(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2022年1月27日(27.01.2022)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2022/019219 A1

(51) 国際特許分類:
C08F 20/06 (2006.01) *B01J 20/26* (2006.01)
A61F 13/53 (2006.01) *B01J 20/28* (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2021/026700

(22) 国際出願日： 2021年7月15日(15.07.2021)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(30) 優先権データ：
特願 2020-125175 2020年7月22日(22.07.2020) JP

(71) 出願人：住友精化株式会社(**SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.**) [JP/JP]；〒6750145 兵庫県加古郡播磨町宮西３４６番地の１ Hyogo (JP).

(72) 発明者：山本 朋依 (**YAMAMOTO, Tomoe**)；〒6728076 兵庫県姫路市飾磨区入船町１番地 住友精化株式会社内 Hyogo (JP).

(74) 代理人：田中 順也，外(**TANAKA, Junya** et al.)；〒5300005 大阪府大阪市北区中之島６－２－４０ 中之島インテス２１階 Osaka (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能)：AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能)：ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：
— 国際調査報告（条約第21条(3)）

WO 2022/019219 A1

(54) **Title:** WATER-ABSORBING RESIN COMPOSITION, ABSORBENT, AND ABSORPTIVE ARTICLE

(54) 発明の名称： 吸水性樹脂組成物、吸収体及び吸収性物品

(57) **Abstract:** Provided is a water-absorbing resin composition that is capable of achieving both high liquid diffusion and liquid leakage prevention in an absorbent. The present invention provides a water-absorbing resin composition, wherein: an electromotive force P(mV) of a first-washing washing liquid, obtained as a result of washing the water-absorbing resin composition by means of the washing method indicated below, is equal to or greater than 80 V; and the difference (P-Q) between the electromotive force P(mV) and an electromotive force Q(mV) of a second-washing washing liquid, obtained as a result of washing the water-absorbing resin composition by means of the washing method indicated below, is equal to or greater than 10 mV. (Washing method) A container in which a sieve having a mesh size of 36 μ m is attached to the bottom of a cylinder having an inner diameter of 60 mm is prepared. 1 g of the water-absorbing resin composition is evenly dispersed on the sieve in the container. A 200 mL beaker is placed under the sieve. 200 g of a physiological saline solution is rapidly introduced from above the water-absorbing resin composition and the physiological saline solution that has flowed down into the beaker is used as the first-washing washing liquid. Next, a new 200 mL beaker is placed under the sieve. An additional 200 g of the physiological saline solution is rapidly introduced from above the water-absorbing resin composition and the physiological saline solution that has flowed down into the beaker is used as the second-washing washing liquid.

［続葉有］

(57) 要約：吸収体の高い液拡散性と液漏れの抑制とを両立することができる、吸水性樹脂組成物を供する。 吸水性樹脂組成物であって、 前記吸水性樹脂組成物を下記の洗浄方法で洗浄することによって得られる１回目洗浄の洗浄液の起電力Ｐ（ｍＶ）が、８０Ｖ以上であり、 前記吸水性樹脂組成物を下記の洗浄方法で洗浄することによって得られる２回目洗浄の洗浄液の起電力Ｑ（ｍＶ）と、前記起電力Ｐ（ｍＶ）との差（Ｐ－Ｑ）が、１０ｍＶ以上である、吸水性樹脂組成物。（洗浄方法） 内径６０ｍｍの円筒の底に、網目３６μｍのふるい網が取り付けられた容器を用意する。前記容器内の前記ふるい網の上に、前記吸水性樹脂組成物１ｇを均一に散布する。前記ふるい網の下に、２００ｍＬ容のビーカーを設置する。前記吸水性樹脂組成物の上から、２００ｇの生理食塩水を素早く投入し、前記ビーカー内に流れ落ちた生理食塩水を１回目洗浄の洗浄液とする。次に、前記ふるい網の下に、２００ｍＬ容のビーカーを新たに設置する。前記吸水性樹脂組成物の上から、さらに２００ｇの生理食塩水を素早く投入し、前記ビーカー内に流れ落ちた生理食塩水を２回目洗浄の洗浄液とする。

明　細　書

発明の名称 ： 吸水性樹脂組成物、吸収体及び吸収性物品

技術分野

[0001] 本発明は、吸水性樹脂組成物、吸収体及び吸収性物品に関し、より詳しくは、紙オムツ、生理用ナプキン、失禁用パッド等の衛生材料に好適に用いられる吸収体を構成する吸水性樹脂組成物、吸収体及び吸収性物品に関する。

背景技術

[0002] 吸水性樹脂粒子は、近年、紙オムツ、生理用ナプキン、失禁用パッド等の衛生材料の分野に広く使用されている。

[0003] このような吸水性樹脂粒子としては、アクリル酸部分中和塩重合体架橋物が、優れた吸水能を有するとともに、その原料であるアクリル酸の工業的な入手が容易であるため、品質が一定で且つ安価に製造でき、しかも腐敗や劣化がおこりにくい等の数々の利点を有することから、好ましい吸水性樹脂粒子であるとされている（例えば特許文献１参照）。

[0004] 一方、紙オムツ、生理用ナプキン、失禁用パッド等の吸収性物品は、主として中心部に配された、身体から排泄される尿、経血等の体液を吸収、保持する吸収体と、身体に接する側に配された液透過性の表面シート（トップシート）と、身体と接する反対側に配された液不透過性の裏面シート（バックシート）から構成されている。また、吸収体は、通常、パルプ等の親水性繊維と吸水性樹脂粒子とから構成されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開平３－２２７３０１号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] このような吸収性物品において、吸収体に含まれる吸水性樹脂粒子の吸水速度は速いことが求められるものの、吸水速度が速すぎると、吸収体に液が

投入された際、液が投入された箇所において、吸水性樹脂粒子が液を素早く吸収し、吸収体全体にまで液が拡がりにくく、吸収体の広い範囲が有効活用されないことがある。このような場合、吸収体に複数回投入された液が、投入部周辺の吸水性樹脂粒子周辺に滞留して局所的に飽和に至り、吸収されなかった液が逆戻り現象（すなわち、吸収体からの液の戻り現象であり、吸収体を手で触ったときに濡れとして感じる）が生じるという問題がある。

[0007] 液を吸収体全体に拡散させ、吸収体の逆戻りを抑制する方法として、吸水速度を低速度化させた吸水性樹脂を用いる方法がある。しかしながら、吸水速度を低速化させた吸水性樹脂を用いることで液拡散性が向上し、逆戻りが抑制される一方、その拡散性により、液が複数回に亘って投入されると、液が吸収体の端部にまで到達し、吸収体の端部から液漏れするおそれがある。

[0008] このような状況下、本発明は、吸収体の高い液拡散性と液漏れの抑制とを両立することができる、吸水性樹脂組成物を供することを主な目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 本発明者は、上記課題を解決するために鋭意検討し、液を吸収体全体に拡散させ、吸収体の逆戻りを抑制する方法として、吸水性樹脂組成物の近傍に酸性化合物などを存在させ、表面近傍のイオン濃度を高めて一時的に水性液との親和性を抑制しつつ、その後に吸水性樹脂組成物の表面近傍のイオン濃度を低下させることにより、吸収体の液拡散性を高めつつ、端部からの液漏れを抑制できるのではないかと考えた。具体的には、１回目に液が吸収体に投入された際には、吸水性樹脂粒子近傍の酸性化合物が液に溶解し、表面近傍のイオン濃度を高められることで、吸水性樹脂粒子の液との親和性が抑制され、吸収体の広範囲に液が拡散する。２回目以降に液が吸収体に投入された際には、吸水性樹脂粒子近傍の酸性化合物が液とともに拡散することで表面近傍のイオン濃度が低下し、吸水性樹脂粒子が高い吸水性を発揮し、液が吸収体の端部にまで到達し吸収体の端部から液漏れすることが好適に抑制されるとの考えに至った。本発明は、このような知見に基づき、さらに鋭意検討を重ねて完成した発明である。

[0010] すなわち、本発明は、下記の構成を備える発明を提供する。

項１． 吸水性樹脂組成物であって、

前記吸水性樹脂組成物を下記の洗浄方法で洗浄することによって得られる１回目洗浄の洗浄液の起電力Ｐ（ｍＶ）が、８０ｍＶ以上であり、

前記吸水性樹脂組成物を下記の洗浄方法でさらに洗浄することによって得られる２回目洗浄の洗浄液の起電力Ｑ（ｍＶ）と、前記起電力Ｐ（ｍＶ）との差（Ｐ－Ｑ）が、１０ｍＶ以上である、吸水性樹脂組成物。

（洗浄方法）

内径６０ｍｍの円筒の底に、網目３６μｍのふるい網が取り付けられた容器を用意する。前記容器内の前記ふるい網の上に、前記吸水性樹脂組成物１ｇを均一に散布する。前記ふるい網の下に、２００ｍＬ容のビーカーを設置する。前記吸水性樹脂組成物の上から、２００ｇの生理食塩水を素早く投入し、前記ビーカー内に流れ落ちた生理食塩水を１回目洗浄の洗浄液とする。次に、前記ふるい網の下に、２００ｍＬ容のビーカーを新たに設置する。前記吸水性樹脂組成物の上から、さらに２００ｇの生理食塩水を素早く投入し、前記ビーカー内に流れ落ちた生理食塩水を２回目洗浄の洗浄液とする。

項２． 前記２回目洗浄の洗浄液の起電力Ｑ（ｍＶ）が、１３０ｍＶ以下である、項１に記載の吸水性樹脂組成物。

項３． 前記吸水性樹脂組成物の生理食塩水吸水量が３０～８０ｇ／ｇである、項１又は２に記載の吸水性樹脂組成物。

項４． 前記吸水性樹脂組成物は、吸水性樹脂粒子と酸性化合物とを含む、項１～３のいずれか１項に記載の吸水性樹脂組成物。

項５． 前記吸水性樹脂粒子の中位粒子径が２００～６００μｍであり、前記酸性化合物の中位粒子径が２０～６００μｍである、項４に記載の吸水性樹脂組成物。

項６． 前記吸水性樹脂粒子１００質量部に対して、前記酸性化合物を０．０５～３０質量部含む、項４又は５に記載の吸水性樹脂組成物。

項７． 前記酸性化合物の中位粒子径Ｓ（μｍ）に対する、前記吸水性樹脂

粒子の中位粒子径Ｔ（μｍ）の比（Ｔ／Ｓ）が、０．１～３０である、項４～６のいずれか１項に記載の吸水性樹脂組成物。

項８．　前記酸性化合物の第１酸解離定数が０．１～５．０である、項４～７のいずれか１項に記載の吸水性樹脂組成物。

項９．　項１～８のいずれかに記載の吸水性樹脂組成物を含んでなる、吸収体。

項１０．　項９に記載の吸収体を含んでなる、吸収性物品。

発明の効果

[0011] 本発明によれば、吸収体の高い液拡散性と液漏れの抑制とを両立することができる、吸水性樹脂組成物を提供することができる。さらに、本発明によれば、当該吸水性樹脂組成物を用いた吸収体及び吸収性物品を提供することもできる。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]吸水性樹脂組成物洗浄液の起電力の測定に用いる試験装置の模式図である。

[図2]吸収性物品の液漏れ（横モレ）試験に用いる試験装置の模式図である。

発明を実施するための形態

[0013] １．吸水性樹脂組成物

本発明の吸水性樹脂組成物は、吸水性樹脂組成物を下記の洗浄方法で洗浄することによって得られる１回目洗浄の洗浄液の起電力Ｐ（ｍＶ）が、８０ｍＶ以上である。さらに、吸水性樹脂組成物を下記の洗浄方法で洗浄することによって得られる２回目洗浄の洗浄液の起電力Ｑ（ｍＶ）と、起電力Ｐ（ｍＶ）との差（Ｐ－Ｑ）が、１０ｍＶ以上である。

[0014] （洗浄方法）

内径６０ｍｍの円筒の底に、網目３６μｍのふるい網が取り付けられた容器を用意する。前記容器内の前記ふるい網の上に、前記吸水性樹脂組成物１ｇを均一に散布する。前記ふるい網の下に、２００ｍＬ容のビーカーを設置する。前記吸水性樹脂組成物の上から、２００ｇの生理食塩水を素早く投入

し、前記ビーカー内に流れ落ちた生理食塩水を１回目洗浄の洗浄液とする。次に、前記ふるい網の下に、２００ｍＬ容のビーカーを新たに設置する。前記吸水性樹脂組成物の上から、さらに２００ｇの生理食塩水を素早く投入し、前記ビーカー内に流れ落ちた生理食塩水を２回目洗浄の洗浄液とする。具体的な洗浄方法については、実施例に記載の通りである。

[0015] このような特徴を備える本発明の吸水性樹脂組成物を吸収体に適用することにより、吸収体の高い液拡散性と液漏れの抑制とを両立することができる。この機序については、次のように考えることができる。

[0016] 吸水性樹脂組成物の吸水挙動は、高イオン濃度である吸水性樹脂組成物（例えばポリアクリル酸ナトリウム部分中和物を含む）と、被吸収液（相対的に低イオン濃度である）との間に生じる浸透圧によって生じる。従って、被吸収液中のイオン濃度が高くなると浸透圧が小さくなり、吸水力も弱まり、吸水量や吸水速度等の吸水特性が低下する。さらに、液中のイオン濃度は起電力と正の相関があり、液の起電力が高いほどイオン濃度が高いことを示す。そのため、液の起電力が大きくなると吸水性樹脂組成物の吸水特性が低下する。酸性化合物などが吸水性樹脂粒子の近傍に存在する吸水性樹脂組成物は、初回の吸水時に吸水性樹脂粒子近傍の酸性化合物が局所で溶解し、吸水性樹脂組成物の表面近傍のイオン濃度が高まり、吸水特性が低下する。これによって、吸収体の液拡散性が向上し、吸収体の液の逆戻りが抑制される。さらに、酸性化合物が吸収体内で拡散する、又は吸水性樹脂粒子に吸収されることにより、吸水性樹脂組成物表面近傍のイオン濃度は低下する。そのため、２回目や３回目の液吸収時の吸水性樹脂組成物は、吸水特性の低下が抑制される。そのため、液拡散よりも液吸収が優るようになり、液が複数回投入された場合の吸収体端部からの液漏れが抑制される。以下、本発明の吸水性樹脂組成物について詳述する。

[0017] 本発明の効果をより好適に発揮する観点から、１回目洗浄の洗浄液の起電力Ｐ（ｍＶ）は、８０ｍＶ以上であり、好ましくは９０ｍＶ以上、より好ましくは１００ｍＶ以上、さらに好ましくは１２０ｍＶ以上である。また、起

電力Ｐ（ｍＶ）は、好ましくは２３０ｍＶ以下、より好ましくは２００ｍＶ以下、さらに好ましくは１９０ｍＶ以下、よりさらに好ましくは１８０ｍＶ以下である。起電力Ｐ（ｍＶ）の範囲は、好ましくは８０～２３０ｍＶ、より好ましくは９０～２００ｍＶ、さらに好ましくは１００～１９０ｍＶ、よりさらに好ましくは１２０～１８０ｍＶである。

[0018] また、本発明の効果をより好適に発揮する観点から、２回目洗浄の洗浄液の起電力Ｑ（ｍＶ）は、好ましくは２０ｍＶ以上、より好ましくは３０ｍＶ以上、さらに好ましくは４０ｍＶ以上、よりさらに好ましくは５０ｍＶ以上である。また、起電力Ｑ（ｍＶ）は、好ましくは１４５ｍＶ以下、より好ましくは１２５ｍＶ以下、さらに好ましくは１００ｍＶ以下、よりさらに好ましくは９０ｍＶ以下である。起電力Ｑ（ｍＶ）の範囲は、好ましくは２０～１４５ｍＶ、より好ましくは３０～１２５ｍＶ、さらに好ましくは４０～１００ｍＶ、よりさらに好ましくは５０～９０ｍＶである。

[0019] また、本発明の効果をより好適に発揮する観点から、起電力Ｑ（ｍＶ）と起電力Ｐ（ｍＶ）との差（Ｐ－Ｑ）は、１０ｍＶ以上であり、好ましくは２５ｍＶ以上、より好ましくは３５ｍＶ以上、さらに好ましくは５０ｍＶ以上である。また、当該差（Ｐ－Ｑ）は、好ましくは２００ｍＶ以下、より好ましくは１５０ｍＶ以下、さらに好ましくは１３０ｍＶ以下、よりさらに好ましくは１１０ｍＶ以下である。当該差（Ｐ－Ｑ）の範囲は、好ましくは１０～２００ｍＶ、より好ましくは２５～１５０ｍＶ、さらに好ましくは３５～１３０ｍＶ、よりさらに好ましくは５０～１１０ｍＶである。

[0020] 本発明の吸水性樹脂組成物の生理食塩水吸水量は、吸収性物品において液漏れ性能を高めやすくなる観点から、３０ｇ／ｇ以上、３５ｇ／ｇ以上、４０ｇ／ｇ以上、４５ｇ／ｇ以上、５０ｇ／ｇ以上、又は５５ｇ／ｇ以上が好ましい。また、吸水量は、吸収性物品において液拡散性能を高めやすくなる観点から、８０ｇ／ｇ以下、７５ｇ／ｇ以下、７０ｇ／ｇ以下、６５ｇ／ｇ以下、６０ｇ／ｇ以下、又は６３ｇ／ｇ以下が好ましい。これらの観点から、保水量は３０～８０ｇ／ｇが好ましく、４５～６５ｇ／ｇがより好ましい

。

[0021] 本発明の吸水性樹脂組成物の起電力Ｐ（ｍＶ）、起電力Ｑ（ｍＶ）と起電力Ｐ（ｍＶ）との差（Ｐ－Ｑ）、さらには起電力Ｑ（ｍＶ）を前記所定の値に設定し、本発明の効果をより好適に発揮する観点から、吸水性樹脂組成物は吸水性樹脂粒子と酸性化合物とを含むことが好ましい。より具体的には、本発明の吸水性樹脂組成物において、酸性化合物が吸水性樹脂粒子の表面の少なくとも一部に存在していることが好ましい。例えば、吸水性樹脂粒子と酸性化合物とを固相の状態で混合することにより、本発明の効果を発現できる程度に、吸水性樹脂組成物の表面に酸性化合物を存在させることができる。

[0022] 前述の通り、液中のイオン濃度は起電力と正の相関があり、液の起電力が高いほどイオン濃度が高いことを示す。酸性化合物が吸水性樹脂粒子の近傍に存在している吸水性樹脂組成物は、初回の吸水時に表面の酸性化合物が局所で溶解し、吸水性樹脂組成物の表面近傍のイオン濃度が高まり、液の起電力が高められる。本発明の吸水性樹脂組成物に酸性化合物が含まれる場合、本発明の吸水性樹脂組成物の起電力Ｐ（ｍＶ）、起電力Ｑ（ｍＶ）と起電力Ｐ（ｍＶ）との差（Ｐ－Ｑ）、さらには起電力Ｑ（ｍＶ）を前記所定の値に設定し、本発明の効果をより好適に発揮する観点から、酸性化合物は、常温（２５℃）及び常圧（１ａｔｍ）環境で固体であることが好ましい。同様の観点から、酸性化合物は、水溶性であることが好ましい。なお、本発明における水溶性とは、常温及び常圧環境において、水に０．５質量％以上の溶解性を示すことをいう。

[0023] 同様の観点から、酸性化合物の第１酸解離定数は、好ましくは０．１～５．０、より好ましくは０．５～４．５、さらに好ましくは１．０～４．０である。また、酸性化合物に第２酸解離定数がある場合、第２酸解離定数は、好ましくは２．０～７．０、より好ましくは２．５～６．５、さらに好ましくは３．０～６．０である。また、酸性化合物に第３酸解離定数がある場合、第３酸解離定数は、好ましくは３．０～７．０、より好ましくは３．５～

６．５、さらに好ましくは４．０～６．０である。

[0024] 同様の観点から、酸性化合物の中位粒子径は、好ましくは２０～６００μｍ、より好ましくは３０～５００μｍ程度、さらに好ましくは４０～４００μｍ程度である。酸性化合物の中位粒子径は、ＪＩＳ標準篩を用いて測定することができ、具体的には、実施例に記載の方法により測定した値である。

[0025] 同様の観点から、酸性化合物の中位粒子径Ｓ（μｍ）に対する、吸水性樹脂粒子の中位粒子径Ｔ（μｍ）の比（Ｔ／Ｓ）は、好ましくは０．１～３０、より好ましくは０．５～２０、さらに好ましくは０．８～１５、よりさらに好ましくは１．０～１０である。

[0026] 酸性化合物は、好ましくは有機酸であり、有機酸の中でも特に酒石酸、クエン酸、リンゴ酸、フマル酸、ソルビン酸、マレイン酸、サリチル酸、コハク酸、アジピン酸、グルタル酸、グリコール酸、フタル酸、マンデル酸、安息香酸が好ましく、酒石酸、クエン酸、リンゴ酸、フマル酸がより好ましい。本発明の吸水性樹脂組成物に含まれる酸性化合物は、１種類であってもよいし、２種類以上であってもよい。

[0027] 本発明の効果をより好適に発揮する観点から、本発明の吸水性樹脂組成物における酸性化合物の含有率は、吸水性樹脂粒子１００質量部に対して、好ましくは０．０５～３０質量部、より好ましくは０．１～２０質量部、さらに好ましくは０．５～１５質量部、よりさらに好ましくは１～１０質量部である。

[0028] 次に、本発明の吸水性樹脂組成物に含まれる吸水性樹脂粒子について詳述する。

[0029]（吸水性樹脂粒子）

本発明の吸水性樹脂組成物に含まれる吸水性樹脂粒子は、水溶性エチレン性不飽和単量体の重合物を架橋したもの、すなわち水溶性エチレン性不飽和単量体に由来する構造単位を有する架橋重合体により構成されている。

[0030] 吸水性樹脂は、通常、粒子状である。吸水性樹脂粒子は、中位粒子径が２００～６００μｍであることが好ましく、２００～５００μｍであることが

より好ましく、２５０～４５０μｍであることがさらに好ましい。すなわち、本発明の吸水性樹脂組成物についても、中位粒子径が２００～６００μｍであることが好ましく、２００～５００μｍであることがより好ましく、２５０～４５０μｍであることがさらに好ましく、３００～４２５μｍであることがよりさらに好ましい。

[0031] なお、吸水性樹脂粒子は、各々が単一の粒子からなる形態のほかに、微細な粒子（一次粒子）が凝集した形態（二次粒子）であってもよい。一次粒子の形状としては、略球状、不定形破砕状、板状等が挙げられる。逆相懸濁重合によって製造される一次粒子である場合には、真球状、楕円球状等のような円滑な表面形状を有する略球状の単粒子形状が挙げられるが、このような形状の一次粒子は、表面形状が円滑であることにより、粉体としての流動性が高くなるうえ、凝集した粒子が密に充填されやすいために衝撃を受けても破壊されにくく、粒子強度が高い吸水性樹脂粒子となる。

[0032] 吸水性樹脂粒子の中位粒子径は、ＪＩＳ標準篩を用いて測定することができ、具体的には、実施例に記載の方法により測定した値である。

[0033] 水溶性エチレン性不飽和単量体の重合方法は、代表的な重合法である水溶液重合法、乳化重合法、逆相懸濁重合法等が用いられる。水溶液重合法では、水溶性エチレン性不飽和単量体水溶液を、必要に応じて攪拌しながら、加熱することにより重合が行われる。また、逆相懸濁重合法では、水溶性エチレン性不飽和単量体を、炭化水素分散媒中、攪拌下で加熱することにより重合が行われる。精密な重合反応制御と広範な粒子径の制御が可能な観点から逆相懸濁重合法が好ましく用いられる。

[0034] 吸水性樹脂粒子に関して、その製造方法の一例を、以下に説明する。

[0035] 吸水性樹脂粒子の製造方法の具体例としては、水溶性エチレン性不飽和単量体を炭化水素分散媒中で逆相懸濁重合させて吸水性樹脂粒子を製造する方法において、ラジカル重合開始剤の存在下において重合を行う工程と、重合で得られた含水ゲル状物に後架橋剤の存在下に後架橋する工程とを有する製造方法が挙げられる。なお、本発明の吸水性樹脂粒子の製造方法においては

、必要に応じて水溶性エチレン性不飽和単量体に内部架橋剤を添加して内部架橋構造を有する含水ゲル状物としてもよい。

[0036] ＜重合工程＞

［水溶性エチレン性不飽和単量体］

水溶性エチレン性不飽和単量体としては、例えば、（メタ）アクリル酸（本明細書においては、「アクリル」及び「メタクリル」を合わせて「（メタ）アクリル」と表記する。以下同様）及びその塩；２－（メタ）アクリルアミド－２－メチルプロパンスルホン酸及びその塩；（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、Ｎ－メチロール（メタ）アクリルアミド、ポリエチレングリコールモノ（メタ）アクリレート等の非イオン性単量体；Ｎ，Ｎ－ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、Ｎ，Ｎ－ジエチルアミノプロピル（メタ）アクリレート、ジエチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミド等のアミノ基含有不飽和単量体及びその４級化物等が挙げられる。これらの水溶性エチレン性不飽和単量体の中でも、工業的に入手が容易であること等の観点から、（メタ）アクリル酸又はその塩、（メタ）アクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチルアクリルアミドが好ましく、（メタ）アクリル酸及びその塩がより好ましい。なお、これらの水溶性エチレン性不飽和単量体は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせて用いてもよい。

[0037] これらの中でも、アクリル酸及びその塩が吸水性樹脂の原材料として広く用いられており、これらアクリル酸及び／又はその塩に、前述の他の水溶性エチレン性不飽和単量体を共重合させて用いる場合もある。この場合、アクリル酸及び／又はその塩は、主となる水溶性エチレン性不飽和単量体として、総水溶性エチレン性不飽和単量体に対して７０～１００モル％用いられることが好ましい。

[0038] 水溶性エチレン性不飽和単量体は、水溶液の状態で炭化水素分散媒中に分散されて、逆相懸濁重合に供されるのが好ましい。水溶性エチレン性不飽和単量体は、水溶液とすることにより、炭化水素分散媒中での分散効率を上昇

させることができる。この水溶液における水溶性エチレン性不飽和単量体の濃度としては、２０質量％～飽和濃度以下の範囲であることが好ましい。また、水溶性エチレン性不飽和単量体の濃度としては、５５質量％以下であることがより好ましく、５０質量％以下であることがさらに好ましく、４５質量％以下であることがよりさらに好ましい。一方、水溶性エチレン性不飽和単量体の濃度としては２５質量％以上であることがより好ましく、２８質量％以上であることがさらに好ましく、３０質量％以上であることがよりさらに好ましい。

[0039] 水溶性エチレン性不飽和単量体が、（メタ）アクリル酸、２－（メタ）アクリルアミド－２－メチルプロパンスルホン酸等のように酸基を有する場合、必要に応じてその酸基が予めアルカリ性中和剤により中和されたものを用いてもよい。このようなアルカリ性中和剤としては、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸カリウム等のアルカリ金属塩；アンモニア等が挙げられる。また、これらのアルカリ性中和剤は、中和操作を簡便にするために水溶液の状態にして用いてもよい。なお、上述したアルカリ性中和剤は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせて用いてもよい。

[0040] アルカリ性中和剤による水溶性エチレン性不飽和単量体の中和度としては、水溶性エチレン性不飽和単量体が有する全ての酸基に対する中和度として、１０～１００モル％であることが好ましく、３０～９０モル％であることがより好ましく、４０～８５モル％であることがさらに好ましく、５０～８０モル％であることがよりさらに好ましい。

[0041] ［ラジカル重合開始剤］

当該重合工程に添加されるラジカル重合開始剤としては、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム等の過硫酸塩類、メチルエチルケトンパーオキシド、メチルイソブチルケトンパーオキシド、ジ－ｔ－ブチルパーオキシド、ｔ－ブチルクミルパーオキシド、ｔ－ブチルパーオキシアセテート、ｔ－ブチルパーオキシイソブチレート、ｔ－ブチルパーオ

キシピバレート、過酸化水素等の過酸化物類、並びに、２，２’－アゾビス（２－アミジノプロパン）２塩酸塩、２，２’－アゾビス〔２－（Ｎ－フェニルアミジノ）プロパン〕２塩酸塩、２，２’－アゾビス〔２－（Ｎ－アリルアミジノ）プロパン〕２塩酸塩、２，２’－アゾビス｛２－〔１－（２－ヒドロキシエチル）－２－イミダゾリン－２－イル〕プロパン｝２塩酸塩、２，２’－アゾビス｛２－メチル－Ｎ－〔１，１－ビス（ヒドロキシメチル）－２－ヒドロキシエチル〕プロピオンアミド｝、２，２’－アゾビス〔２－メチル－Ｎ－（２－ヒドロキシエチル）－プロピオンアミド〕、４，４’－アゾビス（４－シアノ吉草酸）等のアゾ化合物等を挙げることができる。これらのラジカル重合開始剤の中でも、入手が容易で取り扱いやすいという観点から、好ましくは、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム及び２，２’－アゾビス（２－アミジノプロパン）２塩酸塩が挙げられる。これらラジカル重合開始剤は、単独で用いても、２種以上を組み合わせて用いてもよい。また、前記ラジカル重合開始剤は、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム、硫酸第一鉄、及びＬ－アスコルビン酸等の還元剤と併用して、レドックス重合開始剤として用いることもできる。

[0042] ラジカル重合開始剤の使用量としては、例えば、水溶性エチレン性不飽和単量体１モルに対して０．００００５～０．０１モルが挙げられる。このような使用量を充足することにより、急激な重合反応が起こるのを回避し、且つ重合反応を適切な時間で完了させることができる。

[0043] ［内部架橋剤］

内部架橋剤としては、使用する水溶性エチレン性不飽和単量体の重合体を架橋できるものが挙げられ、例えば、（ポリ）エチレングリコール〔「（ポリ）」とは「ポリ」の接頭語がある場合とない場合を意味する。以下同様〕、（ポリ）プロピレングリコール、１，４－ブタンジオール、トリメチロールプロパン、（ポリ）グリセリン等のジオール、トリオール等のポリオール類と（メタ）アクリル酸、マレイン酸、フマル酸等の不飽和酸とを反応させて得られる不飽和ポリエステル類；Ｎ，Ｎ－メチレンビスアクリルアミド等

のビスアクリルアミド類；ポリエポキシドと（メタ）アクリル酸とを反応させて得られるジ（メタ）アクリル酸エステル類又はトリ（メタ）アクリル酸エステル類；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ポリイソシアネートと（メタ）アクリル酸ヒドロキシエチルとを反応させて得られるジ（メタ）アクリル酸カルバミルエステル類；アリル化澱粉、アリル化セルロース、ジアリルフタレート、Ｎ，Ｎ’，Ｎ’’－トリアリルイソシアヌレート、ジビニルベンゼン等の重合性不飽和基を２個以上有する化合物；（ポリ）エチ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、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテル等のジグリシジル化合物、トリグリシジル化合物等のポリグリシジル化合物；エピクロルヒドリン、エピブロムヒドリン、α－メチルエピクロルヒドリン等のエピハロヒドリン化合物；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イソシアネート化合物等の反応性官能基を２個以上有する化合物；３－メチル－３－オキセタンメタノール、３－エチル－３－オキセタンメタノール、３－ブチル－３－オキセタンメタノール、３－メチル－３－オキセタンエタノール、３－エチル－３－オキセタンエタノール、３－ブチル－３－オキセタンエタノール等のオキセタン化合物等が挙げられる。これらの内部架橋剤の中でも、不飽和ポリエステル類、又はポリグリシジル化合物を用いることが好ましく、ジグリシジルエーテル化合物を用いることがより好ましく、（ポリ）エチ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、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテルを用いることが好ましい。これらの内部架橋剤は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせて用いてもよい。

[0044] 内部架橋剤の使用量としては、水溶性エチレン性不飽和単量体１モルに対して、０．０００００１～０．０２モルであることが好ましく、０．００００１～０．０１モルであることがより好ましく、０．００００１～０．００５モルであることがさらに好ましく、０．００００５～０．００２モルであ

ることがよりさらに好ましい。

[0045] ［炭化水素分散媒］

炭化水素分散媒としては、例えば、ｎ－ヘキサン、ｎ－ヘプタン、２－メチルヘキサン、３－メチルヘキサン、２，３－ジメチルペンタン、３－エチルペンタン、ｎ－オクタン等の炭素数６～８の脂肪族炭化水素；シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、シクロペンタン、メチルシクロペンタン、ｔｒａｎｓ－１，２－ジメチルシクロペンタン、ｃｉｓ－１，３－ジメチルシクロペンタン、ｔｒａｎｓ－１，３－ジメチルシクロペンタン等の脂環族炭化水素；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素等が挙げられる。これらの炭化水素分散媒の中でも、特に、工業的に入手が容易であり、品質が安定しており且つ安価である点で、ｎ－ヘキサン、ｎ－ヘプタン、シクロヘキサンが好適に用いられる。これらの炭化水素分散媒は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせて用いてもよい。なお、炭化水素分散媒の混合物の例としては、エクソールヘプタン（エクソンモービル社製：ヘプタン及びその異性体の炭化水素７５～８５質量％含有）等の市販品を用いても好適な結果を得ることができる。

[0046] 炭化水素分散媒の使用量としては、水溶性エチレン性不飽和単量体を均一に分散し、重合温度の制御を容易にする観点から、第１段目の水溶性エチレン性不飽和単量体１００質量部に対して、１００～１５００質量部であることが好ましく、２００～１４００質量部であることがより好ましい。なお、後述するが、逆相懸濁重合は、１段（単段）もしくは２段以上の多段で行われ、上述した第１段目の重合とは、単段重合もしくは多段重合における１段目の重合反応を意味する（以下も同様）。

[0047] ［分散安定剤］

（界面活性剤）

逆相懸濁重合では、水溶性エチレン性不飽和単量体の炭化水素分散媒中での分散安定性を向上させるために、分散安定剤を用いることもできる。その分散安定剤としては、界面活性剤を用いることができる。

[0048] 界面活性剤としては、例えば、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、アルキルアリルホルムアルデヒド縮合ポリオキシエチレンエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、ポリオキシエチレンポリオキシプロピルアルキルエーテル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、アルキルグルコシド、Ｎ－アルキルグルコンアミド、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレンアルキルエーテルのリン酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテルのリン酸エステル等を用いることができる。これらの界面活性剤の中でも、特に、単量体の分散安定性の面から、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステルを用いることが好ましい。これらの界面活性剤は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせて用いてもよい。

[0049] 界面活性剤の使用量としては、第１段目の水溶性エチレン性不飽和単量体１００質量部に対して、好ましくは０．１～３０質量部であることが好ましく、０．３～２０質量部であることがより好ましい。

[0050] （高分子系分散剤）

また、逆相懸濁重合で用いられる分散安定剤としては、上述した界面活性剤と共に、高分子系分散剤を併せて用いてもよい。

[0051] 高分子系分散剤としては、例えば、無水マレイン酸変性ポリエチレン、無水マレイン酸変性ポリプロピレン、無水マレイン酸変性エチレン・プロピレン共重合体、無水マレイン酸変性ＥＰＤＭ（エチレン・プロピレン・ジエン・ターポリマー）、無水マレイン酸変性ポリブタジエン、無水マレイン酸・エチレン共重合体、無水マレイン酸・プロピレン共重合体、無水マレイン酸

・エチレン・プロピレン共重合体、無水マレイン酸・ブタジエン共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・プロピレン共重合体、酸化型ポリエチレン、酸化型ポリプロピレン、酸化型エチレン・プロピレン共重合体、エチレン・アクリル酸共重合体、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース等が挙げられる。これらの高分子系分散剤の中でも、特に、単量体の分散安定性の面から、無水マレイン酸変性ポリエチレン、無水マレイン酸変性ポリプロピレン、無水マレイン酸変性エチレン・プロピレン共重合体、無水マレイン酸・エチレン共重合体、無水マレイン酸・プロピレン共重合体、無水マレイン酸・エチレン・プロピレン共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・プロピレン共重合体、酸化型ポリエチレン、酸化型ポリプロピレン、酸化型エチレン・プロピレン共重合体を用いることが好ましい。これらの高分子系分散剤は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせて用いてもよい。

[0052] 高分子系分散剤の使用量としては、第１段目の水溶性エチレン性不飽和単量体１００質量部に対して、０．１～３０質量部であることが好ましく、０．３～２０質量部であることがより好ましい。

[0053] ［その他の成分］

吸水性樹脂粒子の製造方法において、所望によりその他の成分を、水溶性エチレン性不飽和単量体を含む水溶液に添加して逆相懸濁重合を行うようにしてもよい。その他の成分としては、増粘剤、連鎖移動剤等の各種の添加剤を添加することができる。

[0054] 一例として、水溶性エチレン性不飽和単量体を含む水溶液に対して増粘剤を添加して逆相懸濁重合を行うことができる。このように増粘剤を添加して水溶液粘度を調整することによって、逆相懸濁重合において得られる中位粒子径を制御することが可能である。

[0055] 増粘剤としては、例えば、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸（部分）中和物、ポリエチレングリコール、ポリ

アクリルアミド、ポリエチレンイミン、デキストリン、アルギン酸ナトリウム、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリエチレンオキサイド等を用いることができる。なお、重合時の攪拌速度が同じであれば、水溶性エチレン性不飽和単量体水溶液の粘度が高いほど得られる粒子の一次粒子及び／又は二次粒子は大きくなる傾向にある。

[0056] ［逆相懸濁重合］

逆相懸濁重合を行うにあたっては、例えば、分散安定剤の存在下に、水溶性エチレン性不飽和単量体を含む単量体水溶液を、炭化水素分散媒に分散させる。このとき、重合反応を開始する前であれば、分散安定剤（界面活性剤や高分子系分散剤）の添加時期は、単量体水溶液添加の前後どちらであってもよい。

[0057] その中でも、得られる吸水性樹脂粒子に残存する炭化水素分散媒量を低減しやすいという観点から、高分子系分散剤を分散させた炭化水素分散媒に、単量体水溶液を分散させた後に、さらに界面活性剤を分散させてから重合を行うことが好ましい。

[0058] このような逆相懸濁重合を、１段もしくは２段以上の多段で行うことが可能である。また、生産性を高める観点から２～３段で行うことが好ましい。

[0059] ２段以上の多段で逆相懸濁重合を行う場合には、１段目の逆相懸濁重合を行った後、１段目の重合反応で得られた反応混合物に水溶性エチレン性不飽和単量体を添加して混合し、１段目と同様の方法で２段目以降の逆相懸濁重合を行えばよい。２段目以降の各段における逆相懸濁重合では、水溶性エチレン性不飽和単量体の他に、ラジカル重合開始剤を、２段目以降の各段における逆相懸濁重合の際に添加する水溶性エチレン性不飽和単量体の量を基準として、上述した水溶性エチレン性不飽和単量体に対する各成分のモル比の範囲内で添加して逆相懸濁重合を行うことが好ましい。なお、２段目以降の重合においても、必要に応じて、水溶性エチレン性不飽和単量体に内部架橋剤を添加してもよい。

[0060] 重合反応の反応温度としては、重合を迅速に進行させ、重合時間を短くす

ることにより、経済性を高めるとともに、容易に重合熱を除去して円滑に反応を行わせる観点から、２０～１１０℃であることが好ましく、４０～９０℃であることがより好ましい。

[0061] ＜後架橋工程＞

次に、本発明の吸水性樹脂粒子は、水溶性エチレン性不飽和単量体を重合して得られた内部架橋構造を有する含水ゲル状物に対して、後架橋剤を添加して架橋すること（後架橋反応）で得られる。この後架橋反応は、水溶性エチレン性不飽和単量体の重合後以降に後架橋剤の存在下に行うことが好ましい。このように、重合後以降に、内部架橋構造を有する含水ゲル状物に対して後架橋反応を施すことによって、吸水性樹脂粒子の表面近傍の架橋密度を高めて、荷重下吸水能等の諸性能を高めた吸水性樹脂粒子を得ることができる。

[0062] 後架橋剤としては、反応性官能基を２個以上有する化合物を挙げることができる。例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、１，４－ブタンジオール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール、ポリグリセリン等のポリオール類；（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリントリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、（ポリ）プロピレングリコ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等のポリグリシジル化合物；エピクロルヒドリン、エピブロムヒドリン、α－メチルエピクロルヒドリン等のハロエポキシ化合物；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イソシアネート化合物；３－メチル－３－オキセタンメタノール、３－エチル－３－オキセタンメタノール、３－ブチル－３－オキセタンメタノール、３－メチル－３－オキセタンエタノール、３－エチル－３－オキセタンエタノール、３－ブチル－３－オキセタンエタノール等のオキセタン化合物；１，２－エチレンビスオキサゾリン等のオキサゾリン化合物；エチレンカーボネート等のカ

ーボネート化合物；ビス［Ｎ，Ｎ－ジ（β－ヒドロキシエチル）］アジプアミド等のヒドロキシアルキルアミド化合物が挙げられる。これらの後架橋剤の中でも、（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリントリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、（ポリ）プロピレングリコ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等のポリグリシジル化合物が好ましい。これらの後架橋剤は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせて用いてもよい。

[0063] 後架橋剤の使用量としては、重合に使用した水溶性エチレン性不飽和単量体の総量１モルに対して、０．００００１～０．０１モルであることが好ましく、０．００００５～０．００５モルであることがより好ましく、０．０００１～０．００２モルであることがさらに好ましい。

[0064] 後架橋剤の添加方法としては、後架橋剤をそのまま添加しても、水溶液として添加してもよいが、必要に応じて、溶媒として親水性有機溶媒を用いた溶液として添加してもよい。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、イソプロピルアルコール等の低級アルコール類；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類；ジエチルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類；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。これら親水性有機溶媒は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせて、又は水との混合溶媒として用いてもよい。

[0065] 後架橋剤の添加時期としては、水溶性エチレン性不飽和単量体の重合反応がほぼすべて終了した後であればよく、水溶性エチレン性不飽和単量体１００質量部に対して、１～４００質量部の範囲の水分存在下に添加することが好ましく、５～２００質量部の範囲の水分存在下に添加することがより好ましく、１０～１００質量部の範囲の水分存在下に添加することがさらに好ましく、２０～６０質量部の範囲の水分存在下に添加することがよりさらに好ましい。なお、水分の量は、反応系に含まれる水分と後架橋剤を添加する際

に必要に応じて用いられる水分との合計量を意味する。

[0066] 後架橋反応における反応温度としては、５０～２５０℃であることが好ましく、６０～１８０℃であることがより好ましく、６０～１４０℃であることがさらに好ましく、７０～１２０℃であることがよりさらに好ましい。また、後架橋反応の反応時間としては、１～３００分間であることが好ましく、５～２００分間であることがより好ましい。

[0067] ＜乾燥工程＞

上述した逆相懸濁重合を行った後、熱等のエネルギーを外部から加えることで、水、炭化水素分散媒等を蒸留により除去する乾燥工程を含んでいてもよい。逆相懸濁重合後の含水ゲルから脱水を行う場合、炭化水素分散媒中に含水ゲルが分散している系を加熱することで、水と炭化水素分散媒を共沸蒸留により系外に一旦留去する。このとき、留去した炭化水素分散媒のみを系内へ返送すると、連続的な共沸蒸留が可能となる。その場合、乾燥中の系内の温度が、炭化水素分散媒との共沸温度以下に維持されるため、樹脂が劣化しにくい等の観点から好ましい。引き続き、水及び炭化水素分散媒を留去することにより、吸水性樹脂粒子が得られる。この重合後における乾燥工程の処理条件を制御して脱水量を調整することにより、得られる吸水性樹脂粒子の諸性能を制御することが可能である。

[0068] 乾燥工程では、蒸留による乾燥処理を常圧下で行ってもよく、減圧下で行ってもよい。また、乾燥効率を高める観点から、窒素等の気流下で行ってもよい。乾燥処理を常圧下で行う場合においては、乾燥温度としては、７０～２５０℃であることが好ましく、８０～１８０℃であることがより好ましく、８０～１４０℃であることがさらに好ましく、９０～１３０℃であることがよりさらに好ましい。また、乾燥処理を減圧下で行う場合においては、乾燥温度としては、４０～１６０℃であることが好ましく、５０～１１０℃であることがより好ましい。

[0069] なお、逆相懸濁重合により単量体の重合を行った後に後架橋剤による後架橋工程を行った場合には、その後架橋工程の終了後に、上述した蒸留による

乾燥工程を行うようにする。または、後架橋工程と乾燥工程とを同時に行うようにしてもよい。

[0070] 本発明の吸水性樹脂組成物は、目的に応じた添加剤を含んでいてもよい。このような添加剤としては、無機粉末、界面活性剤、酸化剤、還元剤、金属キレート剤、ラジカル連鎖禁止剤、酸化防止剤、抗菌剤等が挙げられる。例えば、吸水性樹脂粒子１００質量部に対し、無機粉末として０．０５～５質量部の非晶質シリカを添加することで、吸水性樹脂組成物の流動性をさらに向上させることができる。

[0071] なお、本発明の吸水性樹脂組成物において、吸水性樹脂粒子（添加剤を除く）の含有率は、好ましくは７０質量％以上であり、より好ましくは８０質量％以上であり、さらに好ましくは９０質量％以上である。

[0072] 本発明の吸水性樹脂組成物は、例えば、前述した水溶性エチレン性不飽和単量体と内部架橋剤と後架橋剤との架橋重合体である吸水性樹脂粒子と、酸性化合物とを混合する工程を含む方法により、好適に製造することができる。該混合工程の温度は１０～１００℃であってもよい。混合工程における温度は、好ましくは１５～５０℃であり、かつ、相対湿度は、好ましくは４０～７５％である、例えば、吸水性樹脂粒子と酸性化合物とを固相の状態で混合することにより、本発明の効果を発現できる程度に、吸水性樹脂粒子の表面に酸性化合物を存在させることができる。また、酸性化合物を水性液のような液状媒体に溶解又は分散させた状態で、吸水性樹脂粒子と混合して本発明の吸水性樹脂組成物を調製してもよい。

[0073] ２．吸収体、吸収性物品

本発明の吸水性樹脂組成物は、例えば、生理用品、紙オムツ等の衛生材料に用いられる吸収体を構成するものであり、前記吸収体を含む吸収性物品に好適に用いられる。

[0074] ここで、本発明の吸水性樹脂組成物を用いた吸収体は、本発明の吸水性樹脂組成物を含む。吸収体は、親水性繊維をさらに含んでいてもよい。吸収体の構成としては、吸水性樹脂組成物を不織布上あるいは複数の不織布間に固

定した形態のシート状構造体、吸水性樹脂組成物と親水性繊維とを均一な組成となるように混合することによって得られた混合分散体、層状の親水性繊維の間に吸水性樹脂組成物が挟まれたサンドイッチ構造体、吸水性樹脂組成物と親水性繊維とをティッシュで包んだ構造体等が挙げられる。なお、吸収体には、他の成分、例えば、吸収体の形態保持性を高めるための熱融着性合成繊維、ホットメルト接着剤、接着性エマルジョン等の接着性バインダーが配合されていてもよい。

[0075] 吸収体における吸水性樹脂組成物の含有量としては、５～１００質量％であることが好ましく、１０～９５質量％であることがより好ましく、２０～９０質量％であることがさらに好ましく、３０～８０質量％であることがよりさらに好ましい。

[0076] 親水性繊維としては、木材から得られる綿状パルプ、メカニカルパルプ、ケミカルパルプ、セミケミカルパルプ等のセルロース繊維、レーヨン、アセテート等の人工セルロース繊維、親水化処理されたポリアミド、ポリエステル、ポリオレフィン等の合成樹脂からなる繊維等が挙げられる。親水性繊維の平均繊維長は、通常、０．１～１０ｍｍであり、又は０．５～５ｍｍであってよい。

[0077] 本発明の吸水性樹脂組成物を用いた吸収体を、液体が通過し得る液体透過性シート（トップシート）と、液体が通過し得ない液体不透過性シート（バックシート）との間に保持することによって、本発明の吸収性物品とすることができる。液体透過性シートは、身体と接触する側に配され、液体不透過性シートは、身体と接する反対側に配される。

[0078] 液体透過性シートとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル等の繊維からなる、エアスルー型、スパンボンド型、ケミカルボンド型、ニードルパンチ型等の不織布及び多孔質の合成樹脂シート等が挙げられる。また、液体不透過性シートとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル等の樹脂からなる合成樹脂フィルム等が挙げられる。

実施例

[0079] 以下に実施例及び比較例を示して本発明を詳細に説明する。但し本発明は実施例に限定されるものではない。

[0080] なお、下記の実施例及び比較例で得られた吸水性樹脂組成物は、以下の各種試験で評価した。なお、特に断りのない場合、測定は温度２５±２℃、湿度５０±１０％の環境下で実施した。以下、各評価試験方法について説明する。

[0081] ＜吸水性樹脂組成物洗浄液の起電力＞

吸水性樹脂組成物の洗浄は、図１に示す試験装置を用いて行った。すなわち、実験台上に高さ８５ｍｍの口内径７４ｍｍの２００ｍＬプラスチックビーカーを設置する。その上方に、内径６０ｍｍ×高さ７０ｍｍの円筒の底に目開き３６μｍのステンレス製の網を接着した円筒容器を、その底面が水平を保ちつつ、前記ビーカー上端から１ｍｍ程度上部となるよう、クランプを用いて固定する。口内径１２０ｍｍ、全長１６５ｍｍ、足長７０ｍｍ、足内径９ｍｍのプラスチック製ロートを、前記円筒容器の中心とロートの中心がほぼ一致し、かつ、ロート足の先端と前記円筒容器の底面の距離が５５ｍｍとなるようクランプで固定する。前記試験装置を用いた測定は、以下の手順で行った。吸水性樹脂組成物１．００ｇを量り取り、円筒容器に均一に散布したのち、ビーカー、円筒容器、ロートの順に器具を固定した。生理食塩水（０．９質量％塩化ナトリウム水溶液）を２００ｇ量り取り、ロートに一度に投入した。約３秒で生理食塩水は全量が円筒容器に分散した。約１分後、円筒容器から流出した洗浄液を取得し、１回目洗浄液を得た。次いで、ビーカーを交換して装置下部に設置したのち、１回目の生理食塩水の投入開始から２分後に、１回目と同様に、さらに生理食塩水２００ｇをロートに投入し、２回目の吸水性樹脂組成物の洗浄液を取得した。回収した洗浄液を、それぞれ１００ｍＬのプラスチックビーカーに７０ｇ量り取り、直径８ｍｍ、長さ３０ｍｍの撹拌子を入れ、７００ｒｐｍで攪拌した。攪拌させた状態でＨＯＲＩＢＡ社製のポーターブルｐＨ／ＯＲＰ計（Ｄ－７２、電極型式９６２５）を用いて、２５±１℃の液温における平衡値を読み取り、洗浄液の起電

力とした。なお、平衡値とは、起電力測定時において、連続する１０秒間の起電力変動が１ｍＶ未満になった時点の値である。

[0082] ＜酸性化合物の中位粒子径＞

酸性化合物１０ｇを、連続全自動音波振動式ふるい分け測定器（ロボットシフター　ＲＰＳ－２０５、株式会社セイシン企業製）と、ＪＩＳ規格の目開き８５０μｍ、５００μｍ、４２５μｍ、３００μｍ、２１２μｍ、１０６μｍ、７５μｍ及び４５μｍの篩と、受け皿とを用いて、ふるい条件を周波数８０Ｈｚ、パルス間隔１秒、分級時間２分として、ふるい分けした。各篩上に残った粒子の質量を全量に対する質量百分率として算出した。各篩上に残存した粒子の質量百分率を、粒子径の大きいものから順に積算し、篩の目開きと、篩上に残った粒子の質量百分率の積算値との関係を対数確率紙にプロットした。確率紙上のプロットを直線で結ぶことにより、積算質量百分率５０質量％に相当する粒子径を求め、これを中位粒子径とした。

[0083] ＜吸水性樹脂粒子の中位粒子径＞

ＪＩＳ標準篩を上から、目開き８５０μｍの篩、目開き６００μｍの篩、目開き５００μｍの篩、目開き４２５ｍの篩、目開き３００μｍの篩、目開き２５０μｍの篩、目開き１５０μｍの篩、及び受け皿の順に組み合わせた。組み合わせた最上の篩に、吸水性樹脂組成物５０ｇを入れ、ロータップ式振とう器を用いて１０分間振とうさせて分級した。分級後、各篩上に残った吸水性樹脂粒子の質量を全量に対する質量百分率として算出し、粒度分布を求めた。この粒度分布に関して粒子径の大きい方から順に篩上を積算することにより、篩の目開きと篩上に残った吸水性樹脂粒子の質量百分率の積算値との関係を対数確率紙にプロットした。確率紙上のプロットを直線で結ぶことにより、積算質量百分率５０質量％に相当する粒子径を中位粒子径とした。

[0084] ＜生理食塩水吸水量＞

５００mLプラスチックビーカーに生理食塩水５００ｇと撹拌子（８ｍｍφ×３０ｍｍリングなし）を入れ、マグネティックスターラーを用いて６００

ｒｐｍで攪拌した。吸水性樹脂組成物２．０ｇを、前記ビーカーに分散させ、６００ｒｐｍで１時間穏やかに撹拌して十分膨潤させた。一方で、目開き７５μｍ標準篩の質量Ｗｂ（ｇ）を測定しておき、膨潤ゲルを含んだ水溶液を７５μｍ標準篩でろ過した。水平に対して成す角を約３０度程度となるように傾けた状態で７５μｍ標準篩を３０分放置して、吸水性樹脂組成物から余剰の生理食塩水を除いた。膨潤ゲルを含んだ篩質量Ｗｃ（ｇ）を測定するとともに、この質量Ｗｃ（ｇ）から７５μｍ標準篩の質量Ｗｂ（ｇ）を引いたものを、吸水性樹脂組成物の質量（２．０ｇ）で除することにより吸水量を算出した。

吸水量＝（Ｗｃ－Ｗｂ）÷（吸水性樹脂組成物質量）

[0085] ＜評価用吸収性物品の作製＞

気流型混合装置（有限会社オーテック社製、パッドフォーマー）を用いて、吸水性樹脂組成物１８．３４ｇと粉砕パルプ１２．４８ｇを、空気抄造によって均一混合することにより、４０ｃｍ×１２ｃｍの大きさのシート状の吸収体を作製した。吸収体を、それと同サイズで坪量２１ｇ／m^2のティッシュッペーパー（コアラップ）２枚で上下から挟んだのち、全体を０．１３８ｋＰａの荷重で３０秒間プレスして成型した。吸収体と同サイズで坪量４０ｇ／m^2のポリエチレンシート上に前記成型体を置き、さらに、その上面に、吸収体と同サイズで坪量２１ｇ／m^2のポリエチレン－ポリプロピレン製エアスルー型多孔質液体透過性シートを配置して、下からポリエチレンシート／ティッシュペーパー／吸収体／ティッシュペーパー／エアスルー型多孔質液体透過性シートの積層構成を有する評価用吸収性物品を得た。

[0086] ＜人工尿の作製方法＞

１Ｌのプラスチックビーカーに塩化ナトリウム２００ｇ、塩化カルシウム２水和物６ｇ、塩化マグネシウム６水和物１２ｇ、１％トリトンＸ－１００水溶液５０ｇ、および蒸留水１０００ｇを入れ、直径８ｍｍ、長さ４０ｍｍの撹拌子を用いて撹拌し、溶解させた。プラスチックビーカーの内容物を、２０Ｌのポリタンクに投入し、ビーカーを蒸留水で数回共洗いをして、その

洗液もポリタンク内に合一した。さらにポリタンク内の溶液の総質量が２０ｋｇになるまで蒸留水を追加したのち、青色１号０．５ｇを加えて撹拌溶解させて、人工尿を作製した。

[0087] ＜吸収性物品の液拡散長＞

水平な台上に評価用吸収性物品を置き、その中心部に、内径３ｃｍの液投入用の円筒型シリンダーを載せた。次に、２５℃に調整した１００ｍＬの人工尿を円筒型シリンダー内に一度に投入した。投入開始から液が吸収体に完全に吸収されるまでの吸収時間をストップウォッチで測定した。シリンダーを一旦取り外し、液の投入から１０分後に、液投入位置を起点とした長手方向の液拡散長（Ｄ２）、および評価用吸収性物品の短手方向の左右両端から１ｃｍ内側を起点とした長手方向の液拡散長（Ｄ１およびＤ３）を測定し、Ｄ１～Ｄ３の拡散長の平均値を求め、整数値に四捨五入した値を液拡散長とした。

[0088] ＜吸収性物品の液漏れ（横モレ）試験＞

評価用吸収性物品の液漏れ性能試験は、図２に示す試験装置を用いて行った。縦１６８ｍｍ、横２１３ｍｍ、高さ３０ｍｍのステンレス製の角型トレーの淵の上にＵ字状の架台（６）（横幅１４０ｍｍ、奥行２２０ｍｍ、高さ２１５ｍｍ、Ｒ＝８３Ｒ）を設置した。なお、Ｕ字状の架台には、評価用吸収性物品がＵ字状の台から滑落することを防止するための、側面壁（１１、Ｕ字状の面からの最長高さ１０ｍｍ）を設けられている。このような試験装置において、まず、評価用吸収性物品の中央から長手方向に８ｃｍ上部となる箇所に印をつけ、人工尿の投入位置とした。次いで、評価用吸収性物品の中央がＵ字状の台（６）の中央と一致するように設置した。あらかじめ８ｍＬ／秒で人工尿が通過するようにコックの絞りを調整した２００ｍＬのガラス製滴下ロートを用意し、人工尿で共洗いを行った後に水切りを行った。最後に、滴下ロートの先端が、評価用吸収性物品の人工尿投入位置の鉛直上方１０ｍｍとなるように滴下ロートをクランプで固定した。評価の操作としては、まず１００ｍＬのメスシリンダーに２５℃の人工尿８０ｍＬを量り取り

、滴下ロートに一度に投入し、人工尿を評価用吸収性物品に吸収させた。人工尿の投入から１０分後にバット上に流出した液体（液漏れ）の有無を確認し、液漏れが無い場合には、前記方法と同様にして人工尿８０ｍＬを評価用吸収性物品に投入した。液漏れが確認されるまで人工尿を繰り返して投入し、液漏れが起こるまでの人工尿の投入回数を記録した。

[0089] ＜製造例１＞

還流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管、並びに、攪拌機として、翼径５ｃｍの４枚傾斜パドル翼を２段で有する攪拌翼を備えた内径１１ｃｍ、２Ｌ容の丸底円筒型セパラブルフラスコを準備した。このフラスコに、炭化水素分散媒としてｎ－ヘプタン２９３ｇをとり、高分子系分散剤として無水マレイン酸変性エチレン・プロピレン共重合体（三井化学株式会社、ハイワックス１１０５Ａ）０．７３６ｇを添加し、攪拌しつつ８０℃まで昇温して分散剤を溶解した後、５０℃まで冷却した。一方、内容積３００ｍＬのビーカーに、水溶性エチレン性不飽和単量体として８０．５質量％のアクリル酸水溶液９２．０ｇ（１．０３モル）をとり、外部より氷水で冷却しつつ、２０．９質量％の水酸化ナトリウム水溶液１４７．７ｇを滴下して７５モル％の中和を行った後、増粘剤としてヒドロキシルエチルセルロース０．０９２ｇ（住友精化株式会社、ＨＥＣＡＷ－１５Ｆ）、水溶性ラジカル重合剤として過硫酸カリウム０．０７３６ｇ（０．２７２ミリモル）、内部架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル０．０１０ｇ（０．０５７ミリモル）を加えて溶解し、第１段目の水性液を調製した。そして、上記にて調製した水性液をセパラブルフラスコに添加して、１０分間攪拌した後、ｎ－ヘプタン６．６２ｇに界面活性剤としてＨＬＢ３のショ糖ステアリン酸エステル（三菱化学フーズ株式会社、リョートーシュガーエステルＳ－３７０）０．７３６ｇを加熱溶解した界面活性剤溶液を、さらに添加して、攪拌機の回転数を５５０ｒｐｍとして攪拌しながら系内を窒素で十分に置換した後、フラスコを７０℃の水浴に浸漬して昇温し、重合を６０分間行うことにより、第１段目の重合スラリー液を得た。一方、別の内容積５００ｍＬのビーカー

に水溶性エチレン性不飽和単量体として８０．５質量％のアクリル酸水溶液１２８．８ｇ（１．４３モル）をとり、外部より冷却しつつ、２７質量％の水酸化ナトリウム水溶液１５９．０ｇを滴下して７５モル％の中和を行った後、水溶性ラジカル重合開始剤として過硫酸カリウム０．１０３ｇ（０．３８１ミリモル）、内部架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル０．０１１６ｇ（０．００６７ミリモル）を加えて溶解し、第２段目の水性液を調製した。撹拌機の回転数を１０００ｒｐｍとして撹拌しながら、上記のセパラブルフラスコ系内を２５℃に冷却した後、上記第２段目の水性液の全量を、第１段目の重合スラリー液に添加して、系内を窒素で３０分間置換した後、再度、フラスコを７０℃の水浴に浸漬して昇温し、重合反応を６０分間行って、含水ゲル重合体を得た。第２段目の重合後の含水ゲル重合体に、４５質量％のジエチレントリアミン５酢酸５ナトリウム水溶液０．５８９ｇを攪拌下で添加した。その後、１２５℃に設定した油浴にフラスコを浸漬し、ｎ－ヘプタンと水との共沸蒸留により、ｎ－ヘプタンを還流しながら、２５７．７ｇの水を系外へ抜き出した。その後、フラスコに表面架橋剤として２質量％のエチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液４．４２ｇ（０．５０７ミリモル）を添加し、８３℃で２時間保持した。その後、ｎ－ヘプタンを１２５℃にて蒸発させて乾燥させることによって、重合体粒子（乾燥品）を得た。この重合体粒子を目開き８５０μｍの篩に通過させ、吸水性樹脂粒子を２２８．０ｇ得た。該吸水性樹脂粒子の中位粒子径は３９４μｍであった。

[0090] ＜実施例１＞

製造例１で得られた吸水性樹脂粒子１００質量部に対し、Ｌ－酒石酸（扶桑化学工業株式会社製、製品名：精製Ｌ－酒石酸、第１酸解離定数ｐＫａ１＝２．８７、第２酸解離定数ｐＫａ２＝３．９７、中位粒子径２８０μｍ）を０．１質量部粉体混合して、吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0091] ＜実施例２＞

実施例１において、Ｌ－酒石酸を、吸水性樹脂粒子１００質量部に対して０．５質量部に変更した以外は、実施例１と同様にして吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0092] ＜実施例３＞

実施例１において、Ｌ－酒石酸を、吸水性樹脂粒子１００質量部に対して１．０質量部に変更した以外は、実施例１と同様にして吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0093] ＜実施例４＞

実施例１において、Ｌ－酒石酸を、吸水性樹脂粒子１００質量部に対して２．０質量部に変更した以外は、実施例１と同様にして吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0094] ＜実施例５＞

実施例１において、Ｌ－酒石酸を、吸水性樹脂粒子１００質量部に対して３．０質量部に変更した以外は、実施例１と同様にして吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0095] ＜実施例６＞

実施例１において、Ｌ－酒石酸を、吸水性樹脂粒子１００質量部に対して５．０質量部に変更した以外は、実施例１と同様にして吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0096] ＜実施例７＞

実施例１において、Ｌ－酒石酸を、吸水性樹脂粒子１００質量部に対して１０．０質量部に変更した以外は、実施例１と同様にして吸水性樹脂組成物

を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0097] ＜実施例８＞

製造例１で得られた吸水性樹脂粒子１００質量部に対し、クエン酸（扶桑化学工業株式会社製、製品名：クエン酸フソウ（無水）、第１酸解離定数ｐＫａ１＝２．９０、第２酸解離定数ｐＫａ２＝４．３５、第３酸解離定数ｐＫａ３＝５．６９、中位粒子径２３６μｍ）を１．０質量部粉体混合して、吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0098] ＜実施例９＞

製造例１で得られた吸水性樹脂粒子１００質量部に対し、ＤＬ－リンゴ酸（扶桑化学工業株式会社製、製品名：リンゴ酸フソウ、第１酸解離定数ｐＫａ１＝３．２３、第２酸解離定数ｐＫａ２＝４．７７、中位粒子径１５６μｍ）を１．０質量部粉体混合して、吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0099] ＜実施例１０＞

製造例１で得られた吸水性樹脂粒子１００質量部に対し、フマル酸（扶桑化学工業株式会社製、製品名：フマル酸、第１酸解離定数ｐＫａ１＝３．０７、第２酸解離定数ｐＫａ２＝４．５８、中位粒子径１６１μｍ）を１．０質量部粉体混合して、吸水性樹脂組成物を得た。得られた吸水性樹脂組成物の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0100] ＜比較例１＞

製造例１で得られた吸水性樹脂粒子をそのまま比較例１の吸水性樹脂粒子とした。吸水性樹脂粒子の各種性能測定、およびそれを用いた吸収性物品の評価を行った。結果を表１に示す。

[0101]

[表1]

	吸水性樹脂組成物		吸水性樹脂組成物の各種性能				吸収性物品の評価	
	酸性化合物	添加量(質量部)	洗浄液の起電力(mV)			生理食塩水吸水量(g／g)	拡散長(cm)	液漏れまでの回数
			1回目(P)	2回目(Q)	差(P-Q)			
実施例１	L-酒石酸	0.1	92	56	36	61	19	6
実施例２	L-酒石酸	0.5	133	59	74	61	19	6
実施例３	L-酒石酸	1	143	64	79	60	20	6
実施例４	L-酒石酸	2	167	61	106	60	21	6
実施例５	L-酒石酸	3	169	84	85	58	21	6
実施例６	L-酒石酸	5	175	76	99	57	21	6
実施例７	L-酒石酸	10	194	96	98	55	22	5
実施例８	クエン酸	1	147	59	88	61	21	6
実施例９	DL-リンゴ酸	1	138	61	77	61	19	5
実施例１０	フマル酸	1	107	74	33	60	20	5
比較例１	-		61	58	3	61	18	5

符号の説明

[0102] １　ロート

２　円筒容器

３　目開き３６μｍのステンレス製のふるい網

４　吸水性樹脂組成物

５　２００ｍＬプラスチックビーカー

６　Ｕ字状の架台

７　評価用吸収性物品

８　ポリエチレンシート

９　ステンレス製角型トレー

１０　滴下ロート

１１　側面壁

請求の範囲

[請求項1] 吸水性樹脂組成物であって、

前記吸水性樹脂組成物を下記の洗浄方法で洗浄することによって得られる１回目洗浄の洗浄液の起電力Ｐ（ｍＶ）が、８０ｍＶ以上であり、

前記吸水性樹脂組成物を下記の洗浄方法でさらに洗浄することによって得られる２回目洗浄の洗浄液の起電力Ｑ（ｍＶ）と、前記起電力Ｐ（ｍＶ）との差（Ｐ－Ｑ）が、１０ｍＶ以上である、吸水性樹脂組成物。

（洗浄方法）

内径６０ｍｍの円筒の底に、網目３６μｍのふるい網が取り付けられた容器を用意する。前記容器内の前記ふるい網の上に、前記吸水性樹脂組成物１ｇを均一に散布する。前記ふるい網の下に、２００ｍＬ容のビーカーを設置する。前記吸水性樹脂組成物の上から、２００ｇの生理食塩水を素早く投入し、前記ビーカー内に流れ落ちた生理食塩水を１回目洗浄の洗浄液とする。次に、前記ふるい網の下に、２００ｍＬ容のビーカーを新たに設置する。前記吸水性樹脂組成物の上から、さらに２００ｇの生理食塩水を素早く投入し、前記ビーカー内に流れ落ちた生理食塩水を２回目洗浄の洗浄液とする。

[請求項2] 前記２回目洗浄の洗浄液の起電力Ｑ（ｍＶ）が、１３０ｍＶ以下である、請求項１に記載の吸水性樹脂組成物。

[請求項3] 前記吸水性樹脂組成物の生理食塩水吸水量が３０～８０ｇ／ｇである、請求項１又は２に記載の吸水性樹脂組成物。

[請求項4] 前記吸水性樹脂組成物は、吸水性樹脂粒子と酸性化合物とを含む、請求項１～３のいずれか１項に記載の吸水性樹脂組成物。

[請求項5] 前記吸水性樹脂粒子の中位粒子径が２００～６００μｍであり、前記酸性化合物の中位粒子径が２０～６００μｍである、請求項４に記載の吸水性樹脂組成物。

[請求項6] 前記吸水性樹脂粒子１００質量部に対して、前記酸性化合物を０．０５～３０質量部含む、請求項４又は５に記載の吸水性樹脂組成物。

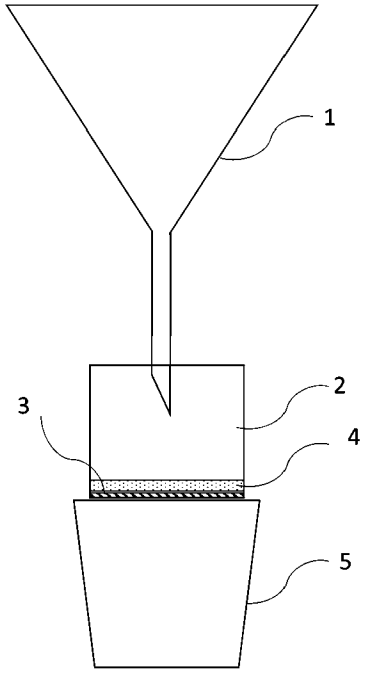
[請求項7] 前記酸性化合物の中位粒子径Ｓ（μｍ）に対する、前記吸水性樹脂粒子の中位粒子径Ｔ（μｍ）の比（Ｔ／Ｓ）が、０．１～３０である、請求項４～６のいずれか１項に記載の吸水性樹脂組成物。

[請求項8] 前記酸性化合物の第１酸解離定数が０．１～５．０である、請求項４～７のいずれか１項に記載の吸水性樹脂組成物。

[請求項9] 請求項１～８のいずれかに記載の吸水性樹脂組成物を含んでなる、吸収体。

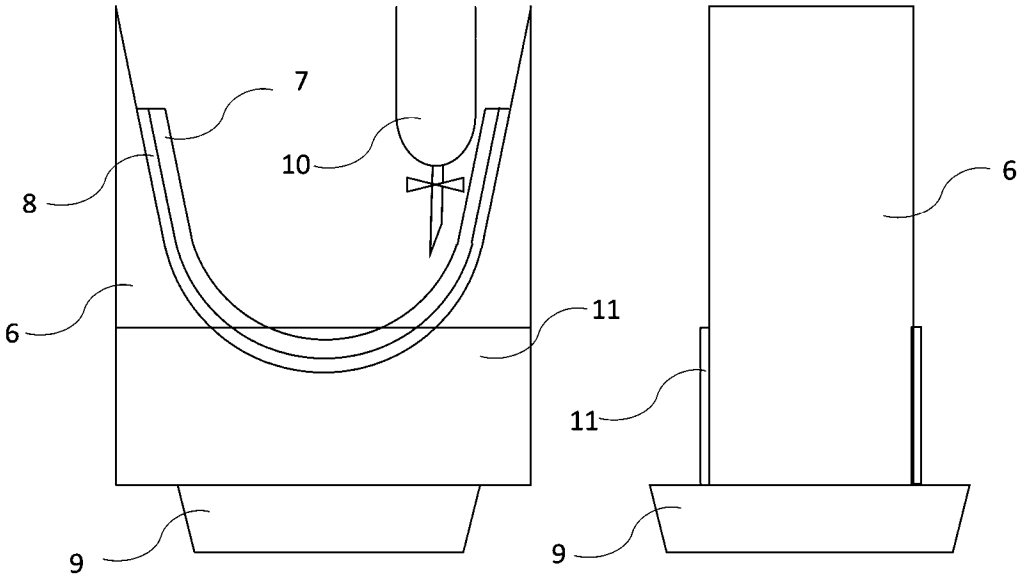
[請求項10] 請求項９に記載の吸収体を含んでなる、吸収性物品。

[図1]



[図2]

正面図 側面図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2021/026700

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. C08F20/06(2006.01)i, A61F13/53(2006.01)i, B01J20/26(2006.01)i, B01J20/28(2006.01)i
FI: B01J20/26D, A61F13/53300, B01J20/28Z, C08F20/06
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl. C08F20/06, A61F13/53, B01J20/26, B01J20/28

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2021
Registered utility model specifications of Japan	1996-2021
Published registered utility model applications of Japan	1994-2021

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2005-186016 A (SAN-DIA POLYMER LTD.) 14 July 2005 (2005-07-14), claims 1-5, paragraphs [0045], [0058], [0059], [0073], examples 1-15, 17, table 1	1-10
X	WO 2014/054656 A1 (NIPPON SHOKUBAI CO., LTD.) 10 April 2014 (2014-04-10), claims 11, 14, paragraph [0078], examples 2-20	1-10
A	JP 2017-110091 A (EARTH CHEMICAL CO., LTD.) 22 June 2017 (2017-06-22), entire text	1-10

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 06 August 2021	Date of mailing of the international search report 31 August 2021
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

JP 2005-186016 A	14 July 2005	(Family: none)
WO 2014/054656 A1	10 April 2014	US 2015/0258237 A1 claims 11, 14, paragraph [0085], examples 2-20 EP 2905071 A1 CN 104703690 A KR 10-2015-0064051 A
JP 2017-110091 A	22 June 2017	(Family: none)

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2021/026700

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C08F 20/06(2006.01)i; A61F 13/53(2006.01)i; B01J 20/26(2006.01)i; B01J 20/28(2006.01)i
FI: B01J20/26 D; A61F13/53 300; B01J20/28 Z; C08F20/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

C08F20/06; A61F13/53; B01J20/26; B01J20/28

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２１年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２１年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２１年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 2005-186016 A (サンダイヤポリマー株式会社) 14.07.2005 (2005-07-14) 請求項1-5, [0045], [0058]-[0059], [0073], 実施例1-15, 17, 表1	1-10
X	WO 2014/054656 A1 (株式会社日本触媒) 10.04.2014 (2014-04-10) 請求項11, 14, [0078], 実施例2-20	1-10
A	JP 2017-110091 A (アース製薬株式会社) 22.06.2017 (2017-06-22) 全文	1-10

☐ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊ 引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
06.08.2021	31.08.2021

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
長谷部　智寿 4Q 1586

電話番号 03-3581-1101 内線 3421

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2021/026700

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2005-186016 A	14.07.2005	（ファミリーなし）	
WO 2014/054656 A1	10.04.2014	US 2015/0258237 A1 請求項11，14，[0085]，実施例2-20 EP 2905071 A1 CN 104703690 A KR 10-2015-0064051 A	
JP 2017-110091 A	22.06.2017	（ファミリーなし）	