



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I531360 B

(45)公告日：中華民國 105 (2016) 年 05 月 01 日

(21)申請案號：104122050

(22)申請日：中華民國 104 (2015) 年 07 月 07 日

(51)Int. Cl. : A61F13/49 (2006.01)

A61F13/53 (2006.01)

C08F2/32 (2006.01)

C08F20/06 (2006.01)

C08F8/00 (2006.01)

(30)優先權：2014/07/11 日本

2014-143716

2014/10/31 日本

2014-223723

(71)申請人：住友精化股份有限公司 (日本) SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO. LTD. (JP)
日本(72)發明人：鄙山鐵博 HINAYAMA, TETSUHIRO (JP)；村上真啓 MURAKAMI, MASAHIRO
(JP)；藪口紘基 YABUGUCHI, HIROKI (JP)；橫山秀樹 YOKOYAMA, HIDEKI (JP)

(74)代理人：蔡坤財；李世章

(56)參考文獻：

TW 200509866A

TW 200706545A

TW 201129581A

TW 201247249A

TW 201325637A

JP 11-335404A

審查人員：劉力夫

申請專利範圍項數：2 項 圖式數：1 共 44 頁

(54)名稱

吸水性樹脂及吸收性物品 (一)

(57)摘要

本發明提供一種吸水性樹脂及使用吸收體而成的吸收性物品，該吸收體包含該吸水性樹脂；其中，該吸水性樹脂，當形成用以構成吸收性物品的吸收體時，即便在吸溼狀態，分散性亦良好，並且可防止在製造吸收性物品時發生問題，而能夠有效率地製造。

關於本發明中的吸水性樹脂，其是藉由使水溶性乙烯性不飽和單體進行聚合，並且利用後交聯劑進行後交聯來獲得，其中，該吸水性樹脂的特徵在於滿足以下的要件：(A)黃色度是 5.0 以下、(B)膠體強度是 1800Pa 以下。

公告本**【發明摘要】**

IPC分類：A61F 13/49 (2006.01)

A61F 13/53 (2006.01)

C08F 2/32 (2006.01)

C08F 2/06 (2006.01)

C08F 8/60 (2006.01)

【中文發明名稱】 吸水性樹脂及吸收性物品(一)**【英文發明名稱】** 無**【中文】**

本發明提供一種吸水性樹脂及使用吸收體而成的吸收性物品，該吸收體包含該吸水性樹脂；其中，該吸水性樹脂，當形成用以構成吸收性物品的吸收體時，即便在吸溼狀態，分散性亦良好，並且可防止在製造吸收性物品時發生問題，而能夠有效率地製造。

關於本發明中的吸水性樹脂，其是藉由使水溶性乙烯性不飽和單體進行聚合，並且利用後交聯劑進行後交聯來獲得，其中，該吸水性樹脂的特徵在於滿足以下的要件：

(A) 黃色度是5.0以下、

(B) 膠體強度是1800Pa以下。

【英文】 無**【指定代表圖】** 無**【代表圖之符號簡單說明】****【特徵化學式】**

【發明說明書】

【中文發明名稱】吸水性樹脂及吸收性物品(一)

【英文發明名稱】

【技術領域】

【0001】 本發明有關一種吸水性樹脂及吸收性物品，更詳言之，本發明有關一種吸水性樹脂及使用該吸水性樹脂而成的吸收性物品，該吸水性樹脂構成吸收體，該吸收體適合用於生理用品、紙尿布等衛生材料。

【先前技術】

【0002】 吸水性樹脂，近年來被廣泛地使用於生理用品、紙尿布等衛生材料的技術領域。

【0003】 作為吸水性樹脂，丙烯酸部分中和鹽聚合體交聯物，具有優異的吸水能力，並且其原料也就是丙烯酸在工業上較容易取得，因此品質穩定且能夠廉價地製造，而且具有不容易引起腐敗等各種優點，故被認為是較佳的吸水性樹脂。

【0004】 在生理用品、紙尿布等衛生材料的技術領域中，使用如此的吸水性樹脂來形成吸收體，並藉由將該吸收體保持在液體可通過的液體滲透性薄片(top sheet, 頂片)與液體不可通過的液體不滲透性薄片(back sheet, 背片)之間，而能夠作成一種吸收性物品。

【0005】 使用吸水性樹脂所形成的吸收體，通常是由吸水性樹脂與親水性纖維所構成。吸收體，例如可作成下述結構體來形成：藉由將吸水性樹脂與親水性纖維，以使其

成爲均勻的組成的方式混合而獲得的混合分散體；在層狀的親水性纖維之間夾著吸水性樹脂而成的三明治結構體；將吸水性樹脂與親水性纖維利用薄型紙 (tissue) 包覆而成的結構體等。此時，形成吸水性樹脂均勻地分散而成的吸收體，在製造具有優異性質的吸收性物品上是重要的。

【0006】 又，將具備前述吸收體之吸收性物品以工業規模來製造時，有時會因爲無法預期的製造設備的停止等，而使吸水性樹脂長時間曝露在大氣環境下。此時，因爲吸水性樹脂是吸溼性，而會產生一部分或者整體的黏聚(塊狀化，agglomeration)的情況。如此經黏聚的吸水性樹脂，流動性會顯著地降低，而發生下述問題：在製造設備的管線內的發生結塊(blocking)、或在粉體漏斗內形成架橋(bridge formation，在漏斗內形成拱形的阻塞物)現象等。又，在調整前述吸收體時，有時亦會妨礙吸水性樹脂的均勻分散。

【0007】 近年來，因爲有使吸收性物品及使用其之吸收體薄型化的傾向，因而往減少體積大的親水性纖維等的比率，並增加吸水性樹脂的比率的方向發展。因此，適合吸收性物品的製造設備之吸水性樹脂的特性，相對於吸收體或使用該吸收體來製造吸收性物品時的容易度，有造成更大的影響的傾向。

【0008】 再者，爲了使如此的吸水性樹脂的耐吸溼性提升，已提案有以下技術：將該吸水性樹脂的粒子利用矽氧

系界面活性劑等界面活性劑或具有特定官能基之聚胺酯進行表面處理(參照專利文獻1、2)。

【0009】 然而，藉由這些方法所獲得的吸水性樹脂，並非必定滿足可解決前述問題的性能，而仍有改良的空間。

【0010】 又，先前的吸水性樹脂，會有個別程度的差異，而在製品的狀態中被著色(stain)成淺黃色或深黃色的情況。如前述，當增加吸水性樹脂的比率來使吸收體薄型化時，若吸水性樹脂被著色，作為使用該吸水性樹脂而成的吸收性物品，會因為外觀的清潔感變低，而有降低商品價值的傾向。

[先前技術文獻]

(專利文獻)

【0011】

專利文獻1：日本特開平9-136966號公報

專利文獻2：日本特開平11-347402號公報

【發明內容】

[發明所欲解決的問題]

【0012】 本發明是鑒於如前所述的實情所提案的發明，目的在於提供一種吸水性樹脂及使用吸收體而成的吸收性物品，該吸收體包含該吸水性樹脂；其中，該吸水性樹脂，當形成用以構成吸收性物品之吸收體時，即便在吸溼狀態中，分散性亦良好且可防止在製造吸收性物品時發生問題，而能夠有效率地製造。

[解決問題的技術手段]

【0013】 本發明人，為了解決前述的問題而深入研究。其結果，發現：吸水性物質的黃色度及膠體強度在特定值以下的吸水性樹脂，吸溼後的流動性優異。亦即，本發明是提供下述技術。

【0014】 (1)本發明是一種吸水性樹脂，其是藉由使水溶性乙烯性不飽和單體進行聚合，並且利用後交聯劑進行後交聯來獲得，其中，該吸水性樹脂的特徵在於滿足以下的要件：

(A)黃色度是5.0以下、

(B)膠體強度是1800Pa以下。

【0015】 (2)又，本發明是如前述(1)的發明中的吸水性樹脂，其中，在4.14kPa荷重下的生理食鹽水吸水能力是16ml/g以上。

【0016】 (3)本發明是一種吸收性物品，其是使用吸收體而成，該吸收體包含如前述(1)或(2)所述之吸水性樹脂。

[發明的效果]

【0017】 根據本發明，即便是吸溼狀態的吸水性樹脂，其分散性亦良好，且可防止在製造時發生管線內的結塊或在粉體漏斗內形成架橋等的問題，而能夠有效率地製造吸收性物品。

【圖式簡單說明】

【0018】 第1圖是表示用來測定吸水性樹脂在4.14kPa荷重下的生理食鹽水吸水能力之裝置的構成的概略構成圖。

【實施方式】

【0019】 以下，詳細地說明本發明。

【0020】 《1.吸水性樹脂》

本發明中的吸水性樹脂，具有以下所述的性質。

【0021】 亦即，本發明中的吸水性樹脂，是藉由使水溶性乙烯性不飽和單體進行聚合，並且利用後交聯劑進行後交聯來獲得，其中，該吸水性樹脂的特徵在於滿足以下的性質：

(A)黃色度是5.0以下、

(B)膠體強度是1800Pa以下。

【0022】 (A)黃色度

本發明中的吸水性樹脂，具有黃色度是5.0以下的特徵。在此所謂的黃色度，其能夠由測定對象的吸水性樹脂的X、Y、Z，藉由接下來的公式來算出黃色度(YI值)，該色差計已利用標準白板來補正測色色差計的三刺激值(tristimulus value)也就是X、Y、Z。再者，黃色度較佳是0.0以上。

$$\text{黃色度} = 100(1.28X - 1.06Z) / Y$$

【0023】 (B)膠體強度

又，本發明中的吸水性樹脂，具有膠體強度是1800Pa以下的特徵。此處，所謂的膠體強度，是利用後述的實施例所述之方法測定出的值，其是將50倍膨潤的膠體保管於恆溫恆溼槽內15個小時之後，使用凝乳計(curd meter)(例如，I-techno engineering公司製造的凝乳計，商品型號：ME-600)測定出的值。膠體強度，是1800Pa以下，較佳是1600Pa以下，更佳是1500Pa以下。又，膠體強度較佳是500Pa以上，更佳600Pa以上，進一步較佳是800Pa以上。

【0024】本發明中的吸水性樹脂，其吸溼狀態的流動性優異。吸水性樹脂的吸溼後的流動性，能夠藉由後述的實施例中所述的「吸溼試驗後的流動性」來進行評價。

【0025】根據具有如此性質的本發明中的吸水性樹脂，當使用其製造吸收性物品時，即便是吸溼狀態的吸水性樹脂，亦能夠抑制吸水性樹脂的一部分或整體中的黏聚，而能夠抑制在製造時發生管線內的結塊或粉體漏斗內的架橋形成等問題。又，能夠形成使吸水性樹脂均勻地分散的優質的吸收體。

【0026】又，本發明中的吸水性樹脂，因為黃色度低，可提高所獲得的吸收體及包含該吸收體的吸收性物品的清潔感，而能夠給予使用者良好的印象與購買欲望。

【0027】(C)其他

本發明中的吸水性樹脂，中位粒徑較佳是 $200 \sim 600 \mu\text{m}$ ，更佳是 $200 \sim 550 \mu\text{m}$ ，進一步較佳是 $300 \sim 500 \mu\text{m}$ ，更進一步較佳是 $300 \sim 450 \mu\text{m}$ 。

【0028】又，本發明中的吸水性樹脂， $150 \sim 850 \mu\text{m}$ 的粒子佔其整體比例的質量比例，較佳是85質量%以上，更佳是90質量%以上。進一步， $300 \sim 400 \mu\text{m}$ 的粒子佔其整體比例的質量比例，較佳是20質量%以上，更佳是25質量%以上，進一步較佳是30質量%以上。

【0029】再者，吸水性樹脂的粒子，除了各個由單一的粒子所構成的形態之外，亦可以是微細的粒子(一次粒子)經凝集的形態(二次粒子)。作為一次粒子的形狀，當是藉由反相懸浮聚合(reverse phase suspension polymerization)所製造的一次粒子時，可列舉例如，如真球狀、橢圓球狀等具有圓滑的表面形狀之近似球狀的單粒子形狀。如此形狀的一次粒子，藉由其表面形狀圓滑，作為粉體的流動性會變高，並且會容易使經凝集的粒子密集地填充，故即使受到衝擊也不易被破壞，而成為粒子強度高的吸水性樹脂。

【0030】又，本發明中的吸水性樹脂，其在 4.14 kPa 荷重下的生理食鹽水吸水能力較佳是 16 ml/g 以上，更佳是 18 ml/g 以上，進一步較佳是 20 ml/g 以上。再者，在荷重下的生理食鹽水吸水能力，較佳是 50 ml/g 以下，更佳是 40 ml/g 以下。

【0031】再者，前述的吸水性樹脂的性質，例如黃色度、膠體強度、在4.14kPa荷重下的生理食鹽水吸水能力、中位粒徑(粒徑分布)及吸溼試驗後的流動性，任一者皆能夠藉由後述的實施例所述的測定方法來進行測定。

【0032】本發明中的吸水性樹脂中，爲了賦予各種性能，能夠將依據目的的添加劑進行調配。作爲如此的添加劑，可列舉：無機粉末、界面活性劑、氧化劑、還原劑、金屬螯合劑、自由基鏈鎖反應抑制劑、抗氧化劑、殺菌劑、除臭劑等。例如，相對於吸水性樹脂100質量份，利用添加作爲無機粉末之0.05~5質量份的非晶形二氧化矽，能夠使吸水性樹脂的流動性提升。

【0033】《2.吸水性樹脂的製造方法》

本發明中的吸水性樹脂，能夠藉由使水溶性乙烯性不飽和單體聚合來製造。

【0034】水溶性乙烯性不飽和單體的聚合方法，可使用代表性的聚合法也就是水溶液聚合法、乳化聚合法、反相懸浮聚合法等。水溶液聚合法中，是將水溶性乙烯性不飽和單體水溶液，一邊依據需要進行攪拌，一邊進行加熱，藉此來實行聚合。又，反相懸浮聚合法中，是將水溶性乙烯性不飽和單體，在烴分散介質中在攪拌下進行加熱，藉此來實行聚合。在本發明中，從能夠控制精密的聚合反應與控制廣泛的粒徑的觀點來看，較佳是反相懸浮聚合法。

【0035】關於本發明中的吸水性樹脂，在以下說明其製造方法的一例。

【0036】 作為吸水性樹脂的製造方法的具體例，可列舉具有以下步驟的製造方法：實行聚合的步驟，其是在烴分散介質中使水溶性乙烯性不飽和單體進行反相懸浮聚合來製造吸水性樹脂的方法中，在內部交聯劑的存在下，並在至少有偶氮系化合物與過氧化物的存在下，於其中實行聚合；及，後交聯的步驟，其是在具有以聚合所獲得的內部交聯結構的含水膠體狀物，利用後交聯劑進行後交聯。

【0037】 〈聚合步驟〉

[水溶性乙烯性不飽和單體]

作為水溶性乙烯性不飽和單體，可列舉例如：(甲基)丙烯酸(本說明書中，將「丙烯基」及「甲基丙烯基」合併標記為「(甲基)丙烯基」。以下相同)及其鹽類；2-(甲基)丙烯醯胺基-2-甲基丙磺酸及其鹽類；(甲基)丙烯醯胺、N,N-二甲基(甲基)丙烯醯胺、(甲基)丙烯酸2-羥基乙酯、N-羥甲基(甲基)丙烯醯胺、聚乙二醇單(甲基)丙烯酸酯等非離子性單體；(甲基)丙烯酸N,N-二乙基胺基乙酯、(甲基)丙烯酸N,N-二乙基胺基丙酯、二乙基胺基丙基(甲基)丙烯醯胺等含胺基不飽和單體及其四級化合物。在這些水溶性乙烯性不飽和單體之中，從容易工業性地購入等觀點來看，較佳是：(甲基)丙烯酸或其鹽類、(甲基)丙烯醯胺、N,N-二甲基(甲基)丙烯醯胺，更佳是(甲基)丙烯酸及其鹽類。再者，這些水溶性乙烯性不飽和單體，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上來使用。

【0038】 這些之中，丙烯酸及其鹽類作為原料被廣為使用，這些丙烯酸部分中和鹽中，有時亦會使前述的其他的水溶性乙烯性不飽和單體進行共聚合來使用。此時，丙烯酸部分中和鹽，作為主要的水溶性乙烯性不飽和單體，相對於總水溶性乙烯性不飽和單體，較佳是使用70～100莫耳%。

【0039】 水溶性乙烯性不飽和單體，較佳是利用水溶液的狀態使其分散在烴分散介質中，來供給於反相懸浮聚合。水溶性乙烯性不飽和單體，藉由成為水溶液，能夠使在烴分散介質中的分散效率提升。作為此水溶液中的水溶性乙烯性不飽和單體的濃度，較佳是20質量%～飽和濃度以下的範圍。又，作為水溶性乙烯性不飽和單體的濃度，更佳是55質量%以下，進一步較佳是50質量%以下，更進一步較佳是45質量%以下。另一方面，作為水溶性乙烯性不飽和單體的濃度，更佳是25質量%以上，進一步較佳是28質量%以上，更進一步較佳是30質量%以上。

【0040】 水溶性乙烯性不飽和單體，當具有酸基如(甲基)丙烯酸、2-(甲基)丙烯醯胺基-2-甲基丙磺酸等時，可以依據需要使用該酸基預先藉由鹼性中和劑所中和者。作為如此的鹼性中和劑，可列舉：氫氧化鈉、碳酸鈉、碳酸氫鈉、氫氧化鉀、碳酸鉀等鹼金屬鹽類；氨等。又，這些的鹼性中和劑，為了使中和操作簡便地進行，可以是以成為水溶液的狀態來使用。再者，前述的鹼性中和劑，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上來使用。

【0041】 作為由於鹼性中和劑的水溶性乙烯性不飽和單體的中和度，設為相對於水溶性乙烯性不飽和單體具有的所有酸基的中和度，較佳是10～100莫耳%，更佳是30～90莫耳%，進一步較佳是40～85莫耳%，更進一步較佳是50～80莫耳%。

【0042】 [烴分散介質]

作為烴分散介質，可列舉例如：正己烷、正庚烷、2-甲基己烷、3-甲基己烷、2,3-二甲基戊烷、3-乙基戊烷、正辛烷等碳數6～8的脂肪族烴；環己烷、甲基環己烷、環戊烷、甲基環戊烷、反-1,2-二甲基環戊烷、順-1,3-二甲基環戊烷、反-1,3-二甲基環戊烷等脂環族烴；苯、甲苯、二甲苯等的芳香族烴等。這些烴分散介質之中，尤其，從容易工業性地購入、品質安定並且價廉的觀點來看，適合使用：正己烷、正庚烷、環己烷。這些烴分散介質，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上來使用。再者，作為烴分散介質的混合物的例子，即便使用EXXSOL HEPTANE(商品名稱，艾克森美孚公司製造：含有75～85質量%庚烷及其異構物的烴)等市售品亦能夠獲得適合的結果。

【0043】 作為烴分散介質的使用量，從將水溶性乙烯性不飽和單體均勻地分散而容易控制聚合溫度的觀點來看，相對於第1階段的水溶性乙烯性不飽和單體100質量份，較佳是100～1500質量份，更佳是200～1400質量份。再者，將於後述的反相懸浮聚合是以1階段(單階段)

或2階段以上的多階段來實行，前述的所謂第1階段的聚合，是意指單階段聚合或多階段聚合中的第1階段的聚合反應(以下皆同)。

【0044】 [分散穩定劑]

(界面活性劑)

反相懸浮聚合中，爲了使水溶性乙烯性不飽和單體在滷分散介質中的分散穩定性提升，能夠使用分散穩定劑。作爲該分散穩定劑，能夠使用界面活性劑。

【0045】 作爲界面活性劑，能夠使用例如：蔗糖脂肪酸酯、聚甘油脂肪酸酯、去水山梨糖醇脂肪酸酯、聚氧乙烯去水山梨糖醇脂肪酸酯、聚氧乙烯甘油脂肪酸酯、山梨糖醇脂肪酸酯、聚氧乙烯山梨糖醇脂肪酸酯、聚氧乙烯烷基醚、聚氧乙烯烷基苯基醚、聚氧乙烯蓖麻子油、聚氧乙烯硬化蓖麻子油、烷基烯丙基甲醛縮合聚氧乙烯醚、聚氧乙烯聚氧丙烷嵌段聚合物、聚氧乙烯聚氧丙烷烷基醚、聚乙二醇脂肪酸酯、烷基糖苷(alkylglycoside)、N-烷基葡萄糖醯胺、聚氧乙烯脂醯胺、聚氧乙烯烷胺、聚氧乙烯烷醚的磷酸酯、聚氧乙烯烷基烯丙基醚的磷酸酯。這些界面活性劑之中，尤其，從單體的分散穩定性的層面來看，較佳是使用：去水山梨糖醇脂肪酸酯、聚甘油脂肪酸酯、蔗糖脂肪酸酯。這些界面活性劑，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上來使用。

【0046】 作為界面活性劑的使用量，相對於第1階段的水溶性乙烯性不飽和單體100質量份，較佳是0.1～30質量份，更佳是0.3～20質量份。

【0047】 (高分子系分散劑)

又，作為使用在反相懸浮聚合的分散穩定劑，可以將高分子系分散劑與前述的界面活性劑一起合併來使用。

【0048】 作為高分子系分散劑，可列舉例如：順丁烯二酸酐改質聚乙烯、順丁烯二酸酐改質聚丙烯、順丁烯二酸酐改質乙烯／丙烯共聚物、順丁烯二酸酐改質EPDM(乙烯／丙烯／二烯／三元共聚物)、順丁烯二酸酐改質聚丁二烯、順丁烯二酸酐／乙烯共聚物、順丁烯二酸酐／丙烯共聚物、順丁烯二酸酐／乙烯／丙烯共聚物、順丁烯二酸酐／丁二烯共聚物、聚乙烯、聚丙烯、乙烯／丙烯共聚物、氧化型聚乙烯、氧化型聚丙烯、氧化型乙烯／丙烯共聚物、乙烯／丙烯酸共聚物、乙基纖維素、乙基羥基乙基纖維素等。在這些高分子系分散劑之中，尤其，從單體的分散穩定性的層面來看，較佳是使用：順丁烯二酸酐改質聚乙烯、順丁烯二酸酐改質聚丙烯、順丁烯二酸酐改質乙烯／丙烯共聚物、順丁烯二酸酐／乙烯共聚物、順丁烯二酸酐／丙烯共聚物、順丁烯二酸酐／乙烯／丙烯共聚物、聚乙烯、聚丙烯、乙烯／丙烯共聚物、氧化型聚乙烯、氧化型聚丙烯、氧化型乙烯／丙烯共聚物。這些高分子系分散劑，可以單獨使用，亦可以組合二種以上來使用。

【0049】 作為高分子系分散劑的使用量，相對於第1階段的水溶性乙烯性不飽和單體100質量份，較佳是0.1～30質量份，更佳是0.3～20質量份。

【0050】 [內部交聯劑]

作為內部交聯劑，可列舉能夠將使用的水溶性乙烯性不飽和單體的聚合物進行交聯者，可列舉例如：不飽和聚酯類，其是使(聚)乙二醇(所謂的「(聚)」，是指有與沒有「聚」的前綴詞的情況。以下相同)、(聚)丙二醇、1,4-丁二醇、三羥甲基丙烷、(聚)甘油等二醇、三醇等聚醇類與(甲基)丙烯酸、順丁烯二酸、反丁烯二酸等不飽和酸進行反應而獲得；N,N-亞甲基雙丙烯醯胺等雙丙烯醯胺類；二(甲基)丙烯酸酯類或三(甲基)丙烯酸酯類，其是使聚環氧化物與(甲基)丙烯酸進行反應而獲得；二(甲基)丙烯酸胺甲醯基酯類，其是使甲苯二異氰酸酯、六亞甲基二異氰酸酯等聚異氰酸酯與(甲基)丙烯酸羥基乙酯進行反應而獲得；烯丙基化澱粉、烯丙基化纖維素、鄰苯二甲酸二烯丙基酯、N,N',N''-三烯丙基異氰酸酯、二乙烯基苯等具有2個以上聚合性不飽和基的化合物；(聚)乙二醇二環氧丙基醚、(聚)丙二醇二環氧丙基醚、(聚)甘油二環氧丙基醚等二環氧丙基化合物、三環氧丙基化合物等多環氧丙基化合物；表氯醇、表溴醇、 α -甲基表氯醇等表鹵代醇化合物；2,4-甲苯二異氰酸酯、六亞甲基二異氰酸酯等異氰酸酯化合物；3-甲基-3-氧環丁烷甲醇、3-乙基-3-氧環丁烷甲醇、3-丁基-3-氧環丁烷甲醇、3-甲

基-3-氧環丁烷乙醇、3-乙基-3-氧環丁烷乙醇、3-丁基-3-氧環丁烷乙醇等氧環丁烷(oxetane)化合物等的具有2個以上反應性官能基之化合物。這些內部交聯劑之中，較佳是使用多環氧丙基化合物，更佳是使用二環氧丙基醚化合物，特別較佳是使用(聚)乙二醇二環氧丙基醚、(聚)丙二醇二環氧丙基醚、(聚)甘油二環氧丙基醚。這些內部交聯劑，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上來使用。

【0051】 作為內部交聯劑的使用量，相對於1莫耳水溶性乙烯性不飽和單體，較佳是0.000001~0.02莫耳，更佳是0.00001~0.01莫耳，進一步較佳是0.00001~0.005莫耳，更進一步較佳是0.00005~0.002莫耳。

【0052】 [偶氮系化合物及過氧化物]

在吸水性樹脂的製造方法的一例，對於水溶性乙烯性不飽和單體，可以實行在偶氮系化合物與過氧化物的存在下中的反相懸浮聚合。

【0053】 在該聚合步驟中，所謂「偶氮系化合物與過氧化物的存在下」，在聚合反應開始的時間點中，並非必定要偶氮系化合物與過氧化物共存，而是意指下述狀態：當其中一種化合物由於自由基裂解而單體轉化率是未滿10%時，另一種化合物就已經存在；但較佳是：當聚合反應開始前，此兩者就已經共存於包含水溶性乙烯性不飽和單體的水溶液中。又，偶氮系化合物與過氧化物，可以是利用個別的通路來添加到聚合反應系統中，亦可以是利用相同的通路依序添加到聚合反應系統中。再者，所使用

的偶氮系化合物及過氧化物的形態，可以是粉體亦可以是水溶液。

【0054】（偶氮系化合物）

作為偶氮系化合物，可列舉例如：1-{(1-氰基-1-甲基乙基)偶氮}甲醯胺、2,2'-偶氮雙[2-(N-苯基甲脒基)丙烷]二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙{2-[N-(4-氯苯基)甲脒基]丙烷}二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙{2-[N-(4-羥苯基)甲脒基]丙烷}二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙[2-(N-二苯甲醯基甲脒基)丙烷]二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙[2-(N-烯丙基甲脒基)]丙烷]二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙(2-甲脒基丙烷)二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙{2-[N-(2-羥乙基)甲脒基]丙烷}二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙[2-(5-甲基-2-咪唑啉-2-基)丙烷]二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙[2-(2-咪唑啉-2-基)丙烷]二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙[2-(4,5,6,7-四氫-1H-1,3-二氮呋-2-基)丙烷]二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙[2-(5-羥基-3,4,5,6-四氫嘧啶-2-基)丙烷]二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙{2-[1-(2-羥乙基)-2-咪唑啉-2-基]丙烷}二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙[2-(2-咪唑啉-2-基)丙烷]、2,2'-偶氮雙{2-甲基-N-[1,1-雙(羥甲基)-2-羥乙基]丙醯胺}、2,2'-偶氮雙{2-甲基-N-[1,1-雙(羥甲基)乙基]丙醯胺}、2,2'-偶氮雙[2-甲基-N-(2-羥乙基)丙醯胺]、2,2'-偶氮雙(2-甲基丙醯胺)二鹽酸鹽、4,4'-偶氮雙-4-氰基戊酸、2,2'-偶氮雙[2-(羥甲基)丙腈]、2,2'-偶氮雙[2-(2-咪唑啉-2-基)丙烷]二硫酸鹽二水

合物、2,2'-偶氮雙[N-(2-羧乙基)2-甲基丙脒]四水合物、2,2'-偶氮雙[2-甲基-N-(2-羥乙基)甲基丙醯胺]等偶氮化合物。這些之中，較佳是：2,2'-偶氮雙(2-甲脒基丙烷)二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙{2-[1-(2-羥乙基)-2-咪唑啉-2-基]丙烷}二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙[N-(2-羧乙基)2-甲基丙脒]四水合物。這些化合物，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上來使用。

【0055】（過氧化物）

作為過氧化物，可列舉例如：過硫酸鉀、過硫酸銨、過硫酸鈉等過硫酸鹽類；過氧化甲基乙基酮、過氧化甲基異丁基酮、過氧化二(三級丁基)、過氧化三級丁基異丙苯基、過氧乙酸三級丁酯、過氧異丁酸三級丁酯、過氧三甲基乙酸三級丁酯(*t-butyl peroxy pivalate*)、過氧化氫等過氧化物類。這些過氧化物之中，較佳是使用：過硫酸鉀、過硫酸銨、過硫酸鈉、過氧化氫，進一步，更佳是使用：過硫酸鉀、過硫酸銨、過硫酸鈉。這些過氧化物，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上來使用。

【0056】（偶氮系化合物及過氧化物的使用量、使用比例）

作為偶氮系化合物及過氧化物的使用量，相對於水溶性乙烯性不飽和單體1莫耳，較佳是0.00005莫耳以上，更佳是0.0001莫耳以上。又，相對於水溶性乙烯性不飽和單體1莫耳，較佳是0.005莫耳以下，更佳是0.001莫耳以下。

【0057】 作為偶氮系化合物及過氧化物的使用量比例，偶氮系化合物在偶氮系化合物及過氧化物的使用量總量之中，較佳是設為40質量%以上的比例，更佳是設為50質量%以上的比例，進一步較佳是設為60質量%以上的比例，更進一步較佳是設為70質量%以上的比例。另一方面，偶氮系化合物在偶氮系化合物及過氧化物的使用量總量之中，較佳是設為95質量%以下的比例，更佳是設為90質量%以下的比例，進一步較佳是設為85質量%以下的比例，更進一步較佳是設為80質量%以下的比例。又，作為質量比範圍(偶氮系化合物：過氧化物)，較佳是8：12～19：1。

【0058】 [其他的成分]

此吸水性樹脂的製造方法的一例，亦可以因為期望而將其他的成分，添加至包含水溶性乙烯性不飽和單體的水溶液中來實行反相懸浮聚合。作為其他的成分，能夠添加增稠劑或鏈轉移劑等各種的添加劑。

【0059】 (增稠劑)

作為一例，能夠對包含水溶性乙烯性不飽和單體的水溶液添加增稠劑來實行反相懸浮聚合。如此地藉由添加增稠劑來調整水溶液黏度，能夠控制在反相懸浮聚合中所獲得的中位粒徑。

【0060】 作為增稠劑，能夠使用例如：羥乙基纖維素、羥丙基纖維素、甲基纖維素、羧甲基纖維素、聚丙烯酸、聚丙烯酸(部分)中和物、聚乙二醇、聚丙烯醯胺、聚乙醯

亞胺、糊精、褐藻酸鈉、聚乙烯醇、聚乙烯吡咯啉酮、聚氧化乙烯等。再者，只要聚合時的攪拌速度相同，當水溶性乙烯性不飽和單體水溶液的黏度越高，所獲得的粒子的中位粒徑會有變得越大的傾向。

【0061】 [反相懸浮聚合]

當實行反相懸浮聚合時，在界面活性劑及／或高分子系分散劑的存在下，使包含水溶性乙烯性不飽和單體的水溶液分散在烴分散介質中。此時，只要是在聚合反應開始之前，界面活性劑或高分子分散劑的添加時機，可以單體水溶液添加的前後皆可。

【0062】 其中，從容易降低所獲得的吸水性樹脂中殘留的烴分散介質量的觀點來看，較佳是：在使高分子系分散劑分散的烴分散介質中，使單體水溶液分散後，進一步使界面活性劑分散再實行聚合。

【0063】 能夠將如此的反相懸浮聚合利用1階段或2階段以上的多階段來實行。又，從提高生產性的觀點來看，較佳是利用2～3階段來實行。

【0064】 當利用2階段以上的多階段來實行反相懸浮聚合時，可以如下述方式實行：在實行第1階段的反相懸浮聚合後，在利用第1階段的聚合反應所獲得的反應混合物中，添加並混合水溶性乙烯性不飽和單體，然後利用與第1階段相同的方法來實行第2階段以後的反相懸浮聚合。第2階段以後的各階段中的反相懸浮聚合中，除了水溶性乙烯性不飽和單體之外，將前述的偶氮化合物與過氧

化物或內部交聯劑較佳是以下述範圍添加，來實行反相懸浮聚合：以第2階段以後的各階段中在反相懸浮聚合時添加的水溶性乙烯性不飽和單體的量為基準計，在相對前述的水溶性乙烯性不飽和單體的各成分的莫耳比的範圍內。

【0065】作為聚合反應的反應溫度，藉由使聚合迅速地進行且縮短聚合時間，從可提高經濟效益並且容易去除聚合熱而順利地實行反應的觀點來看，較佳是20～110℃，更佳是40～90℃。又，作為反應時間，較佳是設為0.5～4小時。

【0066】〈後交聯步驟〉

接下來，本發明中的吸水性樹脂中，針對聚合水溶性乙烯性不飽和單體所獲得的含水膠體狀物，利用後交聯劑進行後交聯(後交聯反應)來獲得。此後交聯反應，較佳是：在水溶性乙烯性不飽和單體的聚合後之後，在後交聯劑的存在下來實行。如此，在聚合後之後，藉由針對含水膠體狀物施予後交聯反應，可獲得一種吸水性樹脂，其表面附近的交聯密度較高，並且膠體強度與在荷重下的吸水能力等各性能亦較高。

【0067】作為後交聯劑，能夠列舉具有2個以上的反應性官能基之化合物。可列舉例如：乙二醇、丙二醇、1,4-丁二醇、三羥甲基丙烷、甘油、聚氧乙二醇、聚氧丙二醇、聚甘油等聚醇類；(聚)乙二醇二環氧丙基醚、(聚)甘油二環氧丙基醚、(聚)甘油三環氧丙基醚、三羥甲基丙烷三環氧丙基醚、(聚)丙二醇多環氧丙基醚、(聚)甘油聚環氧丙

基醚等多環氧丙基化合物；表氯醇、表溴醇、 α -甲基表氯醇等鹵化環氧化合物；2,4-甲苯二異氰酸酯、六亞甲基二異氰酸酯等異氰酸酯化合物；3-甲基-3-氧環丁烷甲醇、3-乙基-3-氧環丁烷甲醇、3-丁基-3-氧環丁烷甲醇、3-甲基-3-氧環丁烷乙醇、3-乙基-3-氧環丁烷乙醇、3-丁基-3-氧環丁烷乙醇等氧環丁烷化合物；1,2-伸乙基雙噁唑啉等噁唑啉化合物；碳酸伸乙酯等碳酸酯化合物；雙[N,N-二(β -羥乙基)]己二醯胺等羥烷基醯胺化合物。這些的後交聯劑之中，特別較佳的是：(聚)乙二醇二環氧丙基醚、(聚)甘油二環氧丙基醚、(聚)甘油三環氧丙基醚、三羥甲基丙烷三環氧丙基醚、(聚)丙二醇多環氧丙基醚、(聚)甘油多環氧丙基醚等多環氧丙基化合物。這些後交聯劑，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上來使用。

【0068】 作為後交聯劑的使用量，相對於在聚合時使用的水溶性乙烯性不飽和單體的總量1莫耳，較佳是0.00001~0.01莫耳，更佳是0.00005~0.005莫耳，特別較佳是0.0001~0.002莫耳。

【0069】 作為後交聯劑的添加方法，可以將後交聯劑直接添加，或可以作為水溶液來添加，亦可以依據需要，作為溶劑以使用親水性有機溶劑的溶液來添加。作為親水性有機溶劑，可列舉例如：甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇等低級醇(lower alcohol)類；丙酮、甲基乙基酮等酮類；二乙基醚、二氧雜環(dioxane)、四氫呋喃等醚類；N,N-二甲基甲醯胺等醯胺類；二甲基亞砷等亞砷類等。這些親

水性有機溶劑，可以單獨使用，亦可以組合兩種以上、或者作為與水的混合溶劑來使用。

【0070】作為後交聯劑的添加時機，只要是水溶性乙烯性不飽和單體的聚合反應幾乎全部結束之後即可，相對於水溶性乙烯性不飽和單體100質量份，較佳是在1~400質量份的範圍的水分存在下添加，更佳是在5~200質量份的範圍的水分存在下添加，進一步較佳是在10~100質量份的範圍的水分存在下添加，更進一步較佳是在20~60質量份的範圍的水分存在下添加。再者，水分的量，是意指：包含於聚合反應系統中的水分與添加後交聯劑時依據需要所使用的水分的合計量。

【0071】作為後交聯反應中的反應溫度，較佳是50~250℃，更佳是60~180℃，進一步較佳是60~140℃，更進一步較佳是70~120℃。又，作為後交聯的反應時間，較佳是1~300分鐘，更佳是5~200分鐘。

【0072】〈乾燥步驟〉

在實行前述的反相懸浮聚合後，較佳是實行下述乾燥步驟：利用由外部加入熱等能量，將水、烴分散介質等藉由蒸餾來去除。當由反相懸浮聚合後的含水膠體實行脫水時，對烴分散介質中已分散的含水膠體的系統進行加熱，藉由將水與烴分散介質進行共沸蒸餾而暫時餾出至系統外。此時，若只將餾出的烴分散介質往系統內回送，就能夠進行連續性的共沸蒸餾。該情況，因為要使乾燥中的系統內的溫度維持在烴分散介質的共沸溫度以下，從樹脂不

易劣化的觀點來看較佳。接下來，藉由將水及烴分散介質餾去，來獲得吸水性樹脂的粒子。控制此聚合後中的乾燥步驟的處理條件來調整脫水量，藉此，能夠控制所獲得的吸水性樹脂的各性能。

【0073】 乾燥步驟中，藉由蒸餾的乾燥處理可以是在常壓下實行，亦可以在減壓下實行。又，從提高乾燥效率的觀點來看，亦可以在氮氣等氣流下實行。當在常壓下實行乾燥處理時，作為乾燥溫度，較佳是70～250℃，更佳是80～180℃，進一步較佳是80～140℃，特別較佳是90～130℃。又，當在減壓下實行乾燥處理的情況中，作為乾燥溫度，較佳是60～110℃，更佳是70～100℃。

【0074】 再者，當藉由如前述的反相懸浮聚合來實行水溶性乙烯性不飽和單體的聚合後，藉由後交聯劑實行後交聯步驟時，在該後交聯步驟之後，以藉由前述蒸餾實行乾燥步驟的方式來進行。或者，亦可以是將後交聯步驟與乾燥步驟同時地實行。

【0075】 又，依據需要，針對吸水性樹脂，在聚合後、乾燥中或乾燥後，可以添加如螯合劑、還原劑、氧化劑、殺菌劑、除臭劑等各種添加劑。

【0076】 《3.吸收體、吸收性物品》

本發明中的吸水性樹脂，其可以構成用以使用於生理用品、紙尿布等衛生材料的吸收體，並且適用於包含該吸收體的吸收性物品。

【0077】 此處，使用吸水性樹脂的吸收體，例如是藉由吸水性樹脂與親水性纖維所構成。作為吸收體的構成，可列舉下述：藉由將吸水性樹脂與親水性纖維成為均勻的組成的方式混合所獲得的混合分散體；在層狀的親水性纖維之間夾著吸水性樹脂而成的三明治結構體；將吸水性樹脂與親水性纖維利用薄型紙包覆的結構體等。再者，吸收體中，亦可以調配有下述其他的成分：用以提高吸收體的形態保持性(shape-retaining properties)的熱接合性合成纖維；熱融黏著劑、黏著性乳劑等黏著性黏合劑。

【0078】 作為吸收體中的吸水性樹脂的含量，較佳是5～95質量%，更佳是20～90質量%，進一步較佳是30～80質量%。若吸水性樹脂的含量未滿5質量%，吸收體的吸收容量會變低，而會有發生液漏及回流的可能性。另一方面，若吸水性樹脂的含量超過95質量%，吸收體會變高成本，進一步吸收體的觸感會變硬。

【0079】 作為親水性纖維，可列舉下述：由木材所獲得的棉狀紙漿、機械紙漿、化學紙漿、半化學紙漿等纖維素纖維；嫫縈、醋酸酯等人工纖維素纖維；經親水化處理的聚醯胺、聚酯、聚烯烴等合成樹脂所構成的纖維等。

【0080】 又，將使用吸水性樹脂的吸收性體，保持在液體可通過的液體滲透性薄片(topsheet，頂片)與液體不可通過的液體不滲透性薄片(backsheet，背片)之間，藉此能夠成為吸收性物品。液體滲透性薄片，是被配置在

與身體接觸之側，液體不滲透性薄片，則是被配置在與身體接觸之相反側。

【0081】 作為液體滲透性薄片，可列舉：熱風(air through)型、紡絲黏合(spunbond)型、化學結合型、針軋(needle punching)型等不織布，其是由聚乙烯、聚丙烯、聚酯等纖維所構成；及，多孔質的合成樹脂薄片等。又，作為液體不滲透性薄片，可列舉由聚乙烯、聚丙烯、聚氯乙烯等樹脂所構成的合成樹脂薄膜等。

[實施例]

【0082】 《4.實施例》

以下，顯示實施例及比較例來更詳細地說明本發明，但本發明並非只限定於以下的實施例。

【0083】 〈4-1有關評價試驗方法〉

有關下述的實施例及比較例中所獲得的吸水性樹脂，供以下述顯示的各種試驗來進行評價。以下，說明有關各評價試驗方法。

【0084】 (1)黃色度

將2.0g吸水性樹脂，倒入內徑3cm的玻璃製的測定容器中，利用色差計(日本電色工業股份有限公司製造，商品型號：Color Meter ZE2000)測定該吸水性樹脂的黃色度，並由所獲得的吸水性樹脂的X、Y、Z(三刺激值)，依下述公式來計算出黃色度，該色差計已利用標準用白板來補正測色色差計的三刺激值也就是X、Y、Z。

$$\text{黃色度} = 100(1.28X - 1.06Z) / Y$$

【0085】 (2) 膠體強度

在容量100 mL的燒杯中，量取49.0 g的0.9質量%氯化鈉水溶液(生理食鹽水)，將磁性攪拌子(8 mm ϕ × 30 mm且無環狀突起)投入，配置在磁性攪拌器(iuchi公司製造；HD-30D)上。接下來，將磁性攪拌子以使其旋轉600轉/分鐘的方式進行調整。

【0086】 接下來，將1.0 g吸水性樹脂投入攪拌中的燒杯內，持續攪拌至漩渦消失而液面成爲水平爲止，來調製膠體。此膠體，在恆溫恆溼槽中利用40℃、60%RH的條件下保管15小時，而成爲測定試料。

【0087】 將此測定試料的膠體彈性模數，使用凝乳計(I-techno engineering公司製造，凝乳計·迷你ME-600)來進行測定。再者，凝乳計的條件如同以下。

- 壓力感測軸：16 mm ϕ
- 彈簧：400 g用
- 荷重：400 g
- 上升速度：1吋(inch)/21秒
- 試驗模式：黏稠

【0088】 (3) 在4.14 kPa荷重下的生理食鹽水吸水能力

使用第1圖表示的概略構成的測定裝置X，來測定在4.14 kPa荷重下的生理食鹽水吸水能力。

【0089】 第1圖表示的測定裝置X，是由滴定管部1、導管2、測定台3、及放置在測定台3上的測定部4所構成。

滴定管部 1 具有下述構成：在滴定管 10 的上部連結有橡膠栓 14，下部則連結有空氣導入管 11 與控制閥 12，進一步，在空氣導入管 11 的上部安裝有控制閥 13。由滴定管部 1 到測定台 3，安裝有導管 2，而導管 2 的直徑是 6 mm。在測定台 3 的中央部，具有直徑 2 mm 的孔，並且連結有導管 2。測定部 4 具備：圓筒 40、貼附在此圓筒 40 的底部的尼龍篩網 41、及重物 42。圓筒 40 的內徑是 2.0 cm。尼龍篩網 41 形成有 200 網目 (mesh, 孔徑 75 μ m)。然後，在尼龍篩網 41 上以使特定量的吸水性樹脂 5 均勻地散布的方式來進行。重物 42，直徑是 1.9 cm，質量是 119.6 g。此重物 42，是放置在吸水性樹脂 5 上，並且以能夠對吸水性樹脂 5 均勻地加以 4.14 kPa 荷重的方式來進行。

【0090】 使用如此構成的測定裝置 X，首先，關閉滴定管部 1 的控制閥 12 與控制閥 13，由滴定管 10 上部倒入已被調節為 25 °C 的生理食鹽水，利用橡膠栓 14 栓上滴定管上部之後，打開滴定管部 1 的控制閥 12、控制閥 13。接下來，以測定台中心部中的導管 2 前端與空氣導入管 11 的空氣導入口成爲相同高度的方式來實行測定台 3 的高度的調整。

【0091】 另一方面，在圓筒 40 的尼龍篩網 41 上，將 0.10 g 的吸水性樹脂 5 均勻地散佈，並在此吸水性樹脂 5 上放置重物 42。測定部 4，其中心部是以與測定台 3 中心部的導管口一致的方式來放置。

【0092】 由吸水性樹脂5開始吸水的時間點，持續性地讀取滴定管10內的生理食鹽水的減少量(吸水性樹脂5吸收的生理食鹽水量) W_a (mL)。將由吸水開始經過60分鐘後中的吸水性樹脂在4.14 kPa荷重下的生理食鹽水吸水能力，藉由接下來的公式求出。

【0093】 在4.14 kPa荷重下的生理食鹽水吸水能力
(mL / g) = $W_a \div 0.10$ (g)

【0094】 (4)中位粒徑(粒徑分布)

在50 g吸水性樹脂中，混合作為潤滑劑的0.25 g非晶形二氧化矽(Evonik Degussa Japan股份有限公司製造，Carplex#80)。

【0095】 由上依下述順序組合JIS標準篩網：孔徑850 μ m的篩網、孔徑600 μ m的篩網、孔徑500 μ m的篩網、孔徑400 μ m的篩網、孔徑300 μ m的篩網、孔徑250 μ m的篩網、孔徑150 μ m的篩網、及托盤。

【0096】 在經組合的最上層的篩網，倒入吸水性樹脂，使用Ro-Tap式振動器(rotating and tapping shaker)使其振動20分鐘來進行分級。在分級後，將殘留在各篩網上的吸水性樹脂的質量相對於總量作為質量百分比算出，來求得粒徑分布。關於此粒徑分布，藉由從粒徑較大者依序在篩網上累計，將篩網的孔徑與殘留在篩網上的吸水性樹脂的質量百分比的累計值之間的關係，作圖在對數機率紙。將在機率紙上的圖形利用直線連接，藉

此，將相當於累計質量百分比50質量%的粒徑設為中位粒徑。

【0097】再者，300~400 μm 的粒子佔吸水性樹脂整體比例的質量比例，在前述的測定中，是相對於整體而殘留在300 μm 的篩網上的吸水性樹脂的質量比例。同樣地，150~850 μm 的粒子佔吸水性樹脂整體比例的質量比例，是殘留在150 μm 、250 μm 、300 μm 、400 μm 、500 μm 、600 μm 的各孔徑的篩網上的吸水性樹脂的質量比例的合計值。

【0098】(5)吸溼試驗後的流動性

在10g吸水性樹脂中，混合作為潤滑劑的0.03g非晶形二氧化矽(Evonik Degussa Japan股份有限公司製造，Carplex#80)。

【0099】將此混合物，均勻地倒入直徑10cm的不鏽鋼試驗盤(petri)，在40°C、相對溼度90%RH的恆溫恆溼槽中靜置1小時。測定靜置1小時後的已吸溼的樣品的質量(Wb)。

【0100】將吸溼後的樣品，非常小心地移動到平舖在托盤的12篩網(JIS標準篩網)，並且將篩網以手掌輕拍五次。接下來，使篩網在圓周方向旋轉90度後，進一步輕拍五次。測定通過12篩網而殘留在托盤上的吸溼後樣品的質量(Wc)，藉由接下來的公式來求得吸溼試驗後的流動性(%)。

$$\text{【0101】吸溼後的流動性(\%)} = Wc / Wb \times 100$$

【0102】 [使用吸水性樹脂的吸收體的評價試驗]**(1) 吸收體的製作**

使用氣流型混合裝置(O-Tek股份有限公司製造, Pad Former), 將80質量份吸水性樹脂與20質量份破碎木漿(Rayonier公司製造, Rayfloc)混合, 將此混合物以成爲基重(basis weight)約 500 g/m^2 的方式來散佈。將所獲得之混合物, 切割成 $40\text{ cm}\times 12\text{ cm}$ 大小的薄片狀, 來製造吸收體芯材(core)。接下來, 將吸收體芯材的上下, 利用與吸收體芯材相同的大小且基重 16 g/m^2 的兩片薄紙(tissue paper)以夾著的狀態, 對整體加以 196 kPa 的荷重30秒鐘進行加壓, 藉此, 製作成吸收體A。

【0103】 又, 除了在 40°C 、相對溼度 $90\% \text{RH}$ 的恆溫恆溼槽中使用經靜置1小時的80質量份吸水性樹脂與20質量份破碎木漿(Rayonier公司製造, 商品名稱: Rayfloc)以外, 利用與前述相同的方法來製成吸收體B。

【0104】 《吸收體的外觀評價》

吸收體A的外觀, 藉由以下的方法進行評價。亦即, 選出10名的評價人員(panellist), 將所獲得的吸收體的外觀(清潔感)藉由以下基準來進行3階段的評價, 利用將評價人員的評價值平均, 來評價吸收體的外觀。

階段A: 潔白並且有清潔感(評價值: 5)。

階段B: 主觀可見隱約的黃色(評價值: 3)。

階段C: 主觀可見黃色(評價值: 1)

【0105】 《吸收體製造時的作業性》

依照前述的製造例所述之製造流程，連續地製造10次吸收體B。

【0106】將製造後的吸水性樹脂、吸收體B、及該吸收體製造機械的狀態，由作業人員3名，藉由下述表1表示的基準來進行3階段評價，利用將各項目的評價值平均，來評價吸收體製造時的作業性。

【0107】 [表1]

評價項目	評價基準	評價值
混合物的散佈狀態	散佈狀態均勻，且再現性亦高	5
	散佈狀態可見不均或偏差	3
	散佈狀態多發生不均或偏差	1
對製造機械的粉末附著	認為幾乎沒有對製造機械的附著	5
	雖然有少量附著，能夠以空氣噴射去除	3
	附著量較多，有以硬質刷去除的必要	1

【0108】 〈4-2.有關實施例及比較例〉

[實施例1]

準備一內徑110mm、容量2L的圓底圓筒型分離式燒瓶，其具備：回流冷卻器、滴液漏斗、氮氣氣體導入管、以及2段具有葉片直徑50mm的4片傾斜平槳葉片來作為攪拌機。在此燒瓶中，量取300g作為烴分散介質的正庚烷，並添加0.74g作為界面活性劑的HLB3蔗糖硬脂酸酯(三菱化學食品股份有限公司，RYOTO sugar ester S-370)、0.74g作為高分子系分散劑的順丁烯二酸酐改質乙烯/丙烯共聚物(三井化學股份有限公司，Hi-Wax 1105A)，一邊攪拌，一邊升溫至80℃，在將界面活性劑溶解之後，冷卻至50℃。

【0109】另一方面，在容量500 mL的錐形瓶中，量取92 g (1.02 莫耳)的80質量%的丙烯酸水溶液，一邊藉由外部進行冷卻，一邊實行將102.2 g 30質量%的氫氧化鈉水溶液滴下的75莫耳%的中和，之後，加入並溶解0.092 g作為增稠劑的羥乙基纖維素(住友精化股份有限公司，HEC AW-15F)、0.092 g (0.339 毫莫耳)作為偶氮系化合物的2,2'-偶氮雙(2-甲脒基丙烷)二鹽酸鹽、0.037 g (0.137 毫莫耳)作為過氧化物的過硫酸鉀、0.020 g (0.116 毫莫耳)作為內部交聯劑的乙二醇二環氧丙基醚與43.8 g離子交換水，來調製單體水溶液。

【0110】然後，將以前述方法調製的單體水溶液添加至分離式燒瓶中，並以氮氣對系統內部充分進行置換，然後將燒瓶在70℃的水浴中浸漬而升溫，利用實行聚合60分鐘來獲得第1階段的聚合漿液。

【0111】另一方面，在另一個容量500 mL的錐形瓶中，量取128.8 g (1.43 莫耳)的80質量%的丙烯酸水溶液，一邊藉由外部進行冷卻，一邊實行將143.1 g 30質量%的氫氧化鈉水溶液滴下的75莫耳%的中和，之後，加入並溶解0.129 g (0.475 毫莫耳)作為偶氮系化合物的2,2'-偶氮雙(2-甲脒基丙烷)二鹽酸鹽、0.052 g (0.191 毫莫耳)作為過氧化物的過硫酸鉀、0.012 g (0.067 毫莫耳)作為內部交聯劑的乙二醇二環氧丙基醚與15.9 g離子交換水，來調製第2階段的單體水溶液。

【0112】將前述的分離式燒瓶系統內冷卻至 25°C 之後，將第2階段的單體水溶液的總量添加至第1階段的聚合漿液中，並以氮氣對系統內部充分進行置換，然後再次將燒瓶在 70°C 的水浴中浸漬而升溫，實行第2階段的聚合30分鐘。

【0113】在第2階段的聚合後，利用 125°C 的油浴將反應液升溫，且藉由正庚烷與水的共沸蒸餾一邊將正庚烷進行回流，一邊將252g的水萃出至系統外，之後，添加4.42g(0.51毫莫耳)作為後交聯劑的乙二醇二環氧丙基醚的2質量%水溶液，在 80°C 保持2小時。之後，藉由使正庚烷蒸發來進行乾燥，而獲得乾燥品。使此乾燥品通過孔徑 $1000\ \mu\text{m}$ 的篩網，而獲得231.2g球狀粒子經凝集的形態的吸水性樹脂。將以如此方式所獲得的吸水性樹脂，依照前述的各種試驗方法進行評價。

【0114】再者，所獲得的吸水性樹脂， $150\sim 850\ \mu\text{m}$ 的粒子佔其整體比例的質量比例是95質量%， $300\sim 400\ \mu\text{m}$ 的粒子的質量比例是33質量%，中位粒徑是 $370\ \mu\text{m}$ 。

【0115】[實施例2]

實施例2中，在第2階段的聚合後，除了藉由正庚烷與水的共沸蒸餾一邊將正庚烷進行回流一邊將255g的水萃出至系統外之外，與實施例1設為相同。藉此，獲得232.1g吸水性樹脂，該吸水性樹脂與實施例1中所獲得

的吸水性樹脂的吸水能力不同。將以如此方式所獲得的吸水性樹脂，依照前述的各種試驗方法來進行評價。

【0116】再者，所獲得的吸水性樹脂， $150 \sim 850 \mu\text{m}$ 的粒子佔其整體比例的質量比例是95質量%， $300 \sim 400 \mu\text{m}$ 的粒子的質量比例是33質量%，中位粒徑是 $375 \mu\text{m}$ 。

【0117】[實施例3]

實施例3中，除了將使溶解於第1階段單體水溶液的過氧化物設為 0.33 g (0.137 毫莫耳)過硫酸鈉，且將使溶解於第2階段單體水溶液的過氧化物設為 0.045 g (0.189 毫莫耳)過硫酸鈉之外，與實施例1設為相同。藉此，獲得 231.8 g 的吸水性樹脂，該吸水性樹脂與實施例1中所獲得的吸水性樹脂使用的過氧化物種類不同。將以如此方式所獲得的吸水性樹脂，依照前述的各種試驗方法來進行評價。

【0118】再者，所獲得的吸水性樹脂， $150 \sim 850 \mu\text{m}$ 的粒子佔其整體比例的質量比例是94質量%， $300 \sim 400 \mu\text{m}$ 的粒子的質量比例是33質量%，中位粒徑是 $360 \mu\text{m}$ 。

【0119】[比較例1]

比較例1中，準備一內徑 110 mm 、容量 2 L 的圓底圓筒型分離式燒瓶，其具備：回流冷卻器、滴液漏斗、氮氣氣體導入管、2段具有葉片直徑 50 mm 的4片傾斜平槳葉片來作為攪拌機，在此燒瓶中，量取 300 g 正庚烷作為烴

分散介質，並添加0.74 g作為界面活性劑的HLB3蔗糖硬脂酸酯(三菱化學食品股份有限公司，RYOTO sugar ester S-370)、0.74 g作為高分子系分散劑的順丁烯二酸酐改質乙烯/丙烯共聚物(三井化學股份有限公司，Hi-Wax 1105A)，一邊攪拌，一邊升溫至80℃，在將界面活性劑溶解之後，冷卻至50℃。

【0120】另一方面，在容量500 mL的錐形瓶中，量取92 g(1.02莫耳)的80質量%的丙烯酸水溶液，一邊藉由外部進行冷卻，一邊實行將102.2 g 30質量%的氫氧化鈉水溶液滴下的75莫耳%的中和，之後，加入並溶解：0.092 g作為增稠劑的羥乙基纖維素(住友精化股份有限公司，HECAW-15F)、0.074 g(0.274毫莫耳)作為過氧化物的過硫酸鉀、0.010 g(0.058毫莫耳)作為內部交聯劑的乙二醇二環氧丙基醚與43.8 g離子交換水，來調製單體水溶液。

【0121】然後，將以前述方法調製的單體水溶液添加至分離式燒瓶中，並以氮氣對系統內部充分進行置換，然後將燒瓶在70℃的水浴中浸漬而升溫，利用實行聚合60分鐘來獲得第1階段的聚合漿液。

【0122】另一方面，在另一個容量500 mL的錐形瓶中，量取128.8 g(1.43莫耳)的80質量%的丙烯酸水溶液，一邊藉由外部進行冷卻，一邊實行將143.1 g 30質量%的氫氧化鈉水溶液滴下的75莫耳%的中和，之後，加入並溶解0.104 g(0.382毫莫耳)作為过氧化物的過硫酸

鉀、0.012 g (0.067 毫莫耳) 作為內部交聯劑的乙二醇二環氧丙基醚與 15.9 g 離子交換水，來調製第 2 階段的單體水溶液。

【0123】將前述的分離式燒瓶系統內冷卻至 25 °C 之後，將第 2 階段的單體水溶液的總量添加至第 1 階段的聚合漿液中，並以氮氣對系統內部充分進行置換，然後再次將燒瓶在 70 °C 的水浴中浸漬而升溫，實行第 2 階段的聚合 30 分鐘。

【0124】在第 2 階段的聚合後，利用 125 °C 的油浴將反應液升溫，且藉由正庚烷與水的共沸蒸餾一邊將正庚烷進行回流，一邊將 257 g 的水萃出至系統外，之後，添加 4.42 g (0.51 毫莫耳) 作為後交聯劑的乙二醇二環氧丙基醚的 2 質量% 水溶液，在 80 °C 保持 2 小時。之後，藉由使正庚烷蒸發來進行乾燥，而獲得乾燥品。使此乾燥品通過孔徑 1000 μ m 的篩網，而獲得 228.2 g 球狀粒子經凝集的形態的吸水性樹脂。將以如此方式所獲得的吸水性樹脂，依照前述的各種試驗方法進行評價。

【0125】再者，所獲得的吸水性樹脂，150 ~ 850 μ m 的粒子佔其整體比例的質量比例是 95 質量%，300 ~ 400 μ m 的粒子的質量比例是 31 質量%，中位粒徑是 350 μ m。

【0126】[比較例 2]

比較例 2 中，將使溶解於第 1 階段單體水溶液的內部交聯劑乙二醇二環氧丙基醚的添加量設為 0.016 g

(0.090 毫莫耳)，且將使溶解於第2階段單體水溶液的內部交聯劑乙二醇二環氧丙基醚的添加量設為0.014 g (0.074 毫莫耳)，在第2階段的聚合後，藉由正庚烷與水的共沸蒸餾一邊將正庚烷進行回流，一邊將257 g的水萃出至系統外，之後，添加6.64 g (0.77 毫莫耳)作為後交聯劑的乙二醇二環氧丙基醚的2質量%水溶液，除上述以外，與比較例1設為相同，來獲得230.4 g吸水性樹脂。將以如此方式所獲得的吸水性樹脂，依照前述的各種試驗方法進行評價。

【0127】再者，所獲得的吸水性樹脂，150～850 μm 的粒子佔其整體比例的質量比例是95質量%，300～400 μm 的粒子的質量比例是33質量%，中位粒徑是375 μm 。

【0128】 [比較例3]

比較例3中，將使溶解於第1階段單體水溶液的內部交聯劑乙二醇二環氧丙基醚的添加量設為0.011 g (0.063 毫莫耳)，且將使溶解於第2階段單體水溶液的內部交聯劑乙二醇二環氧丙基醚的添加量設為0.014 g (0.074 毫莫耳)，在第2階段的聚合後，藉由正庚烷與水的共沸蒸餾一邊將正庚烷進行回流，一邊將263 g的水萃出至系統外，之後，添加3.32 g (0.39 毫莫耳)作為後交聯劑的乙二醇二環氧丙基醚的2質量%水溶液，除上述以外，與比較例1設為相同，來獲得229.6 g吸水性樹脂。

將以如此方式所獲得的吸水性樹脂，依照前述的各種試驗方法進行評價。

【0129】再者，所獲得的吸水性樹脂， $150 \sim 850 \mu\text{m}$ 的粒子佔其整體比例的質量比例是92質量%， $300 \sim 400 \mu\text{m}$ 的粒子的質量比例是30質量%，中位粒徑是 $360 \mu\text{m}$ 。

【0130】〈4-3.有關評價結果〉

[吸水性樹脂的評價]

在下述表2，表示在實施例1~3、及比較例1~3中所獲得的吸水性樹脂的評價結果。

【0131】[表2]

	吸水能力 (g/g)	黃色度 (-)	膠體強度 (Pa)	吸溼試驗後的 流動性(%)	在4.14kPa荷重下的生理 食鹽水吸水能力 (ml/g)
實施例1	60	4.6	1230	80	22
實施例2	67	4.8	1450	70	18
實施例3	59	4.6	960	61	23
比較例1	61	10.4	1570	44	15
比較例2	55	10.1	1920	48	25
比較例3	68	10.5	750	27	9

【0132】如表2所示，黃色度與膠體強度在特定的數值範圍的實施例中所獲得的吸水性樹脂，相較於比較例的吸水性樹脂，吸溼試驗後的流動性優異。

【0133】[吸收體的評價、吸收體製造時的作業性評價]

在下述表3中，表示下述評價的結果：使用實施例1~3、及比較例1~3中所獲得的吸水性樹脂來製造的吸收體的評價；以及，其吸收體製造時的作業性評價。

【0134】[表3]

	吸收體的評價結果	
	外觀	製造時的作業性
實施例1	4.4	4.3
實施例2	4.4	4.0
實施例3	4.2	4.0
比較例1	3.0	2.3
比較例2	3.2	2.0
比較例3	2.6	1.3

【0135】如表3所示，使用實施例的吸水性樹脂的吸收體，相較於使用比較例的吸水性樹脂的情況，其外觀(清潔感)優異，進一步，在吸收體的製造過程中，其製造時的作業性優異，且吸水性樹脂的分散性優異。

【符號說明】

【0136】

X 測定裝置

1 滴定管部

2 導管

3 測定台

4 測定部

5 吸水性樹脂

11 空氣導入管

12 控制閥

13 控制閥

14 橡膠栓

40 圓筒

41 尼龍篩網

4 2 重 物

【生物材料寄存】

【 0 1 3 7 】 國內寄存資訊 (請依寄存機構、日期、號碼順序註記)

無

【 0 1 3 8 】 國外寄存資訊 (請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記)

無

【序列表】(請換頁單獨記載)

無

【發明申請專利範圍】

【第 1 項】一種吸水性樹脂，其是在內部交聯劑的存在下，並在偶氮系化合物與過氧化物的存在下，藉由使水溶性乙烯性不飽和單體進行聚合，並且利用後交聯劑進行後交聯來獲得，其中，前述水溶性乙烯性不飽和單體的 70 ~ 100 莫耳% 是丙烯酸及其鹽，該吸水性樹脂的特徵在於滿足以下的要件：

(A) 黃色度是 5.0 以下、

(B) 膠體強度是 1800 Pa 以下、

(C) 在 4.14 kPa 荷重下的生理食鹽水吸水能力是 16 ml / g 以上。

【第 2 項】一種吸收性物品，其是使用吸收體而成，該吸收體包含如請求項 1 所述之吸水性樹脂。

圖式

第1圖

