺の問題に加え、オムツ等の吸收物品に用いた場合に該吸收物品中で目詰まりし、通液性が低下する要因となると共に、表面架橋を施したとしても、加圧下での吸收倍率等の諸物性が向上し難いという問題点を有している。このため、吸水性樹脂中の微粉末の低減が切望されているにもかかわらず、従来は、その表面積の大きさ故、連続的で安定な造粒が極めて困難であり、また、物性低下や造粒破壊等の問題があり、有効な微粉末の造粒方法が確立されていなかった。しかしながら、本発明は、このような吸水性樹脂の微粉末の造粒に好適に用いることができるものである。10

#### 【0033】

以下、本発明にかかる連続造粒方法として、吸水性樹脂の製造工程において生じる吸水性樹脂粉末の造粒を例に挙げてさらに詳しく説明する。

#### 【0034】

先ず、上記吸水性樹脂粉末の造粒工程を含む吸水性樹脂の製造工程の一例を図4を用いて以下に説明する。

#### 【0035】

上記吸水性樹脂としては、従来公知の吸水性樹脂を使用することができる。そのなかでも、カルボキシル基を有する吸水性樹脂、典型的には、アクリル酸及び／またはその塩を主成分とする親水性単量体を重合・架橋することにより得られ、イオン交換水中において50倍から1000倍という多量の水を吸収し、ヒドロゲルを形成する従来公知の樹脂が好適である。また、上記吸水性樹脂としては、該吸水性樹脂中の未架橋の水可溶成分が25重量%以下、好ましくは15重量%以下、さらに好ましくは10重量%以下のものが用いられる。20

#### 【0036】

上記アクリル酸塩としては、アクリル酸のアルカリ金属塩、アンモニウム塩およびアミン塩等を例示することができる。上記吸水性樹脂は、その構成単位としてアクリル酸10モル%～40モル%およびアクリル酸塩90モル%～60モル%（但し、両者の合計量は100モル%とする）の範囲にあるものが好ましい。また、アクリル酸および／またはその塩を主成分とする親水性単量体を重合して吸水性樹脂を得るに際しては、必要に応じて、これらアクリル酸又はその塩に併用して、アクリル酸以外の単量体を含有していてもよい。30

#### 【0037】

アクリル酸以外の単量体としては、特に限定されるものではないが、具体的には、例えば、メタクリル酸、マレイン酸、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルプロパンスルホン酸等のアニオン性不飽和単量体及びその塩；アクリルアミド、メタアクリルアミド、N-エチル(メタ)アクリルアミド、N-n-プロピル(メタ)アクリルアミド、N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、ビニルビリジン、N-ビニルビロリドン、N-アクリロイルビペリジン、N-アクリロイルビロリジン等のノニオン性の親水基含有不飽和単量体；N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、及びこれらの四級塩等のカチオン性不飽和単量体等が挙げられる。これら単量体は、単独で用いてもよく、適宜2種類以上を混合して用いてよい。40

#### 【0038】

50

上記吸水性樹脂の原料モノマーとして、アクリル酸以外の単量体を用いる場合には、該アクリル酸以外の単量体は、主成分として用いるアクリル酸およびその塩の合計量に対して、30モル%以下、好ましくは10モル%以下の割合で用いることが好ましい。

#### 【0039】

上記吸水性樹脂を得る際には、図4に示すように、先ず、上記原料モノマーを反応器に供給し、該反応器内にて重合反応が行われる。上記吸水性樹脂を得るために上記アクリル酸および/またはその塩を主成分とする親水性単量体を重合するに際しては、バルク重合や沈殿重合を行うことも可能であるが、得られる吸水性樹脂の性能面や重合反応の制御の容易さから、上記親水性単量体を水溶液とすることによる水溶液重合または逆相懸濁重合を行うことが好ましい。10

#### 【0040】

尚、上記親水性単量体を水溶液とする場合の該水溶液（以下、単量体水溶液と称する）中の単量体の濃度は、特に限定されるものではないが、10重量%～70重量%の範囲内が好ましく、20重量%～45重量%の範囲内がさらに好ましい。また、上記水溶液重合又は逆相懸濁重合を行う際には、水以外の溶媒を必要に応じて併用してもよく、併用して用いられる溶媒の種類は、特に限定されるものではない。

#### 【0041】

上記の重合を開始させる際には、例えば過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、t-ブチルハイドロパーオキサイド、過酸化水素、2,2'-アゾビス(2-アミノジプロパン)二塩酸塩等のラジカル重合開始剤を用いることができる。20

#### 【0042】

さらに、これら重合開始剤の分解を促進する還元剤を併用し、両者を組み合わせることによりレドックス系開始剤とすることもできる。上記の還元剤としては、例えば、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム等の（重）亜硫酸（塩）、L-アスコルビン酸（塩）、第一鉄塩等の還元性金属（塩）、アミン類等が挙げられるが、特に限定されるものではない。尚、これら重合開始剤の使用量は、特に限定されるものではないが、通常0.001モル%～2モル%、好ましくは0.01モル%～0.10モル%である。

#### 【0043】

また、重合開始剤を用いる代わりに、反応系に放射線、電子線、紫外線等の活性エネルギー線を照射することにより重合反応の開始を行ってもよい。尚、上記重合反応における反応温度は、特に限定されるものではないが、0～90の範囲内が好ましい。また、反応時間も特に限定されるものではなく、親水性単量体や重合開始剤の種類、反応温度等に応じて適宜設定すればよい。30

#### 【0044】

上記の吸水性樹脂としては、架橋剤を使用しない自己架橋型のものであってもよいが、一分子中に、2個以上の重合性不飽和基や、2個以上の反応性基を有する内部架橋剤を共重合または反応させたものがさらに好ましい。

#### 【0045】

これら内部架橋剤の具体例としては、例えば、N,N-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコール(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチルロールプロパントリ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリレート、グリセリンアクリレートメタクリレート、エチレンオキサイド変性トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、ポリ(メタ)アリロキシアルカン、(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレンジアミン、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ポリエチレンイミン、グリシジル(メタ)アクリレート等を挙げることができる。40

#### 【0046】

10

20

30

40

50

これら内部架橋剤は、単独で用いてもよく、適宜2種類以上を混合して用いてもよい。また、これら内部架橋剤は、反応系に一括添加してもよく、分割添加してもよい。2種類以上の内部架橋剤を使用する場合には、得られる吸水性樹脂の吸水特性等を考慮して、2個以上の重合性不飽和基を有する化合物を必須に用いることが好ましい。これら内部架橋剤の使用量は、前記親水性単量体に対して、0.005モル%～2モル%の範囲内であることが好ましく、0.01モル%～1モル%の範囲内とすることがさらに好ましい。

#### 【0047】

上記内部架橋剤を用いて架橋構造を吸水性樹脂内部に導入する場合には、上記内部架橋剤を、上記親水性単量体の重合時あるいは重合後、または重合、中和後に反応系に添加するようにすればよい。

10

#### 【0048】

また、上記重合に際しては、反応系に、炭酸（水素）塩、二酸化炭素、アゾ化合物、不活性有機溶媒等の各種発泡剤；澱粉・セルロース、澱粉・セルロースの誘導体、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸（塩）、ポリアクリル酸（塩）架橋体等の親水性高分子；各種界面活性剤；次亜磷酸（塩）等の連鎖移動剤を添加してもよい。

#### 【0049】

そして、上記重合反応により得られた重合体が含水ゲル状重合体である場合には、図4に示すように、該含水ゲル状重合体は、乾燥され、必要により粉碎された後、粗粒、目的粒、微粒に分級される。そのうち、粗粒は、再度、粉碎され、分級される。目的粒は、吸水性樹脂として、そのまま、あるいは、表面架橋が施されて製品化される。そして、上記微粒は、液体バインダとしての水性液あるいは水と混合されることにより造粒された後、乾燥され、必要に応じて粉碎や表面架橋が施されて製品化される。つまり、上記微粒は、本発明にかかる造粒工程を経てリサイクルすることが可能であり、これにより、吸水性樹脂の生産効率を向上させることができる。また、上記微粒を造粒してから表面架橋することで、より高物性な吸水性樹脂を得ることができる。

20

#### 【0050】

尚、上記目的粒の大きさは、特に限定されるものではなく、用途等に応じて適宜設定される。本実施の形態では、所望する目的粒の粒径よりも大きい粒径を有する吸水性樹脂粉末を粗粒、所望する目的粒の粒径よりも小さい粒径を有する吸水性樹脂粉末を微粒と称するが、上記微粒に、 $105\text{ }\mu\text{m}$ 以下の粒径を有する吸水性樹脂粉末が50重量%以上含まれている場合、本発明の効果が特に顕著となる。

30

#### 【0051】

また、本発明の造粒に用いられる吸水性樹脂粉末は、表面架橋が施されていてもよいし、施されていなくてもよい。つまり、上記目的粒に表面架橋を施した後（主に解碎時）に発生する微粒を造粒する際にも、本発明の連続造粒方法を適用することができる。尚、上記表面架橋工程において得られた粗粒は、再度、解碎（粉碎）され、分級されることにより、最終的には目的粒と微粒とに分級される。

#### 【0052】

さらに、上記微粒としては、上述したように、吸水性樹脂の製造工程で上記微粒を含む吸水性樹脂粉末から分級されたものであってもよいし、吸收速度の向上を目的として粉碎ないし重合条件を調整して意図的に製造されたものであってもよい。本発明において造粒される吸水性樹脂粉末としては、上記したように吸水性樹脂の微粒（例えば、粒径 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下の吸水性樹脂）のみでもよいし、微粒と該微粒よりも大きな粒子との混合物でもよいし、微粒を除いた吸水性樹脂（例えば、 $150\text{ }\mu\text{m}$ を越えて $850\text{ }\mu\text{m}$ 以下の粒子）でもよい。これら吸水性樹脂粉末の中でも、表面架橋が施される前の微粒を用いることが好ましい。また、上記微粒の平均粒径は $150\text{ }\mu\text{m}$ ～ $10\text{ }\mu\text{m}$ の範囲内であることが好ましく、実質 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下の粒径を有する粒子を、70重量%以上、さらには、90重量%以上含んでいることが好ましい。さらに、上述したように、本発明において造粒される上記吸水性樹脂粉末中における $105\text{ }\mu\text{m}$ 以下の粒径を有する微粒（微粉末）の割合は50重量%以上であることがより一層好ましい。また、これら微粒の形状としては、造粒強度

40

50

の面から、逆相懸濁重合で得られた球形よりも、水溶液重合で得られた不定形のものが好ましい。

#### 【0053】

本発明において、上記表面架橋に用いられる表面架橋剤としては、吸水性樹脂の官能基と反応し得る官能基を有する架橋剤であれば、特に限定されるものではなく、従来公知の表面架橋剤を用いることができる。

#### 【0054】

上記の表面架橋剤としては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、1，3-プロパンジオール、ジプロピレングリコール、2，2，4-トリメチル-1，3-ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、2-ブテン-1，4-ジオール、1，4-ブタンジオール、1，5-ペンタンジオール、1，6-ヘキサンジオール、1，2-シクロヘキサンジメタノール、1，2-シクロヘキサノール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレン、オキシエチレン-オキシプロピレンブロック共重合体、ペントエリスリトール、ソルビトール等の多価アルコール化合物；エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレンジグリシジルエーテル、グリセロールポリグリシジルエーテル、ジグリセロールポリグリシジルエーテル、ポリグリセロールポリグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル、グリシドール等のエポキシ化合物；エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペニタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリエチレンイミン等の多価アミン化合物や、それらの無機塩ないし有機塩（例えば、アジチニウム塩等）；2，4-トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等の多価イソシアネート化合物；1，2-エチレンビスオキサゾリン等の多価オキサゾリン化合物；1，3-ジオキソラン-2-オン、4-メチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、4，4-ジメチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、4-エチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、4-ヒドロキシメチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、1，3-ジオキサン-2-オン、4-メチル-1，3-ジオキサン-2-オン、4，6-ジメチル-1，3-ジオキサン-2-オン、1，3-ジオキソパン-2-オン等のアルキレンカーボネート化合物；エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、-メチルエピクロロヒドリン等のハロエポキシ化合物、および、その多価アミン付加物（例えばハーキュレス製カイメン；登録商標）；亜鉛、カルシウム、マグネシウム、アルミニウム、鉄、ジルコニウム等の水酸化物又は塩化物等の多価金属化合物等が挙げられる。これら表面架橋剤は、単独で用いてもよく、また、反応性を考慮して2種類以上を適宜混合して用いてもよい。これら表面架橋剤のなかでも、多価アルコール化合物、エポキシ化合物、多価アミン化合物やそれらの塩、アルキレンカーボネート化合物からなる群より選ばれる少なくとも1種の化合物が好適である。

#### 【0055】

また、上記吸水性樹脂としてカルボキシル基を有する吸水性樹脂を使用する場合には、上記表面架橋剤としては、溶解度パラメータ（SP値）の互いに異なる第一表面架橋剤及び第二表面架橋剤を組み合わせてなるものであることが、加圧下吸收倍率により優れた吸水性樹脂を得ることができることから好ましい。尚、上記の溶解度パラメータとは、化合物の極性を表すファクターとして一般に用いられる値であり、本発明においては、上記の溶解度パラメータに対して、ポリマーハンドブック第3版（WILEY INTERSCIENCE社発行）527頁～539頁に記載されている溶媒の溶解度パラメータ  $(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$  の値を適用することとする。また、上記の頁に記載されていない溶媒の溶解度パラメータに関しては、該ポリマーハンドブックの524頁に記載されている  $\text{Sma11}$  の式に、同525頁に記載されている  $\text{Hoy}$  の凝集エネルギー定数を代入して導かれる値を適用することとする。

#### 【0056】

上記の第一表面架橋剤は、カルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが12.5(c

10

20

30

40

50

$\text{al/cm}^3)^{1/2}$  以上の化合物が好ましく、13.0 ( $\text{cal/cm}^3)^{1/2}$  以上の化合物がより好ましい。

#### 【0057】

また、上記の第二表面架橋剤は、カルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが12.5 ( $\text{cal/cm}^3)^{1/2}$  未満の化合物が好ましく、9.5 ( $\text{cal/cm}^3)^{1/2}$  ~ 12.0 ( $\text{cal/cm}^3)^{1/2}$  の範囲内の化合物がより好ましい。

#### 【0058】

これら表面架橋剤の使用量は、吸水性樹脂の固体分100重量部に対して、0.001重量部 ~ 10重量部の範囲内が好ましく、0.01重量部 ~ 5重量部の範囲内がより好ましいが、特に限定されるものではない。上記の表面架橋剤を用いることにより、吸水性樹脂の表面近傍の架橋密度を内部よりも高くすることができる。10

#### 【0059】

上記吸水性樹脂、あるいは、上記吸水性樹脂を造粒してなる含水ゲル状造粒物の乾燥体である吸水性樹脂造粒物と表面架橋剤とを混合する際には、溶媒として水を用いることが好ましい。水の使用量は、用いる吸水性樹脂の種類や粒径、含水率等にもよるが、吸水性樹脂の固体分100重量部に対して、0を越え、20重量部以下が好ましく、0.5重量部 ~ 10重量部の範囲内がより好ましい。

#### 【0060】

また、上記吸水性樹脂あるいは吸水性樹脂造粒物と表面架橋剤とを混合する際には、必要に応じて、溶媒として親水性有機溶媒（水性液）を用いてもよい。上記の親水性有機溶媒としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソブロピルアルコール、n-ブチルアルコール、イソブチルアルコール、t-ブチルアルコール等の低級アルコール類；アセトン等のケトン類；ジオキサン、テトラヒドロフラン、メトキシ（ポリ）エチレンギリコール等のエーテル類；-カプロラクタム、N,N-ジメチルホルムアミド等のアミド類；ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類等が挙げられる。親水性有機溶媒の使用量は、吸水性樹脂の種類や粒径、含水率等にもよるが、吸水性樹脂の固体分100重量部に対して、20重量部以下が好ましく、0.1重量部 ~ 10重量部の範囲内がより好ましい。20

#### 【0061】

また、上記吸水性樹脂あるいは吸水性樹脂造粒物と表面架橋剤との混合物を加熱処理する際の処理温度は、用いる表面架橋剤の種類や目的とする架橋密度等に応じて適宜決定され、特に限定されるものではないが、好ましくは80以上であり、さらに好ましくは100 ~ 250の範囲内であり、特に好ましくは120 ~ 210の範囲内である。30

#### 【0062】

上記の加熱処理は、通常の乾燥機又は加熱炉を用いて行うことができる。該乾燥機としては、例えば、溝型混合乾燥機、ロータリー乾燥機、デスク乾燥機、流動層乾燥機、気流型乾燥機、及び赤外線乾燥機等が挙げられるが、特に限定されるものではない。

#### 【0063】

以下、上記吸水性樹脂粉末の連続造粒方法についてさらに詳しく説明する。

本発明において、上記吸水性樹脂粉末の造粒を行う際に用いられる連続押出式混合機は、複数の供給口を有し、吸水性樹脂粉末と液体バインダとしての水あるいは水性液とを各々別々に供給することができると共に、吸水性樹脂粉末と液体バインダとを連続的に攪拌混合しながら系外に搬出することができる構造を有しているものであれば、特に限定されるものではない。このような連続押出式混合機として、具体的には、例えば、ニシムラ式パドルスミキサー（株式会社西村機械製作所製）、アニュラー・レイヤー・ミキサー（Anular Layer Mixer; DRAISE WERKE GmbH製）、スパイラル・ピンミキサ（太平洋機工株式会社製）、連続式レーディゲミキサー（株式会社マツボー製）、フロー・ジェット・ミキサー（Flow Jet Mixer; 株式会社粉研パウテックス製）等が挙げられ、これらの連続押出式混合機を、液体バインダよりも下流で粉体としての吸水性樹脂粉末を供給して使用する、あるいは液体バインダよりも下流で粉体としての吸水性樹脂粉末を供給できるように改造40

して使用することにより本願発明を実施することができる。

#### 【0064】

上記連続押出式混合機としては、例えば、図1および図2に示す高速攪拌型の連続押出式混合機1が好適に用いられる。上記連続押出式混合機1は、例えば水平に固定された固定円筒としてのケーシング2と、該ケーシング2内部に設けられ、駆動モータ13によって回転駆動する回転軸11と、該回転軸11の周りに設けられた複数の攪拌翼12…(攪拌部材)とを備えている。尚、上記の回転軸11の外周とケーシング2の内壁との距離は、攪拌効率を考慮して設定されていることが好ましい。

#### 【0065】

上記連続押出式混合機1において、上記攪拌翼12の形状は、例えば、あしひれや蝶等のパドル型の板状であってもよく、長方形、円形、橢円形、三角形等の板状であってもよい。また、上記攪拌翼12は、平板ではなく湾曲面を有する板状であってもよく、その先端縁が例えば円弧状に形成されていても構わない。また、上記攪拌翼12の下部には、取り付けナット等が設けられていても構わない。さらに、上記攪拌翼12は、角柱状であってもよく、あるいは、これら板状や角柱状の攪拌翼12…と組み合わせて用いるのであれば、図2に示すように、上記攪拌翼12…のうち一部の攪拌翼12…は、円柱状やピン状等、押し出し推力を生じない形状に形成されていてもよい。

10

#### 【0066】

上記攪拌翼12…は、上記吸水性樹脂粉末と液体バインダとを混合しながら搬送(押し出し)可能な状態に設けられてさえいれば、その形状や大きさは特に限定されるものではない。また、上記攪拌翼12…の配設密度、配設位置等は、特に限定されるものではないが、押し出し推力を十分に確保すると共に、吸水性樹脂粉末等を円滑に押し出すために、上記攪拌翼12…は、上記回転軸11の周りに螺旋上に並び配されていることが好ましい。

20

#### 【0067】

さらに、上記攪拌翼12…および回転軸11には、上記吸水性樹脂粉末と液体バインダとの混合物からなる付着物が付着するのを防止するために、それらの表面に、テフロン樹脂等による皮膜形成、メッキ処理又はテフロン樹脂チューブ等による被覆を施してあることが好ましい。

#### 【0068】

同様の理由により、上記ケーシング2の内面には、水に対する接触角が60°以上で熱変形温度が70°以上の基材が内管として設けられていることが好ましい。水に対する上記基材の接触角が約60°未満であれば、吸水性樹脂粉末と水性液との混合が不均一になる場合がある。また、熱変形温度が約70°未満であれば、上記基材は、混合期間中に発生する熱に充分耐えることができない。このため、上記基材が、上記条件を満たしていない場合、安定した混合を継続することができないので注意を要する。

30

#### 【0069】

このようなケーシング2の内面の基材を例示すれば、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミド、フッ素樹脂、ポリ塩化ビニル、エポキシ樹脂及びシリコーン樹脂等の合成樹脂、或いはこの合成樹脂を、ガラス、グラファイト、ブロンズ及びモリブデンジサルファイト等の無機充填剤、又はポリイミド等の有機充填剤で増強してなる前記合成樹脂の複合体が挙げられる。

40

#### 【0070】

また、上記物質の中でも、ポリエチレンテトラフルオライド、ポリエチレントリフルオライド、ポリエチレントリフルオロクロライド、エチレンテトラフルオライド-エチレンコポリマー、エチレントリフルオロクロライド-エチレンコポリマー、プロピレンペンタフルオライド-エチレンテトラフルオライドコポリマー、パーフルオロアルキルビニルエーテル-エチレンテトラフルオライドコポリマー及びポリフッ化ビニル等のフッ素樹脂が、特に望ましいものである。

#### 【0071】

また、上記ケーシング2には、複数の供給口3～9と、排出口10とが設けられ、そのう

50

ち、供給口 3・4・5・6 は、水平に固定された上記のケーシング 2 の天壁に、該ケーシング 2 の一方の端部（図 1 中、左側端部）から他方の端部（図 1 中、右側端部）に向かってこの順に並んで設けられている。また、供給口 7・8・9 は、上記ケーシング 2 の側壁に、上記ケーシング 2 の一方の端部（図 1 中、左側端部）から他方の端部（図 1 中、右側端部）に向かってこの順に並んで設けられている。さらに、排出口 10 は、上記ケーシング 2 の底壁における、上記供給口 3 形成側の端部とは反対側の端部（図 1 中、右側端部）に設けられている。また、上記供給口 4 と供給口 7 とは、上記ケーシング 2 内の回転軸 11 の一方の端部からの距離が等しくなる位置に設けられている。同様に、上記供給口 5 は供給口 8 と、上記供給口 6 は供給口 9 と、各々、ケーシング 2 内の回転軸 11 の一方の端部からの距離が等しくなる位置に設けられている。そして、上記供給口 3～9 は、開閉可能な構造を有し、使用されない供給口は閉じられる一方、使用される供給口は、例えば、定量供給機 14 に接続され、吸水性樹脂粉末と液体バインダとを一定の割合で連続的に供給することが可能になっている。  
10

#### 【 0 0 7 2 】

本発明では、上記連続押出式混合機 1 を用いて吸水性樹脂粉末を造粒する際に、上記吸水性樹脂粉末を、上記液体バインダよりも下流にて供給する。

#### 【 0 0 7 3 】

従来、吸水性樹脂粉末と水性液とを押出式混合機を用いて混合する場合には、先ず吸水性樹脂粉末を粉体投入口より押出式混合機内に投入し、その後、該粉体供給口よりも下流側に設けられた液体注入口より水性液を注入する方法が用いられている。しかしながら、この方法では、造粒強度を高めるために水性液の供給量を増加させると、吸水性樹脂粉末と水性液との混合が不均一になるという問題や、攪拌翼に、水性液と吸水性樹脂粉末との混合物等の付着物が付着するという問題が生じ、短時間の造粒は可能でも長時間安定して連続造粒することは困難である。  
20

#### 【 0 0 7 4 】

これに対し、本発明では、上記吸水性樹脂粉末を、上記液体バインダよりも下流にて供給することで、ケーシング 2 内部、特に攪拌翼 12…や粉体の供給口内部あるいは排出口付近への付着物の付着を抑え、長時間連続して安定に造粒を行うことができる。さらに、液体バインダの供給量が多い場合でも、吸水性樹脂粉末と液体バインダとを均一に混合することができ、これにより、造粒強度に優れた造粒物を得ることができる。  
30

#### 【 0 0 7 5 】

上記の構成を有する連続押出式混合機 1 にて、吸水性樹脂粉末と液体バインダとを混合する場合には、具体的には、以下の動作が行われる。この場合、先ず、上記駆動モータ 13 により、回転軸 11 が例えば約 500～3000 rpm の高速で回転される。そして、この状態で、供給口 4 または供給口 5 から液体バインダがケーシング 2 内に供給される。該ケーシング 2 内に供給された液体バインダは、例えば螺旋状に形成された攪拌翼 12…によって攪拌されながら、該攪拌翼 12…の押し出し推力によって、排出口 10 側に向かって押し出される。そして、上記液体バインダの供給口よりも下流側に設けられた供給口、例えば、各々対応する供給口 8 または供給口 9 から供給された吸水性樹脂粉末と混合され、排出口 10 からその混合物（即ち、含水ゲル状造粒物）が連続的に排出される。  
40

#### 【 0 0 7 6 】

このように、本発明によれば、例えば供給口 8 から供給された吸水性樹脂粉末は、該供給口 8 よりも上流側に設けられた供給口、例えば供給口 4 から供給された液体バインダと混合される。このため、本発明によれば、吸水性樹脂粉末添加時には、上記液体バインダは、上記吸水性樹脂粉末よりも上流側にて供給され、例えば上記供給口 4 と供給口 8 との間に設けられた攪拌翼 12…によって攪拌されて、ケーシング 2 内に液体バインダの膜を形成している。

#### 【 0 0 7 7 】

このため、本発明によれば、図 3 に示すように、例えば供給口 8 から供給された吸水性樹脂粉末 21 は、液体バインダ 22 からなる膜に接触する。このため、本発明によれば、吸  
50

水性樹脂粉末21と液体バインダ22とが、瞬時に、しかも、両者が全体的に均一に接触し、直ちに造粒物(含水ゲル状造粒物24)の生成が開始される。従って、本発明の方法によれば、吸水性樹脂粉末21が吸水ムラを生じることなく、吸水性樹脂粉末21と液体バインダ22との混合を効率良く行うことができる。従って、造粒強度に優れた造粒物を得ることができる。

#### 【0078】

また、本発明によれば、吸水性樹脂粉末21の供給位置では既に液体バインダ22が存在していることから、従来のように液体投入口付近および該液体投入口と排出口との間に形成された攪拌翼および/または混合機内壁に吸水性樹脂粉末あるいは吸水性樹脂粉末と液体バインダとの混合物が多量に付着することがない。このため、本発明により得られた含水ゲル状造粒物24は、攪拌翼12...によって連続的かつ安定して排出口10側へと押し出される。尚、上記ケーシング2内において、上記吸水性樹脂粉末21、液体バインダ22、および含水ゲル状造粒物24は、上記攪拌翼12...の回転によって遠心力を受け、その大部分はケージング2の外壁に沿って回転しながら排出口10側へと押し出される。10

#### 【0079】

本発明において、上記吸水性樹脂粉末21の供給機(定量供給機14)は、特に制限されないが、定量性があり、ある程度の押し出し能力があるものが好ましい。本発明では、吸水性樹脂粉末21の供給位置では既に液体バインダ22が存在していることから、該液体バインダ22によって定量供給性が阻害されないものが好ましい。このような要求を満足する供給機として、例えば、一軸の螺旋部材が回転することにより材料を搬送する形式のアキュレートドライマテリアルフィーダー(ACCU-RATE DRY MATERIAL FEEDERS; アキュレートInc.製)等が挙げられる。20

#### 【0080】

また、本発明において、上記吸水性樹脂粉末21を、上記連続押出式混合機1を用いて造粒する際には、上記液体バインダ22よりも上流にてガス23を供給しながら、液体バインダ22と吸水性樹脂粉末21との混合が行われる場合がある。これは、上記連続押出式混合機1の回転軸11の回転によって連続押出式混合機1内部が減圧状態となり、排出口10側から上記供給口3~9側に向かって吸水性樹脂粉末21や液体バインダ22あるいはこれらの混合物が逆流することを防止するためである。尚、上記連続押出式混合機1内には、上記ガス23の他に、例えば液体バインダ22の気化によって発生したガスも存在する。30

#### 【0081】

上記のガス23としては、上記液体バインダ22と吸水性樹脂粉末21との混合に対し不活性なガスであれば、特に限定されるものではなく、例えば、空気、窒素ガス等が好適に用いられる。上記ガス23の供給量としては、上記排出口10側から上記供給口3~9側に向かって吸水性樹脂粉末21や液体バインダ22あるいはこれらの混合物が逆流することを防止することができる量、つまり、上記連続押出式混合機1内の圧力を、-100~-100mmH<sub>2</sub>Oの範囲内に維持することができる量に設定される。

#### 【0082】

上記ガス23は、上記液体バインダ22を例えれば供給口4から供給する場合、その上流側にある供給口3から供給される。上記ガス23の供給位置としては、特に限定されるものではないが、ガス23の供給位置を液体バインダ22の供給位置よりも上流側に設けることによってガス23の供給口の閉塞を防止することができる。40

#### 【0083】

また、上記液体バインダ22は、ケーシング2内に存在する回転軸11の全長を100%とし、上記排出口10を上記ケーシング2の右端に設けた場合、上記回転軸11における、排出口10とは反対側の端部(図2中、ケーシング2内の回転軸11の左端)から約0~55%の長さの部分に設けられた供給口から供給されることが好ましい。

#### 【0084】

上記吸水性樹脂粉末21は、ケーシング2内に存在する回転軸11の全長を100%とし50

、上記排出口 10 を上記ケーシング 2 の右端に設けた場合、上記回転軸 11 における、排出口 10 とは反対側の端部（図 2 中、ケーシング 2 内の回転軸 11 の左端）から約 10 ~ 80 % の長さの部分に設けられた供給口から供給されることが好ましい（但し、吸水性樹脂粉末 21 は、液体バインダ 22 よりも下流にて供給するものとする）。

#### 【 0 0 8 5 】

また、上記吸水性樹脂粉末 21 の供給位置は、上記液体バインダ 22 の供給位置よりも下流側であれば、特に限定されるものではないが、ケーシング 2 内に存在する回転軸 11 の全長を 100 % とし、上記排出口 10 を上記ケーシング 2 の右端に設けたときに、液体バインダ 22 の供給位置よりも 10 ~ 40 % 下流側に設けられていることが好ましい。上記吸水性樹脂粉末 21 を上記液体バインダ 22 よりも 10 ~ 40 % 下流側にて供給することで、ケーシング 2 内に液体バインダ 22 が十分に拡散され、吸水性樹脂粉末 21 の供給位置において、攪拌翼 12 … によって液体バインダ 22 の膜を形成することができるので、吸水性樹脂粉末 21 と液体バインダ 22 とを効率良く、また、ムラなく接触させることができ。そして、この場合、回転軸 11 の回転数や攪拌翼 12 の回転端速度等にもよるが、上記吸水性樹脂粉末 21 の供給位置から排出口 10 までの距離は、上記回転軸 11 の全長 100 % のうち、30 % 以上、好ましくは 50 % 以上とすることが、上記吸水性樹脂粉末 21 と液体バインダ 22 との混合物が上記連続押出式混合機 1 内に滞留している時間を十分に確保することができるので好ましい。

#### 【 0 0 8 6 】

尚、上記吸水性樹脂粉末 21 の供給位置から排出口 10 までの距離によっては、上記吸水性樹脂粉末 21 内に液体バインダ 22 が十分に吸収されず、得られる含水ゲル状造粒物 24 に継粉が含まれる場合がある。しかしながら、本発明の方法を採用した場合、吸水性樹脂粉末 21 と液体バインダ 22 との接触がムラなく行われているため、上記吸水性樹脂粉末 21 や該吸水性樹脂粉末 21 と液体バインダ 22 との混合物等が攪拌翼 12 … に多量に付着してその攪拌（回転）を妨げることはない。しかも、得られた含水ゲル状造粒物 24 は、例え排出口 10 から排出された直後は継粉を含んでいたとしても、時間の経過に伴って、吸水性樹脂粉末 21 が液体バインダ 22 を吸液して均一な含水ゲル状造粒物となる。

#### 【 0 0 8 7 】

このようにして得られた含水ゲル状造粒物 24 の平均粒径は、0.3 mm ~ 10 mm の範囲内であることが好ましく、0.5 mm ~ 8 mm の範囲内であることがさらに好ましく、1 mm ~ 5 mm の範囲内であることが特に好ましい。上記含水ゲル状造粒物 24 の粒径が 0.3 mm よりも小さければ、造粒される割合が低い上、上記含水ゲル状造粒物 24 を乾燥してなる乾燥造粒物（吸水性樹脂造粒物）の造粒強度が不充分となる虞れがある。また、上記含水ゲル状造粒物 24 の粒径が 10 mm を越える場合には、物性が低下したり、微粉末が増加する場合がある。

#### 【 0 0 8 8 】

つまり、より一層造粒強度に優れ、かつ、加圧下での吸収倍率や吸収速度等の特性に優れる吸水剤を得るためにには、適度な粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物 24 を得た後、該含水ゲル状造粒物 24 を乾燥させ、収縮させることが好ましい。

#### 【 0 0 8 9 】

そこで、このようにして得られた含水ゲル状造粒物 24 は、前述したように、乾燥、分級され、そのまま、あるいは、表面架橋が施されて、優れた強度特性を有する吸水性樹脂として製品化される。上記の含水ゲル状造粒物 24 は、乾燥により、造粒強度の向上が可能であり、上記含水ゲル状造粒物 24 を乾燥することで、微粉末はより強固に一体化され、一次粒子並みの強度に再生される。

#### 【 0 0 9 0 】

尚、本発明において含水ゲル状造粒物とは、造粒物全体に対する含水率が 10 % 以上のものを示す。該含水ゲル状造粒物は、乾燥して、含水率 10 % 未満の吸水性樹脂造粒物（乾燥造粒物）としてもよい。

#### 【 0 0 9 1 】

10

20

30

40

50

上記の乾燥方法は特に限定されず、通常の乾燥機又は加熱炉が広く用いられるが、好ましくは、比較的高温で、具体的には 110 ~ 300 の範囲、より好ましくは 120 ~ 200 の範囲、特に好ましくは 150 ~ 180 の範囲で乾燥すればよい。上記含水ゲル状造粒物 24 を乾燥することで収縮が起こり、その結果、強固な吸水性樹脂造粒物を得ることができる。

#### 【0092】

上記含水ゲル状造粒物 24 の乾燥時間としては、物性面から、一定時間以上行うことが好ましく、より好ましくは 5 分 ~ 10 時間の範囲である。また、乾燥後の固形分としては好ましくは 90 重量 % 以上である。尚、乾燥は、本発明で得られた含水ゲル状造粒物 24 のみで行ってもよいし、前述の水溶液重合ないし逆相懸濁重合で得られた乾燥前の含水ゲル状重合体と一緒に乾燥してもよい。

10

#### 【0093】

本発明において、上記吸水性樹脂の造粒物とは、複数の吸水性樹脂粉末 21 が液体バインダ 22 によって凝集し、特定粒度の粒子状凝集物を形成しているものを示す。尚、得られた上記の吸水性樹脂粉末 21 と液体バインダ 22 との混合物が造粒物（微粉末の凝集体）であることは、含水ゲル状造粒物 24 の光学顕微鏡写真ないし含水ゲル状造粒物 24 の乾燥物を粉碎せずに撮影した電子顕微鏡写真によって、個々の粒子（吸水性樹脂粉末 21）の凝集を確認できる事実や、大過剰の水あるいは水性液中では、該粒子が、複数の不連続粒子として膨張する事実で判る。

#### 【0094】

20

尚、本実施の形態では、上記連続押出式混合機 1 の排出口 10 はケーシング 2 の底壁に形成されている構成としたが、上記排出口 10 の形成位置は、必ずしもケーシング 2 の底壁に限定されるものではなく、例えば、ケーシング 2 における吸水性樹脂粉末搬送方向端面としてもよい。

#### 【0095】

さらに、上記ケーシング 2 の形状、つまり、連続押出式混合機の形状や、その固定（配設）方向も、特に限定されるものではなく、例えば、上記ケーシング 2 が垂直（即ち、重力方向に対して平行）に固定された形状としてもよい。この場合、押し出し推力に重力が加わり、得られる含水ゲル状造粒物 24 の排出をより円滑に行うことが可能となる場合がある。

30

#### 【0096】

以上のように、本発明によれば、粉体と液体バインダとを、攪拌部材の配列に沿って複数の供給口を有する連続押出式混合機に供給して混合する際に、上記粉体を、上記液体バインダよりも下流にて供給することで、上記連続押出式混合機内への付着物の付着量を低減させ、長時間連続して安定な造粒を行うことができると共に、造粒強度に優れた造粒物を得ることができる。尚、上記粉体と液体バインダとの混合が十分均一に行われない場合、粉体の中心まで十分に液体バインダが吸収されず、造粒強度が不十分となるため、乾燥、粉碎により、造粒前の状態に戻る量が増加する。しかしながら、本発明によれば、一次粒子並みの強度を有する造粒物を得ることができる。

#### 【0097】

40

#### 【実施例】

以下、実施例および比較例により、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらにより何ら限定されるものではない。

先ず、吸水性樹脂粉末の製造例について以下に示す。

#### 【0098】

##### 〔製造例 1〕

中和率 75 モル % のアクリル酸ナトリウム（親水性单量体）33 重量 % 水溶液に、内部架橋剤としてのポリエチレングリコールジアクリレート（平均分子量 478）0.05 モル % を溶解させて反応液とした。次に、この反応液に窒素ガスを導入し、該反応液中の溶存酸素を 0.1 ppm 以下に低下させた。次いで、シグマ型羽根を 2 本有するジャケット付

50

きステンレス製双碗型ニーダーに蓋を付けた反応器に、上記の反応液を供給し、反応液を20℃に調整すると共に、反応器内を窒素ガス置換した。続いて、上記の反応液を攪拌しながら、重合開始剤としての過硫酸ナトリウムおよびL-アスコルビン酸を、各々、アクリル酸ナトリウムに対して0.14g／モル、0.008g／モルの割合で添加した。

#### 【0099】

上記重合開始剤を添加してから1分後に重合が開始し、16分後に反応液が83℃のピーク温度に達した。この時発生した含水ゲル状重合体は、その径が約5mmの粒子状に細分化されていた。その後、更に攪拌を続け、重合を開始してから60分後に反応を終了して細粒化された含水ゲル状重合体を取り出した。

#### 【0100】

この細粒化された含水ゲル状重合体を、金網上に広げ、熱風乾燥機を用いて160℃で65分間乾燥した。次いで、得られた乾燥物をロールグラニュレーター（日本グラニュレーター株式会社製）を用いて粉碎し、続いて、目開き500μmの篩で分級した。さらに、該篩上の乾燥物を、再度、粉碎、分級することにより、平均粒径が300μmで、しかも、粒径が105μm以下の粒子の割合が15重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末（A）を得た。

#### 【0101】

次いで、上記吸水性樹脂粉末（A）を、105μmのメッシュを有する篩で分級し、105μmを越えて500μm以下の粒径を有する吸水性樹脂粉末（A<sub>1</sub>）および105μm以下の粒径を有する吸水性樹脂粉末（A<sub>2</sub>）を得た。

#### 【0102】

##### 〔製造例2〕

中和率65モル%のアクリル酸ナトリウム（親水性单量体）35重量%水溶液に、内部架橋剤としてのポリエチレングリコールジアクリレート（平均分子量478）0.04モル%を溶解させて反応液とした。次に、この反応液に窒素ガスを導入し、該反応液中の溶存酸素を0.1ppm以下に低下させた。

#### 【0103】

次いで、この反応液を、内表面をテフロンコーティングしたステンレス製バット内に、該反応液の厚みが23mmになるように注入した。その後、上記ステンレス製バット上部を、窒素導入口、排気口、および重合開始剤投入口を設けたアクリル樹脂製の蓋でシールした。次いで、このステンレス製バットを、18℃のウォーターバスに浸漬し、反応液の温度を18℃に調整しながら、該反応液に窒素ガスを導入し、反応液中の溶存酸素を0.5ppm以下に低下させた。

#### 【0104】

続いて、上記の反応液に、重合開始剤としてのV-50（和光純薬工業株式会社製アゾ系重合開始剤）、L-アスコルビン酸、および過酸化水素を、各々、アクリル酸ナトリウムに対して0.02g／モル、0.0018g／モル、0.0014g／モルの割合で添加し、十分に混合した。

#### 【0105】

上記重合開始剤を添加してから1分後に重合が開始した。重合開始確認後、上記ステンレス製バットを、10℃のウォーターバスに、上記ステンレス製バットの底から10mmの高さまで浸漬した。上記重合開始剤を添加してから12分後に反応液がピーク温度（82℃）に達した。その後、上記10℃のウォーターバスを60℃のウォーターバスに切替え、該ウォーターバス内で上記ステンレス製バットを60分間保持して反応を終了させた。

#### 【0106】

その後、上記ステンレス製バットから含水ゲル状重合体を取り出し、該含水ゲル状重合体を、9.5mmの孔径を有するダイスを備えたミートチョッパー（株式会社平賀工作所製No.32型チョッパー）で粉碎し、160℃で65分間乾燥した。次いで、得られた乾燥物をロールグラニュレーター（日本グラニュレーター株式会社製）を用いて粉碎し、続いて、目開き500μmの篩で分級した。さらに、該篩上の乾燥物を、再度、粉碎、分級

10

20

30

40

50

することにより、平均粒径が 280 μm で、しかも、粒径が 105 μm 以下の粒子の割合が 18 重量 % の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末 (B) を得た。

#### 【0107】

続いて、この吸水性樹脂粉末 (B) 100 重量部と、エチレングリコールジグリシルエーテル 0.03 重量部、プロピレングリコール 1 重量部、水 3 重量部、およびイソプロピルアルコール 1 重量部とからなる表面架橋剤水溶液とを混合し、得られた混合物を 195 で 40 分間加熱処理することにより、表面架橋が施された吸水性樹脂粉末 (B')を得た。

#### 【0108】

次いで、上記吸水性樹脂粉末 (B') を、目開き 850 μm の篩および 105 μm のメッシュを有する篩で再度分級し、105 μm を越えて 850 μm 以下の粒径を有する吸水性樹脂粉末 (B'\_1) および 105 μm 以下の粒径を有する吸水性樹脂粉末 (B'\_2) を得た。

#### 【0109】

次に、上記の各製造例で得られた 105 μm 以下の粒径を有する吸水性樹脂粉末の造粒を行った。

#### 【0110】

##### 〔実施例 1〕

図 1 および図 2 に示す連続押出式混合機 1 に、該連続押出式混合機 1 の一方の端部、即ち、図 1 中、左端に設けられた供給口 3 から空気を供給し、該連続押出式混合機 1 におけるケーシング 2 内の圧力を 5 mmH<sub>2</sub>O 以下の減圧度に保ちながら、該連続押出式混合機 1 のケーシング 2 内に存在する回転軸 11 の全長を 475 mm とした場合にケーシング 2 の左端から 140 mm の位置に設けられた供給口 4 から、予め 80 ℓ に調整した水を、16.5 kg/h で供給した。

#### 【0111】

一方、上記連続押出式混合機 1 に、上記ケーシング 2 内における回転軸 11 の左端から 228 mm (回転軸 11 の全長を 100 % とすると、排出口 10 よりも約 52 % 下流) の位置に設けられた供給口 8 から、製造例 1 で得られた吸水性樹脂粉末 (A<sub>2</sub>) を、定量供給機 (アキュレート Inc. 製) を用いて、110 kg/h で供給し、1000 rpm で攪拌翼 12 を回転させることにより、上記吸水性樹脂粉末 (A<sub>2</sub>) と水とを連続的に混合した。

#### 【0112】

この結果、上記連続押出式混合機 1 の右端に設けられた排出口 10 から、1 mm ~ 5 mm の粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物 (1) が連続的に得られた。混合開始から、1 ~ 10 分後、2 ~ 30 分後、3 ~ 60 分後に混合を停止し、上記連続押出式混合機 1 の重量を測定し、該連続押出式混合機 1 内に付着した付着物の量並びにその付着状態を評価した。この結果、上記 1 ~ 3 の何れの時点でも、水と吸水性樹脂粉末 (A<sub>2</sub>) との混合物が少量だけ、主に、上記連続押出式混合機 1 内における供給口 8 の周囲に付着していることが確認されたが、混合 (攪拌) に影響をきたすものではなかった。また、上記付着物の重量は、上記 1 ~ 3 の何れの時点でも 440 g ~ 460 g の範囲内であった。

#### 【0113】

その後、得られた含水ゲル状造粒物 (1) を、金網上に広げ、熱風乾燥機を用いて 160 で 65 分間乾燥した。次いで、得られた乾燥物をロールミル (明治機械製) を用いて粉碎し、続いて、目開き 500 μm の篩で分級した。さらに、該篩上の乾燥物を製造例 1 と同様の方法により、再度、粉碎、分級することにより、平均粒径が 300 μm で、粒径が 105 μm 以下の粒子の割合が 18 重量 % の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末 (1) を得た。これにより、上記含水ゲル状造粒物 (1) は、ほぼ一次粒子並みの強度に造粒されていることが判る。

#### 【0114】

##### 〔実施例 2〕

10

20

30

40

50

実施例 1において、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)を、上記連続押出式混合機1に、上記ケーシング2内における回転軸11の左端から317mm(回転軸11の全長を100%とする)、排出口10よりも約33%下流)の位置に設けられた供給口9から供給した以外は、実施例1と同様の操作を行って、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)と水とを連続的に混合した。

#### 【0115】

この結果、上記連続押出式混合機1の排出口10から、1mm~5mmの粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物(2)が連続的に得られた。尚、排出口10から排出された含水ゲル状造粒物(2)は、排出口10から排出された直後は細粉状の吸水性樹脂粉末を少量(3%程度)含んでいたが、直ぐに均一な含水ゲル状造粒物となった。

#### 【0116】

また、上記連続押出式混合機1内に付着した付着物の量並びにその付着状態を実施例1と同様の方法により評価した。この結果、何れの時点でも、水と吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)との混合物が少量だけ、主に、上記連続押出式混合機1内における供給口9の周囲に付着していることが確認されたが、混合(攪拌)に影響をきたすものではなかった。また、上記付着物の重量は、何れの時点でも450g~470gの範囲内であった。

10

#### 【0117】

さらに、得られた含水ゲル状造粒物(2)を実施例1と同様の方法により乾燥、粉碎、分級することにより、平均粒径が300μmで、粒径が105μm以下の粒子の割合が19重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末(2)を得た。これにより、上記含水ゲル状造粒物(2)は、ほぼ一次粒子並みの強度に造粒されていることが判る。

20

#### 【0118】

##### 〔実施例3〕

実施例1において、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)に代えて吸水性樹脂粉末(B'<sub>2</sub>)を用いた以外は、実施例1と同様の操作を行って、吸水性樹脂粉末(B'<sub>2</sub>)と水とを連続的に混合した。

#### 【0119】

この結果、上記連続押出式混合機1の排出口10から、1mm~5mmの粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物(3)が連続的に得られた。上記連続押出式混合機1内に付着した付着物の量並びにその付着状態を実施例1と同様の方法により評価した。この結果、何れの時点でも、水と吸水性樹脂粉末(B'<sub>2</sub>)との混合物が少量だけ、主に、上記連続押出式混合機1内における供給口8の周囲に付着していることが確認されたが、混合(攪拌)に影響をきたすものではなかった。また、上記付着物の重量は、何れの時点でも400g~430gの範囲内であった。

30

#### 【0120】

さらに、得られた含水ゲル状造粒物(3)を、製造例2と同様の方法により乾燥、粉碎、分級することにより、平均粒径が280μmで、粒径が105μm以下の粒子の割合が20重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末(3)を得た。これにより、上記含水ゲル状造粒物(3)は、ほぼ一次粒子並みの強度に造粒されていることが判る。

#### 【0121】

##### 〔実施例4〕

実施例1において、水の供給量を、165kg/hrから260kg/hrに変更した以外は、実施例1と同様の操作を行って、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)と水とを連続的に混合した。

40

#### 【0122】

この結果、上記連続押出式混合機1の排出口10から、1mm~5mmの粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物(4)が連続的に得られた。上記連続押出式混合機1内に付着した付着物の量並びにその付着状態を実施例1と同様の方法により評価した。この結果、何れの時点でも、水と吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)との混合物が少量だけ、主に、上記連続押出式混合機1内における供給口8の周囲に付着していることが確認されたが、混合(攪拌)に影響をきたすものではなかった。また、上記付着物の重量は、何れの時点でも250g~

50

320 g の範囲内であった。

【0123】

さらに、得られた含水ゲル状造粒物(4)を、実施例1と同様の方法により乾燥、粉碎、分級することにより、平均粒径が300 μmで、粒径が105 μm以下の粒子の割合が15重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末(4)を得た。これにより、上記含水ゲル状造粒物(4)は、ほぼ一次粒子並みの強度に造粒されていることが判る。

【0124】

〔実施例5〕

実施例1において、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)の供給量を110 kg/hrから65 kg/hrに変更し、水の供給量を、165 kg/hrから65 kg/hrに変更し、水の温度を80から70に変更した以外は、実施例1と同様の操作を行って、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)と水とを連続的に混合した。

10

【0125】

この結果、上記連続押出式混合機1の排出口10から、1 mm～5 mmの粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物(7)が連続的に得られた。上記連続押出式混合機1内に付着した付着物の量並びにその付着状態を実施例1と同様の方法により評価した。この結果、何れの時点でも、水と吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)との混合物が少量だけ、主に、上記連続押出式混合機1内における供給口8の周囲に付着していることが確認されたが、混合(攪拌)に影響をきたすものではなかった。また、上記付着物の重量は、何れの時点でも500 g～550 gの範囲内であった。

20

【0126】

さらに、得られた含水ゲル状造粒物(7)を、実施例1と同様の方法により乾燥、粉碎、分級することにより、平均粒径が310 μmで、粒径が105 μm以下の粒子の割合が20重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末(7)を得た。これにより、上記含水ゲル状造粒物(7)は、ほぼ一次粒子並みの強度に造粒されていることが判る。

【0127】

〔実施例6〕

実施例3において、吸水性樹脂粉末(B'<sub>2</sub>)の供給量を110 kg/hrから66 kg/hrに変更し、水の供給量を、165 kg/hrから54 kg/hrに変更し、水の温度を80から90に変更し、攪拌翼12の回転数を1000 rpmから1500 rpmに変更した以外は、実施例3と同様の操作を行って、吸水性樹脂粉末(B'<sub>2</sub>)と水とを連続的に混合した。

30

【0128】

この結果、上記連続押出式混合機1の排出口10から、1 mm～5 mmの粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物(8)が連続的に得られた。上記連続押出式混合機1内に付着した付着物の量並びにその付着状態を実施例3と同様の方法により評価した。この結果、何れの時点でも、水と吸水性樹脂粉末(B'<sub>2</sub>)との混合物が少量だけ、主に、上記連続押出式混合機1内における供給口8の周囲に付着していることが確認されたが、混合(攪拌)に影響をきたすものではなかった。また、上記付着物の重量は、何れの時点でも600 g～650 gの範囲内であった。

40

【0129】

さらに、得られた含水ゲル状造粒物(8)を、実施例3と同様の方法により乾燥、粉碎、分級することにより、平均粒径が290 μmで、粒径が105 μm以下の粒子の割合が21重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末(8)を得た。これにより、上記含水ゲル状造粒物(8)は、ほぼ一次粒子並みの強度に造粒されていることが判る。

【0130】

〔比較例1〕

実施例1において、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)を、上記連続押出式混合機1に、上記ケーシング2における左端に設けられた供給口3から供給した以外は、実施例1と同様の操作を行って、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)と水とを連続的に混合した。即ち、上記吸水性樹脂粉末(A

50

<sub>2</sub>)を、水よりも上流にて供給した。

【0131】

この結果、上記連続押出式混合機1の排出口10から、比較用の含水ゲル状造粒物として、1mm～10mmの粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物(5)が得られた。該含水ゲル状造粒物(5)には、継粉状の吸水性樹脂粉末が15%程度含まれていた。上記連続押出式混合機1内に付着した付着物の量並びにその付着状態を実施例1と同様の方法により評価した。この結果、混合開始から10分で、水と吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)との混合物が、主に、上記供給口3および該供給口3と供給口4との間の搅拌翼12…に多量に付着し、混合を続けることが困難となった。この時点における上記付着物の重量は1520gであった。

10

【0132】

さらに、得られた含水ゲル状造粒物(5)を、実施例1と同様の方法により乾燥、粉碎、分級した。この結果、粒径が105μm以下の粒子の割合が25重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末(5)が得られた。

【0133】

〔比較例2〕

実施例1において、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)を、上記連続押出式混合機1に、上記ケーシング2内における回転軸11の左端から140mmの位置に設けられた、上記供給口4とは別の供給口7から供給した以外は、実施例1と同様の操作を行って、吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)と水とを連続的に混合した。即ち、上記吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)および水を、同一の位置から各々別々に供給した。

20

【0134】

この結果、上記連続押出式混合機1の排出口10から、比較用の含水ゲル状造粒物として、1mm～10mmの粒径を有する粒子状の含水ゲル状造粒物(6)が得られた。該含水ゲル状造粒物(6)には、継粉状の吸水性樹脂粉末が10%程度含まれていた。上記連続押出式混合機1内に付着した付着物の量並びにその付着状態を実施例1と同様の方法により評価した。この結果、水と吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)との混合物が、主に、上記連続押出式混合機1内における供給口7の周囲、並びに、上記供給口7の上流側、即ち、供給口3と供給口7との間に設けられた搅拌翼12…に付着し、混合開始から30分後には混合を続けることが困難となった。この時点における上記付着物の重量は1300gであった。

30

【0135】

さらに、得られた含水ゲル状造粒物(6)を、実施例1と同様の方法により乾燥、粉碎、分級した。この結果、粒径が105μm以下の粒子の割合が22重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂粉末(6)が得られた。

【0136】

以上のように、上記実施例および比較例の結果から、吸水性樹脂粉末を、水よりも下流にて供給することにより、吸水性樹脂粉末を水よりも上流にて供給した場合や吸水性樹脂粉末の供給位置と水の供給位置とを揃えた場合よりも、長期に渡って安定した混合を行うことができると共に、得られる含水ゲル状造粒物を乾燥、粉碎してなる吸水性樹脂粉末中に含まれる微粉末の発生量を低下させることができる（即ち、造粒強度をより一層高めることができる）ことが判る。

40

【0137】

また、上記比較例1・2では、上記連続押出式混合機1内における吸水性樹脂粉末(A<sub>2</sub>)の滞留時間が実施例1よりも長くなつたにも拘らず、得られた含水ゲル状造粒物中に継粉が含まれていた。このことから、吸水性樹脂粉末を水よりも上流あるいは水と同位置にて供給した場合、吸水性樹脂粉末と水との接触に部分的にムラが生じ、このことが、長期に渡って安定した混合を行うことができない要因の一つになっていることが窺える。

【0138】

【発明の効果】

本発明の請求項1記載の粉体の連続造粒方法は、以上のように、粉体と液体バインダと

50

を、攪拌部材の配列に沿って複数の供給口を有する連続押出式混合機に供給して混合することにより上記粉体を連續的に造粒する方法であって、上記粉体は、アクリル酸及び／またはその塩を主成分とする親水性单量体を重合及び架橋することにより得られた吸水性樹脂粉末であり、上記粉体を、上記液体バインダよりも下流にて供給する方法である。本発明の請求項2記載の粉体の連續造粒方法は、以上のように、上記液体バインダが水性液である方法である。本発明の請求項3記載の粉体の連續造粒方法は、以上のように、上記液体バインダの供給量が粉体100重量部に対して30重量部～400重量部の範囲内である方法である。本発明の請求項4記載の粉体の連續造粒方法は、以上のように、上記液体バインダの温度が40～100の範囲内である方法である。本発明の請求項5記載の粉体の連續造粒方法は、以上のように、上記粉体中における105μm以下の粒径を有する粉体の割合が50重量%以上である方法である。10

#### 【0139】

上記の構成によれば、上記連続押出式混合機内への付着物の付着量を低減させ、長時間連続して安定な造粒を行うことができると共に、造粒強度に優れた造粒物を得ることができるという効果を奏する。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態に係る粉体の造粒に用いられる連続押出式混合機の概略正面図である。

【図2】上記連続押出式混合機を一部断面にて示す構造図である。

【図3】図1に示す連続押出式混合機のA-A'線矢視断面図である。20

【図4】上記粉体として吸水性樹脂を用いた場合における該吸水性樹脂の造粒を含む製造工程の流れを示す説明図である。

#### 【符号の説明】

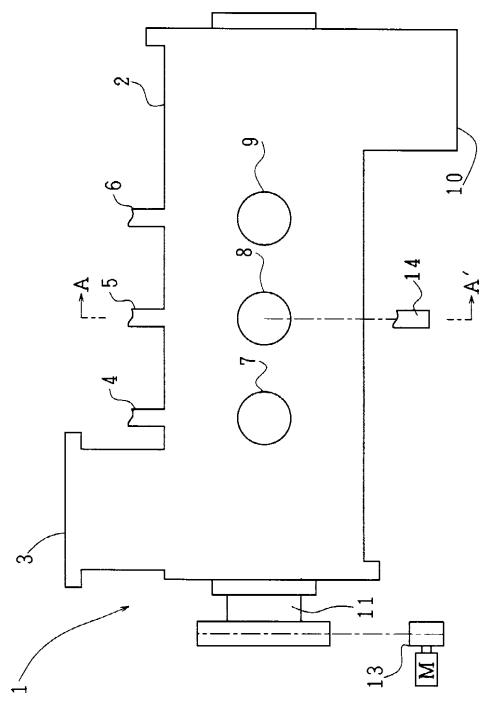
- 1 連続押出式混合機
- 2 ケーシング
- 3～9 供給口
- 10 排出口
- 11 回転軸
- 12 攪拌翼（攪拌部材）
- 21 吸水性樹脂粉末
- 22 液体バインダ
- 23 ガス
- 24 含水ゲル状造粒物

10

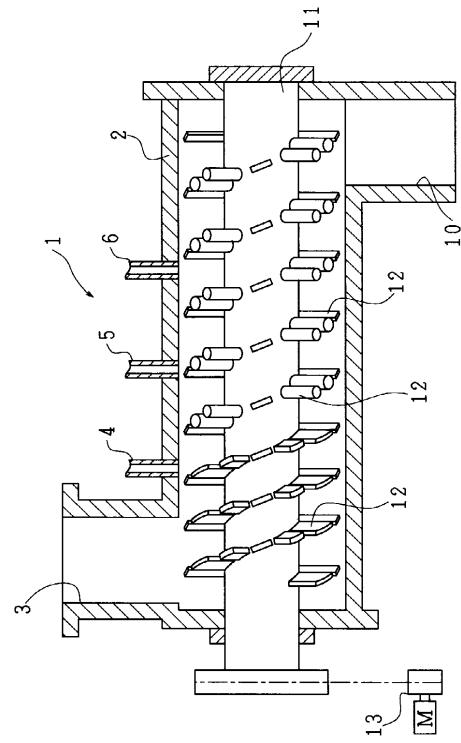
20

30

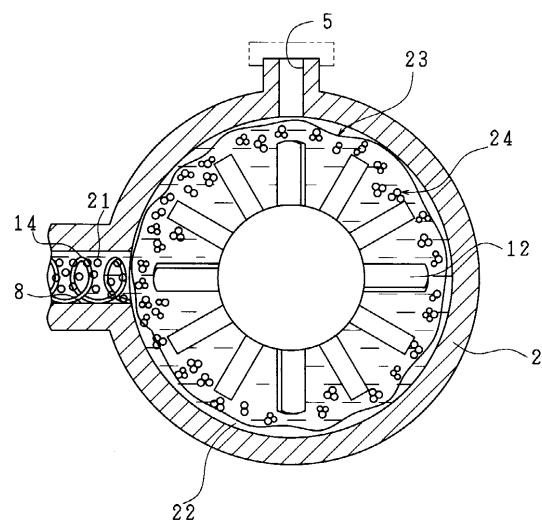
【図1】



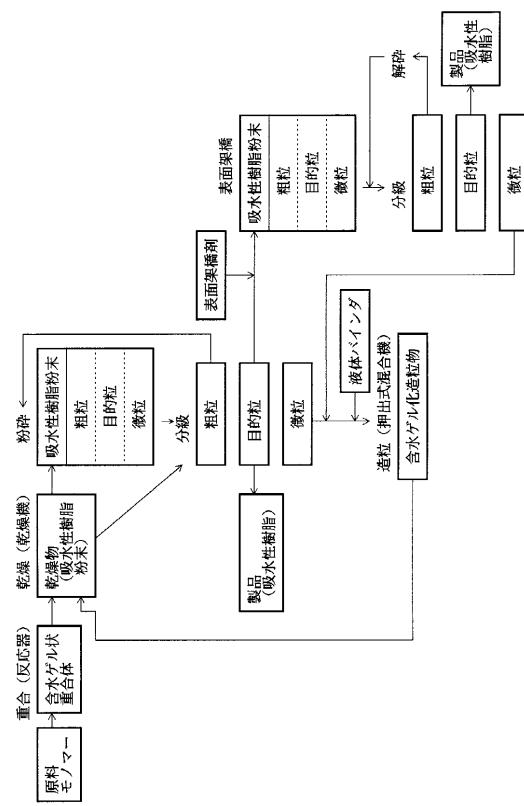
【図2】



【図3】



【図4】



---

フロントページの続き

(72)発明者 樋富 一尚

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 梶川 勝弘

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 山田 創一

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内

審査官 佐藤 健史

(56)参考文献 特開平03-143605 (JP, A)

特開平04-214734 (JP, A)

特開平03-152104 (JP, A)

特開平02-308820 (JP, A)

特開昭61-057624 (JP, A)

特開昭58-042602 (JP, A)

特開平10-113557 (JP, A)

特開昭53-081548 (JP, A)

特開昭61-101536 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B29B7/00 ~ 11/16

C08J3/00 ~ 3/28