

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成18年7月6日(2006.7.6)

【公表番号】特表2005-530906(P2005-530906A)

【公表日】平成17年10月13日(2005.10.13)

【年通号数】公開・登録公報2005-040

【出願番号】特願2004-517566(P2004-517566)

【国際特許分類】

C 08 F 6/10 (2006.01)

C 08 F 220/06 (2006.01)

【F I】

C 08 F 6/10

C 08 F 220/06

【手続補正書】

【提出日】平成18年5月18日(2006.5.18)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

(I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー、

(d) 重合媒体及び

(e) 塩素-又は臭素-含有酸化剤

を含む重合混合物を重合させて、架橋したヒドロゲルを形成せしめ；

(II) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；そして

(III) 前記ヒドロゲルを105℃より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

微粉碎工程(II)前、微粉碎工程(II)中又は微粉碎工程(II)後であって、工程(III)におけるヒドロゲルの実質的な乾燥の前に、Fe(I)イオン若しくはFe(II)イオン又は両者の混合物をヒドロゲルに添加する吸水性ポリマーの製造方法。

【請求項2】

(I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー、

(d) 重合媒体及び

(e) 塩素-又は臭素-含有酸化剤

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(II) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；そして

(III) 前記ヒドロゲルを105℃より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

工程(I)の前の重合混合物に、モノマーの総重量に基づき、1~20ppmの量でFe

e ( II ) イオン若しくは F e ( III ) イオン又は両者の混合物を添加する吸水性ポリマーの製造方法。

【請求項 3】

( I ) ( a ) 1 種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

( b ) 1 種又はそれ以上の架橋剤、

( c ) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる 1 種又はそれ以上の任意的なコモノマー、

( d ) 重合媒体及び

( e ) 塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

( II ) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；そして

( II I ) 前記ヒドロゲルを 105 より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

工程 ( I ) の前の重合混合物に F e ( III ) イオン添加する吸水性ポリマーの製造方法。

【請求項 4】

( I ) ( a ) 1 種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

( b ) 1 種又はそれ以上の架橋剤、

( c ) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる 1 種又はそれ以上の任意的なコモノマー及び

( d ) 重合媒体

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

( II ) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；

( II I ) 微粉碎工程 ( II ) 前、微粉碎工程 ( II ) 中又は微粉碎工程 ( II ) 後に前記ヒドロゲルに塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤を適用し；そして

( IV ) 前記ヒドロゲルを 105 より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

F e ( II ) イオン若しくは F e ( III ) イオン又は両者の混合物を：

( i ) 微粉碎工程 ( II ) 前又は

( ii ) 微粉碎工程 ( II ) 後であって、工程 ( IV ) のヒドロゲルの実質的乾燥前の工程の少なくとも 1 つの工程において添加する吸水性ポリマーの製造方法。

【請求項 5】

( I ) ( a ) 1 種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

( b ) 1 種又はそれ以上の架橋剤、

( c ) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる 1 種又はそれ以上の任意的なコモノマー及び

( d ) 重合媒体、

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

( II ) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；

( II I ) 微粉碎工程 ( II ) 前、微粉碎工程 ( II ) 中又は微粉碎工程 ( II ) 後に前記ヒドロゲルに塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤を適用し；そして

( IV ) 前記ヒドロゲルを 105 より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

F e ( II ) イオン若しくは F e ( III ) イオン又は両者の混合物を工程 ( I ) 前又は工程 ( I ) 中の重合混合物に、モノマーの総重量に基づき、 1 ~ 20 ppm の量で添加する吸水性ポリマーの製造方法。

【請求項 6】

( I ) ( a ) 1 種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

( b ) 1 種又はそれ以上の架橋剤、

( c ) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる 1 種又はそれ以上の任意的なコモノマー、

ノマー及び

(d) 重合媒体

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(I I) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；

(I I I) 微粉碎工程 (I I) 前、微粉碎工程 (I I) 中又は微粉碎工程 (I I) 後に前記ヒドロゲルに塩素-又は臭素-含有酸化剤を適用し；そして

(I V) 前記ヒドロゲルを 105 より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

Fe (I I I) イオンを工程 (I) 前の重合混合物に添加する吸水性ポリマーの製造方法。

【請求項 7】

(I V) 工程 (I I I) 後の乾燥ヒドロゲルを磨碎し、篩い分けし、そして熱処理することを更に含む請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

前記 Fe (I I) イオン若しくは Fe (I I I) イオン又は両者の混合物を、モノマーの総重量に基づき、1 ~ 20 ppm の総量で添加する請求項 1 又は 4 に記載の方法。

【請求項 9】

Fe (I I I) イオンを、モノマーの総重量に基づき、1 ~ 20 ppm の量で添加する請求項 3 又は 6 に記載の方法。

【請求項 10】

前記 Fe (I I) イオンが酢酸鉄 (I I) 、塩化鉄 (I I) 、硫酸鉄 (I I) 、酢酸鉄 (I I) 、臭化鉄 (I I) 、クエン酸鉄 (I I) 、乳酸鉄 (I I) 若しくは硝酸鉄 (I I) 又はそれらの混合物に由来する請求項 1, 2, 4 又は 5 に記載の方法。

【請求項 11】

表面架橋工程 (I V) を更に含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記 Fe (I I I) イオンが塩化鉄 (I I I) 、硫酸鉄 (I I I) 、臭化鉄 (I I I) 、クエン酸鉄 (I I I) 、乳酸鉄 (I I I) 、硝酸鉄 (I I I) 若しくはショウ酸鉄 (I I I) 又はそれらの混合物に由来する請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

前記塩素-又は臭素-含有酸化剤が塩素酸ナトリウム、塩素酸カリウム、臭素酸ナトリウム、臭素酸カリウム、亜塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸カリウム又はそれらの混合物からなる群から選ばれる請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

(I) (a) 1 種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1 種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる 1 種又はそれ以上の任意的なコモノマー及び

(g) 重合媒体、

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(I I) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；そして

(I I I) 前記ヒドロゲルを 105 より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

ポリマー生成物中の残留モノマーレベルを低下させるのに充分な条件下で、工程 (I I I) におけるヒドロゲルの実質的乾燥前に、(a) Fe (I I I) イオン及び (b) 少なくとも 1 種の塩素-又は臭素-含有酸化剤を独立に添加する吸水性ポリマーの製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0100

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0100】

全ての例から、数 ppm の鉄イオンの存在が、得られる吸収性ポリマー中の残留アクリル酸モノマーの濃度を減少させることがわかる。鉄イオンを最初のモノマー混合物に添加する場合には、調製工程中のどの時点でも鉄イオンを適用することができ、例えば、鉄塩は開始剤溶液と別個に又は一緒に添加することができる。あるいは、鉄イオンは、重合後の湿ったヒドロゲルに添加することもできる。

以下に本発明の態様を列挙する。

1. (I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー、

(d) 重合媒体及び

(e) 塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤

を含む重合混合物を重合させて、架橋したヒドロゲルを形成せしめ；

(II) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；そして

(III) 前記ヒドロゲルを105℃より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

微粉碎工程(II)前、微粉碎工程(II)中又は微粉碎工程(II)後であって、工程(III)におけるヒドロゲルの実質的な乾燥の前に、Fe(I)イオン若しくはFe(III)イオン又は両者の混合物をヒドロゲルに添加する吸水性ポリマーの製造方法。

2. (I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー、

(d) 重合媒体及び

(e) 塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(II) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；そして

(III) 前記ヒドロゲルを105℃より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

工程(I)の前の重合混合物に、モノマーの総重量に基づき、1~20ppmの量でFe(I)イオン若しくはFe(III)イオン又は両者の混合物を添加する吸水性ポリマーの製造方法。

3. (I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー、

(d) 重合媒体及び

(e) 塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(II) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；そして

(III) 前記ヒドロゲルを105℃より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

工程(I)の前の重合混合物にFe(III)イオン添加する吸水性ポリマーの製造方法。

4. (I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー、

ノマー及び

(d) 重合媒体

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(II) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；

(III) 微粉碎工程(II)前、微粉碎工程(II)中又は微粉碎工程(II)後に前記ヒドロゲルに塩素-又は臭素-含有酸化剤を適用し；そして

(IV) 前記ヒドロゲルを105より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

Fe(II)イオン若しくはFe(III)イオン又は両者の混合物を：

(i) 微粉碎工程(II)前又は

(ii) 微粉碎工程(II)後であって、工程(IV)のヒドロゲルの実質的乾燥前の工程の少なくとも1つの工程において添加する吸水性ポリマーの製造方法。

5. (I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー及び

(d) 重合媒体、

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(II) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；

(III) 微粉碎工程(II)前、微粉碎工程(II)中又は微粉碎工程(II)後に前記ヒドロゲルに塩素-又は臭素-含有酸化剤を適用し；そして

(IV) 前記ヒドロゲルを105より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

Fe(II)イオン若しくはFe(III)イオン又は両者の混合物を工程(I)前又は工程(I)中の重合混合物に、モノマーの総重量に基づき、1~20ppmの量で添加する吸水性ポリマーの製造方法。

6. (I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、

(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー及び

(d) 重合媒体

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(II) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；

(III) 微粉碎工程(II)前、微粉碎工程(II)中又は微粉碎工程(II)後に前記ヒドロゲルに塩素-又は臭素-含有酸化剤を適用し；そして

(IV) 前記ヒドロゲルを105より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

Fe(III)イオンを工程(I)前の重合混合物に添加する吸水性ポリマーの製造方法。

7. (IV) 工程(III)後の乾燥ヒドロゲルを磨碎し、篩い分けし、そして熱処理することを更に含む態様1に記載の方法。

8. (IV) 工程(III)後の乾燥ヒドロゲルを磨碎し、篩い分けし、そして熱処理することを更に含む態様2に記載の方法。

9. (IV) 工程(III)後の乾燥ヒドロゲルを磨碎し、篩い分けし、そして熱処理することを更に含む態様3に記載の方法。

10. (V) 工程(IV)後の乾燥ヒドロゲルを磨碎し、篩い分けし、そして熱処理することを更に含む態様4に記載の方法。

11. (V) 工程(IV)後の乾燥ヒドロゲルを磨碎し、篩い分けし、そして熱処理することを更に含む態様5に記載の方法。

12. (V) 工程(IV)後の乾燥ヒドロゲルを磨碎し、篩い分けし、そして熱処理す

ることを更に含む態様 6 に記載の方法。

13. 前記 Fe (II) イオン若しくは Fe (III) イオン又は両者の混合物を、モノマーの総重量に基づき、1~20 ppm の総量で添加する態様 1 に記載の方法。

14. Fe (III) イオンを、モノマーの総重量に基づき、1~20 ppm の量で添加する態様 3 に記載の方法。

15. 前記 Fe (II) イオン若しくは Fe (III) イオン又は両者の混合物を、モノマーの総重量に基づき、1~20 ppm の総量で添加する態様 4 に記載の方法。

16. Fe (III) イオンを、モノマーの総重量に基づき、1~20 ppm の量で添加する態様 6 に記載の方法。

17. 前記 Fe (II) イオンが酢酸鉄 (II) 、塩化鉄 (II) 、硫酸鉄 (II) 、酢酸鉄 (II) 、臭化鉄 (II) 、クエン酸鉄 (II) 、乳酸鉄 (II) 若しくは硝酸鉄 (II) 又はそれらの混合物に由来する態様 1 に記載の方法。

18. 表面架橋工程 (IV) を更に含む態様 1 に記載の方法。

19. 前記 Fe (III) イオンが塩化鉄 (III) 、硫酸鉄 (III) 、臭化鉄 (III) 、クエン酸鉄 (III) 、乳酸鉄 (III) 、硝酸鉄 (III) 若しくはショウ酸鉄 (III) 又はそれらの混合物に由来する態様 1 に記載の方法。

20. 工程 (III) からの乾燥ヒドロゲルを、熱処理工程 (IV) において、170~250 の温度に1~60分間加熱する態様 7 に記載の方法。

21. 前記塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤が塩素酸ナトリウム、塩素酸カリウム、臭素酸ナトリウム、臭素酸カリウム、亜塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸カリウム又はそれらの混合物からなる群から選ばれる態様 1 に記載の方法。

22. 前記塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤が塩素酸ナトリウム、塩素酸カリウム、臭素酸ナトリウム、臭素酸カリウム、亜塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸カリウム又はそれらの混合物からなる群から選ばれる態様 2 に記載の方法。

23. 前記塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤が塩素酸ナトリウム、塩素酸カリウム、臭素酸ナトリウム、臭素酸カリウム、亜塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸カリウム又はそれらの混合物からなる群から選ばれる態様 3 に記載の方法。

24. 前記塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤が塩素酸ナトリウム、塩素酸カリウム、臭素酸ナトリウム、臭素酸カリウム、亜塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸カリウム又はそれらの混合物からなる群から選ばれる態様 4 に記載の方法。

25. 前記塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤が塩素酸ナトリウム、塩素酸カリウム、臭素酸ナトリウム、臭素酸カリウム、亜塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸カリウム又はそれらの混合物からなる群から選ばれる態様 5 に記載の方法。

26. 前記塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤が塩素酸ナトリウム、塩素酸カリウム、臭素酸ナトリウム、臭素酸カリウム、亜塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸カリウム又はそれらの混合物からなる群から選ばれる態様 6 に記載の方法。

27. (I) (a) 1種又はそれ以上のエチレン系不飽和カルボキシル含有モノマー、(b) 1種又はそれ以上の架橋剤、

(c) カルボキシル含有モノマーと共に重合できる1種又はそれ以上の任意的なコモノマー及び

(g) 重合媒体、

を含む重合混合物を重合させて、架橋ヒドロゲルを形成せしめ；

(I I) 前記ヒドロゲルを粒子に微粉碎し；そして

(I I I) 前記ヒドロゲルを105より高い温度で乾燥させる工程を含んでなり、

ポリマー生成物中の残留モノマーレベルを低下させるのに充分な条件下で、工程 (I I I) におけるヒドロゲルの実質的乾燥前に、(a) Fe (III) イオン及び (b) 少なくとも1種の塩素 - 又は臭素 - 含有酸化剤を独立に添加する吸水性ポリマーの製造方法。