

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5260663号
(P5260663)

(45) 発行日 平成25年8月14日 (2013. 8. 14)

(24) 登録日 平成25年5月2日 (2013. 5. 2)

(51) Int. Cl.

F 1

A 6 1 F 13/15 (2006. 01)

A 6 1 F 13/18 3 0 3

A 6 1 F 13/53 (2006. 01)

A 4 1 B 13/02 B

A 6 1 F 13/49 (2006. 01)

A 6 1 F 13/18 3 0 7 B

A 6 1 F 13/00 (2006. 01)

A 6 1 F 13/00 3 0 1

D 2 1 H 25/02 (2006. 01)

D 2 1 H 25/02

請求項の数 11 (全 60 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2010-528509 (P2010-528509)
 (86) (22) 出願日 平成20年10月1日 (2008. 10. 1)
 (65) 公表番号 特表2011-500124 (P2011-500124A)
 (43) 公表日 平成23年1月6日 (2011. 1. 6)
 (86) 国際出願番号 PCT/IB2008/054002
 (87) 国際公開番号 W02009/050613
 (87) 国際公開日 平成21年4月23日 (2009. 4. 23)
 審査請求日 平成23年9月1日 (2011. 9. 1)
 (31) 優先権主張番号 11/974, 845
 (32) 優先日 平成19年10月15日 (2007. 10. 15)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 309038085
 キンバリー クラーク ワールドワイド
 インコーポレイテッド
 アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 5 4
 9 5 6 ニーナ ノース レイク ストリ
 ート 4 0 1
 (74) 代理人 110001379
 特許業務法人 大島特許事務所
 (74) 代理人 100089266
 弁理士 大島 陽一
 (72) 発明者 シン、ジエン
 アメリカ合衆国ウィスコンシン州 5 4 9 1
 5・アップルトン・スカーレットオークラ
 イン 3 3 1 6 エス

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 向上した液体吸上げ性及び繊維ウェブ完全性を有する吸収性複合材料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

吸収性物品であって、

セルロース繊維の表面の外観的特徴を持つ表面と、複数の第 1 の繊維内多価金属イオン架橋と、エーテル架橋またはエステル架橋から選択される複数の第 2 の繊維内架橋とを有する実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維を含み、かつ繊維間結合を形成するための処理がほどこされた吸収性複合材料を備えることを特徴とする吸収性物品。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の吸収性物品であって、

前記繊維間結合が、前記吸収性複合材料の表面のみに存在することを特徴とする吸収性物品。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の吸収性物品であって、

前記繊維間結合が、液体侵襲時にその場で形成されることを特徴とする吸収性物品。

【請求項 4】

請求項 1 に記載の吸収性物品であって、

前記処理が、アルコール / 水の溶液による処理またはカチオン性ポリマー / アルコール / 水の溶液による処理から選択されることを特徴とする吸収性物品。

【請求項 5】

10

20

請求項 4 に記載の吸収性物品であって、
前記アルコールが、エタノールまたはイソプロパノールから選択されることを特徴とする吸収性物品。

【請求項 6】

請求項 4 に記載の吸収性物品であって、
前記アルコールが、前記溶液中に約 50 重量%ないし 70 重量%の量で存在することを特徴とする吸収性物品。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の吸収性物品であって、
前記吸収性複合材料が、前記処理の前に、約 88 重量%ないし 92 重量%固形分に乾燥させられることを特徴とする吸収性物品。 10

【請求項 8】

請求項 1 に記載の吸収性物品であって、
前記吸収性複合材料が、90 重量%ないし 100 重量%の実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維を含むことを特徴とする吸収性物品。

【請求項 9】

請求項 1 に記載の吸収性物品であって、
前記第 1 の繊維内多価金属イオン架橋が、アルミニウム、ホウ素、ビスマス、セリウム、クロム、チタン、ジルコニウム及びそれらの混合物から選択される 1 若しくは複数の金属イオンによる架橋を含むことを特徴とする吸収性物品。 20

【請求項 10】

請求項 1 に記載の吸収性物品であって、
前記第 2 の繊維内架橋が、1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノールであることを特徴とする吸収性物品。

【請求項 11】

請求項 1 に記載の吸収性物品であって、
前記吸収性複合材料が、垂直吸上げ試験によって測定された、少なくとも約 12.7 cm (5 インチ) の垂直吸上げ距離を示すことを特徴とする吸収性物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は、向上した液体吸上げ能力及び繊維ウェブ完全性を有する吸収性複合材料に関する。

【背景技術】

【0002】

吸収性物品などの物品は、人体から分泌または排泄された液体を含む様々な種類の液体を吸収するのに有用である。そのような吸収性物品（幼児用おむつ、子供用トレーニングパンツ、大人用失禁製品など）は一般的に、該吸収性物品内に侵入した液体を吸収及び／または保持する役割を特に果たす吸収性複合材料（「コア」と呼ばれる構成要素として用いられることが多い）を含む。吸収性複合材料は一般的に、粒子状の超吸収性材料のみならずセルロース繊維も含む。一般に、超吸収性材料は液体吸収能力を提供する。一方、セルロース繊維は、液体吸上げ能力及び湿潤完全性を高める役割を果たし、侵襲液体を侵襲地点から離れた領域に移動させることにより吸収性物品のさらなる利用を可能にする。このように、吸収性複合材料の液体保持または貯留能力の大部分は超吸収粒子に起因するが、吸収性複合材料の繊維マトリクスは、液体吸上げ、液体摂取、液体分配、パッド強度及び完全性の必須機能を提供するのみならず、ある量の荷重下吸収性を提供する。これらの望ましい性質は、繊維マトリクスが、セルロース繊維、典型的には繊維形態の木材パルプ（例えば、セルロース繊維（「フラフ（fluff）」））を含むことに起因している。そのため、セルロース繊維及び吸収性材料は、吸収性物品の吸収性を向上させるためによく使用される。 40 50

【 0 0 0 3 】

そのような吸収性複合材料の吸収性能を向上させるための努力が継続的になされており、特に流体飽和レベルが高い場合における吸収性能を向上させることにより、漏出の発生の低下及び装着感や快適性の向上が図られている。このことは、吸収性物品の使用中に液体侵襲を繰り返し受ける場合は特に重要である。しかし、吸収性物品の最近のデザインは一般的に、吸収性構造体をより薄くかつより柔軟に作製するために超吸収性材料の濃度をより高めること及びフラフの量をより少なくすることに集中しているので、上記した吸収性複合材料の性能向上はますます困難になっている。しかしながら、超吸収性材料の濃度を増加させることにより総吸収能力を増加させたとしても、そのような吸収性物品は依然として使用中に漏出が発生し得る。そのような漏出は、一部には、低透過率及び利用可能な空隙容積の不足などに起因して、吸収性物品の吸収性複合材料構成要素の吸上げ率（すなわち、超吸収性材料によるその後の吸収のために侵襲液体が吸収性複合材料内に吸収及び保持されることができる率）が不十分であることが原因であり得る。また、そのような漏出は、一部には、液体吸上げ能力及び湿潤完全性が低いことに起因して、吸収性物品の吸収性複合材料構成要素の全体利用効率が不十分であることが原因であり得る。

10

【 0 0 0 4 】

一般的に、超吸収性材料の繊維マトリクス内への混入及び吸収性複合材料への組み込みにより、吸収性物品の全体のかさ（bulk）を減少させると同時に、液体吸収能力を増加させ製品着用者の皮膚乾燥性を向上させる効果が得られる。超吸収性材料（「超吸収材」）は一般的にポリマーベースであり、例えば粉末、顆粒、微小粒子及び膜などの様々な形態で利用可能である。そのような超吸収材は、液体と接触した際にその構造内に液体を吸収して膨張する。一般に、超吸収材は、水膨潤性で一般的に水溶性の吸収性材料であり、食塩水中で自身の重量の少なくとも約10倍、好ましくは約20倍、最大で約100倍の重量の液体を吸収できる吸収能力を持っている。一般に、超吸収性材料は、吸収性複合材料内に浸入した液体を素早く吸収することができるとともに、漏出を防止するため及び液体侵襲後でも乾いた感触を提供するために吸収した液体を保持することができる。

20

【 0 0 0 5 】

様々な物質が、吸収性物品の吸収性材料に使用されている。そのような材料には、寒天、ペクチン、ゴム、カルボキシアルキルでんぷん及びカルボキシアルキルセルロース（例えば、カルボキシメチルセルロース）などの天然ベースの材料が含まれる。天然ベースの材料は、固形を維持するよりもゲルを形成する傾向にあるため、一般的には吸収性物品には好ましくはない。ポリアクリル酸塩、ポリアクリルアミドあるいは加水分解ポリアクリロニトリルのナトリウム塩などの合成材料もまた、吸収性物品の吸収性材料に使用されている。天然ベースの吸収性材料は良く知られているが、ポリアクリル酸ナトリウムなどの合成吸収性材料と比較すると吸収性に劣るため、吸収性物品ではあまり使用されていない。また、天然ベースの吸収性材料のコストが比較的高いことも、消費吸収性製品への使用を妨げている。さらに、多くの天然ベース材料は、液体で膨潤した際に、柔らかい、ゼラチン状の塊を形成する傾向にある。吸収性製品内でのそのようなゼラチン状の塊の存在は、吸収性コア内での液体摂取、液体移送及び液体分配を制限する傾向にあり、その後の液体侵襲が吸収性製品により効率的及び効果的に吸収されることを妨げる。

30

40

【 0 0 0 6 】

天然ベースの吸収性材料とは対照的に、合成吸収材料は一般的に、比較的非ゼラチン形状を維持しながら大量の液体を吸収することが可能である。合成吸収性材料はよく超吸収性ポリマー（SAP）と呼ばれ、圧力下での吸収性や、吸収性材料1g当りの吸収性をより高くするために、吸収性複合材料に組み込まれる。超吸収性ポリマーは一般的に、約200ないし800ミクロンの粒径を有する粒子として供給される。超吸収性ポリマー粒子を含む吸収性複合材料は、その荷重下吸収能力に起因して、皮膚乾燥の利点を提供する。超吸収性ポリマー粒子は、荷重下で自身の重量の何倍もの重量の液体を吸収することができるので、薄くて着用が快適であるという大きな利益をさらに提供する。加えて、超吸収性ポリマー粒子は、荷重下で吸収される液体1gあたりのコストが、フラフパルプ繊維の

50

約半分である。これらの理由により、消費吸収性製品内での超吸収性粒子の含有量をより高くし、かつフラフの含有量をより低くする傾向が高まることは当然のことである。実際、例えばある幼児用おむつは、液体貯留コア内に60ないし70重量%(wt%)の超吸収性ポリマー粒子を含んでいる。コストの観点から、100重量%の超吸収性粒子から作製された吸収性複合材料が望ましい。しかし、上述したように、そのような複合材料は典型的には、液体吸上げ能力及び吸収した液体を吸収性複合材料の全体に渡って分配する能力が足りないため、十分に機能することができない。

【0007】

さらに、そのような複合材料は、湿潤及び/または乾燥時の構造、形状及び完全性を維持するための強度が不足する傾向にある。例えば、吸収性製品の超吸収性体含有量を増加させると、吸収性複合材料は、液体吸上げ率のみならず湿潤完全性に関しても問題が生じる。吸収性複合材料の超吸収性粒子含有量が50重量%よりも高い場合、特に、超吸収性粒子含有量が100重量%に近づくと、吸収性複合材料は、利用効率を著しく減少させる制限された液体吸上げ能力(典型的はフラフにより行われる機能)を示す。また、そのような吸収性複合材料は、特に吸収性製品内に液体が充満した後は、湿潤完全性をほとんど持たない傾向にある。超吸収性粒子含有量が高い吸収性複合材料の湿潤完全性を向上させるために、完全性を向上させることができるバインダー繊維または接着材料がよく使用されるが、バインダー繊維または接着材料は一般的に疎水性であるため、液体吸上げ能力が低下してしまう。加えて、そのような材料を使用すると、製品コストが高くなる。

【0008】

合成超吸収性ポリマーに関する別の問題点は、生分解性を持たないことである。合成ポリマーの非生分解性は、合成ポリマーを含む吸収性物品を使用後に使い捨てすることに関しては不都合である。

【0009】

セルロース繊維は、今まで超吸収性ポリマー粒子では再現することができなかった、重要な機能を有する吸収性物品を提供する。吸収性複合材料を含む吸収性物品では、ほとんどの場合、米国サザンパインのフラフパルプが使用される。フラフパルプは、多くの場合で、そのような複合材用にとって好ましい繊維である。フラフパルプが好ましい理由は、フラフパルプの繊維長さが長く(約2.8mm)、湿潤堆積パルプシートからの空気堆積ウェブへの処理が比較的容易であるからである。しかし、フラフパルプは一般的に、液体(例えば、水、食塩水または体液)を約2~3g/gしか吸収しない。セルロース繊維の液体保持能力の大部分は、繊維間の隙間での保持によるものである。このため、繊維マトリクスは、圧力を受けると吸収した液体をすぐに放出する。吸収した液体を放出するこの傾向は、セルロース繊維のみから作製された吸収性複合材料を含む吸収性物品はその使用中に皮膚湿潤性が高くなるという結果をもたらす。また、そのような繊維性吸収性複合材料内では液体が効率的に保持されないため、そのような繊維性吸収性複合材料を含む吸収性物品では吸収した液体が漏出する傾向にある。このことは、吸収性製品の性能のみならずユーザの信頼性も低下させる。

【0010】

ある場合では、繊維と超吸収性ポリマー粒子との両方の機能を有する材料を提供するために、超吸収性材料は合成繊維の形態で導入される。しかし、そのような超吸収性繊維は、生分解性を有していないため、フラフパルプ繊維と比べると処理することが難しい。加えて、超吸収性繊維は、フラフパルプ繊維と混合しにくい傾向にある。さらに、合成超吸収性繊維は、超吸収性ポリマー粒子よりも著しく高価であるため、吸収性物品内で多量に使用することはコスト的に効率的ではない。

【0011】

繊維に対して水膨潤性を付与するイオン基(例えば、カルボン酸基、スルホン酸基及び第4級アンモニウム基を含むイオン基)をセルロース繊維に含める化学的改変により、セルロース繊維を高吸収性に改変するための努力がなされている。これらの改変されたセルロース材料のいくつかは水溶性であるが、いくつかは非水溶性である。いずれの場合でも

10

20

30

40

50

、これらの高吸収性に改変されたセルロース系材料は、パルプ繊維の構造を持つ。さらに、これらの改変されたセルロース系材料は一般的に、粒状または再生繊維形状を有する。

【 0 0 1 2 】

したがって、高吸収性合成材料と同様の吸収性を有すると同時に、フラフパルプ繊維の液体吸上げ能力及び液体分配能力の利点を提供する、吸収性物品への使用に好適な高吸収性材料が求められている。また、超吸収体含有率が50重量%よりも多い、例えば60重量%よりも多いか、80重量%よりも多いか、または90重量%よりも多いか、あるいは最大で100重量%までの、吸収性複合材料が求められている。超吸収体含有量が高い吸収性複合材料は、薄くて、低質量で、低コストの製品を意味し得る。そのため、向上した液体吸上げ能力を有すると共に、吸収性複合材料が約100%の超吸収性材料を含む場合でも向上した湿潤完全性が得られる吸収性複合材料を開発することがさらに求められている。

10

【 0 0 1 3 】

加えて、超吸収性ポリマーにより提供される液体貯留能力の利点と、フラフパルプ繊維により提供される液体吸上げ能力及び湿潤完全性の利点とを兼ね備えた繊維性超吸収体を含む吸収性複合材料が求められている。理想的には、繊維性超吸収体は、吸収性物品への使用が経済的に実行可能であると共に生分解性を有するので、環境に優しい使い捨ての吸収性製品の作製を可能にする。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

20

【 0 0 1 4 】

【 特許文献 1 】 P C T 特許公開第WO 00/37009号

【 特許文献 2 】 米国特許第4,940,464号

【 特許文献 3 】 米国特許第5,766,389号

【 特許文献 4 】 米国特許第6,645,190号

【 特許文献 5 】 米国特許第5,883,028号

【 特許文献 6 】 米国特許第5,116,662号

【 特許文献 7 】 米国特許第5,114,781号

【 特許文献 8 】 米国特許第6,552,245号

【 特許文献 9 】 米国特許第6,641,134号

30

【 特許文献 1 0 】 米国特許第5,486,166号

【 特許文献 1 1 】 米国特許第5,490,846号

【 特許文献 1 2 】 米国特許第5,820,973号

【 特許文献 1 3 】 米国特許第4,666,647号

【 特許文献 1 4 】 米国特許第4,761,258号

【 特許文献 1 5 】 米国特許第6,630,088号

【 特許文献 1 6 】 米国特許第6,330,735号

【 特許文献 1 7 】 米国特許第4,927,582号

【 特許文献 1 8 】 米国特許第6,416,697号

【 特許文献 1 9 】 米国特許第3,849,241号

40

【 特許文献 2 0 】 米国特許第5,350,624号

【 特許文献 2 1 】 米国特許第4,100,324号

【 特許文献 2 2 】 米国特許第4,587,154号

【 特許文献 2 3 】 米国特許第4,604,313号

【 特許文献 2 4 】 米国特許第4,655,757号

【 特許文献 2 5 】 米国特許第4,724,114号

【 特許文献 2 6 】 米国特許第4,100,324号

【 特許文献 2 7 】 英国特許第GB 2,151,272号

【 特許文献 2 8 】 米国特許第6,362,389号

【 特許文献 2 9 】 米国特許出願第10/883174号

50

【特許文献 3 0】米国特許第4,076,663号

【特許文献 3 1】米国特許第4,286,082号

【特許文献 3 2】米国特許第5,998,511号

【非特許文献】

【0015】

【非特許文献 1】NRL Report 4364, "Manufacture of Super-Fine Organic Fibers" by V. A. Wendt, E. L. Boone and C. D. Fluharty

【非特許文献 2】NRL Report 5265, "An Improved Device For the Formation of Super-Fine Thermoplastic Fibers" by K. D. Lawrence, R. T. Lukas and J. A. Young

【発明の概要】

10

【課題を解決するための手段】

【0016】

上述した要望に応えるために、本発明の吸収性物品は、吸収性複合材料を備えている。いくつかの態様では、前記吸収性複合材料は、セルロース繊維の表面の外観的特徴を持つ表面と、複数の第1の繊維内多価金属イオン架橋と、エーテル架橋またはエステル架橋から選択される複数の第2の繊維内架橋とを有する実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維を含み、かつ該複合材料の繊維間の繊維間結合を形成するための処理がほどこされている。

【0017】

いくつかの態様では、前記吸収性複合材料は、90重量%ないし100重量%の実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維を含む。いくつかの態様では、前記繊維の多価金属イオン架橋は、アルミニウム、ホウ素、ピスマス、セリウム、クロム、チタン、ジルコニウム及びそれらの混合物から選択される1若しくは複数の金属イオンによる架橋を含む。いくつかの態様では、前記第2の繊維内架橋は、1,3-ジクロロ-2-プロパノールである。

20

【0018】

いくつかの態様では、前記吸収性複合材料の前記繊維間結合は、前記吸収性複合材料の全体に渡って存在する。他の態様では、前記繊維間結合は、前記吸収性複合材料の表面のみに存在する。いくつかの態様では、前記吸収性複合材料の前記繊維間結合は、吸収性物品に組み込む前に形成される。他の態様では、前記吸収性複合材料の前記繊維間結合は、前記処理に起因して、湿潤時にその場で形成される。

30

【0019】

いくつかの態様では、前記吸収性複合材料のための処理は、アルコール/水の溶液による処理である。他の態様では、前記吸収性複合材料のための処理は、カチオン性ポリマー/アルコール/水の溶液による処理である。いくつかの態様では、前記アルコールは、エタノールまたはイソプロパノールから選択される。いくつかの態様では、前記アルコールは、溶液中に約50重量%ないし70重量%の量で存在する。いくつかの態様では、前記吸収性複合材料が、前記処理の前に、約88重量%ないし92重量%固形分に乾燥させられる。

【0020】

40

いくつかの態様では、前記吸収性複合材料は、0.9重量%塩化ナトリウム水溶液を用いた垂直吸上げ試験によって測定された、約12.7cm(5インチ)の垂直吸上げ距離を示す。

【0021】

本発明の様々な他の特徴及び利点が以下の説明から明らかになるであろう。以下の説明では、本発明の例示的な実施形態について説明する。そのような実施形態は、本発明の全範囲を表すものではない。それ故、本発明の全範囲を解釈するためには、特許請求の範囲を参照されたい。簡潔さ及び簡明さの理由から、本明細書に記載されているあらゆる数値範囲は、その範囲内の全ての値を含むことを意図するものであり、その範囲内の全ての実数値を末端値とする小範囲を記している特許請求の範囲をサポートするものと解釈される

50

。具体的な例を挙げると、本明細書中における 1 から 5 という範囲の開示は、1 - 5 ; 1 - 4 ; 1 - 3 ; 1 - 2 ; 2 - 5 ; 2 - 4 ; 2 - 3 ; 3 - 5 ; 3 - 4 ; 及び 4 - 5 の小範囲のいずれに対しても、特許請求の範囲をサポートすると考えられる。

【図面の簡単な説明】

【0022】

本発明の上記及び他の特徴、態様及び利点は、以下の説明、添付された特許請求の範囲及び添付図面を参照することでより良く理解されるであろう。

【0023】

【図1】飽和容量試験装置の一部破断上面図である。

【図2】飽和容量試験装置の側面図である。

10

【図3】飽和容量試験装置の後面図である。

【図4】液体摂取逆流評価(FIFE)試験に使用される試験装置の斜視図である。

【図5】本発明に従って作製され得る吸収性物品の一実施形態の斜視図である。

【図6】図5に示した吸収性物品の平面図である。吸収性物品は、留められていない、折り畳まれていない、かつ平らに広げられた状態である。装着時に装着者と対向する面が示されており、下層の特徴を示すために一部が破断されている。

【図7】吸収性コアを製造するための方法及び装置の1つのバージョンを示す概略図である。

【図8】本発明の層状吸収性コアの側断面図である。

【図9A】代表的な本発明の架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維の作製に有用なセルロース繊維の走査型電子顕微鏡写真である(1000倍)。

20

【図9B】代表的な本発明の架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維の走査型電子顕微鏡写真である(1000倍)。

【図9C】代表的な再生セルロース繊維の走査型電子顕微鏡写真である(1000倍)。

【図10A】本発明の吸収性包帯の側断面図である。

【図10B】本発明の吸収性包帯の上方斜視図である。

【図11】本発明の吸収性ベッドまたは家具ライナーの上方斜視図である。

【図12】本発明の吸収性汗止めバンドの斜視図である。

【0024】

本明細書及び図面において繰り返し使用される参照符号は、本発明の同一または類似の機構または要素を表すことを意図している。

30

【発明を実施するための形態】

【0025】

[試験方法]

【0026】

遠心保持容量(Centrifuge Retention Capacity: CRC)試験

【0027】

遠心保持容量(CRC)試験は、吸収性サンプルが、液体を、制御条件下で飽和されかつ遠心分離された後にサンプル内に保持する能力を測定する。結果として得られる保持容量は、サンプルのグラム重量当たり保持された液体のグラム(g/g)として提示される。繊維サンプルの場合は、試験するサンプルをそのまま用いる。

40

【0028】

サンプルを入れる透水性バッグに0.2±0.005グラムのサンプルを入れ、その一方で試験溶液(0.9重量パーセント塩化ナトリウムを蒸留水に溶かしたもの)をサンプルに自由な状態で吸収させることによって、保持容量を測定する。ヒートシール可能なティーバッグ材料、例えば米国コネチカット州ウィンザーロックスのデクスター社(Dexter Corporation)から入手可能な型式番号1234Tのヒートシール可能な紙などは、大部分の用途に効果を発揮する。5インチ×3インチ(12.7cm×7.6cm)のバッグ材料サンプルを半分に折り、開放端部のうちの2箇所をヒートシールして2.5インチ×3インチ(6.4cm×7.6cm)の矩形の小袋を形成することによって、バッグを

50

形成する。ヒートシールは、材料の端部の内側約 0.25 インチ (0.6 cm) に設けるものとする。小袋にサンプルを入れた後、小袋の残りの開放端部もヒートシールする。対照 (コントロール) として働くように空のバッグも作製する。3 つのサンプル (例えば中身入りのシールしたバッグ) を試験用に作製する。中身入りのバッグは、シール容器内に直ちに入れられる場合を除いて作製後 3 分以内に試験されなければならない。シール容器内に直ちに入れられる場合には、作製後 30 分以内に試験されなければならない。

【0029】

3 インチ (7.6 cm) の開口部を有する 2 つのテフロン (登録商標) コーティングされたガラス繊維のスクリーン (米国ニューヨーク州ピーターズバーグに本社を置くタコニック・プラスチック社 (Taconic Plastics, Inc.) から入手可能) の間にバッグを置き、バッグを完全に湿潤させるまでスクリーンが押し下げられていることを確認して 23 の試験溶液の受け皿に沈める。湿潤後、サンプルを溶液内に約 30 + 1 分間とどめ、その時点でサンプルを溶液から取り除き、一時的に非吸水性平面上に置く。複数回の試験を行う場合には、受け皿内で 24 個のバッグを飽和させた後、受け皿を空にして新鮮な試験溶液を補充しなければならない。

【0030】

その後、サンプルが約 350 の重力を受けることができる適切な遠心分離機のバスケットの中に湿潤バッグを入れる。1 つの適切な遠心分離機は、ヘレウス社 (Heraeus) 製の LABO FUG E 400 であり、これには、水回収バスケットと、デジタル rpm ゲージと、バッグサンプルの保持及び排出に適応する機械加工された排出バスケットとが含まれている。複数のサンプルを遠心分離機にかける場合、それらのサンプルは、回転時にバスケットのバランスをとるために遠心分離機内の互いに対向する位置に配置されなければならない。バッグ (湿れた空のバッグを含む) を、(例えば約 350 の標的重力を達成するため) 約 1,600 rpm で 3 分間遠心分離機にかける。バッグを取り除いて重量を測定するが、このとき、先に空のバッグ (対照) の重量を測定し、次にサンプルを含むバッグの重量を測定測定する。バッグ自体によって保持される溶液を考慮したサンプルによって保持される溶液の量が、サンプルの遠心保持容量 (CRC) であり、サンプル 1 グラム当たりの流体のグラムで表される。より詳細には、保持容量は、次のように決定される。

【0031】

【数 1】

$$CRC = \frac{\text{遠心後のサンプル/バッグ wt.} - \text{遠心後の空バッグ wt.} - \text{乾燥サンプル wt.}}{\text{乾燥サンプル wt.}}$$

【0032】

3 つのサンプルを試験し、結果の平均をとって遠心保持容量 (CRC) を決定する。23 + 1、相対湿度 50 ± 2 % で、サンプルを試験する。

【0033】

自由膨潤容量試験

【0034】

自由膨潤容量 (g / g) 及び遠心保持容量 (CRC) (g / g) を決定するための材料、手順、及び計算は、以下の通りであった。

【0035】

試験材料:

【0036】

予め作製した空のティーバッグ (Drugstore.com から入手可能。折り重なった蓋状部を備えた 93 mm × 70 mm のポリエステル製ティーバッグを求めるのであれば <http://www.mesh.ne.jp/tokiwa/> で見つかる)。秤 (空気乾燥高吸水材 (ADS) 及びティーバッグ重量に対して小数第 4 位の精度, 0.0001 g); タイマー; 1 % 食塩水; クリップを備えたドリップラック (NLM 211)。

【 0 0 3 7 】

試験手順：

- 1 . A D S の固形分を決定する。
- 2 . 0 . 0 0 0 1 g を最小単位としてティーバッグの重量を予め測定し、記録する。
- 3 . 0 . 2 0 2 5 g ± 0 . 0 0 2 5 g の試験材料（高吸水材）の重量を正確に測定し、記録して、予め重量を測定したティーバッグ（空気乾燥（A D）バッグ重量）に入れる。（A D S 重量 + A D バッグ重量 = 全乾燥重量）。
- 4 . ティーバッグの端部を折り返してバッグを閉じる。
- 5 . 容器（深さが少なくとも3 インチ（7 . 6 c m））の少なくとも2 インチ（5 . 1 c m）を1 % 食塩水で満たす。
- 6 . ティーバッグ（試験サンプル入り）を平らに保持し、振ってバッグ全体に試験材料を均一に分布させる。
- 7 . 食塩水の表面上にティーバッグを置き、タイマーを始動させる。
- 8 . バッグを一定時間（例えば3 0 分間）浸漬させる。
- 9 . バッグから内容物がこぼれないように注意深くティーバッグを取り出し、ドリップラックのクリップから3 分間吊す。
- 1 0 . 各バッグを注意深く取り出し、重量を測定し、記録する（ドリップ重量）。

10

【 0 0 3 8 】

計算：

【 0 0 3 9 】

ティーバッグ材料は、次のように決定される吸収性を有する。

自由膨潤容量，係数 = 5 . 7 8

Z = オープン乾燥高吸水材重量（g） / 空気乾燥高吸水材重量（g）

【 0 0 4 0 】

【 数 2 】

自由容量 (g/g):

$$\frac{[(\text{ドリップwt (g)} - \text{乾燥バッグwt (g)}) - (\text{AD SAP wt (g)})] - (\text{乾燥バッグwt (g)} * 5.78)}{(\text{AD SAP wt (g)} * Z)}$$

$$(\text{AD SAP wt (g)} * Z)$$

20

30

【 0 0 4 1 】

飽和容量（飽和容量：S A T C A P）試験

【 0 0 4 2 】

以下の説明と同様のマグネヘリック（Magnahe lic）真空計及びラテックスダム（latex dam）を備えた飽和容量（S A T C A P）テストを用いて飽和容量を決定する。図 1 ~ 図 3 を参照すると、飽和容量テスト真空装置 3 1 0 は、4 つの脚部材 3 1 4 上に支持された真空チャンバ 3 1 2 を含む。真空チャンバ 3 1 2 は、前壁部材 3 1 6、後壁部材 3 1 8、並びに 2 つの側壁 3 2 0 及び 3 2 1 を含む。壁部材は、予想真空圧に耐える十分な厚さがあり、長さ 2 3 . 5 インチ（5 9 . 7 c m）、幅 1 4 インチ（3 5 . 6 c m）、深さ 8 インチ（2 0 . 3 c m）の外形寸法を有するチャンバを提供するように構築されかつ配置されている。

40

【 0 0 4 3 】

真空ポンプ（図示せず）は、適切な真空管路及び真空バルブ 3 2 4 を介して真空チャンバ 3 1 2 と機能的につながっている。さらに、エアブリードバルブ 3 2 6 を介して適切な抽気ラインが真空チャンバ 3 1 2 に接続している。後壁 3 1 8 にハンガーアセンブリ 3 2 8 が適切に取り付けられており、ハンガーアセンブリ 3 2 8 は、真空装置 3 1 0 の上部から離れた便利な位置にラテックスダムシート 3 3 0 を支持するための便利な休息場所を提供するように S 字カーブの先端部を有して構成されている。0 . 2 5 インチ（0 . 6 4 c m）径のステンレス鋼ロッドから適切なハンガーアセンブリを構築することができる。ラテックスダムシート 3 3 0 は、把持を容易にし、ラテックスダムシート 3 3 0 の好都合な

50

動き及び配置を可能にするように、ダボ部材 3 3 2 の周りでループ状になっている。図の位置では、ダボ部材 3 3 2 は、真空チャンバ 3 1 2 の上部から離れた開位置にラテックスダムシート 3 3 0 を配置するようにハンガーアセンブリ 3 2 8 内で支持されて示されている。

【 0 0 4 4 】

ラテックスダムシート 3 3 0 の下端部は、例えばトグルクランプ 3 4 0 などの適切な固定手段を備えた後端部支持部材 3 3 4 に対してクランプされている。トグルクランプ 3 4 0 は、望ましい動作のためのトグルクランプ 3 4 0 の適切な方向付け及び整合を提供する適切なスペーサ 3 4 1 により、後壁部材 3 1 8 に取り付けられている。3 つの支持シャフト 3 4 2 は、直径 0 . 7 5 インチであり、支持ブラケット 3 4 4 によって真空チャンバ 3 1 2 内に取り外し可能に取り付けられている。支持ブラケット 3 4 4 は、前壁部材 3 1 6 及び後壁部材 3 1 8 に沿って概ね等間隔であり、協働する 2 つ 1 組で配置されている。さらに、支持ブラケット 3 4 4 は、支持シャフト 3 4 2 の最上部を真空チャンバ 3 1 2 の前壁、後壁及び側壁部材の上部と同一平面で適切な位置に置かれるように構築されかつ配置されている。それゆえ、支持シャフト 3 4 2 は、互いに対して実質的に平行に配置され、側壁部材 3 2 0 及び 3 2 1 と概ね整合されている。後端部支持部材 3 3 4 に加えて、真空装置 3 1 0 は、前支持部材 3 3 6 並びに 2 つの側支持部材 3 3 8 及び 3 3 9 を含む。各側支持部材は、幅が約 1 インチ (2 . 5 c m)、高さが約 1 . 2 5 インチ (3 . 2 c m) である。支持部材の長さは、真空チャンバ 3 1 2 の開口上端部の外周を適切に取り囲むように構築され、チャンバ壁部材の上端部より上に約 0 . 5 インチの距離だけ突出するように配置されている。

【 0 0 4 5 】

エッグクレート型材料 3 4 6 の層は、真空チャンバ 3 1 2 の壁部材の上端部及び支持シャフト 3 4 2 の上部に配置されている。エッグクレート材料は、2 3 . 5 インチ (5 9 . 7 c m) × 1 4 インチ (3 5 . 6 c m) の概ね矩形領域にわたって延在し、約 0 . 3 8 インチ (1 . 0 c m) の深さ寸法を有する。エッグクレート構造の個々のセルは約 0 . 5 インチ四方であり、エッグクレートを含む薄いシート材料は、ポリスチレンなどの適切な材料から構成される。例えば、エッグクレート材料は、マックマスター・カー・サプライ・カタログ No. 162 4K 14 (米国ジョージア州アトランタに本社を置くマックマスター・カー・サプライ社 (McMaster-Carr Supply Company) から入手可能) の半透明ディフューザパネル材料であり得る。大きさが 2 3 . 5 インチ (5 9 . 7 c m) × 1 4 インチ (3 5 . 6 c m) であるような、6 m m (0 . 2 4 インチ) メッシュのテフロン (登録商標) コーティングされた網 3 4 8 (米国ウィスコンシン州アップルトンに本社を置くイーグル・サプライ・アンド・プラスティクス社 (Eagle Supply and Plastics, Inc.) から入手可能) の層をエッグクレート材料 3 4 6 の上部に置く。真空チャンバ 3 1 2 から液体を排出するための便利な機構を提供するために、適切なドレン管路及びドレンバルブ 3 5 0 が真空チャンバ 3 1 2 の底板部材 3 1 9 に接続している。真空装置 3 1 0 の種々の壁部材及び支持部材は、ポリカーボネート・プラスチックなどの適切な非腐食耐湿性材料から構成され得る。種々のアセンブリ結合部は、溶剤接着及び / または締結手段によって取り付けられ得、テストの完成アセンブリは水密になるように構築されている。真空計 3 5 2 は、コンジットを介して真空チャンバ 3 1 2 に機能的につながっている。適切な圧力計は、0 ~ 1 0 0 インチ水の真空を測定することができるマグネヘリック差圧計であり、例えばドワイヤー・インスツルメント社 (Dwyer Instrument Incorporated) (米国インディアナ州ミシガン市に本社を置く) から入手可能な No . 2 1 0 0 ゲージなどである。

【 0 0 4 6 】

乾燥させた産物または他の吸収性構造物の重量を測定し、その後、過剰 0 . 9 % N a C l 食塩水溶液に入れ、沈め、2 0 分間浸漬させておいた。2 0 分間の浸漬時間の後、吸収性構造物を飽和容量テスト真空装置 3 1 0 のメッシュのテフロン (登録商標) コーティングされた網及びエッグクレート材料の上に置く。真空装置 3 1 0 で真空が引かれるときにラテックスダムシート 3 3 0 がシールを形成するように、ラテックスダムシート 3 3 0 を

吸収性構造物及びエッグクレート格子全体に覆い被せる。飽和容量テスト真空装置 3 1 0 内で 0 . 5 ポンド / 平方インチ (p s i) の真空を 5 分間保持する。真空は、吸収性構造物への圧力を作り出し、幾分かの液体を排出させる。0 . 5 p s i 真空で 5 分間保持した後、ラテックスダムシート 3 3 0 を丸めて片付け、吸収性構造物の重量を測定して湿重量を求める。

【 0 0 4 7 】

各吸収性構造物の全容量は、手順のこの点で決定される各吸水材の湿重量から当該吸水材の乾燥重量を引くことによって決定される。0 . 5 p s i 飽和容量すなわち吸収性構造物の飽和容量は、次式によって決定される。

【 0 0 4 8 】

【 数 3 】

$$\text{飽和容量} = (\text{乾燥重量} - \text{湿潤重量}) / \text{湿潤重量}$$

【 0 0 4 9 】

ここで、飽和容量値の単位は、流体のグラム数 / 吸水材のグラム数 (g / g) である。飽和容量に関しては、各サンプルの最低 3 つの試料を試験し、結果の平均をとるべきである。吸収性構造物が、低い完全性を有するか、あるいは浸漬または移動手順中に崩壊するならば、吸収性構造物を、紙タオル (例えば米国ウィスコンシン州ニーナに本社を置くキンバリー・クラーク社 (Kimberly-Clark Corporation) 製の S C O T T ペーパータオル) などの閉じ込め材料内に包むことができる。吸収性構造物は、適所においてオーバーラップ部とともに試験されることができ、オーバーラップ部の容量は、独立して決定され、タオルで包まれた吸収性構造物の湿重量からそれを引いて湿潤吸収重量を求めることができる。

【 0 0 5 0 】

試験する材料が高吸水性材料であるときには、以下を除き、上記したように試験を行う。ヒートシール可能なティーバッグ材料 (グレード 5 4 2、キンバリー・クラーク社から市販されている) から、或るバッグを作製する。6 インチ × 3 インチの材料サンプルを半分に折り、2 つの端部に沿ってヒートシールして、概ね正方形の小袋を形成する。試験する 0 . 2 グラムの高吸水性材料 (約 5 重量パーセント未満の含水率を有する) (そして、もし粒子形状であれば、約 3 0 0 ないし約 6 0 0 μ m の範囲内の大きさを有する) を小袋に入れ、第 3 の辺をヒートシールする。上記した試験を行い、バッグ及び高吸水性材料によって保持される流体の量からバッグ材料によって吸収される流体の量を引く。バッグ材料によって吸収される流体の量は、空のバッグに対して飽和保持容量試験を行うことによって決定される。

【 0 0 5 1 】

荷重下吸収性 (Absorbency Under Load : A U L) 試験

【 0 0 5 2 】

A U L を決定するための材料、手順、及び計算は、以下の通りであった。

【 0 0 5 3 】

試験材料 :

【 0 0 5 4 】

メトラー・トレド社 (Mettler Toledo) の P B 3 0 0 2 秤及び BALANCE-LINK ソフトウェアまたは他の適合する秤及びソフトウェア。

【 0 0 5 5 】

ソフトウェアのセットアップ : 3 0 秒毎に秤からの重量 (これは負数になる) を記録する。ソフトウェアは、各値 E X C E L 表計算ソフトに入れることができる。

【 0 0 5 6 】

スタンドに固定された、フリットガラス製 (粗い) ろ板を備えたコンテス社 (Kontes) の 9 0 m m U L T R A - W A R E ろ過器装置 ; 瓶底付近に排出管を有する 2 L のガラス瓶 ; 瓶 (空

10

20

30

40

50

気吸入口)に適合した、ガラス管が貫通しているゴム製ストッパ; T Y G O N 管; ステンレス鋼ロッド/プレキシガラスプランジャアセンブリ(径 7 1 mm); プランジャの上に載るように穴が開けられているステンレス鋼製の重り(プランジャ及び重り = 8 6 7 g); V W R 9 . 0 c m る紙(Qualitative 413カタログ番号28310-048)を 8 0 mm の大きさまで小さくしたもの; 両面スコッチテープ; 及び 0 . 9 % 食塩水。

【 0 0 5 7 】

試験手順:

- 1 . 小型水準器を用いて、ろ過器装置を水平にする。
- 2 . フリットガラス製の板と瓶内の食塩水レベルが同じ高さになるようにろ過器の高さまたは瓶内の液面を調整する。
- 3 . 管の欠陥、あるいは管内またはフリットガラス製の板下の気泡がないことを確かめる。
- 4 . ろ過器にろ紙を配置し、ろ紙の上にステンレス鋼製の重りを置く。
- 5 . ろ紙が完全に湿って、適用した重りと平衡に達するまでの間、5 ~ 1 0 分間待つ。
- 6 . 零バランス。
- 7 . ろ紙が平衡に達するのを待つ間、底部に両面テープを貼ったプランジャを作製する。
- 8 . プランジャ(テープを貼ったもの)を別々の秤に載せて目盛りを零に合わせる。
- 9 . 材料の単分子層が両面テープによって底部に貼り付けられるようにプランジャを乾燥試験材料の中に入れる。

1 0 . ゼロ目盛りに合わせた秤の上でプランジャ及び試験材料の重量を測定し、乾燥試験材料の重量(乾燥材料重量 0 . 1 5 g ± 0 . 0 5 g)を記録する。

1 1 . ろ紙は、ここに至っては平衡状態にあるはずであり、目盛りを零に合わせる。

1 2 . バランス記録ソフトウェアを始動させる。

1 3 . 重りを取り除き、プランジャ及び試験材料をろ過器アセンブリに入れる。

1 4 . 重りをプランジャアセンブリ上に置く。

1 5 . 試験が終わるまで待つ(3 0 または 6 0 分間)。

1 6 . バランス記録ソフトウェアを停止させる。

【 0 0 5 8 】

計算:

A = バランスの読み(g) * - 1 (試験材料によって吸収された食塩水の重量)

B = 試験材料の乾燥重量(これは A D 重量に固形物%を掛けることによって水分を補正することができる)

【 0 0 5 9 】

【数 4】

$$AUL (g/g) = A/B (g \text{ 1\% 食塩水}/1g \text{ 試験材料})$$

【 0 0 6 0 】

水分摂取逆流評価(Fluid Intake Flowback Evaluation: F I F E)試験

【 0 0 6 1 】

水分摂取逆流評価(F I F E)試験は、吸収性複合材料が所定量の液体を摂取するのに必要な時間を決定する。F I F E 試験を行うための適切な装置を図 4 に示す。

【 0 0 6 2 】

約 2 . 5 g の繊維を 3 インチ(7 . 6 c m)の円形成形型に手でばらまいて一様なパッドを形成することによって、試験する繊維から試験用サンプルを作製する。パッドの上部にプランジャを置き、最終厚さが約 2 . 5 mm になるようにパッドを押す。3 インチ(7 . 6 c m)の円形パッドは、パッドサンプル(複合材料 6 0 0)の上部及び下部における組織形成を含む。

【 0 0 6 3 】

複合材料 6 0 0 を F I F E 試験板 6 0 1 上の中央に置く。その後、中央に置いた複合材

料 6 0 0 がインサルトシリンダ 6 0 3 の下にくるように、試験板 6 0 1 の上にトップ部 6 0 2 を置く。トップ部 6 0 2 は、重量が 3 6 0 g あり、試験のためにトップ部 6 0 2 が適所に配置されるとき、サンプルに 0 . 1 1 p s i の試験荷重を与える。試験板 6 0 1 及びシリンダ 6 0 3 付きトップ部 6 0 2 は、プレキシガラス（概略寸法 1 7 . 8 c m × 1 7 . 8 c m ）から作られる。インサルトシリンダ 6 0 3 は、内径が 1 インチであり、少なくとも 1 5 g の液体を受容するのに十分な長さを有し、複合材料 6 0 0 との液体連通を提供する。

【 0 0 6 4 】

試験を行う前に、サンプル（複合材料 6 0 0 ）の重量を測定してその重量を記録し、0 . 0 5 p s i でサンプルの嵩を測定して記録する。

10

【 0 0 6 5 】

試験手順において、サンプル（複合材料 6 0 0 ）を試験板 6 0 1 上の中央に置き、トップ部 6 0 2 を載せる。サンプルが適所に配置され、装置が組み立てられた時点で、サンプルはいつでも F I F E 試験を行える状態にある。F I F E 試験を実施する前に、サンプル 6 0 0 に対して上記飽和容量試験を行う。その後、乾燥サンプルの質量（グラム）に測定飽和容量（g / g）を掛けて 0 . 3 を掛けることによって 3 0 % の飽和容量を計算する。時間ゼロは、液体が最初にサンプルと接触する時間である。第 1 の追加液体がサンプルに吸収される（すなわち液面はサンプルの上部形成組織より下に下がる）ために必要な時間として第 1 の液体侵襲時間を測定する。1 5 分後、シリンダ及びサンプルに加える 1 5 g の 0 . 9 % 食塩水（第 2 の侵襲液体）を加えることによって、第 2 の液体侵襲を供給する。第 2 の液体侵襲時間を、第 2 の追加液体がサンプルに吸収されるために必要な時間として測定する。3 0 分後、第 3 の侵襲液体（1 5 g の 0 . 9 % 食塩水）を供給して第 3 の液体侵襲時間を測定し、4 5 分後、第 4 の侵襲液体（1 5 g の 0 . 9 % 食塩水）を供給して第 4 の液体侵襲時間を測定する。

20

【 0 0 6 6 】

垂直吸上げ試験

【 0 0 6 7 】

各サンプルを 1 . 5 インチ × 7 インチ（3 . 8 c m × 1 7 . 8 c m）の短冊に切断する。各短冊の重量を測定し、秤の上でサンプルの重量を測定することによってサンプルの乾燥重量を記録する。その後、各短冊を、液貯め内に含まれる少なくとも 5 0 0 m l の 0 . 9 % N a C l 食塩水の表面と短冊の下端が辛うじて接触した状態で、（適切なハンガー手段によって）上端から垂直に吊す。各短冊を、垂直位置で 3 0 分間、食塩水と接触したままにしておく。3 0 分経過後、定規を利用して垂直サンプル内で液体が上昇した距離を測定することによって吸上げ距離を書きとめ、その後、秤の上で湿潤サンプルの重量を測定することによって各サンプルのサンプル湿重量を記録する。その後、湿潤サンプル重量から乾燥サンプル重量を引くことによって吸上げ容量を計算する。

30

【 0 0 6 8 】

湿潤完全性（Wet Integrity）

【 0 0 6 9 】

各サンプルの湿潤完全性を、上記した垂直吸上げ試験中に評価する。特に、各短冊を食塩水と 3 0 分間接触させた後、ハンガーからサンプルを取り外し、親指と人差し指の間に把持し、その後軽く数回振る。サンプルが壊れるかまたはバラバラになったら、その湿潤完全性を 0 と記録する。軽く数回振った後でもサンプルが形を変えることなくまとまっていれば、その湿潤完全性を 5 と記録する。

40

【 0 0 7 0 】

〔定義〕

【 0 0 7 1 】

本明細書中で使用される場合、「含む」、「含んでいる」なる用語及び「含む」という語根からの他の派生語は、任意の言及された特徴、要素、整数、工程、部品の存在を明示する、限定の意味を伴わない用語を意図しており、1 若しくは複数の他の特徴、要素、整

50

数、工程、部品又はそれらの群の存在または追加を排除するものではないことに留意すべきである。

【 0 0 7 2 】

「吸収性物品」なる用語は、一般的に、液体を吸収して保持することができるデバイスを指す。例えば、パーソナルケア用吸収性物品は、皮膚に接してまたは近接して配置され、身体から排泄される種々の液体を吸収して保持するデバイスを意味する。

【 0 0 7 3 】

「バルク架橋された」なる用語は、多くの場合は繊維の作製中に繊維に加えられた化合物により形成され、繊維の全体に渡って存在する分子鎖を有する本発明の繊維を指す。「バルク架橋」なる用語は、繊維の内部の実質的に全体に渡って、またはさらには繊維の外部にも形成された機能的架橋を意味する。

10

【 0 0 7 4 】

「コフォーム」なる用語は、メルトブローンポリマー材料を空中成形しながら、それと同時にメルトブローン繊維流内に空気浮遊セルロース繊維を吹き込むことにより成形された、メルトブローン繊維とセルロース繊維との混合体を説明することを意図している。コフォーム材料は、超吸収性材料などの他の材料も含むこともできる。木質繊維及び/または他の材料を含むメルトブローン繊維は、少孔を有するベルトなどにより提供される成形面上に堆積せられる。前記成形面は、該成形面上に配置されるスパンボンド布材料などの、気体透過性材料を含み得る。

【 0 0 7 5 】

20

「弾性」、「エラストマー性」、「弾性的」、「弾性的に伸張可能」なる用語は互換的に使用され、一般的に天然ゴムに近い性質を示す材料又は複合体を指す。エラストマー性材料は一般的に伸張又は他の変形が可能であり、伸張力又は変形力を取り除いた後はその形状の大部分は復元される。

【 0 0 7 6 】

「伸張可能」なる用語は、伸張又は他の変形が可能であるが、伸張力又は変形力を取り除いた後はその形状の大部分は復元されない。

【 0 0 7 7 】

「流体不浸透性」、「液体不浸透性」、「流体不透過性」及び「液体不透過性」なる用語は、通常の使用条件下で、層または積層体の平面と接触した水または体液などの流体が、前記平面に対して実質的に垂直な方向においては、前記層または積層体を実質的に通過しないことを意味する。

30

【 0 0 7 8 】

「親水性」及び「湿潤性」なる用語は、空気中での水との接触角が90度未満の材料を指すのに互換的に使用される。「疎水性」なる用語は、空気中での水との接触角が少なくとも90度である材料を意味する。本出願の目的において、接触角測定は、「表面及びコロイド科学 - 実験的方法」、第II巻、Robert J. Good、Robert J. Stromberg編（プレナム・プレス、1979年）に記載されているようにして行われる（前記文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす）。

【 0 0 7 9 】

40

「層」なる用語は、単数形で使用される場合は、単一要素又は複数要素の2つの意味を持つことができる。

【 0 0 8 0 】

「メルトブローン繊維」なる用語は、溶融した熱可塑性材料を、通常は円形の断面形状を有する複数の微細なダイキャピラリから溶融した溶融糸あるいは単繊維として、通常は高温の高速ガス（例えば空気）流中へ押し出し、その流れにより溶融した熱可塑性材料の単繊維の直径を減少させることにより形成される繊維を指す。コフォーム工程の特別な場合では、前記メルトブローン繊維流は、互いに異なる方向から導入された1若しくはそれ以上の材料流と交差する。その後、メルトブローン繊維及び他の材料は、高速ガス流により運ばれ、収集面上に堆積される。成形されたウェブ内でのメルトブローン繊維の分布及

50

び方向は、形状及び工程条件に依存する。あるプロセス及び器具の条件下では、作製された繊維は、実質的に「連続的」であり得、顕微鏡によって10倍または20倍の倍率で複数の視野を検査した際に、分離、壊れた繊維またはテーパーされた端部が少ししかないとして定義される。「連続的な」メルトブローン繊維が作製された場合、一般的に、個々の繊維の側面は、個々の繊維長さにおいて、繊維径の最小変化と平行である。対照的に、他の条件下では、繊維はオーバードローされ得、糸は破壊され、一連の不規則さ、別々の繊維長さ、及び多数の壊れた端部を形成する。一旦縮径され破壊された繊維の収縮は、多くの場合、ポリマーの大きな凝集をもたらす。

【0081】

一般的に、本明細書においては、「ポリオレフィン」なる用語は、これらに限定しないが、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリイソブチレン、ポリスチレン、エチレン酢酸ビニルコポリマーなどの材料、それらのホモポリマー、コポリマー及びターポリマー、並びに、それらの混合物及び修飾物を含む。「ポリオレフィン」なる用語には、そのあらゆる可能な構造が含まれるべきであり、そのような構造には、これらに限定しないが、アイソタクチック、シンジオタクチック及びランダム対称などが含まれる。コポリマーには、ランダムコポリマー及びブロックコポリマーが含まれる。

【0082】

「スパンボンド」及び「スパンボンド繊維」なる用語は、溶融した熱可塑性材料を、スピナレット (spinneret) の通常は円形の断面形状を有する複数の微細なキャピラリーから単繊維として押し出した後、押し出された繊維の直径を急激に縮径させることにより形成される繊維を指す。

【0083】

「伸縮可能」なる用語は、伸張縮可能であるか、あるいは、弾性的に伸張可能な材料を意味する。

【0084】

「超吸収体」なる用語は、最も好ましい条件下で、約0.9重量パーセントの塩化ナトリウムを含有する水性溶液内で、それ自体の重量の少なくとも約10倍を、またはそれ自体の重量の少なくとも約15倍を、またはそれ自体の重量の少なくとも約25倍を吸収することが可能な、水膨潤性の非水溶性有機材料若しくは無機材料を意味する。

【0085】

「表面処理された」及び「表面架橋された」なる用語は、超吸水性ポリマー粒子の表面の近傍での機能的架橋レベルが、一般的に、超吸水性ポリマー粒子の内部での機能的架橋レベルよりも高いことを指す。本明細書においては、「表面」は、前記粒子の外側の境界面を意味する。多孔性の超吸水性ポリマー粒子の場合、露出した内面もまた、表面の定義に含まれる。

【0086】

「標的領域」なる用語は、吸収性コアにおける、例えば尿、月経または排便などの侵襲液体 (被吸収液体) の大部分が最初に接触するのに特に望ましい領域を意味する。特に、吸収性コアに1若しくはそれ以上の液体吸収地点が設けられる場合、被吸収標的領域は、吸収性コアにおける、各液体吸収地点から両方向に前記複合材料の全長の15%と等しい長さまで延在する領域を意味する。

【0087】

「熱可塑性物質」なる用語は、熱に曝されると軟化し、室温まで冷却されると非軟化状態に実質的に戻る材料を意味する。

【0088】

本明細書においては、「重量パーセント」または「wt %」なる用語は、超吸水性ポリマー組成物の成分に関連して使用される場合、特に指定がない限り、超吸水性ポリマー組成物の乾燥重量に基づくとして解釈される。

【0089】

これらの用語は、本明細書の他の部分で追加的な文言で定義されることもある。

10

20

30

40

50

【 0 0 9 0 】

[詳細な説明]

【 0 0 9 1 】

本発明の吸収性物品は、吸収性複合材料を含むことができる。いくつかの態様では、吸収性複合材料は、吸収性コア部材として機能することができる。他の態様では、吸収性複合材料は、それ自体が吸収性物品として機能することができる。いくつかの態様では、本吸収性物品は、追加的な構成要素を含むことができる。例えば、吸収性物品は、トップシート及び/またはバックシートを有することができる。いくつかの態様では、吸収性物品は、トップシートとバックシートとの間に配置された吸収性複合材料を含むことができる。いくつかの態様では、吸収性物品の少なくとも1つの構成要素、例えば吸収性複合材料は、セルロース繊維の表面の外観的特徴を持つ表面と、複数の非永久的な繊維内金属架橋と、複数の永久的な繊維内架橋とを有する、実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維を含む。いくつかの態様では、前記繊維は、前記繊維の表面に形成された複数の非永久的な繊維内金属架橋と、前記繊維の全体に渡って形成された複数の永久的な繊維内架橋とを含む。他の態様では、前記繊維は、前記繊維の表面に形成された複数の永久的な繊維内架橋と、前記繊維の全体に渡って形成された複数の永久的な繊維内架橋とを含む。

10

【 0 0 9 2 】

いくつかの態様では、吸収性物品の少なくとも1つの構成要素、例えば吸収性複合材料は、セルロース繊維の表面の外観的特徴を持つ表面と、複数の非永久的な繊維内金属架橋と、1,3-ジクロロ-2-プロパノールから形成された共有結合架橋を含む複数の永久的な繊維内架橋とを有する、実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維を含む。さらに別の態様では、吸収性物品の少なくとも1つの構成要素、例えば吸収性複合材料は、セルロース繊維の表面の外観的特徴を持つ表面と複数の非永久的な繊維内金属架橋と複数の永久的な繊維内架橋とを有する実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維を、複数本束ねて形成した繊維束を含む。

20

【 0 0 9 3 】

望ましい態様では、本発明の吸収性複合材料は、該複合材料内で繊維間結合を形成するための処理がなされている。他の態様では、前記繊維間結合は、吸収性複合材料の表面のみに存在する。いくつかの態様では、前記処理は、アルコール/水の溶液による処理である。他の態様では、前記処理は、カチオン性ポリマー/アルコール/水の溶液による処理である。いくつかの態様では、前記アルコールは、エタノールまたはイソプロパノールから選択される。いくつかの特定の態様では、前記アルコールは、前記溶液中に、約50重量%ないし70重量%の量で存在する。いくつかの態様では、前記処理は、吸収性複合材料を少なくとも80重量%固形分に乾燥させた後に行われる。特定の態様では、前記処理は、吸収性複合材料を少なくとも88重量%ないし92重量%の固形分に乾燥させた後に行われる。いくつかの態様では、吸収性複合材料は、90重量%ないし100重量%の実質的に非水溶性及び水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維から成る。

30

【 0 0 9 4 】

いくつかの態様では、トップシート、バックシート及び吸収性複合材料のうちの少なくとも1つは伸縮可能である。他の態様では、吸収性複合材料は複数の層を含むことができ、前記複数の層のうちの少なくとも一層に本発明の超吸収性のポリマー繊維が実質的に含まれ、別の少なくとも一層にフラフ(fluff)及び/または超吸収性ポリマー粒子が実質的に含まれるようにすることもできる。

40

【 0 0 9 5 】

本発明をより良く理解するために、本発明のトレーニングパンツを示す例示目的のための図5及び図6に注目されたい。本発明は、本発明の範囲から逸脱しない範囲で、様々な他の吸収性物品への使用に好適であることを理解されたい。

【 0 0 9 6 】

トレーニングパンツを作製するための様々な材料及び方法が、2000年7月29日に

50

公開されたA. FletcherらによるPCT特許公開第WO 00/37009号（特許文献1）、Van Gompelらに付与された米国特許第4,940,464号（特許文献2）、Brandonらに付与された米国特許第5,766,389号（特許文献3）、及びOlsonらに付与された米国特許第6,645,190号（特許文献4）に記載されている（これらの文献は全て、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす）。

【0097】

図5は、部分的に留められている状態のトレーニングパンツを示す。図6は、開かれた、折り畳まれていない状態のトレーニングパンツを示す。トレーニングパンツは、着用時に、その前面から後面へ延びる縦方向48を規定する。縦方向48に垂直な方向が横方向49となる。

10

【0098】

トレーニングパンツは、前側領域22、後側領域24、及び前側領域22と後側領域24との間で縦方向に延在して両者を相互接続する股領域26を規定する。また、トレーニングパンツは、使用時に着用者に面するように配された（例えば、トレーニングパンツの他の構成要素よりも内側に配置された）内面、及び、前記内面の反対側に設けられた外面を規定する。トレーニングパンツは、横方向の両端に設けられた一対の側縁部、及び、縦方向の両端に設けられた一対のウエスト端部を有する。

【0099】

図示したトレーニングパンツ20は、シャーシ32、前側領域22の横方向両側に設けられた一対の前側パネル34、及び後側領域24の横方向両側に設けられた一対の後側パネル134を含み得る。

20

【0100】

シャーシ32は、接着剤、超音波接合、熱接合、または他の従来技術によってバックシート40に接合されるバックシート40及びトップシート42を含む。シャーシ32は、図6に示すような、バックシート40とトップシート42との間に配置された、着用者から滲出した身体滲出液を吸収するための吸収性複合材料44をさらに含み得る。また、シャーシ32は、トップシート42または吸収性複合材料44に固定された、身体滲出液の側方流動を阻止するための一対の閉じ込めフラップ46をさらに含み得る。

【0101】

バックシート40、トップシート42及び吸収性複合材料44は、当該技術分野で既知の様々な材料から作製され得る。これらの3つの層は全て、例えば、伸縮可能及び/または弾性的に伸縮可能であり得る。あるいは、各層の伸縮性は、製品全体での伸縮性を調節するために、それぞれ異なり得る。

30

【0102】

バックシート40は、例えば、通気性及び/または液体不透過性であり得る。バックシート40は、1つの層、複数の層、積層、スパンボンド繊維、フィルム、メルトブローン繊維、弾性網、微小孔性ウェブ、またはボンデッドカーデッドウェブから作製され得る。バックシート40は、例えば、液体不透過性材料の単層であり得るか、あるいは、少なくとも一層が液体不透過性である多層積層構造であり得る。

【0103】

バックシート40は、2軸方向に伸縮可能であり得、随意的に2軸方向に弾性であり得る。バックシート40として使用することができる弾性不織積層ウェブには、1若しくは複数のギャザー寄せ可能な不織ウェブ若しくはフィルムに接合された不織材料が含まれる。エラストマー複合材料の例としては、伸縮結合積層体（SBL）及びネック結合積層体（NBL）が挙げられる。

40

【0104】

適切な不織材料の例には、スパンボンド/メルトブローン繊維、スパンボンド/メルトブローン/スパンボンド繊維、スパンボンド繊維、またはそれらの繊維とフィルムとの積層体、あるいは他の不織ウェブが含まれる。エラストマー材料には、ポリエチレン、ポリプロピレンまたはポリオレフィンエラストマーあるいはそれらの組み合わせから構成され

50

る、キャスト若しくはインフレーションフィルム、メルトブローン繊維またはスパンボンド繊維が含まれ得る。エラストマー材料には、PEBAXエラストマー（米国ペンシルベニア州フィラデルフィアに本拠地を置くアトフィナケミカルズ社（AtoFina Chemicals, Inc.）から入手可能）、HYTREL弾性ポリエステル（米国カンザス州ウィチタに本拠地を置くインビスタ社（Invista）から入手可能）、KRATONエラストマー（米国テキサス州ヒューストンに本拠地を置くクレイトン・ポリマーズ社（Kraton Polymers）から入手可能）、またはLYCRAエラストマー（インビスタ社から入手可能）、あるいは、それらの組み合わせが含まれ得る。バックシート40には、機械的工程、印刷工程、加熱工程または化学工程を通じてエラストマー性が付与された材料が含まれ得る。例えば、そのような材料は、開口加工、クレープ加工、ネッキングストレッチ加工、加熱活性化、エンボス加工、またはマイクロストレッチ加工され得、かつ、フィルム、ウェブまたは積層体の形態であり得る。

10

【0105】

2軸方向伸縮性バックシート40用の適切な材料の一例は、例えば、Mormanらに付与された米国特許第5,883,028号（特許文献5）に記載されているような通気性弾性フィルム／不織積層体である（この文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす）。2軸方向の伸張性及び収縮性を有する材料の例は、Mormanに付与された米国特許第5,116,662号（特許文献6）及びMormanに付与された米国特許第5,114,781号（特許文献7）に開示されている（両文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす）。特許文献6及び特許文献7には、少なくとも2つの方向に伸縮可能な複合弾性材料が記載されている。この材料は、少なくとも1つの弾性シートと、該弾性シートに結合された少なくとも1つのネック化された若しくは可逆的にネック化された材料とを有する。前記ネック化若しくは可逆的にネック化されたウェブは、非線形配置された少なくとも3ヶ所の位置のうちの2ヶ所の位置の間でギャザー寄せされるようにして、弾性シートに結合される。

20

【0106】

トップシート42は、順応的で、柔らかい肌触りで、かつ着用者の皮膚を刺激しないことが適切である。トップシート42は、身体滲出液を吸収性複合材料44の厚さ方向に迅速に透過させるのに十分な液体透過性も有する。適切なトップシート42は、例えば多孔質発泡体、網状発泡体、開口加工されたプラスチックフィルム、織ウェブ、不織ウェブまたはそれらの任意の材料の組み合わせなどから選択される様々なウェブ材料から作製され得る。例えば、トップシート42には、天然繊維、合成繊維またはそれらの組み合わせから構成される、メルトブローンウェブ、スパンボンドウェブまたはボンデッドカーデッドウェブが含まれ得る。トップシート42は、実質的に疎水性の材料から構成され得る。前記疎水性材料は、随意的に、界面活性剤で処理され得るか、あるいは、所望のレベルの湿潤性あるいは親水性を付与するための他の方法で処理され得る。

30

【0107】

トップシート42はまた、伸縮可能及び／または弾性的に伸縮可能であり得る。トップシート42の作製に適切な弾性材料には、弾性ストランド、ライクラ（LYCRA）エラストマー、キャスト若しくはインフレーション弾性フィルム、不織弾性ウェブ、メルトブローン若しくはスパンボンド弾性繊維ウェブ、あるいはそれらの組み合わせが含まれ得る。適切な弾性材料の例には、クレイトン（KRATON）エラストマー、ハイトレル（HYTREL）弾性ポリエステル、エステン（ESTANE）弾性ポリウレタン（米国オハイオ州クリーブランドに本拠地を置くノベオン社（Noveon）から入手可能）、またはペバックス（PEBAX）エラストマーが含まれ得る。トップシート42はまた、Roesslerらに付与された米国特許第6,552,245号（特許文献8）に記載されている伸縮可能材料から作製することもできる（この文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす）。トップシート42はまた、Vukosらに付与された米国特許第6,641,134号（特許文献9）に記載されているような2軸方向に伸縮可能な材料から作製することもできる（この文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす）。

40

50

て、引用することを以って本明細書の一部となす)。

【0108】

物品20は、随意的に、吸収性複合材料44に隣接して配置され、接着などの当該技術分野で既知の方法を用いて、例えば吸収性複合材料44またはトップシート42などの吸収性物品20の様々な構成要素に取り付けられ得るサージ管理層をさらに含み得る。一般的に、サージ管理層は、吸収性物品の吸収性構造体内に急速に導入された波となって打ち寄せるまたは勢い良く流れる液体を迅速に吸収して拡散させるのに役立つ。サージ管理層は、液体を一時的に保持した後に、吸収性複合材料44の貯留または保持部分に放出することができる。適切なサージ管理層の例は、Bishopらに付与された米国特許第5,486,166号(特許文献10)、Ellisらに付与された米国特許第5,490,846号(特許文献11)、及びDodgeらに付与された米国特許第5,820,973号(特許文献12)に記載されている(これらの文献は全て、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす)。

10

【0109】

吸収性物品20は、吸収性複合材料44をさらに含み得る。吸収性複合材料44は、様々な形状を有し得る。例えば、吸収性複合材料44は、2次元構造または3次元構造を有し得、長方形、三角形、楕円形、レーストラック状、I字状、略砂時計状、T字状などであり得る。多くの場合、吸収性複合材料44は、股部分26において後側部分24または前側部分22よりも狭くすることが適切である。吸収性複合材料44は吸収性物品内において例えばバックシート40及び/またはトップシート42に、例えば超音波、加圧、接着、開口形成、加熱、糸若しくはストランドの縫合、接着剤による自己接合若しくは自己接着、フックアンドループ、またはそれらの組み合わせなどの当該技術分野で既知の接合手段を用いて取り付けることができる。

20

【0110】

いくつかの態様では、吸収性複合材料44は、十分な量の伸縮性を有し得る。例えば、吸収性複合材料44は、有効な量の弾性ポリマー繊維を含有する繊維マトリクスを含み得る。当該技術分野で既知の他の方法には、その構造内に切込部またはスリットを有する不織基材を利用して、伸縮可能フィルムに超吸水性ポリマー粒子を付着させる方法などがある。

【0111】

30

吸収性複合材料44は、当該技術分野で既知の方法を用いて作製することができる。特定の作製方法に限定されるものではないが、吸収性複合材料は、フォーミングドラムシステムを利用することができる。例えば、1987年5月19日にK. Enloeらに付与された「Apparatus and method for forming a laid fibrous web」という標題の米国特許第4,666,647号(特許文献13)、1988年8月2日にK. Enloeらに付与された「Controlled formation of light and heavy fluff zones」という標題の米国特許第4,761,258号(特許文献14)、2003年10月7日にVenturinoらに付与された「Forming media with enhanced air flow properties」という標題の米国特許第6,630,088号(特許文献15)、及び2001年12月18日にHahnらに付与された「Apparatus and process for forming a laid fibrous web with enhanced basis weight capability」という標題の米国特許第6,330,735号(特許文献16)を参照されたい(これらの文献は全て、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす)。選択された量の随意的な超吸収性粒子をフォーミングチャンバ上に導入することができる技術は、1990年5月22日にR. E. Brysonらに付与された「Method and apparatus for creating a graduated distribution of granule materials in a fiber mat」という標題の米国特許第4,927,582号(特許文献17)及び2002年7月9日にVenturinoらに付与された「Method for obtaining a dual strata distribution of superabsorbent in a fibrous matrix」という標題の米国特許第6,416,697号(特許文献18)に記載されている(両文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす)。

40

50

【 0 1 1 2 】

いくつかの態様では、例えば、コフォームラインにおいて吸収性複合材料を作製するのに、メルトブローン工程を用いることができる。例示的なメルトブローン工程は、「NRL Report 4364, "Manufacture of Super-Fine Organic Fibers" by V. A. Wendt, E. L. Boone and C. D. Fluharty (非特許文献 1)」、「NRL Report 5265, "An Improved Device For the Formation of Super-Fine Thermoplastic Fibers" by K. D. Lawrence, R. T. Lukas and J. A. Young (非特許文献 2)」、米国特許第3,849,241号(特許文献 19)及び米国特許第5,350,624号(特許文献 20)などの様々な特許文献及び非特許文献に記載されている(これらの文献はすべて、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす)。

10

【 0 1 1 3 】

「コフォーム」材料を作製するために、メルトブローン繊維を成形面に堆積させるときに、メルトブローン繊維に追加的な成分が混合される。例えば、本発明の超吸収性繊維と例えば木材パルプ繊維などのフラフとを、メルトブローン繊維に捕捉及び/または結合されるように、メルトブローン繊維流の中に注入する。例示的なコフォーム工程は、Andersonらに付与された米国特許第4,100,324号(特許文献 21)、Hotchkissらに付与された米国特許第4,587,154号(特許文献 22)、McFarlandらに付与された米国特許第4,604,313号(特許文献 23)、McFarlandらに付与された米国特許第4,655,757号(特許文献 24)、McFarlandらに付与された米国特許第4,724,114号(特許文献 25)、Andersonらに付与された米国特許第4,100,324号(特許文献 26)、及びMintoらに付与された英国特許第GB 2,151,272号(特許文献 27)に記載されている(これらの各特許文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす)。大量の超吸収体含有している吸収性の弾性メルトブローンウェブがD. J. McDowallに付与された米国特許第6,362,389号(特許文献 28)に記載されており、大量の超吸収体含有しかつ低い超吸収体シェイクアウト値を有する吸収性の弾性メルトブローンウェブがX. Zhangらに付与された米国特許出願第10/883174号(特許文献 29)に記載されている(両文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす)。

20

【 0 1 1 4 】

本発明の吸収性複合材料 44 を単一工程で作製する方法の一例が、図 7 に示されている。まず、繊維作製装置 850 を使用してウェブを形成する。本発明の超吸収性繊維 852 を形成面 854 上に堆積させ、ウェブ 814 を形成する。ウェブ形成をさらに支援するために、及びウェブを形成面上により良く保持するために、小孔を有する形成面 854 の真下に真空 856 を用いることができる。随意的に、超吸収性粒子または他の種類の粒子 860 の供給源 858 が、及び随意的にフラフ繊維 864 の供給源 862 が、形成面 854 の上方に配置される。随意的に、コアラップ 840 を、吸収性複合材料 812 の上に置くことができる。

30

【 0 1 1 5 】

一般的に、吸収性複合材料 44 は、実質的に均一分布の超吸収性繊維、及び任意の他の随意的な添加物を含む単一構造体である場合が多い。しかし、図 8 を参照して、いくつかの態様では、吸収性複合材料 44 は、本発明の超吸収性繊維を組み合わせた場合、構造変化によってさらに強化され得る。例えば、本発明の超吸収性繊維を十分に含有する層 62 と層 64 との間に、超吸水性ポリマー粒子を十分に含有する層 60 を配置することにより、超吸水性ポリマー粒子及びフラフ繊維が実質的に均一に分布している構造体よりも、吸収性複合材料 44 の吸収性(例えば侵襲液体の吸収率)を向上させることができる。このような積層化は、吸収性複合材料 44 の z 方向において行われ、随意的に、吸収性複合材料の x - y 領域全体をカバーし得る。また一方、層 62 及び 64 は互いに異なる層である必要はない。例えば、いくつかの態様では、吸収性複合材料の z 方向の中央部分 60 のみに、吸収性複合材料 44 の上側層 62 及び/または下側層 64 よりも高い割合(例えば、少なくとも 10 重量%)の超吸水性ポリマー粒子が含まれるようにしてもよい。層 62 及

40

50

び64は、吸収性複合材料44における侵襲標的領域内に存在することが望ましい。

【0116】

上述したように、吸収性複合材料44は、超吸水性材料などの吸収性材料も含む。したがって、吸収性複合材料44は、繊維マトリクス内に、ある量の本発明の超吸収性繊維、超吸水性ポリマー粒子、及び/またはフラフを含むことができる。いくつかの態様では、本発明の吸収性複合材料44内における超吸収性繊維の合計量を、吸収性複合材料の重量の少なくとも約10重量%、例えば、少なくとも約30重量%、少なくとも約60重量%、少なくとも約90重量%、少なくとも約10重量%ないし約100重量%、または少なくとも約30重量%ないし約90重量%にすることにより、向上した利益を提供することができる。随意的に、超吸収性繊維の量は、吸収性複合材料の重量の少なくとも約95重量%であり得る。他の態様では、吸収性複合材料44は、約35重量%またはそれ未満の、例えば約20重量%またはそれ未満、約10重量%またはそれ未満のフラフを含むことができる。

10

【0117】

本発明は、本発明の超吸収性繊維、超吸水性ポリマー粒子、及び/またはフラフの使用に限定されないことを理解されたい。いくつかの態様では、吸収性複合材料44は、追加的にまたは代替的に、例えば界面活性剤、イオン交換樹脂粒子、湿潤剤、皮膚軟化剤、香料、天然繊維、合成繊維、流体改変剤、悪臭防止添加剤、及びそれらの組み合わせなどの材料を含み得る。あるいは、吸収性複合材料44は、発泡体を含むことができる。

20

【0118】

より良く機能させるために、吸収性複合材料44は、向上した性能の他にもユーザにとってのより良い快適性及び信頼性も提供するためのいくつかの望ましい性質を有することができる。例えば、吸収性複合材料44は、液体吸上げ率、吸収能力、液体分布または適合性（例えば形状維持及び審美性）などの吸収特性の所望の組み合わせを提供するために選択的に構成され配置された吸収能力、密度、坪量及び/または大きさに対応した構造を有することができる。同様に、吸収性複合材料は、所望の湿潤対乾燥強度比、平均流孔径、透過性及び伸び値を有することができる。

【0119】

上述したように、吸収性複合材料44は、随意的に、エラストマー性ポリマー繊維を含むことができる。前記ポリマー繊維のエラストマー性材料は、所望に応じて、オレフィン系エラストマーまたは非オレフィン系エラストマーを含み得る。例えば、前記エラストマー性繊維は、オレフィンコポリマー、ポリエチレンエラストマー、ポリプロピレンエラストマー、ポリエステルエラストマー、ポリイソブレン、架橋ポリブタジエン、ジブロック、トリブロック、テトラブロックまたは他のマルチブロック熱可塑性エラストマー性及び/または柔軟性コポリマー（例えばブロックコポリマー（水素化ブタジエン-イソブレン-ブタジエンブロックコポリマー）など）；ステレオブロックポリプロピレン；エチレン-プロピレン-ジエンターポリマーまたはエチレン-プロピレン-ジエンモノマー（EPDM）ゴム、エチレン-プロピレンランダムコポリマー（EPM）、エチレンプロピレンゴム（EPR）、エチレン酢酸ビニル（EVA）、及びエチレン-アクリル酸メチル（EMA）を含むグラフトコポリマー；クラトン社（Kraton Inc.）からKRATONエラストマー性樹脂の商品名で市販されているまたはエクソンモービル・ケミカル社（ExxonMobil Chemical Company）の一部門であるデクスコ（Dexco）からVECTOR（SIS及びSBSポリマー）の商品名で市販されている、例えばスチレン-イソブレン-スチレン（SIS）、スチレン-ブタジエン-スチレン（SBS）、スチレン-イソブレン-ブタジエン-スチレン（SIBS）、スチレン-エチレン/ブチレン-スチレン（SEBS）またはスチレン-エチレン/プロピレン-スチレン（SEPS）などのジブロック及びトリブロックコポリマーを含むスチレンブロックコポリマー；動的に加硫されたエラストマー-熱可塑性混合体を有する熱可塑性エラストマーの混合体；熱可塑性ポリエーテルエステルエラストマー；アイオノマー系熱可塑性エラストマー；インビスタ社（Invista Corporation）からLYCRAポリウレタンの商品名で市販されているもの、及び米国オハイオ

30

40

50

州クリーブランドに本拠地を置くノベオン社 (Noveon, Inc.) から E S T A N E の商品名で市販されているものを含む熱可塑性弾性ポリウレタン; 米国ペンシルベニア州フィラデルフィアに本拠地を置くアトフィナケミカルズ社 (AtoFina Chemicals, Inc.) から P E B A X の商品名で市販されているポリエーテルブロックアミドを含む熱可塑性弾性ポリアミド; ポリエーテルブロックアミド; デュポン社 (E. I. Du Pont de Nemours Co.) から H Y T R E L の商品名で市販されているもの、米国インディアナ州エバンズビルに本拠地を置く D S M エンジニアリングプラスチック社 (DSM Engineering Plastics) から A R N I T E L の商品名で市販されているもの、及び、米国テキサス州フリーポートに本拠地を置くダウケミカル社 (Dow Chemical Co.) から A F F I N I T Y の商品名で市販されている約 0.89 g / 立方メートル未満の密度を有するシングルサイトまたはメタロセン触媒ポリオレフィンを含む熱可塑性弾性ポリエステル; 並びにそれらの組み合わせを含み得る。

10

【0120】

本明細書中では、トリブロックコポリマーは、A B A 構造を有する。ここで、A は A 型のいくつかの反復単位を示し、B は B 型のいくつかの反復単位を示す。上述したように、スチレンブロックコポリマーのいくつかの例は、S B S、S I S、S I B S、S E B S 及び S E P S である。これらのコポリマーでは、A ブロックはポリスチレンであり、B ブロックはゴム性成分である。一般的に、これらのトリブロックコポリマーは、数千から数十万までの様々な分子量を有し得、スチレン含有量は、トリブロックコポリマーの重量に基づいて 5 % から 75 % の範囲であり得る。ジブロックコポリマーは、A B 構造であることを除いてはトリブロックコポリマーと同様である。適切なジブロックコポリマーには、同一の A ブロック対 B ブロック比率を有するトリブロックコポリマーの分子量の約 2 分の 1 の分子量を有するスチレン - イソプレンジブロックが含まれる。

20

【0121】

望ましい態様では、ポリマー繊維は、スチレンブロックコポリマー、弾性ポリオレフィンポリマー及びコポリマー、並びに E V A / E M A 型ポリマーから成る群より選択される少なくとも 1 つの材料を含み得る。

【0122】

いくつかの特定の態様では、例えば、ポリマー繊維のエラストマー材料は、米国テキサス州ヒューストンに本拠地を置くエクソンモービル・ケミカル社 (ExxonMobil Chemical Company) からピスタマックス (VISTAMAXX) の商品名で市販されている様々な商用グレードの低結晶度、低分子量のメタロセンポリオレフィンを含むことができる。いくつかのピスタマックス (VISTAMAXX) 材料は、メタロセンポリオレフィンエチレンコポリマーであると考えられている。例えば、ある態様では、エラストマーポリマーは VISTAMAXX PLTD 2210 であり得る。他の態様では、エラストマーポリマーは VISTAMAXX PLTD 1778 であり得る。特定の態様では、エラストマーポリマーは VISTAMAXX PLTD 2370 であり得る。別の任意選択のエラストマーポリマーは、クラトン社 (Kraton Inc.) 製の KRATON blend G 2755 である。前記 KRATON 材料は、スチレンエチレン - ブチレンスチレンポリマーとエチレンワックスと粘着付与樹脂との混合物であると考えられている。

30

【0123】

いくつかの態様では、エラストマーポリマー繊維は、選択されたメルトフローレート (melt flow rate: M F R) を有するポリマー材料から作製することができる。特定の態様では、M F R は、最大で約 300 であり得る。あるいは、M F R は、最大で約 230 ~ 250 であり得る。別の態様では、M F R は、最小で少なくとも約 9、または少なくとも約 20 であり得る。あるいは、所望の性能を提供するために、M F R は、少なくとも約 50 であり得る。前述したメルトフローレートの単位は、10 分間あたりに流れるグラム数 (g / 10 分) である。メルトフローレートのパラメータは周知であり、例えば ASTM D 1238 70 (押し出し可塑性計) (標準状態「L」は 230 であり、2.16 kg の力が加えられる) 試験方法などの従来技術によって測定することができる。

40

【0124】

50

上述したように、吸収性複合材料 4 4 のポリマー繊維は、ある量の界面活性剤を含むことができる。界面活性剤は、作用可能な任意の方法で吸収性複合材料のポリマー繊維に結合させることができる。界面活性剤を結合させるための様々な技術は、従来どおりであり、当業者には周知である。例えば、界面活性剤は、メルトブローン繊維構造体の作製に使用されるポリマーに配合させることができる。特定の態様では、界面活性剤は、繊維の冷却時に、繊維の外表面へ作用可能に移動または分離するように構成され得る。あるいは、界面活性剤は、ポリマー繊維が成形された後に、塗布または他の方法でポリマー繊維に結合され得る。

【 0 1 2 5 】

弾性ポリマー繊維は、前記繊維及び界面活性剤の全重量に基づいて、有効な量の界面活性剤を含むことができる。いくつかの態様では、ポリマー繊維は、水抽出法で測定された、少なくとも約 0 . 1 重量 % の界面活性剤を含むことができる。あるいは、界面活性剤の量を少なくとも約 0 . 1 5 重量 % 、任意選択で少なくとも約 0 . 2 重量 % にすることにより所望の利益を提供することができる。他の態様では、界面活性剤の量を最大で約 2 重量 % 、例えば最大で約 1 重量 % または最大で約 0 . 5 重量 % にすることにより向上した性能を提供することができる。

【 0 1 2 6 】

もし界面活性剤の量が望ましい範囲を外れた場合、様々な不都合が生じ得る。例えば、界面活性剤の量が少なすぎると、疎水性メルトブローン繊維などの繊維を吸収した液体で湿潤させることができない。対照的に、界面活性剤の量が多すぎると、望ましくないこと
20
に、繊維から洗い流された界面活性剤が吸収性複合材料の液体輸送能力を妨げるか、または吸収性複合材料の吸収性物品への付着強度に悪影響を与える可能性がある。界面活性剤をポリマー繊維に配合してもまたは他の方法によりポリマー繊維の内部に加えても、界面活性剤の量が多すぎると、ポリマー繊維及び内部繊維結合の形成が弱くなる状態が生じ得る。

【 0 1 2 7 】

いくつかの態様では、界面活性剤には、ポリエチレングリコールエステル凝縮物及びアルキルグリコシド界面活性剤から成る群より選択される少なくとも 1 つの材料が含まれ得る。例えば、界面活性剤は、4 0 重量 % の水と、6 0 重量 % の D - グルコース、デシル、オクチルエステル及びオリゴマーとから成る、コグニス社 (Cognis Corporation) から入
30
手可能なグルコポン (GLUCOPON) 界面活性剤であり得る。

【 0 1 2 8 】

本発明の他の態様では、界面活性剤は、0 . 2 0 k g の GLUCOPON 220 UP 界面活性剤 (コグニス社 (Cognis Corporation) から入手可能) 及び 0 . 3 6 k g の AHCovel Base N-6 2 (ユニケマ社 (Uniqema) から入手可能) と混合された 1 6 リットルの熱湯 (約 4 5 ないし約 5 0) を含む水 / 界面活性剤の溶液を含有し、噴霧塗布される界面活性剤であり得る。噴霧塗布型の界面活性剤を使用する場合、超吸水性ポリマー粒子の所望の閉じ込めを提供するためには、噴霧塗布される界面活性剤の量は比較的少量であることが望ましい。液体の界面活性剤の量が多すぎると、例えば、熔融されたエラストマーメルトブローン
40
繊維への超吸水性ポリマー粒子の所望の付着が妨げられる。

【 0 1 2 9 】

エラストマー繊維ポリマーと配合させることができる内部界面活性剤または湿潤剤の例としては、米国テキサス州フリーポートに本拠地を置く B A S F 社から入手可能な MAPEG DO 400 PEG (ポリエチレングリコール) エステルなどが挙げられる。他の内部界面活性剤としては、ポリエステル、脂肪酸エステル、せっけん、及びそれらの組み合わせが挙げられる。

【 0 1 3 0 】

上述したように、吸収性複合材料 4 4 は、随意的に、例えばセルロース繊維などのフラフを含むことができる。そのようなセルロース繊維には、これらに限定しないが、例えば亜硫酸パルプ及び硫酸塩パルプ (クラフトパルプとも呼ばれる) などの化学木材パルプ、
50

並びに、例えばグランドパルプ、サーモメカニカルパルプ及びケミサーモメカニカルパルプなどの機械パルプが含まれ得る。より具体的には、パルプ繊維には、綿、他の種類の木材パルプ、酢酸セルロース、ボンデッドケミカル木材パルプ、及びそれらの組み合わせが含まれ得る。落葉樹及び針葉樹の両方から得られたパルプも使用可能である。さらに、セルロース繊維には、天然植物繊維、トウワタフラフ、綿繊維、微結晶性セルロース、超微細化セルロース、またはそれらの材料のいずれかと木材パルプ繊維との組み合わせなどの親水性材料が含まれ得る。適切なセルロース系フラフ繊維には、例えば、NB 480 (ウェアーハウザー社 (Weyerhaeuser Co.) から入手可能)、漂白した南部針葉樹クラフトパルプであるNB 416 (ウェアーハウザー社から入手可能)、漂白した南部針葉樹クラフトパルプであるCR 54 (米国サウスカロライナ州グリーンビルに本拠地を置くボウウォーター社 (Bowater Inc.) から入手可能)、化学修飾された広葉樹パルプであるSULPHATATE HJ (米国ジョージア州エサップに本拠地を置くレイオニール社 (Rayonier Inc.) から入手可能)、化学修飾された漂白南部針葉樹クラフトパルプであるNF 405 (ウェアーハウザー社から入手可能)、及び漂白南部針葉樹クラフトパルプと広葉樹クラフトパルプの混合物であるCR 1654 (ボウウォーター社 (Bowater Inc.) から入手可能) が含まれ得る。

10

【0131】

上述したように、吸収性複合材料44は、望ましい量の本発明の超吸水性ポリマー粒子 (SAP) も含む。SAPは、典型的には、不飽和のカルボン酸またはその誘導体のポリマーである。これらのポリマーは、二官能性または多官能性の内部架橋剤と架橋結合させることにより、非水溶性かつ水膨潤性に改変することができる。これらの内部架橋結合されたポリマーは少なくとも部分的に中和されており、そのポリマーバックボーンに、前記ポリマーが体液などの液体を吸収することを可能にするペンダントアニオン性カルボキシル基を含む。一般的に、SAPは、その表面にペンダントアニオン性カルボキシル基を架橋結合させる後処理がなされる。

20

【0132】

超吸収性粒子は、天然、合成及び改質天然ポリマー及び材料から選択することができる。超吸収性粒子は、シリカゲルなどの無機材料か、または架橋ポリマーなどの有機材料であり得る。「架橋」という用語は、超吸収性ポリマーに関して用いる場合、通常は水溶性の材料を、実質的に水非水溶性で水膨潤性の材料へ効果的に改変するための任意の手段を意味する。このような手段には、例えば、物理的交絡、結晶ドメイン、共有結合、イオン錯体及び会合、水素結合などの親水性会合、疎水性会合、又はファンデルワールス力が含まれる。人工の吸収性ゲルポリマーの作製方法は、Masudaらに付与された米国特許第4,076,663号 (特許文献30)、及びTsubakimotoらに付与された米国特許第4,286,082号 (特許文献31) に開示されている (両文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす)。適切な超吸収性粒子は、例えば、シュトックハウゼン社 (Stockhausen, Inc.) やBASF社 (BASF Inc.) などの様々な商品メーカーから入手可能である。ある例では、前記超吸収性材料は、米国ノースカロライナ州のグリーンズバラに本拠地を置くシュトックハウゼン社から入手可能なSR1642である。

30

【0133】

本発明の吸収性物品は、本発明の超吸収性繊維を含む。いくつかの態様では、本発明は、実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアシルセルロース繊維を提供する。前記繊維は、セルロース繊維の表面の外観的特徴を持つ表面と、複数の非永久的な繊維内金属架橋と、複数の永久的な繊維内金属架橋とを有する。このように、本発明の繊維は、繊維表面と同一の広がりを持つ不規則な表面パターン (線條、窪み及び孔を含む) を有する。本発明のカルボキシアシルセルロース繊維は、超吸収性を有する繊維である。前記超吸収性繊維は、水膨潤性かつ非水溶性の繊維であり、膨張した水膨潤状態において、繊維構造を実質的に保つ。

40

【0134】

本発明の超吸収性繊維は、カルボキシアシル化及び架橋化により改変されたセルロー

50

ス繊維である。カルボキシアルキル化及び架橋化により前記繊維に水膨潤性が付与され、前記繊維を実質的に水不溶性に改変する。前記繊維は、優れた水膨潤性を提供するのに有効な程度のカルボキシル基置換を有する。前記繊維は、前記繊維を非水溶性に改変するのに十分な程度に架橋化される。超吸収性繊維は、改変されていない羽毛パルプ繊維と比べると向上した液体吸収能力を有する。

【0135】

本発明の超吸収性繊維は、実質的に非水溶性である。本明細書においては、繊維は、溶液を作製するために過剰水中に実質的に溶解させた際に水溶性であり、その繊維形状を失い、水溶液中に実質的に均等に分散するようになると考えられている。十分にカルボキシアルキル化され、かつ十分な程度に架橋化されていないセルロース繊維は水溶性であるが、本発明のカルボキシアルキル化され架橋化された繊維は実質的に非水溶性である。

10

【0136】

本発明の超吸収性繊維は、実質的に非水溶性で水膨潤性の繊維である。本明細書においては、「実質的に非水溶性で水膨潤性」とは、過剰の水媒体（尿や血液などの体液、水、合成尿、または塩化ナトリウム0.9重量%水溶液）に曝されたときに、平衡体積まで膨張するが、溶液中には溶解しない繊維を指す。

【0137】

本発明の水膨潤性で非水溶性の繊維は、セルロース繊維の表面の外観を持つ表面を有する。天然繊維のように、本発明の超吸収性繊維は、線条、窪み及び孔を含む表面を有する。本発明の超吸収性繊維は、前記繊維を溶液中に溶解させるステップとその後に前記溶液から前記繊維を再生するステップとを含まない方法により作製されるので、セルロース繊維の表面構造を保つ。溶液からの再生により作製された繊維は、天然繊維に存在する典型的な繊維構造を実質的に欠いている。再生繊維は、構造特性の中でも特に、表面構造（線条、窪み及び孔など）を欠いている。図9A、図9B及び図9Cは、代表的な木材パルプ繊維の表面、代表的な本発明の超吸収性繊維（図9Aに示した木材パルプ繊維から作製された）、及び代表的な再生繊維のそれぞれの表面を比較した顕微鏡写真である。図9A及び図9Bを参照して、代表的な木材パルプ繊維及び代表的な本発明の超吸収性繊維は、いくつかの特徴（例えば、繊維表面と同一の広がりを持つ不規則な表面パターン）を含んでいる。対照的に、代表的な再生繊維の表面は、そのような表面構造を実質的に欠いている（図9C参照）。

20

30

【0138】

本発明においては、「再生繊維」なる用語は、溶解された繊維を含む溶液から再生（すなわち、固形へ戻すこと）により作製された繊維を指す。「非再生」なる用語は、溶液に溶解させた後に再生（すなわち、固形に戻すこと）することを行わなかった繊維を指す。上述したように、本発明の非再生繊維はその作製材料であるセルロース繊維の表面構造を実質的に保つが、再生繊維はそうではない。

【0139】

いくつかの態様では、本発明の超吸収性繊維は、非永久的な繊維内架橋を含むことができる。非永久的な繊維内架橋は、多価金属イオンを用いて形成した金属カルボキシル架橋である。非永久的な繊維内架橋は、使用時に解離及び再形成されることができる（例えば、吸収性物品に用いた場合に、液体侵襲時に解離及び再結合される）。いくつかの態様では、本発明の繊維は、永久的な繊維内架橋をさらに含む。永久的な繊維内架橋は、使用時に安定的であり、吸収性物品に用いた場合に、液体侵襲時に解離及び再結合されない。

40

【0140】

本発明の超吸収性繊維は、実質的に非水溶性である一方で、水を吸収可能である。いくつかの態様では、超吸収性繊維は、複数の非永久的な繊維内金属架橋によって、非水溶性に改変される。本明細書においては、「非永久的な繊維内金属架橋」なる用語は、本発明の個々の繊維の内部（すなわち繊維内）で、及び、各繊維の構成要素のカルボキシアルキルセルロースポリマーの間で形成される架橋の性質を指す。

【0141】

50

いくつかの態様では、本明細書の超吸収性繊維は、金属架橋により繊維内架橋されている。金属架橋は、繊維のカルボキシアルキルセルロース繊維の官能基（例えば、カルボキシ基、カルボキシレート基または水酸基）と多価金属種との間の結合性相互作用（例えば結合形成）の結果として形成される。適切な多価金属種には、2若しくはそれ以上の価数を有し、カルボキシアルキルセルロースポリマー（例えば、前記ポリマーのカルボキシ基、カルボキシレート基または水酸基との結合性相互作用に対して反応性である）と結合性相互作用を形成することができる金属イオンが含まれる。カルボキシアルキルセルロースポリマーは、多価金属種が繊維内のカルボキシアルキルセルロースポリマーと結合性相互作用を形成した際に架橋される。架橋は、カルボキシアルキルセルロースポリマー内で形成されるか、または、繊維内の2若しくはそれ以上のカルボキシアルキルセルロースポリマーの間で形成される。架橋の程度は、繊維の水溶性及び繊維が水溶液と接触した際の膨潤能力に影響を及ぼす（すなわち、架橋をより多くすれば、不溶性もより高くなる）。

【0142】

いくつかの態様では、本明細書の繊維は、非永久的な繊維内金属架橋を含む。本明細書においては、「非永久的」なる用語は、金属-カルボキシセルロース架橋を指す。典型的なセルロース繊維架橋は事実上永久的であると、一般的に理解されている（すなわち、例えば吸収性物品で生じる液体侵襲時にセルロースが湿潤するなどの通常の使用状態では、その架橋は安定的である）。永久的な架橋は、繊維の使用中に解離しない架橋であり、典型的には、セルロースポリマーの少なくとも1つの官能基と反応可能な少なくとも2つの官能基を有する有機化合物の反応により形成された共有結合架橋である（例えば、セルロースを1,3-ジクロロ-2-プロパノールなどのジハロゲン化物と架橋結合させることにより形成されたジエテル架橋、あるいは、セルロースをクエン酸と架橋結合させることにより形成されたジエステル架橋）。対照的に、非永久的な架橋は、繊維のカルボキシアルキルセルロースポリマー内で、または前記ポリマー間で形成され、液体侵襲に対して反応性である架橋である。本明細書の繊維の非永久的な架橋は、液体侵襲時に解離及び再結合されることができる。本発明の繊維の金属架橋は、前記繊維が液体吸収中に膨張及び膨潤することを可能にする、液体侵襲時に解離する特徴を有する。液体吸収が完了すると（すなわち、侵襲が終了すると）、解離した多価金属イオン種とカルボキシアルキルセルロースポリマーとの間で再結合が起こり、架橋を再形成する。この場合、液体を吸収し膨張した繊維内で新しい架橋が形成される。当然のことながら、多価金属イオンとカルボキシアルキルセルロースポリマーとの解離及び再結合（架橋の破壊及び再形成）のプロセスは動的であり、液体吸収中にも生じる。いくつかの態様では、非永久的な架橋によって、本発明の繊維は、液体侵襲時に膨張した際でも構造的完全性を維持するというユニークな性質を有する。

【0143】

いくつかの態様では、本発明の超吸収性繊維は、非永久的な繊維内金属架橋を含む。金属架橋には、アルミニウム、ホウ素、ビスマス、セリウム、クロム、チタン、ジルコニウム及びそれらの混合物から選択される1若しくはそれ以上の金属イオンによる多価金属イオン架橋が含まれる。特定の一態様では、前記架橋は、アルミニウム架橋剤を使用して形成される。適切なアルミニウム架橋剤には、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム及び乳酸アルミニウムが含まれる。典型的な酢酸アルミニウムには、モノ酢酸アルミニウム、ジ酢酸アルミニウム、トリ酢酸アルミニウム、ヘミ酢酸アルミニウム、サブ酢酸アルミニウム、及び、水混和性の有機溶媒中で非化学量論量の酢酸及び水酸化物から作製された酢酸アルミニウムの混合物が含まれる。一態様では、アルミニウム架橋剤は、ホウ酸により安定化させたモノ酢酸アルミニウムである（アルドリッチケミカル社（Aldrich Chemical Co.）から入手可能な、酢酸アルミニウム、塩基性、安定剤としてホウ酸含む $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Al}(\text{OH})_2 \cdot 1/3\text{H}_3\text{BO}_3$ ）。別の態様では、アルミニウム架橋剤は、使用の直前に調製される（例4及び例5を参照）。

【0144】

いくつかの態様では、本発明の超吸収性繊維は、永久的な架橋も含む。この態様では、

前記繊維は、非永久的な金属イオン繊維内架橋と、永久的な繊維内架橋とを含む。永久的な繊維内架橋は、使用時に安定的な架橋である（例えば、トレーニングパンツなどの吸収性物品に使用した場合に液体侵襲に対して安定的である）。永久的な繊維内架橋は、前記繊維を、カルボキシ基、カルボン酸基及び水酸基から成る群より選択される少なくとも1つの官能基と反応可能な少なくとも2つの官能基を有する有機化合物と架橋結合させることにより作製することができる。永久的な繊維内架橋には、エーテル架橋、アミド架橋及びエステル架橋（例えば、ジエーテル架橋）が含まれる。

【0145】

永久的な架橋は、（1）カルボキシアルキル化の前、（2）カルボキシアルキル化と同時に、（3）カルボキシアルキル化の後かつ多価金属イオン架橋剤による処理の前、あるいは（4）多価金属イオン架橋剤による処理の後に、本発明の繊維に組み込むことができる。永久的架橋剤は、反応性または潜在性であり得る。反応性な永久架橋剤は、（1）カルボキシアルキル化の前、（2）カルボキシアルキル化と同時に、あるいは（3）カルボキシアルキル化の後かつ多価金属イオン架橋剤による処理の前に、架橋を形成する。潜在性の永久架橋剤は、水の存在下では反応的ではなく、（1）カルボキシアルキル化の前、（2）カルボキシアルキル化と同時に、（3）カルボキシアルキル化の後かつ多価金属イオン架橋剤による処理の前、あるいは（4）多価金属イオン架橋剤による処理の後に、繊維に組み込むことができる。潜在性の永久架橋剤は、その後に、カルボキシアルキルセルロース繊維が完全に乾燥させられ、高温（例えば80以上）などの適切な条件が提供されたときに、カルボキシアルキルセルロース繊維の官能基と反応することができる。

【0146】

いくつかの態様では、本発明の架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維は、架橋されたパルプ繊維から作製することができる。カルボキシアルキルセルロースの作製に有用なこの架橋されたセルロース繊維の架橋は、カルボキシアルキル化の反応条件を安定化させるための架橋である。架橋された繊維から架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維を作製し、その後に、非永久的な架橋を組み込むために架橋化する方法が、例6に説明されている。例6には、1,3-ジクロロ-2-プロパノールで架橋された繊維から作製された酢酸アルミニウムで架橋されたカルボキシアルキルセルロースと、グリセロールジグリシジルで架橋された繊維から作製された酢酸アルミニウムで架橋されたカルボキシアルキルセルロースとが説明されている。

【0147】

特定の一態様では、本発明の架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維は、前記セルロース繊維のカルボキシアルキル化中に、前記セルロース繊維に永久的な架橋を提供する架橋剤及びカルボキシアルキル化剤で処理することにより作製することができる。前記セルロース繊維のカルボキシアルキル化中に、前記セルロース繊維を架橋剤及びカルボキシアルキル化剤で処理して非永久的な架橋を組み込むことにより、架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維を作製する方法が、例7に説明されている。例7には、セルロース繊維を1,3-ジクロロ-2-プロパノール、水酸化ナトリウム及びモノクロ酢酸ナトリウムで処理することにより、永久的な架橋を有するカルボキシアルキルセルロースを提供し、その後に、塩化アルミニウムで架橋化することにより非永久的な架橋を組み込むことが記載されている。

【0148】

エーテル架橋の形成に有用な架橋剤には、1,3-ジクロロ-2-プロパノールなどのジハロゲン化架橋剤；ビニルシクロヘキセンジオキシド及びブタジエンジオキシド、ジグリシジルエーテル（グリセロールジグリシダル、1,4-ブタンジオールジグリシダル及びポリ（エチレングリコールジグリシダル））などのジエポキシド架橋剤；ジビニルスルホンなどのスルホン化合物；ビス（2-ヒドロキシエチル）スルホン、ビス（2-クロロエチル）スルホン及び2ナトリウムトリス（ β -スルファトエチル）スルホニウム内塩；及びジイソシアネートが含まれる。

【0149】

10

20

30

40

50

永久的な架橋の形成に有用な他の適切な架橋剤には、尿素ベースのホルムアルデヒド付加生成物（N - メチロール化合物など）、ポリカルボン酸、及びポリアミンが含まれる。

【0150】

適切な尿素ベースの架橋剤には、メチロール尿素、メチロール環状尿素、メチロール低級アルキル置換環状尿素、メチロールジヒドロキシ環状尿素、ジヒドロキシ環状尿素、及び低級アルキル置換環状尿素が含まれる。特に好ましい尿素ベースの架橋剤には、ジメチロール尿素（DMU、ビス（N - ヒドロキシメチル）尿素）、ジメチロールエチレン尿素（DMEU、1、3 - ジヒドロキシ - 2 - イミダゾリジノン）、ジメチロールジヒドロキシエチレン尿素（DMDHEU、1、3 - ジヒドロキシメチル - 2 - イミダゾリジノン）、メチロールプロピレン尿素（DMPU）、メチロールヒダントイン（DMH）、ジメチルジヒドロキシ尿素（DMDHU）、ジヒドロキシエチレン尿素（DHEU、4、5 - ヒドロキシ - 2 - イミダゾリジノン）、及びジメチルジヒドロキシエチレン尿素（DMeDHEU、4、5 - ジメチル - 2 - イミダゾリジノン）が含まれる。

10

【0151】

ポリカルボン酸架橋剤には、少なくとも3つのカルボキシル基（クエン酸、オキシコハク酸など）を含むC2 - C9ポリカルボン酸の使用が含まれる。適切なポリカルボン酸架橋剤には、クエン酸、酒石酸、リンゴ酸、コハク酸、グルタル酸、シトラコン酸、イタコン酸、モノコハク酸酒石酸塩、マレイン酸、1、2、3 - トリカルボン酸、1、2、3、4 - ブタンテトラカルボン酸、オール - シス - シクロペンタンテトラカルボン酸、テトラヒドロフランテトラカルボン酸、1、2、3、4 - ベンゼンテトラカルボン酸、及びベンゼンヘキサカルボン酸が含まれる。他のポリカルボン酸架橋剤にはポリカルボン酸ポリマーが含まれ、そのようなものとしては、ポリ（アクリル酸）、ポリ（メタクリル酸）、ポリ（マレイン酸）、ポリ（メチルビニルエーテル - コ - マレイン酸）コポリマー、ポリ（メチルビニルエーテル - コ - イタコン酸）コポリマー、アクリル酸のコポリマー、及びマレイン酸のコポリマーなどがある。ポリアクリル酸ポリマー、ポリマレイン酸ポリマー、アクリル酸のコポリマー、及びマレイン酸のコポリマーなどのポリカルボン酸架橋剤ポリマーの使用は、米国特許第5,998,511号（特許文献32）に記載されている（この文献は、本明細書の記載と矛盾しない限りにおいて、引用することを以って本明細書の一部となす）。

20

【0152】

また、適切な架橋剤には、カルボン酸基に対して反応性である架橋剤も含まれる。代表的な有機架橋剤には、ジオール及びポリオール、ジアミン及びポリアミン、ジエポキシド及びポリエポキシド、ポリオキサゾリン機能性ポリマー、並びに、1若しくはそれ以上のアミノ基及び1若しくはそれ以上の水酸基を有するアミノールが含まれる。

30

【0153】

本発明の繊維を作製する方法は、後述する例に記載されている。また、本発明の繊維の吸収性も、後述する例に要約されている。

【0154】

いくつかの態様では、架橋剤の混合物及び/または配合物も使用することができる。

【0155】

前記架橋剤は、架橋剤とセルロース繊維との結合反応を加速させるための触媒を含むことができる。適切な触媒には酸性塩が含まれ、そのようなものとしては、塩化アンモニウム、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化マグネシウム、及びリン含有酸のアルカリ金属塩などがある。

40

【0156】

カルボキシアルキルセルロース繊維内での永久的な架橋（永久架橋）の分布は、前記永久架橋が繊維内または繊維上に組み込まれた時期に応じて異なり得る。一態様では、永久架橋剤は、カルボキシアルキル化の前か、あるいはカルボキシアルキル化と同時に、繊維に組み込まれる。それらの段階でのカルボキシアルキルセルロース繊維の高い膨潤比に起因して、永久架橋は繊維内構造の全体に渡って形成される。言い換えれば、永久架橋は、

50

前記繊維内に均一に形成される。このタイプの架橋構造は、「バルク架橋 (bulk crosslinked)」構造と呼ばれる。別の態様では、繊維が高膨潤段階にはなく、カルボキシアルキル化の後に永久架橋剤が繊維の表面に組み込まれた場合、永久架橋は繊維の表面のみに形成されるか、あるいは表面に形成された永久架橋は高い濃度を有する。このタイプの架橋構造は、「表面架橋」構造と呼ばれる。この特定の態様では、多価金属イオンはカルボキシアルキル化反応を妨げるので、非永久架橋剤は、カルボキシアルキル化の前か、またはカルボキシアルキル化と同時に、繊維に組み込むことはできない。

【 0 1 5 7 】

本発明のカルボキシアルキルセルロース繊維は、バルク架橋及び表面架橋の両方により架橋されることができる。一態様では、本発明のカルボキシアルキルセルロース繊維は、前記繊維のバルク及び表面において永久架橋により架橋されることができる。別の態様では、本発明のカルボキシアルキルセルロース繊維は、バルクにおいて永久架橋され、表面において非永久架橋されることができる。

【 0 1 5 8 】

セルロース繊維に加えられる架橋剤の量は、架橋剤の種類に左右されるが、セルロース繊維の総重量に基づいて約 0 . 0 1 ないし約 1 0 . 0 重量 % の範囲が適切である。いくつかの特定の態様では、セルロース繊維に加えられる架橋剤の量は、セルロース繊維の総重量に基づいて約 1 . 0 ないし約 8 . 0 重量 % の範囲である。

【 0 1 5 9 】

いくつかの態様では、架橋剤は、水性アルコール溶液としてセルロース繊維に加えることができる。前記溶液中には水が、前記繊維の細胞壁内で架橋結合するのを可能にする程度まで前記繊維を膨潤するのに十分な量で存在する。しかし、前記溶液は、前記繊維を溶解させるのに十分な量の水は含まない。適切なアルコールには、前記架橋剤が溶解可能であり、前記繊維 (すなわち、未改質またはカルボキシアルキル化されたセルロース繊維) が架橋化されないアルコールが含まれる。代表的なアルコールには、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール、n - ブタノール、イソブタノール、s - ブタノール及びペンタノールなどの、1 ないし 5 個の炭素原子を有するアルコールが含まれる。特定の態様では、前記アルコールはエタノールである。別の特定の態様では、前記アルコールはメタノールである。

【 0 1 6 0 】

当然のことながら、本発明の繊維は、その繊維構造に起因して、その繊維長さに沿って及びその繊維の細胞壁を通じてカルボキシ基及び / または架橋基の分布を有する。一般的に、カルボキシアルキル化及び / または架橋化は、繊維コアまたはその近傍よりも、繊維の表面またはその近傍での方が多い。表面架橋は、繊維の乾燥性を向上させるため、及び総吸収能力と表面乾燥性とのバランスを良好にするために有益である。繊維の膨潤時間及び浸漬時間もまた、カルボキシアルキル化及び架橋化の密度勾配に影響を与えることができる。前記密度勾配は、繊維構造に起因し得、カルボキシアルキル化及び / または架橋化の反応条件を制御することにより調節及び最適化することができる。

【 0 1 6 1 】

本発明の、実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロース繊維は吸収性繊維であり、様々な用途に使用することができる。例えば、本発明の繊維は、吸収性物品 (例えば、幼児用おしめ、成人用失禁製品、及び女性用ケア製品) に組み込むことができる。

【 0 1 6 2 】

セルロース繊維は、本発明の超吸収性繊維を作製するための出発材料である。他のソースからも入手可能であるが、適切なセルロース繊維は主に木材パルプから得られる。本発明に使用するのに適切な木材パルプ繊維は、その後の漂白の有無に関わらず、例えばクラフト法及び亜硫酸法などの公知の化学プロセスから得ることができる。また、パルプ繊維は、熱機械的方法、化学熱機械的方法、またはそれらの組み合わせにより処理することもできる。高 α セルロースパルプもまた、適切な木材パルプ繊維である。適切なパルプ繊維

は、化学的方法により作製される。しかし、碎木繊維（グランド繊維）、リサイクルまたは二次的な木材パルプ繊維、並びに漂白された及び漂白されていない木材パルプ繊維も使用することができる。適切な繊維には、広葉樹繊維及び／または針葉樹繊維が含まれ得る。適切な繊維は、ウェアーハウザー社（Weyerhaeuser Company）を含む多くの会社から市販されている。例えば、本発明に有用な、サザンパインから作製された適切なセルロース繊維は、ウェアーハウザー社から、CF416、NF405、PL416、FR516及びNB416の名称で市販されている。他の適切な繊維には、北方針葉樹及びユーカリの繊維が含まれる。他の適切な非木材パルプには、ライグラス（rye grass）繊維及びコットンリント（cotton linter）が含まれる。

【0163】

10

セルロース繊維は、本発明の繊維を形成するために適切な幅広い範囲の重合度を有する。いくつかの態様では、前記セルロース繊維は、約1000よりも大きい、例えば約1500ないし約3000、または例えば約1500ないし約25000の、比較的高い重合度を有する。DP（重合度）が大きいセルロース繊維は、一般的に、吸収能力が高い架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維を生成するので、本発明のための望ましい出発材料であり得る。

【0164】

いくつかの態様では、本発明の繊維は、約1.0mmよりも大きい平均長さを有する。そのため、前記繊維は、約1.0mmよりも大きい長さを有する繊維から適切に作製される。いくつかの態様では、本発明の繊維を作製するために適切な長さを有する繊維には、それぞれ約2.8mm、約2.0mm及び約1.0mmの平均長さを有するサザンパイン、北方針葉樹、及びユーカリの繊維が含まれる。

20

【0165】

いくつかの態様では、本発明の繊維は、カルボキシアルキル化されたセルロース繊維である。本明細書においては、「カルボキシアルキル化されたセルロース繊維」とは、カルボキシアルキル化剤と反応させることによりカルボキシアルキル化されたセルロース繊維を指す。「カルボキシアルキル化されたセルロース繊維」なる用語は、カルボキシアルキル化繊維の遊離酸または塩の形態を含むことを理解されたい。適切な金属塩には、とりわけ、ナトリウム塩、カリウム塩及びリチウム塩が含まれる。カルボキシアルキル化されたセルロース繊維は、カルボキシアルキルセルロースを提供するためにセルロース繊維の水酸基をカルボキシアルキル化剤と反応させることにより作製することができる。

30

【0166】

適切なカルボキシアルキル化剤には、モノクロロ酢酸及びその塩、3-クロロプロピオン酸及びその塩、または、アクリルアミドが含まれる。本発明の繊維の作製に有用なカルボキシアルキルセルロースには、カルボキシメチルセルロース、カルボキシエチルセルロース、及びカルボキシメチルエチルセルロースが含まれる。

【0167】

本発明の繊維は、約0.5ないし約1.5のカルボキシル基の平均置換度を有することを特徴とすることができる。いくつかの態様では、前記繊維は、約0.7ないし約1.2のカルボキシル基の平均置換度を有する。他の態様では、前記繊維は、約0.8ないし約1.0のカルボキシル基の平均置換度を有する。本明細書においては、「カルボキシル基の平均置換度」は、前記繊維内のグルコース単位1モル当たりのカルボキシル基の平均モル数を指す。当然のことながら、本発明の繊維は、上述したカルボキシル基の平均置換度を有するカルボキシル官能基の分布を含む。

40

【0168】

上述したように、本発明の繊維は、超吸収性を示すことができる。本発明の繊維は、上述した遠心保持能力（CRC）試験で測定された、少なくとも約10グラム／グラム（g／g）の液体吸収能力を有する。一態様では、前記繊維は、少なくとも約20g／gの液体吸収能力を有する。別の態様では、前記繊維は、少なくとも約25g／gの液体吸収能力を有する。さらに別の態様では、前記繊維は、少なくとも約10ないし約40g／gの

50

液体吸収能力を有する。

【0169】

本発明の繊維は、後述する自由膨潤容量試験で測定された、少なくとも約30ないし約70 g / gの液体吸収能力を有する。一態様では、前記繊維は、少なくとも約50 g / gの液体吸収能力を有する。他の態様では、前記繊維は、少なくとも約60 g / gの液体吸収能力を有する。

【0170】

本発明の繊維は、後述する荷重下吸収性 (AUL) 試験で測定された、少なくとも約10ないし約40 g / gの液体吸収能力を有する。一態様では、前記繊維は、少なくとも約20 g / gの液体吸収能力を有する。他の態様では、前記繊維は、少なくとも約30 g / gの液体吸収能力を有する。

10

【0171】

本発明の繊維は、例えば従来の空気体積技術により、パッドに形成することもできる。パッドの性能特性は予め定めることができる。本発明の繊維の有益な性質は、それらの繊維から作製されたパッドが、複数回の液体侵襲に対する液体吸収時間が素早いことである。あるパッドが複数回の侵襲を受けた場合、その後の侵襲の液体吸収時間は実際に減少する。本発明の繊維により作製されたパッドのその後の侵襲の液体吸収時間は、上述したFluid Intake Flow Back Evaluation (FIFE) 試験により測定することができる。本発明の繊維から作製されたパッドのFIFE試験の結果は、後述する例に示す。

【0172】

20

この有益な液体吸収能力に加えて、本発明の繊維から作製されたパッドは、複数回の侵襲を受けた後に、優れた湿潤強度及び完全性を示す。本発明の繊維から作製されたパッドの湿潤強度の結果は、例3に示す。

【0173】

本発明の繊維を作製するための例示的な方法は、例3、例6及び例7に説明されている。また、前記繊維の吸収性が、これらの例に要約されている。

【0174】

本発明のいくつかの態様では、繊維束が提供される。前記繊維束は、上述した本発明の繊維の集合体 (または複数本まとめたもの) である。この繊維束では、互いに隣接する繊維は、互いに接触している。前記繊維束は、互いに隣接する繊維との接触が摩擦または絡み合いなどにより物理的に維持されたかあるいは水素結合または架橋結合などにより化学的に維持された、複数本の前記繊維の集合体である。

30

【0175】

本発明の繊維束は、約50ないし約2000 μm の直径、約200ないし約2000 g / m^2 の坪量、及び約0.03ないし約1.5 g / cm^3 の密度を有し得る。

【0176】

その構成要素である繊維と同様に、本発明の繊維束は、優れた吸収能力を示す。

【0177】

いくつかの態様では、本発明は、セルロース繊維の表面の外観的特徴を持つ表面と、複数の非永久的な繊維内金属架橋と、複数の永久的な繊維内架橋とを有する、実質的に非水溶性で水膨潤性の非再生カルボキシアルキルセルロースを作製するための方法を提供する。前記繊維を含む繊維束を作製する方法も提供される。

40

【0178】

本発明の繊維は、セルロース繊維のカルボキシアルキル化及び架橋化を含む方法により作製することができる。いくつかの態様では、セルロース繊維は、カルボキシアルキル化された後に架橋化される。この方法では、カルボキシアルキル化されたセルロース繊維は、実質的に非水溶性に改変するのに十分な量の架橋剤で処理される。

【0179】

他の態様では、セルロース繊維は、架橋化された後にカルボキシアルキル化される。この方法では、架橋化されたセルロース繊維は、カルボキシアルキル化によって吸水性を高

50

めるように改変される。どちらの方法で作製された繊維も、吸水性、水膨潤性、及び非水溶性において高い性能を示す。

【 0 1 8 0 】

いくつかの態様では、この方法は、セルロース繊維をカルボキシアルキル化剤及び架橋剤で処理してカルボキシアルキル化することを含む。この方法では、カルボキシアルキルセルロース繊維の溶解は行われなため、その方法の各ステップを通じて繊維形状が保たれる。

【 0 1 8 1 】

いくつかの態様では、この方法は、カルボキシアルキル化媒体内で、セルロース繊維をカルボキシアルキル化剤で処理してカルボキシアルキル化するステップ、及び、前記セルロース繊維を多価金属イオン架橋剤及び第 2 の架橋剤で処理して実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を作製するステップを含む。

10

【 0 1 8 2 】

いくつかの態様では、第 2 の架橋剤は、実質的に不水性かつ水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を提供するために使用される。前記第 2 の架橋剤は、前記繊維に永久架橋を付与し、前記繊維はその方法を通じてその繊維形状を保つ。いくつかの態様では、前記繊維は、前記第 2 の架橋剤で処理する前に、金属イオン架橋剤で処理する。他の特定の態様では、前記繊維は、第 2 の架橋剤で処理した後に、金属イオン架橋剤で処理する。さらに別の態様では、前記繊維は、金属イオン架橋剤及び前記第 2 の架橋剤によって同時に処理される。いくつかの態様では、前記第 2 の架橋剤は、1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノールである。他の態様では、前記多価金属イオン架橋剤は、アルミニウム化合物を含む。

20

【 0 1 8 3 】

いくつかの態様では、実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を作製するための前記方法は、セルロース繊維をカルボキシアルキル化剤及び前記繊維に永久架橋を付与する架橋剤で処理し、架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維を提供するステップと、前記架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維を多価金属イオン架橋剤で処理し、実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を提供するステップとを含み、前記繊維はこの方法の全体に渡ってその繊維形状を保つ。いくつかの特定の態様では、前記繊維に永久架橋を付与する前記架橋剤は、1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノールである。他の態様では、前記多価金属イオン架橋剤は、アルミニウム化合物を含む。

30

【 0 1 8 4 】

いくつかの態様では、実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を作製するための前記方法は、架橋されたセルロース繊維をカルボキシアルキル化剤で処理し、架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維を提供するステップと、前記架橋されたカルボキシアルキルセルロース繊維を多価金属イオン架橋剤で処理し、実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を提供するステップとを含み、前記繊維はこの方法の全体に渡ってその繊維形状を保つ。いくつかの特定の態様では、前記架橋されたセルロース繊維は、1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノールにより架橋されている。他の態様では、前記多価金属イオン架橋剤は、アルミニウム化合物を含む。

40

【 0 1 8 5 】

いくつかの態様では、前記方法は、実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を乾燥させるステップをさらに含む。他の態様では、前記方法は、実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を個々の繊維に分解し、個々の繊維を提供するステップをさらに含む。さらに別の態様では、前記方法は、実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維を個々の繊維に分解し、実質的に非水溶性で水膨潤性のカルボキシアルキルセルロース繊維から成る繊維束を提供するステップをさらに含む。

【 0 1 8 6 】

50

前記カルボキシアルキル化剤は、モノクロ酢酸若しくはその塩、3-クロロプロピオン酸若しくはその塩、またはアクリルアミドであり得る。

【0187】

カルボキシアルキル化媒体は、1若しくはそれ以上のアルコール及び水の混合物を含む。いくつかの特定の態様では、前記アルコールはエタノールである。他の特定の態様では、前記アルコールはイソプロパノールである。

【0188】

本発明の繊維は、多価金属イオン架橋剤を使用して形成した非永久的な繊維内架橋を含む。このような架橋剤には、アルミニウム、ホウ素、ピスマス、チタン、ジルコニウム、セリウム、及びクロムから選択された金属イオンが含まれる。それらの混合物も使用可能である。前記多価金属イオン架橋剤は、繊維の重量に基づいて、約0.1ないし約10重量%の量で用いられる。架橋剤の量は、架橋剤の性質及び繊維製品に所望される吸収性に左右される。

【0189】

いくつかの態様では、前記多価金属イオン架橋剤はアルミニウム化合物である。適切なアルミニウム架橋剤には、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、及び乳酸アルミニウムが含まれる。代表的な酢酸アルミニウムには、モノ酢酸アルミニウム、ジ酢酸アルミニウム、トリ酢酸アルミニウム、ヘミ酢酸アルミニウム、サブ酢酸アルミニウム、及び、水混和性の有機溶媒中で非化学量論量の酢酸及び水酸化物から作製された酢酸アルミニウムの混合物が含まれる。いくつかの態様では、アルミニウム架橋剤は、ホウ酸により安定化させたモノ酢酸アルミニウムである（アルドリッチケミカル社（Aldrich Chemical Company）から入手可能な、酢酸アルミニウム、塩基性、安定剤としてホウ酸含む $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Al}(\text{OH})_2 \cdot 1/3\text{H}_3\text{BO}_3$ ）。別の特定の態様では、アルミニウム架橋剤は、使用の直前に調製される。

【0190】

上述したように、非永久的な金属イオン架橋に加えて、本発明の繊維は永久的な繊維内架橋も含む。永久的な繊維内架橋は、前記繊維を、カルボキシル基、カルボン酸基及び水酸基から成る群より選択される少なくとも1つの官能基と反応可能な少なくとも2つの官能基を有する有機化合物と架橋結合させることにより作製することができる。永久架橋を作製するための適切な架橋剤は、上述した。代表的な永久架橋には、エーテル架橋、アミド架橋及びエステル架橋（例えば、ジエーテル架橋）が含まれる。

【0191】

いくつかの態様では、カルボキシアルキル化の間かまたは後にセルロース繊維が架橋化される場合、適切な架橋剤には、カルボキシアルキル化反応のアルカリ性条件を安定させるための永久架橋を提供するものが含まれる。これらの方法では、架橋剤は、望ましくは、ジエーテル架橋（例えば、1,3-ジクロロ-2-プロパノール）を提供する。前記永久架橋は、カルボキシアルキル化の前か、間かまたは後に、前記繊維に組み込むことができる。

【0192】

いくつかの態様では、前記方法は、前記セルロース繊維をカルボキシアルキル化する前に、前記セルロース繊維を架橋剤で処理するステップを含む。この方法では、架橋されたセルロース繊維がカルボキシアルキル化される。この態様では、架橋された繊維から作製された前記カルボキシアルキル化されたセルロース繊維は、その後、前記繊維に非永久的架橋を付与するために多価金属イオン架橋剤で処理される。

【0193】

いくつかの態様では、前記方法は、前記セルロース繊維のカルボキシアルキル化と同時に、前記セルロース繊維を架橋剤で処理するステップを含む。この方法では、セルロース繊維は、カルボキシアルキル化の間に架橋化される。この態様では、カルボキシアルキル化されかつ架橋されたセルロース繊維は、その後、前記繊維に非永久的架橋を付与するために多価金属イオン架橋剤で処理される。

【 0 1 9 4 】

いくつかの態様では、前記方法は、前記セルロース繊維をカルボキシアルキル化した後かつカルボキシアルキルセルロース繊維を多価金属イオン架橋剤で処理する前に、前記セルロース繊維を架橋剤で処理するステップを含む。他の態様では、前記方法は、前記カルボキシアルキルセルロース繊維を多価金属イオン架橋剤で処理した後に、前記セルロース繊維を架橋剤で処理するステップを含む。

【 0 1 9 5 】

いくつかの態様では、前記多価金属イオン架橋剤は、前記繊維の重量に基づいて約 0 . 1 ないし約 1 0 重量 % の量で前記繊維に加えられ、永久架橋を形成するための架橋剤（例えば、有機化合物）は、前記繊維の重量に基づいて約 0 . 1 ないし約 5 重量 % の量で前記繊維に加えられる。いくつかの特定の態様では、前記多価金属イオン架橋剤は、前記繊維の重量に基づいて約 1 ないし約 8 重量 % の量で前記繊維に加えられ、永久架橋を形成するための架橋剤（例えば、有機化合物）は、前記繊維の重量に基づいて約 0 . 5 ないし約 2 重量（w t）% の量で前記繊維に加えられる。

【 0 1 9 6 】

以下は、前記繊維及び繊維束を作製するためのある例示的な方法の説明である。

【 0 1 9 7 】

パルプの作製

【 0 1 9 8 】

木材パルプ繊維は、本発明の吸水性複合材料を利用した繊維及び繊維束を作製するための開始材料である。代表的な方法では、広葉樹チップまたは針葉樹チップを従来の、または改良した連続蒸解装置で蒸し、カップ価 2 0 ~ 4 0 を有するパルプを提供する。その後、クラフトパルプを酸素脱リグニン反応器内で脱リグニンし、続いて従来の漂白過程（例えば元素状塩素を含まない漂白）及び漂白手順（DeopDまたはDEopDED）によって部分的または完全に漂白することができる。パルプ化、脱リグニン、及び漂白ステップによって与えられるパルプ毛細管粘度は約 2 5 c p s より大きく、パルプは、最大約 8 7 % I S O の白色度を有する。粘稠度約 1 0 ~ 1 5 % の漂白パルプをその後脱水（例えばプレス機または遠心分離機）して、粘稠度 3 0 ~ 3 5 % のパルプを得る。脱水したパルプをその後さらに乾燥させ、粘稠度を 5 0 ~ 6 0 %（すなわち乾燥履歴のないパルプ）にするかまたは例えば空気乾燥機により 8 5 ~ 9 0 %（空気乾燥パルプ）にした。乾燥パルプは、このとき、カルボキシアルキルセルロース形成の準備が整っている。

【 0 1 9 9 】

カルボキシアルキルセルロースの作製

【 0 2 0 0 】

高粘稠度パルプ（例えば 5 0 ~ 9 0 %）をおよそ室温で窒素下でバッチ式または連続式の何れかのカルボキシアルキルセルロース反応器内に導入し、アルコール（例えばイソプロパノール）と混合する。パルプ繊維をその後、約 2 5 で 0 . 5 ~ 1 時間、水に溶かした 5 0 重量 % の水酸化ナトリウムで処理する（すなわちマーセル化）。アルカリ化したパルプをその後、約 5 5 ~ 7 5 の温度で 3 ~ 4 時間、アルコールに溶かしたカルボキシアルキル化剤（例えばエタノールに溶かした 5 0 重量 % のクロロ酢酸）で処理する。この時間の間、アルコール溶媒と水の比が約 2 以下で、反応器内のパルプの粘稠度は約 1 5 % ないし約 2 5 % である。カルボキシアルキル化（すなわちエーテル麻酔）が完了した時点で、酸（例えば水に溶かした 3 3 重量 % の塩化水素）を加えることによってカルボキシアルキルセルロース繊維を中和する。

【 0 2 0 1 】

過程において、約 0 . 5 ないし約 1 . 5 の置換度（D S）を有するカルボキシアルキルセルロース（例えばカルボキシメチルセルロース（C M C））が生成される。置換度は、無水グルコース単位 1 m o l 当たりの繊維に導入されるカルボキシル基の m o l 数として定義される。連続過程においては、アルキル化及びエーテル化化学物質を混合器内でパルプと混合し、混合物をかき混ぜずに反応器に移送する。バッチ過程では、連続的にかき混ぜ

ながら化学物質を反応器内でパルプと混合する。

【0202】

上記したように、カルボキシアルキルセルロースの作製には、3つの段階、すなわち(1)アルキル化(すなわちマーセル化)、(2)カルボキシアルキル化(すなわちエーテル化)、並びに(3)中和及び洗浄が含まれる。

【0203】

アルキル化段階のための代表的な作業条件には、約0ないし30の温度、約0.5ないし1.5時間の時間、約2ないし約50の濃縮溶液(すなわちアルコール溶媒及び水)とパルプの比、約1ないし約10の溶媒(エタノールまたはイソプロパノール)と水の比、及びセルロース1mol当たり約2~4molの水酸化ナトリウム・チャージレート(charge rate)が含まれる。

10

【0204】

カルボキシアルキル化反応段階のための代表的な処理パラメータには、約50ないし約80の温度、約2ないし約4時間の処理時間、約2ないし約20の濃縮溶液とパルプの比、約1ないし約25の溶媒と水の比、及び約1ないし2mol/molセルロースのカルボキシアルキル化剤(クロロ酢酸)チャージレートが含まれる。

【0205】

中和後、カルボキシアルキル化セルロース繊維を、アルコール(例えばエタノール)と水の混合液(濃度60~80質量%)で洗浄する(例えばベルト洗浄機または遠心分離機)。過程において、残留塩は5質量%以下である。洗浄ステップ中は、酢酸を用いてカルボキシアルキルセルロース繊維を中和する。

20

【0206】

そのように製造したカルボキシアルキルセルロース繊維は、架橋の準備が整っている。

【0207】

架橋カルボキシアルキルセルロース繊維の作製

【0208】

カルボキシアルキル化反応器から得たカルボキシアルキルセルロース繊維を約30%の粘稠度で連続反応器内に導入する。反応器において、カルボキシアルキルセルロース繊維を、約20ないし約75の温度で0.2ないし2時間の時間にわたり、約5~25%の粘稠度で架橋剤を用いて処理する。温度及び時間は、架橋剤の性状に左右され得る。代表的な架橋反応器内では、濃縮溶液(すなわち有機溶媒及び水)とパルプの比は約2ないし20、有機溶媒と水の比は約1ないし約2、カルボキシアルキルセルロース繊維の重量に基づく架橋剤チャージレートは約2ないし約7質量%である。

30

【0209】

一部の態様では、架橋(永久架橋)反応を、架橋(永久)がカルボキシアルキル化と実質的に同時に発生するようなカルボキシアルキルセルロース反応器内で実行する。架橋反応器から出た架橋カルボキシアルキルセルロース繊維(永久架橋を有する)は、その後、溶媒を除去され(例えば蒸気除去手段による蒸気の使用を通して)、実質的に溶媒を含まない架橋カルボキシアルキルセルロース繊維が得られる。エタノール中のカルボキシアルキルセルロース繊維に架橋剤を適用するときには、架橋繊維から引き離れたエタノールを、エタノール回収及び再利用のためにエタノール蒸留塔に戻すことができる。

40

【0210】

カルボキシアルキル化反応における溶媒に使われるエタノールを、過程の他のステップからエタノールを回収及び再利用するためのエタノール蒸留塔と液体連通しているエタノール貯蔵タンクから供給することができる。

【0211】

架橋剤に使われる溶媒としての架橋ステップのためのエタノールを、エタノール貯蔵タンクから架橋反応器へ供給することができる。

【0212】

実質的にエタノールを含まない繊維をフラッフ(例えばピンフラッフまたはシュレ

50

ッダ)内でさらに離解し、架橋カルボキシアルキルセルロース繊維及び関連する架橋カルボキシアルキル化セルロース繊維束を提供することができる。

【0213】

架橋カルボキシアルキルセルロース繊維のさらなる架橋

【0214】

実質的にエタノールを含まない架橋カルボキシアルキル化セルロース繊維を、任意選択で、架橋カルボキシアルキル化セルロース繊維に第2の架橋剤を適用しかつ処理された架橋カルボキシアルキル化セルロース繊維を乾燥させることによってさらに架橋し、架橋カルボキシアルキル化セルロース繊維を提供し得る。任意選択の追加的な架橋は乾燥中に発生し、それは、例えば、流動層乾燥機、フラッシュ乾燥機、ベルトコンベアー乾燥機、またはドラム乾燥機を用いて実行することができる。

10

【0215】

架橋カルボキシアルキルセルロース繊維の篩い分け及びパッケージング

【0216】

乾燥させた架橋カルボキシアルキルセルロース繊維及び/または繊維束を篩い分けして特定のサイズ分布を選択することができる。最終的な繊維及び/または繊維束製品をエアレイ法によってシート状にし、最終製品をロール状にパッケージングすることができる。あるいは、繊維及び/または繊維束製品をバール梱包することができる。

【0217】

溶媒回収、塩回収、及び廃棄物処理

20

【0218】

カルボキシアルキルセルロース反応器洗浄物からのろ液並びに除去手段及び乾燥機からのオフガスを溶媒回収過程に送ることができる。溶媒(例えばエタノール)を蒸留装置を用いてろ液から回収することができる。回収した溶媒を過程に再利用することができる。蒸留装置の残留物を塩回収過程に送ることができる。残留ろ液を廃棄物処理に送ることができる。

【0219】

架橋カルボキシアルキルセルロース繊維及び繊維束の吸収特性を、直接決定するか、または繊維及び/または束をエアレイ技術によってパッドの形にし、その後パッド性能を試験することによって決定することができる。

30

【0220】

高吸水性繊維を含む吸水性複合材料

【0221】

本発明の高吸水性繊維が形成された時点で、高吸水性繊維を含む吸水性複合材料を製造することができる。本発明の高吸水性繊維を最大で100wt%含み、吸水性複合材料全体(すなわち全体にわたって均一または不均一に)または吸水性複合材料の表面部分のみのいずれかで高吸水性繊維間の繊維間結合(すなわち2つ以上の繊維間の結合)の形成を可能にする過程によって形成される吸水性複合材料は、処理されていない同一複合材料より良好であるか、またはフラッフ繊維及び高吸水性粒子からなる従来の複合材料とより良好であるか同程度であるような、流体ウィッキング容量及び湿潤完全性を示すことができることが発見された。

40

【0222】

一部の態様では、市販の木材パルプフラッフ、例えばウェアーハウザーNB416(ウェアーハウザー社(Weyerhaeuser Company)から入手可能)などを、アルコール媒体中でのカルボキシメチル化を通して化学修飾し、上記したように内部架橋剤及び表面架橋剤の両方を用いて架橋した。適切な繊維については、米国特許出願第11/542510号及び米国特許出願第11/542567号に記載されており、これらの内容は、本明細書と矛盾しない形で引用を以て本明細書の一部となす。1つの特定の態様では、修飾高吸水性繊維を水性アルコール媒体中でウエットレイを行った。別の特定の態様では、高吸水性繊維をエアフォーミング(air-form)し、その後、特別に調合された流体により表面含水

50

処理した。これら 2 つの過程の詳細な説明を以下に要約する。

【0223】

ウエットレイド高吸水性繊維複合材料：

【0224】

本発明の高吸水性繊維を、少なくとも 60 % のアルコール（すなわちエタノールまたはイソプロパノール）及び最大でも 40 % の水を含む媒体中に懸濁した。スラリーは、約 0.1 % ないし約 5 % の粘稠度を有していた。スラリーを攪拌器によって機械で混合し、スタンダード T A P P I シートフォーマーに移送した。シートフォーマーの寸法は、8 インチ × 8 インチ（20.3 cm × 20.3 cm）であった。シートフォーマーは、シートフォーマー内にスラリーを加えることができるように上部が開いている。シートフォーマーの底部は、溶媒のみを通過させることが可能な網に気密に取り付けられている。しかし、繊維と溶媒の分離は、真空源をシートフォーマーに接続するバルブによって制御される。液体媒体をシートフォーマーに排出し、高吸水性繊維のウエットレイドシートを形成した。

10

【0225】

形成されたシートを、両面、吸い取り紙（ドムター社（Domtar Industries）から入手可能な、坪量 $250 \pm 10 \text{ g/m}^2$ の D O M T A R 8 インチ × 8 インチ吸い取り紙）を用いて吸い取りを行い、間隙液を除去した。その後、任意選択で、シートの含水量を減少させるために、ウエットレイドシートをより高いアルコール（エタノールまたはイソプロパノール）含有量（60 wt %）を有する水性アルコール媒体にさらした。このように追加的にさらした後、さらに間隙液を除去するために、吸い取り紙（任意選択の真空源を用いることも可能）を用いてさらに吸い取りを行うことによってシートをさらに乾燥させた。各々の吸い取りの後、湿っている吸い取り紙を取り除き、乾燥している吸い取り紙と交換した。その後、複合材料を重いカウチロール（12.5 kg、研磨ステンレス鋼ロール、長さ 33 cm、直径 7.6 cm）を用いてカウチング（couch）した。

20

【0226】

吸い取り及びカウチングを数回行った後の湿潤シートを、その後、固形分が約 85 wt % 以上、例えば固形分が 88 ~ 92 wt % になるまで空気乾燥させた（あるいは任意選択でオープン乾燥させることができる）。この処理の結果として、高吸水性繊維の性状及びアルコールと水の蒸発速度の差に起因して、複合材料全体に繊維間結合が形成された。例えば、処理は、高吸水性繊維を膨張させた。膨張に起因するサイズの増加により、各高吸水性繊維は、周りにある他の高吸水性繊維と接触できるようになった。その上、高吸水性繊維の表面は、処理によって粘つくようになった。処理の結果として、繊維は、とりわけ、互いに共有結合することができた。

30

【0227】

エアフォーミング後に含水処理した高吸水性繊維複合材料：

【0228】

本発明の高吸水性繊維を、ハンドシートフォーマーを用いてエアフォーミングし、その後、約 0.1 ないし 0.3 グラム / cm^3 の密度まで高密度化した。約 5 wt % カチオン性ポリマー材料（米国デラウェア州ウィルミントンに本社を置くハーキュリーズ社（Hercules, Inc.）から入手可能な K Y M E N E 577H）、52 % のエタノール及び 43 % の水を含む溶液を作製し、シートの表面上へ噴霧した。噴霧後、強制空気オープンを用いて固形分が約 88 ~ 92 wt % になるまでシートを乾燥させた。複合材料が約 2 wt % の K Y M E N E 含有量を有ようになるまで、この過程（すなわち噴霧及び乾燥）を繰り返した。K Y M E N E は複合材料の表面上に柔らかい皮を与えたが、複合材料の内部は実質的に影響を受けなかったことに留意されたい。この場合には、繊維間結合は、実質的に複合材料の表面上のみに形成される。

40

【0229】

その他のアプローチ：

【0230】

50

上記した2つのアプローチは、共通の目標を達成する。共通の目標とは、吸水性複合材料全体の範囲内または実質的に吸水性複合材料の表面部分上のみにおいて、本発明の高吸水性繊維同士のある程度の繊維間結合の形成を可能にすることである。上記したように形成される繊維間結合が前もって形性される。本明細書において、「前もって形性される」なる語は、吸収性物品に組み込まれる前に結合が形成されることを意味する。同じ機序によって、繊維間結合のその場形成もまた、流体ウィッキング容量及び湿潤完全性の両方を向上させるのに効果的であり得る。そのようなその場繊維間結合形成を達成するために、吸収性製品の使用中に体液によって濡らされたときに化学物質が高吸水性繊維によって生成される電荷と反対の電荷を生成するようにイオン化されることになるように、高吸水性繊維の表面を適切な化学物質（例えばカチオン性ポリマー材料など）でコーティングすることができる。従って、高吸水性繊維の表面上の2種類の電荷間のイオン相互作用に起因して、流体曝露されると結合がその場形成されることになる。高吸水性繊維はアニオン性材料でできているので、表面処理にはカチオン性材料が適するであろう。そのようなカチオン性材料の例には、限定されるものではないが、ポリビニルアミン、ポリビニルイミン、ポリ4級アンモニウム、キトサン及びキトサン塩が含まれる。このアプローチの利点は、エアフォーミングした吸水性複合材料から本発明の改善された流体ウィッキング及び湿潤完全性を達成することができることである。

10

【0231】

吸水性複合材料の製造方法：

【0232】

20

一部の態様では、高吸水性繊維を含む本発明の吸水性複合材料を製造するときに繊維間結合度を制御することが望ましい。繊維間結合度の制御は、本明細書に記載されているように処理されていない本発明の高吸水性繊維を含む複合材料や繊維間結合が制御されていないものと比べて、吸水性複合材料の望ましい（すなわち改善された）流体ウィッキング容量及び/または湿潤完全性をもたらすことができる。例えば、一部の態様では、繊維間結合度が高すぎるときには、結果的に得られる吸水性複合材料が非常にゴワゴワすることがあり、繊維膨張能力の過剰な制約と、膨張中に発生するウィッキング毛細管現象の不足から、ウィッキングが損なわれることがある。

【0233】

上記したようにアルコールを用いて本発明の吸水性複合材料を製造するとき、アルコール含有量は、吸水性複合材料に形成される繊維間結合度を決定する制御因子になる傾向がある。それゆえ、アルコール含有量が少なすぎる（例えば50wt%以下）ときには、高吸水性繊維は、かなり膨張して、アルコール含有量が50wt%以上であるときと比べてより多くの結合を形成することができる。一般に、アルコール含有量が多ければ多いほど、形成される繊維間結合の数は少なくなる。

30

【0234】

吸収性物品

【0235】

上記の吸収性物品（トレーニングパンツの形態）に加えて、他の態様では、本発明の吸収性複合材料は、吸収性創傷被覆材（absorbent bandage）として例示され得る。図10A及び図10Bを注目すれば、本発明の創傷被覆材として可能性がある構造が示されている。図10Aは、後述する随意的な層を有する吸収性創傷被覆材の断面図を示す。図10Bは、図示しない随意的または取り外し可能ないくつかの層を有する本発明の創傷被覆材の斜視図を示す。吸収性創傷被覆材150は、身体対向面159と、その反対側の第2の面158とを有するストリップ（strip）151を含む。ストリップは本質的にバックシートであり、前述したバックシートと同一材料から作製することが望ましい。加えて、ストリップは、例えば多孔性フィルムなどの多孔性材料か、あるいは、例えばガス透過性フィルムなどのガス透過性材料であり得る。ストリップ151は、その身体対向面159に取り付けられた、本明細書において説明した超吸収性繊維を含む本発明の吸収性複合材料152を支持する。さらに、ストリップ151と同一の広がりをもつ吸収性保護層1

40

50

53が、吸収性複合材料152に取り付けられる。

【0236】

本発明の吸収性創傷被覆材150は、ストリップ151の身体対向面159に塗布される感圧接着剤154も有し得る。ユーザの皮膚を刺激しないものであれば、あらゆる感圧接着剤を使用することができる。好適には、感圧接着剤としては、同様の従来の創傷被覆材に現在使用されている従来の感圧接着剤が用いられる。この感圧接着剤は、吸収性複合材料152上、または、吸収性複合材料152の領域における吸収性保護層153上に配設しないことが望ましい。吸収性保護層が、ストリップ151と同一の広がりを持つ場合、感圧接着剤は、吸収性保護層153における吸収性複合材料152が位置しない部分に配設される。ストリップ151上に感圧接着剤を配設することによって、創傷被覆材を必要としているユーザの皮膚上に創傷被覆材を固定することができる。感圧接着剤及び吸収性複合材料を保護するために、創傷被覆材の身体対向面159上に剥離片155を配設することもできる。剥離片は、物品取付接着剤に対して除去可能に固定され、吸収性物品を皮膚などに固定する前に、接着剤の早期汚染を防止する役割を果たす。剥離片は、創傷被覆材の身体対向面に、1枚で（図示せず）または図10A示すように複数枚で配設することができる。

10

【0237】

本発明の他の態様では、前記創傷被覆材の吸収性複合材料は、折り畳まれたストリップの間に配設され得る。この方法を創傷被覆材の作製に用いる場合、ストリップは液体透過性であることが適切である。

20

【0238】

他の態様では、吸収性家具及び／またはベットパッド若しくはライナーもまた、本発明に含まれる。図11は、家具またはベットパッド若しくはライナー160（以降「パッド」と称する）の斜視図である。パッド160は、家具側の面168と、その反対側の上側を向く面169とを有する液体不透過性バックシート161を備えている。液体不透過性バックシート161は、その上側を向く面169に取り付けられた、本明細書において説明した超吸収性繊維を含む本発明の吸収性複合材料162を支持する。さらに、随意的な吸収保護層163が吸収性複合材料に取り付けられ得る。吸収性複合材料の随意的な基材層は、パッドの液体透過性層161または吸収保護層163であり得る。

【0239】

パッドを一定位置に保つため、パッドの家具側の面168は、感圧接着剤、高摩擦性コーティング、または使用中にパッドを一定位置に保つのを助ける他の適切な材料を含み得る。本発明のパッドは、パッドと接触し得る任意の液体を吸収するために、椅子、ソファ、ベッド、自動車のシートなどへの設置を含む様々な幅広い用途に使用することができる。

30

【0240】

さらなる別の態様では、例えば汗吸収用の吸収性ヘッドバンドまたは拭きとって乾燥させるための用品などのスポーツ用または建設業用の用品も、本発明に含まれる。図12は、吸収性汗止めバンド170の斜視図である。汗止めバンド170は、随意的なトップシート174及び／または随意的な液体不透過性バックシート176との間に配置された本発明の吸収性複合材料172を有する。吸収性複合材料172は、本明細書において説明した超吸水性繊維を含み、いくつかの態様では、低吸収領域178及び高吸収領域180を含むことができ、さらには、所望に応じて随意的な追加的領域（図示せず）を含むことができる。これらの領域は、破断線173で示すように、積層させることができる。低吸収領域178は、ユーザの肌に対向して配置され、ユーザの快適感を維持することができる。調節を容易にするためまたは快適にするために、ペロクロ（登録商標）または他の締結具182を使用することができる。

40

【0241】

本発明は、以下の実施を参照することにより、より良く理解できるであろう。

【0242】

50

[例]

【 0 2 4 3 】

カルボキシアルキルセルロース繊維パッドの作製

【 0 2 4 4 】

特に明記しない限り、本発明の繊維を含むパッドは、エアレイド・ハンドシート成形具上で、続いてカーバープレス（carver press）やニップローラーなどによる緻密化ステップを経て作製したものである。得られたパッドは、坪量が約 5 0 0 g s m、密度が約 0 . 2 5 g / c c であった。

【 0 2 4 5 】

例 1

10

【 0 2 4 6 】

プレ架橋パルプの作製

【 0 2 4 7 】

この例では、架橋セルロースパルプの作製について説明する。架橋セルロースパルプを用いて本発明のカルボキシアルキルセルロース繊維を製造することができる。

【 0 2 4 8 】

1 2 0 グラムの乾燥履歴のない北米産クラフトトウヒ（N K S）パルプ（オープン乾燥（O D）重量は 4 0 グラムである）（ウェア・ハウザー社（Weyerhaeuser Company）から入手可能）をプラスチックバッグ内で水酸化ナトリウム及び必要ならば水と 1 0 分間粘稠度 1 0 % で混合した。液体をその後パルプから圧迫し、回収する。液体に架橋剤を加え、その後バッグ内でパルプと混合した。バッグをウォーターバスに入れて 8 5 で 7 0 分間加熱した。反応後、反応混合物を脱イオン（D I）水で希釈し、ろ過し、カルボキシメチルセルロース（C M C）作製に用いるための粘稠度 2 5 % 以上のプレ架橋パルプが得られるまで繰り返した。

20

【 0 2 4 9 】

架橋パルプからカルボキシアルキルセルロースを製造する際に有用な適切な架橋剤を要約して表 1 に示す。

【 0 2 5 0 】

【 表 1 】

表 1. 架橋パルプからカルボキシアルキルセルロースを製造する際に有用である適切な架橋剤

30

サンプル	水 g	10% NaOH g	架橋剤	DS
対照	280	0	0	0.94
1-1	280	8	8g 10% DCP	0.94
1-2	270	8	2g 10% グリセロールジグリシジル	0.94
1-3	270	8	2g 10% PEGDE	0.91
1-4	270	8	4g 10% 1,4ブタンジオールジグリシジル	0.94
1-5	270	0	8g 10% GA 及び 2g 10% AS	0.91

40

DS: カルボキシル基置換度

DCP: 1,3-ジクロロ-2-プロパノール

PEGDE: ポリ（エチレングリコールジグリシジエーテル）

GA: グリオキサル

AS: 硫酸アルミニウム ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$).

【 0 2 5 1 】

例 2

【 0 2 5 2 】

50

代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の形態

【 0 2 5 3 】

この例では、本発明の代表的な架橋カルボキシアルキルセルロース繊維の形態（例えば撚り）について説明する。

【 0 2 5 4 】

乾燥状態と、70パーセントのエタノール／水の溶液中での湿潤状態とにおいて、パルプまたは繊維サンプルの1ミリメートル当たりの撚数を数えた。顕微鏡スライド上にサンプル繊維を分布させ、100本の繊維の長さを測定しかつこれらの繊維上の撚数を数えることによって1ミリメートル当たりの撚数を数えた。収率 [%] を計算するために、撚りなしの繊維の別々の計数を維持した。顕微鏡スライド上のガラスに備え付けられたアメリカン・オプティカル社（American Optical）の2ミリメートル目盛りを用いて画像解析装置を校正した。

【 0 2 5 5 】

1ミリメートル当たりの撚節（twist node）＝総撚数／長さの合計

収率 [%] = $100 \times (1 - (T_n / (T_n + 100)))$

ここで、 T_n は撚りなしの繊維の数である。

【 0 2 5 6 】

【表 2】

表 2. 代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の形態

サンプル	撚り/mm		収率 [%]	
	乾燥	湿潤	乾燥	湿潤
NKS パルプ	3.00	2.08	96.15	85.47
2-1	3.81	2.58	72.46	53.76
2-2	5.35	2.66	85.47	60.98
2-3	4.19	2.65	76.34	59.52
2-4	3.18	2.68	79.37	53.48
2-5	3.01	2.16	68.97	60.61
平均	3.91	2.55	76.52	57.67
量試架橋 CMC 繊維	2.48	2.75	64.10	46.51
実験室 CMC 繊維	5.62	2.35	85.47	59.17

【 0 2 5 7 】

本発明の架橋カルボキシメチル繊維は、乾燥または湿潤状態の開始パルプより多い撚数を有していた。これらの繊維はまた、湿潤時の開始カルボキシメチルセルロース繊維より多い撚数を有していたが、開始カルボキシメチルセルロース繊維より少ない撚数を有していた。架橋なしのカルボキシメチルセルロース繊維が撚数を失う一方で、本発明の架橋カルボキシメチル繊維は、湿潤時に撚りを維持していた。量試によって作製される本発明の架橋カルボキシメチル繊維（量試架橋 CMC 繊維）は、開始パルプ、実験室方式によって作製される本発明の架橋カルボキシメチル繊維、または開始カルボキシメチルセルロース繊維よりも乾燥撚数が少ないが、開始パルプ、実験室方式の架橋 CMC、CMC、及び実験室 CMC よりも湿潤撚数が多い。

【 0 2 5 8 】

例 3

【 0 2 5 9 】

代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維及び当該繊維を含むパッドの作製

【 0 2 6 0 】

この例では、本発明の代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維及び当該繊維を含むパッドの作製について説明する。高 α 亜硫酸パルプであるオリンピック HV から得た 4

0.9グラムの乾燥履歴のないカルボキシメチルセルロース繊維（カルボキシメチルセルロース繊維を70%エタノール/30%水で中和し、ろ過し、70%エタノール/30%水で洗浄し、ろ過し、その後100%エタノールで洗浄し、ろ過して4.09グラムにした）（オープン乾燥させて7.0グラム）を、5.15グラムのエタノール、9.60グラムの水、53.6グラムのAAすなわち酢酸ジヒドロキシアルミニウム（aluminium acetate, dibasic）/ホウ酸（安定剤としてのホウ酸、33重量パーセント）、及び4.0グラムのSunrez 74（非永久架橋剤）を含む溶液中で1時間混合した。反応後、スラリーをろ過して2.40グラムの湿潤サンプルを得た。サンプルをピンミルフラフフィング（pin mill fluff）して繊維束を得た。湿潤繊維束の一部を約60で1時間オープン乾燥させ、乾燥製品繊維束（サンプル3-4及び3-6）を得た。同じカルボキシメチルセルロース繊維であって50%の酢酸アルミニウム/ホウ酸のみを用いたもの（サンプル3-5及び3-7）に対して、同じ手順を用いた。繊維のアルミニウム（A1）及びホウ素（B）を試験し、繊維束から得たパッドをFIFEにより試験した。比較のために、市販のSAP及びフラッフ（CF416またはNB416）を含む対照パッドをFIFE試験用に作製した。全ての湿潤パッドをパッド完全性について試験した。パッド形成具を用いてパッド3-6及び3-7を作製した。

10

【0261】

代表的な架橋カルボキシアルキルセルロース繊維及び当該繊維から作られるパッドの吸収特性、並びに繊維金属含有量を要約して表3に示す。

【0262】

20

【表3】

表3. 架橋カルボキシアルキルセルロース繊維及びパッド特性

サンプル	AA	自由膨潤 (g/g)	CRC (g/g)	FIFE 液体曝露時間 (秒)				湿潤パッド 強度	Al/B (ppm)
				T1	T2	T3	T4		
3-4	100%	60	17	18	29	25	24	強	10700/1700
3-5	50%	50	20	90	70	67	58	3.4 N	7800/1100
3-6	100%	60	17	16	48	59	75	中程度	10700/1700
3-7	50%	50	20	180	83	180	200	2.6 N	7800/1100

30

【0263】

例4

【0264】

代表的な架橋カルボキシアルキルセルロース繊維：塩基性酢酸アルミニウム

【0265】

この例は、使用直前に作製した塩基性酢酸アルミニウムすなわちアルミニウム架橋剤を用いてカルボキシメチルセルロース繊維を処理し、架橋カルボキシアルキルセルロース繊維を提供することについて説明する。この例は、このアルミニウム架橋剤を用いてカルボキシアルキルセルロース繊維を架橋する方法について説明する。

【0266】

40

7.9グラムの硫酸アルミニウム16水和物を69.3グラムの水に溶かし、7グラムの炭酸カルシウムをかき混ぜながらゆっくりと加えた。CO₂の発生完了後、CO₂の放出が完了するまで6グラムの酢酸をかき混ぜながらゆっくりと加えた。混合物をかき混ぜ、一晚ゲル化させて、白色沈殿物上に澄んだ溶液を形成した。ろ過により最上層溶液を回収し、pH4.2の澄んだ液体を6.7グラム得た。液体中に、8.6グラムのエタノールを加え、さらに1.4グラムの水を加えた。最終溶液（MA）は、pH5.25を有していた。スプレーボトル内で16.5グラムの溶液MAを1.5グラムのエタノール/水（6/4 w t）溶液と混合し、溶液を、プラスチックバッグ内でのDSが0.95である乾燥履歴のないコットンリンター・カルボキシメチルセルロース繊維2.7グラム上に均一に噴霧した（CMCのOD重量は1.0グラムである）。カルボキシメチルセルロース繊維と溶液M

50

Aを手で30分間混合し、その後アルミニウムトレー内で66で1時間乾燥させた。乾燥製品繊維は、4000ppmのアルミニウムを有し、検出可能なホウ素を有していなかった。

【0267】

溶液MAは、1800ppmのアルミニウムを有し、ホウ素を有しておらず、ホウ酸により安定させた酢酸アルミニウムまたは塩基性酢酸アルミニウムとは異なるIRスペクトルを有している。

【0268】

例5

【0269】

代表的な架橋カルボキシアルキルセルロース繊維：アルミニウムモノアセタート

【0270】

この例は、使用直前に作製した塩基性酢酸アルミニウムすなわちアルミニウム架橋剤を用いてカルボキシメチルセルロース繊維を処理し、架橋カルボキシアルキルセルロース繊維を提供することについて説明する。この例は、このアルミニウム架橋剤を用いてカルボキシアルキルセルロース繊維を架橋する方法について説明する。

【0271】

溶液、試薬及び混和物作製

【0272】

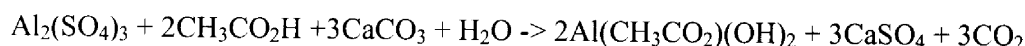
この過程で使用する酢酸アルミニウム溶液は、ジアセタート， $Al(O_2CCH_3)_2OH$ と呼ばれる塩基性酢酸アルミニウム局所用溶液に対して米国薬局方(United States Pharmacopoeia)(26p93)に記載の過程を修正した過程によって作製した。対照的に、本明細書に記載の溶液は、モノアセタート， $Al(O_2CCH_3)(OH)_2$ と呼ばれる溶液に対するものである。酢酸アルミニウム溶液を次のように作製した：硫酸アルミニウム18水和物(490g)を冷水(560g, 1~10)に溶かす。難流動スラリーが形成されるまで炭酸カルシウム(244g)を数回に分けて混合しながら加える。スラリーを113gの冷水で希釈し、残りの $CaCO_3$ を加える。かき混ぜながら氷酢酸(256mL)を加える。混合物を1~2時間冷やしておき、その後真空下で過して約820gの溶液(20で $d = 1.0996g/mL$)を得た。溶液中の酢酸ジヒドロキシアルミニウム濃度は23.4%(w/w)である。より低い濃度の他の溶液が、この溶液からw/w連続希釈法によって製造され得る。塩溶液は、熱に不安定であり、冷やしておかなければならない。溶液を4時間以内に用いる場合には最良の結果が得られる。

【0273】

次式は、酢酸アルミニウム溶液の作製に關与する基礎化学のための平衡化学反応である。

【0274】

【化1】



【0275】

製法は所与の化学量論に必要とされる等量の酢酸の3倍以上を用いるので、上記の化学反応は説明のためだけのものである。

【0276】

酢酸アルミニウム溶液から作られる試薬は、次のように製造される。

【0277】

試薬1：濃縮(23.4% w/w)酢酸ジヒドロキシアルミニウム溶液(226g)をメタノール(620g)及び変性アルコール(250g)で希釈して、4.8%の酢酸ジヒドロキシアルミニウムを含む試薬を提供する。

【0278】

試薬 2 : 希釈 (1 4 % w / w) 酢酸ジヒドロキシアルミニウム溶液 (2 4 7 g) をメタノール (8 3 2 g) 及び変性アルコール (3 2 5 g) で希釈して、 2 . 5 % の酢酸ジヒドロキシアルミニウムを含む試薬を提供する。

【 0 2 7 9 】

カルボキシメチルセルロース繊維とアルミニウム塩の混和物を次のように製造する。

【 0 2 8 0 】

例 5 A : N K S パルプ (D S 約 0 . 9 ~ 1 . 0) (ウェアーハウザー社から入手可能) から作製したカルボキシメチルセルロース繊維を変性アルコール (1 3 g の繊維と 5 3 g のアルコール) に溶かしたサンプル 3 つを、別々に、繊維が試薬に完全に浸かる大きさの容器内で 2 6 0 ~ 3 2 0 g の試薬 1 により処理した。混合物に覆いをかけ、時々かき混ぜながら 1 時間静置しておいた。サンプルを吸い込みろ過することにより、種々の留保率 (R) 5、4 及び 3 を有する一連のサンプルを得た。ここで、 $R = (\text{全湿重量} / (\text{繊維} - \text{乾燥重量}))$ である。誘引通風を備えた従来のオープン内で、6 6 ~ 6 8 で 1 0 ~ 2 0 分間、サンプルを部分的に乾燥させた。その後、サンプルをピン - ミリング (pin-mill) してオープンに戻し、さらに 6 0 ~ 8 0 分間乾燥させた。

10

【 0 2 8 1 】

例 5 B : カルボキシメチルセルロース繊維を変性アルコールに溶かした、各々が 1 5 g の繊維及び 6 2 g のアルコールを含む 3 つのサンプルを、別々に、繊維が試薬に完全に浸かる大きさの容器内で 2 8 0 ~ 3 5 0 g の試薬 2 により処理する。例 5 A と同じやり方でサンプルを作り上げる。

20

【 0 2 8 2 】

例 6

【 0 2 8 3 】

架橋セルロース繊維からの代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の作製

【 0 2 8 4 】

この例では、本発明の代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維を、架橋セルロースから作製されたカルボキシメチルセルロースを架橋することによって作製した。

【 0 2 8 5 】

次の例は、カルボキシアルキルセルロース (例えば C M C) を作るための開始材料として架橋パルプを用いることについて説明する。カルボキシアルキルセルロースは、その後さらに架橋され (非永久架橋)、高吸水性カルボキシアルキルセルロースを提供する。高吸水性カルボキシアルキルセルロースを作る際に有用な架橋パルプは、アルカリ性条件のカルボキシアルキル化反応に安定な架橋を提供する架橋剤を用いて架橋される。適切な架橋剤には、エーテル架橋を形成する架橋剤が含まれる。エーテル架橋を形成する代表的な架橋剤には、1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノール (D C P)、ジビニルスルホン (D V S)、グリセロールジグリシジル、1, 4 - ブタンジオールジグリシジル、及びポリ (エチレングリコールジグリシジリエーテル) (P E G D E) が含まれる。

30

【 0 2 8 6 】

例 6 A : 1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノール架橋セルロースからの架橋カルボキシメチルセルロースの作製。この例では、架橋パルプ (1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノール架橋パルプ) から作製されるカルボキシメチルセルロースから得られる架橋カルボキシメチルセルロースの作製について説明する。この方法では、架橋パルプから作製されるカルボキシメチルセルロースは、酢酸アルミニウムを用いて架橋される。

40

【 0 2 8 7 】

乾燥履歴のない架橋パルプ (例 1 のサンプル 1 - 1 の 1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノール架橋パルプ) から得られる 1 0 グラムの空気乾燥させた C M C (D S 0 . 9 5) を、3 % 酢酸アルミニウム (二塩基、ホウ酸により安定させた) を含む 1 0 0 グラムの 7 5 % エタノール / 2 5 % 水の溶液に 5 0 分間浸した。スラリーをろ過し、重量を 4 0 グラムにした。その後、湿潤サンプルを 7 6 で 5 0 分間オープン乾燥させた (サンプル 6 A - 1)。

50

【 0 2 8 8 】

低粘稠度手順から得られる低 D S C M C (D S 0 . 8) (サンプル 6 A - 2) 及び高粘稠度手順 (量子混合機) から得られる低 D S C M C サンプル (D S 0 . 6) (サンプル 6 A - 3) (これら 2 つの対照 C M C は、プレ架橋していない乾燥履歴のないプリンス・アルバート (Prince Albert) パルプ (ウェアーハウザー社から入手可能) から得た) に関しても、同じ手順に従った。

【 0 2 8 9 】

架橋カルボキシアルキルセルロース製品の吸収特性及び金属含有量を要約して表 4 に示す。

【 0 2 9 0 】

10

【 表 4 】

表 4. 代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の特性

サンプル	自由膨潤 (g/g)	CRC (g/g)	AUL (g/g)	Al ppm	B ppm
6A-1	58	29	40	--	--
6A-2	46	26	29	--	--
6A-3	52	17	32	11350	1570

【 0 2 9 1 】

20

例 6 B : グリセロールジグリシジル架橋パルプからの架橋カルボキシメチルセルロースの作製。この例では、架橋パルプ (グリセロールジグリシジル架橋パルプ) から作製されるカルボキシメチルセルロースから得られる架橋カルボキシメチルセルロースの作製について説明する。この方法では、架橋パルプから作製されるカルボキシメチルセルロースは、酢酸アルミニウムを用いて架橋される。

【 0 2 9 2 】

乾燥履歴のない架橋パルプ (例 1 のサンプル 1 - 2 のグリセロールジグリシジル架橋パルプ) から得られる 1 5 グラムの空気乾燥 C M C (D S 0 . 9 5) を、1 . 5 % 酢酸アルミニウム (二塩基 , ホウ酸により安定させた) を含む 3 3 0 グラムの 5 0 / 5 0 エタノール / 水の溶液に 5 0 分間浸した。スラリーをろ過して重量を 6 0 グラムにした。その後、湿潤サンプルを 7 6 で 5 0 分間オープン乾燥させた (サンプル 6 B - 1、p H 6 . 1) 。 (N a O H を用いて) スラリーの p H 調整をしながら C M C に同じ手順を適用し、サンプル 6 B - 2 (p H 6 . 9) 及びサンプル 6 B - 3 (p H 7 . 7) を得た。

30

【 0 2 9 3 】

架橋カルボキシアルキルセルロース製品の吸収特性及び金属含有量を要約して表 5 に示す。

【 0 2 9 4 】

【 表 5 】

表 5. 代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の特性

40

サンプル	自由膨潤 (g/g)	CRC (g/g)
6B-1	54	12
6B-2	54	13
6B-3	49	22

【 0 2 9 5 】

例 7

【 0 2 9 6 】

代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の作製 : カルボキシアルキル化中の、 1

50

、 3 - ジクロロ - 2 - プロパノールを用いた架橋、及びカルボキシアルキル化後の、塩化アルミニウムを用いた架橋

【 0 2 9 7 】

この例は、2段階架橋：(1)カルボキシアルキル化中の、1, 3 - ジクロロプロパノールを用いた非永久架橋形成、及び(2)カルボキシアルキル化後の、塩化アルミニウムを用いた非永久架橋形成によって作製される本発明の代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の作製について説明する。

【 0 2 9 8 】

この例は、本発明の2つの代表的な架橋カルボキシアルキルセルロース繊維、すなわち、(1)非永久アルミニウム架橋を含む架橋カルボキシアルキルセルロース繊維と、(2)非永久アルミニウム架橋及び永久エーテル架橋を含む架橋カルボキシアルキルセルロース繊維の吸収特性を比較する。

【 0 2 9 9 】

この例はまた、架橋剤の量、パルプの重合度(DP)、及びカルボキシアルキルセルロースのカルボキシル基置換度(DS)が遠心保持容量(CRC)に与える影響を実証する。

【 0 3 0 0 】

第1のパルプは、ウェアハウザー社製のNB 4 1 6と呼ばれる低 α (86 ~ 88%)低DP(1600 - 1700 ASTM)クラフトフラッフパルプであった(表7のパルプA)。

【 0 3 0 1 】

第2のパルプは、ウェアハウザー社製のオリンピックHV(Olympic HV)と呼ばれる高 α (95%)高DP(2600 ASTM)亜硫酸溶解パルプであった(表7のパルプB)。

【 0 3 0 2 】

この方法では、永久架橋を提供する架橋剤である1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノール(DCP)を場合によっては用いて、パルプをカルボキシメチル化した。カルボキシメチル処理中に、架橋剤(オープン乾燥パルプに基づき、0、2、または4重量%)をクロロ酢酸と共に加えた。2つのレベル、すなわち(1)0.65 ~ 0.75及び(2)0.95 ~ 1.00のカルボキシメチル化(DS)を調査した。カルボキシメチル化反応が完了した後、CMCスラリーを酢酸で中和し、その後エタノール/水の混合物で洗浄して塩を除去した。CMCを100%エタノールで洗浄し、ろ過して粘稠度が約20%になるようにした。

【 0 3 0 3 】

その後、洗浄したCMCをエタノール/水のスラリー内で架橋した(例えば、或る量の塩化アルミニウム(非永久架橋を提供する架橋剤)で表面架橋した)。スラリーの粘稠度は約5%であった。典型的には60%エタノールと40%の水を含む。処理したCMCを塩化アルミニウムに約1時間浸漬させたままにし、ろ過した。

【 0 3 0 4 】

架橋カルボキシメチルセルロース製品を65の強制空気オープン内で乾燥させ、部分的に乾燥した後に取り除き、ピン - フラッフア(pin-fluffer)内で不格好さを最小にするように処理した。一般的に、ピン - フラッフアは、先細ホッパーの中心にあるモータ駆動式回転シャフトを有する。フラッフイングされている材料の出口に近いホッパーの底付近においてシャフトに垂直に取り付けられたピンがある。材料がホッパーに投入されると、材料は回転ピンに当たり、そこで部分的に繊維に分解されてから、フラッフアの下回収箱内に落ちる。架橋カルボキシメチルセルロースはその後オープンに戻されて完全に乾燥させられる。

【 0 3 0 5 】

乾燥したら、架橋カルボキシメチルセルロースは、任意選択で、架橋の量を増加させるためにより高温で熱処理され得る。

10

20

30

40

50

【 0 3 0 6 】

一般に、塩化アルミニウム処理及び非永久架橋のレベルが増加すると、吸収容量（C R C）は減少する。非永久架橋レベルが増加すると、所与のC R Cを達成するために必要な塩化アルミニウム処理は減少した。

【 0 3 0 7 】

パルプAに関しては、非永久架橋レベルが増加するときに失われるC R Cの量は極僅かである。パルプAには4%の非永久架橋レベルが最も良いようである。パルプBに関しては、非永久架橋が増加するとC R Cはより速やかに減少する；2%の非永久架橋レベルが最も良いようである。

【 0 3 0 8 】

C R Cは、D Sとともに減少する。C R C値は、0.75 D SでパルプAに対して概ね20 g / gを下回る。パルプBに対するC R C値も0.75 D Sでは0.95 D Sよりも低い、より低い塩化アルミニウムレベルでは20 g / gより上にとどまる。

【 0 3 0 9 】

非永久架橋のレベル及び/またはD Sが低ければ、パルプB（高D P、 α パルプ）はパルプA（低D P、 α パルプ）より大きな容量を有する。非永久架橋のレベル及びD Sが高ければ、パルプAはより高い容量を有する傾向がある。

【 0 3 1 0 】

本発明の代表的な架橋カルボキシアルキルセルロース繊維の組成及び吸収特性（C R C）を要約して表7に示す。

【 0 3 1 1 】

次の例は、本発明の代表的な架橋カルボキシアルキルセルロース繊維の作製について説明する。

【 0 3 1 2 】

例7A：乾燥履歴のないクラフトパルプからのカルボキシメチルセルロースの作製中の非永久架橋剤の添加

【 0 3 1 3 】

この例は、カルボキシアルキル化中の1, 3 - ジクロロプロパノールを用いた永久架橋によるカルボキシメチルセルロース繊維の作製について説明する。乾燥履歴のないクラフトパルプ（200.0 g, オープン乾燥NB 416）、窒素環境下で約20 ~ 22 で30分間、イソプロパノール（11.36 L）と混合した。水酸化ナトリウム溶液（167.25 gを水に溶かした、総重量が620.15 gの溶液）を30分間にわたり滴下し、反応物を1時間かき混ぜたままにしておいた。反応温度を55℃まで上昇させながら、かき混ぜているパルプに、クロロ酢酸（181.50 g）及び1, 3 - ジクロロ - 2 - プロパノール（8.0 g）をイソプロパノール（445 ml）に溶かした溶液を30分間にわたり滴下した。反応物を3時間かき混ぜ、その後ろ過し、ろ過した産物を12 Lの70%メタノール/30%水の溶液に入れ、酢酸で中和した。得られたスラリーをろ過によって回収し、12 Lの70/30、80/20、及び90/10のエタノール/水の溶液で1回ずつ洗浄し、最後に100%メタノールまたはエタノールで洗浄して架橋カルボキシメチルセルロース製品（サンプル7A）を得た。

【 0 3 1 4 】

例7B：乾燥履歴のないクラフトパルプからのカルボキシメチルセルロースの作製

【 0 3 1 5 】

この例は、カルボキシアルキル化後の塩化アルミニウムを用いた非永久架橋形成によって作製される本発明の代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の作製について説明する。

【 0 3 1 6 】

143.9 gの100%変性エタノール、131.93 gの水、及び0.408 gの塩化アルミニウム6水和物を組み合わせることによって、塩化アルミニウム架橋溶液を作製した。この溶液に、69.00 gのエタノールで湿潤させた（固形物21.74%）

10

20

30

40

50

カルボキシメチルセルロース（例１に記載の如く作製した）を加えた。これらの比率に基づき、ＣＭＣ繊維に適用した活性塩化アルミニウムは１．５％であり、エタノールの比は６０％から４０％であった。ＣＭＣ繊維と架橋剤溶液の混合物を混合し、その後室温で１時間静置しておいた。静置後、スラリーをろ過して重量６０．５９ｇにし、その後６８でオープン乾燥させた。乾燥の途中で、凝集を最小にするようにサンプルをピン－フラッフイング（pin-fluff）し、その後、オープンに戻して乾燥させて、架橋カルボキシメチルセルロース繊維（サンプル７Ｂ）を得た。

【０３１７】

例７Ｃ：乾燥履歴のないクラフトパルプからのカルボキシメチルセルロースの作製中の非永久架橋剤の添加

10

【０３１８】

この例は、２段階架橋：（１）カルボキシアルキル化中の、１，３－ジクロロプロパノールを用いた非永久架橋形成、及び（２）カルボキシアルキル化後の、塩化アルミニウムカルボキシアルキル化を用いた非永久架橋形成によって作製される本発明の代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の作製について説明する。

【０３１９】

１５０．０８ｇの１００％変性エタノール、１３１．９３グラムの水及び０．４８９ｇの塩化アルミニウム６水和物を組み合わせることによって、塩化アルミニウム架橋溶液を作製した。この溶液に、６２．８１ｇのエタノールで湿潤させた（固形物２３．８８％）カルボキシメチルセルロース（例７Ａで説明したように作製したサンプル７Ａ）を加えた。これらの比率に基づき、ＣＭＣ繊維に適用した活性塩化アルミニウムは１．８％であり、エタノールの比は６０％から４０％であった。ＣＭＣ繊維と架橋剤溶液の混合物を混合し、そのまま室温で１時間静置しておいた。静置後、スラリーをろ過して重量５８．０３ｇにし、その後、６８でオープン乾燥させた。乾燥の途中で、凝集を最小にするようにサンプルをピン－フラッフイングし、その後、オープンに戻して乾燥させて、本発明の代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維（サンプル７Ｃ）を得た。

20

【０３２０】

代表的な架橋カルボキシアルキルセルロース繊維の吸収特性（ＣＲＣ）を要約して表６に示す。

【０３２１】

30

【表６】

表６．代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の遠心保持容量

サンプル	CRC (g/g)
7B	29.0
7C	21.9

【０３２２】

【表 7】

表 7. 代表的な架橋カルボキシメチルセルロース繊維の組成及び遠心保持容量

サンプル	AlCl ₃ (wgt % wgt CMC)	パルプ	CMC DS	DCP (wgt % wgt CMC)	CRC (g/g)
7-1	1.5%	A	0.95	0%	29.0
7-2	2.8%	A	0.95	0%	18.0
7-3	5.0%	A	0.95	0%	12.0
7-4	0.8%	A	1.01	2%	31.0
7-5	1.5%	A	1.01	2%	26.1
7-6	2.5%	A	1.01	2%	21.2
7-7	0.5%	A	1.00	4%	30.4
7-8	1.0%	A	1.00	4%	27.3
7-9	1.8%	A	1.00	4%	21.9
7-10	1.0%	B	0.99	0%	23.0
7-11	2.0%	B	0.99	0%	36.5
7-12	4.0%	B	0.99	0%	24.1
7-13	0.5%	B	0.98	2%	36.6
7-14	1.3%	B	0.98	2%	24.7
7-15	2.0%	B	0.98	2%	18.4
7-16	0.4%	B	0.99	4%	19.2
7-17	0.8%	B	0.99	4%	19.9
7-18	1.5%	B	0.99	4%	16.5
7-19	1.0%	A	0.72	0%	20.3
7-20	2.0%	A	0.72	0%	16.7
7-21	4.0%	A	0.72	0%	11.6
7-22	0.5%	A	0.68	2%	17.9
7-23	1.3%	A	0.68	2%	16.1
7-24	2.0%	A	0.68	2%	14.4
7-25	0.4%	A	0.71	4%	14.2
7-26	0.8%	A	0.71	4%	13.2
7-27	1.5%	A	0.71	4%	12.3
7-28	0.8%	B	0.68	0%	37.5
7-29	1.8%	B	0.68	0%	31.2
7-30	3.8%	B	0.68	0%	17.3
7-31	0.5%	B	0.69	2%	22.3
7-32	1.0%	B	0.69	2%	20.2
7-33	1.5%	B	0.69	2%	18.7
7-34	0.3%	B	--	4%	14.6
7-35	0.6%	B	--	4%	14.0
7-36	1.2%	B	--	4%	13.0

【 0 3 2 3 】

例 8

10

20

30

40

50

【 0 3 2 4 】

オリンピックHV木材パルプ(200gオープン乾燥ベース)を、窒素環境下で約20~22で30分間、イソプロパノール(11.36L)と混合した。水酸化ナトリウムと水の溶液を30分間にわたり滴下し、反応物を1時間かき混ぜたままにしておいた。全てのカルボキシル官能基及びハロゲン官能基と反応するのに十分な水酸化ナトリウムを提供するために用いたクロロ酢酸及びDCPの量に応じて、水酸化ナトリウムの量を調節した。水とセルロースの比率を一定に保つために水の量を調節した。DCP、水酸化ナトリウム、MCAA、架橋剤及び水の量を要約して表8に示す。

【 0 3 2 5 】

反応温度を55まで上昇させながら、かき混ぜているパルプに、クロロ酢酸とDCPをイソプロパノールに溶かした溶液(IPA対MCAAの比=1.91g/g)を30分間にわたり滴下した。反応物を3時間かき混ぜ、その後ろ過し、ろ過した産物を12Lの70/30のエタノール/水の溶液に入れ、pHが6.8~7.0になるように酢酸で中和した。得られたスラリーをろ過によって回収し、12Lの70/30、80/20、及び90/10のエタノール/水の溶液で1回ずつ洗浄し、最後に100%メタノールまたはエタノールで洗浄し、空気乾燥させてバルク架橋カルボキシアシルキル木材パルプ繊維を得た。

【 0 3 2 6 】

例8-1ないし8-3:

【 0 3 2 7 】

乾燥履歴のないカルボキシアシルセルロース繊維を、後述するように作製される所望の量の架橋剤を含有する溶液(Formula 25)に加えた。

【 0 3 2 8 】

開始カルボキシメチルセルロース繊維は、通常、多量のエタノールを含む。後述の場合のように、カルボキシメチルセルロースは、重量パーセントで75%のエタノール及び25%のCMCを含む。製法は、既にCMCと結び付いたエタノールから成り、溶媒は、最終反応混合物が30~33%のエタノール、48~51%のメタノール、及び11~14%の水を含むように調整される。他の成分も調整して、最終反応濃度が、CMC3.4~3.6%、酢酸ジヒドロキシアリミニウム2.1~2.2%、硫酸アリミニウム0.0120~0.0132%、グルタルアルデヒド0.023~0.024%、及びグリオキサ

【 0 3 2 9 】

例8-4:

【 0 3 3 0 】

乾燥履歴のないカルボキシアシルセルロース繊維を、重量比60/40のアルコール/水溶媒の混合物に溶かした所望の量の塩化アリミニウムを含有する溶液に加え、4.35%(重量ベース)の粘稠度を有するスラリーを形成した。カルボキシアシルセルロース繊維のスラリー、表面架橋剤を混合し、そのまま室温で1時間静置しておいた。静置後、スラリーをろ過して湿重量と乾燥重量の比が約4対1になるようにし、その後、68でオープン乾燥させた。乾燥の途中で、凝集を最小にするようにサンプルをピン-フラッフィングし、その後、オープンに戻して乾燥させて、表面架橋カルボキシアシルセルロース繊維を得た。

【表 8】

表 8. 代表的な架橋カルボキシメチルセルロースの組成及びパッド飽和容量及び F I F E 摂取時間

サンプル	CMC 組成				表面架橋剤	パッドパラメータ		飽和容量 (g/g)	FIFE 摂取時間 (秒)		
	DCP	NaOH	H ₂ O	MCAA		坪量	密度		第 1 の 曝露	第 2 の 曝露	第 3 の 曝露
8-1	0	162.3	452.9	181.5	Formula 25	500	0.22	18.9	11.0	16.0	14.0
8-2	4	164.8	452.9	181.5	Formula 25	489	0.15	16.1	13.8	48.8	94.0
8-3	4	164.8	452.9	181.5	Formula 25	509	0.18	16.1	14.0	143.7	593.0
8-4	4	164.8	452.9	181.5	0.5% AlCl ₃	507	0.19	23.0	536.8	848.3	

10

【 0 3 3 1 】

例 9

【 0 3 3 2 】

エタノール / 水の溶液を用いて処理された高吸水性繊維含有吸収性複合材料

【 0 3 3 3 】

バルク架橋及びカルボキシメチル化：

【 0 3 3 4 】

オープン乾燥重量が 200.0 g の乾燥履歴のない北米産クラフトパルプ（ウェアハウザー社から入手可能な混合針葉樹から作られるプリンス・アルパート針葉樹）を、窒素環境下で約 20 ～ 22 で 30 分間、11.36 L のイソプロパノールと混合した。水酸化ナトリウム溶液（167.25 g の NaOH を水に溶かした、総重量が 620.15 g の溶液）を 30 分間にわたり滴下した。得られた反応物を 1 時間かき混ぜたままにしておいた。

20

【 0 3 3 5 】

反応温度を 55 まで上昇させながら、かき混ぜているパルプに、181.50 g のクロロ酢酸と 8.0 g の 1,3 - ジクロロ - 2 - プロパノールを 445 ml のイソプロパノールに溶かした溶液を 30 分間にわたり滴下した。反応物を 3 時間かき混ぜ、その後ろ過した。ろ過した産物を 12 L の 70 wt % メタノール / 30 wt % 水の溶液に入れ、酢酸で中和した。得られたスラリーをろ過によって回収し、12 L の 70 wt % エタノール / 30 wt % 水、80 wt % エタノール / 20 wt % 水、及び 90 wt % エタノール / 10 wt % 水の溶液で 1 回ずつ洗浄し、最後に 100 % メタノール（または代わりにエタノール）で洗浄して架橋カルボキシメチルセルロース製品を得た。

30

【 0 3 3 6 】

表面架橋：

【 0 3 3 7 】

まず、61.3 グラムの酢酸アルミニウム（塩基性、ホウ酸により安定させた）及び 0.70 グラムの硫酸アルミニウム 18 水和物を 348.6 グラムの水に溶かし、次に 586.7 グラムの変性エタノール及び 1387.1 グラムのメタノールで希釈することによって、2 段階で表面架橋溶液を作製した。1.33 グラムの 1 : 1 (w % / w %) グルタルアルデヒド：水及び 4.35 グラムの 40 % グリオキサル (w % / w %) を水に溶かしたもので混合物をさらに処理した。この溶液に、69.00 g のエタノール湿潤カルボキシメチルセルロース (CMC) フラッフ（固形物 21.74 %）（この例において上記したように作製）を加えた。これらの比率に基づき、CMC 繊維に適用した活性架橋成分は 1.5 % であり、エタノールと水の比は約 60 wt % 対 40 wt % であった。最適なアルコール含有量は、高吸水性繊維によって決まることを理解されたい。例えば、繊維の架橋度が高ければ必要なアルコールは少なくなり、逆の場合も同じである。

40

【 0 3 3 8 】

CMC 繊維と架橋剤溶液の混合物を金属へらで 10 ～ 20 秒間混合し、そのまま室温で 1 時間静置しておいた。その後、スラリーをろ過して重量を 60.59 g にし、その後、

50

68 でオープン乾燥させた。乾燥の途中くらいで、凝集を最小にするようにサンプルをピン - フラフティング (上記) し、その後、オープンに戻して固形物が約 88 ~ 92 wt % になるまで乾燥させて、バルク繊維及び表面架橋カルボキシメチルセルロース繊維を得た。

【0339】

ウェットレイド (湿潤堆積) 法及び架橋剤を用いた処理:

【0340】

3 リットルの三角フラスコに、123.3 グラムの変性エタノールで湿潤させた (この例において上記したように、21.1 wt % の固形物を有する) 33.0 グラムの繊維状バルク - 架橋カルボキシメチルセルロースの混合物を満たした。湿潤繊維を 923 グラムの変性エタノール及び 680 グラムの脱イオン水で希釈し、1.5 wt % の全固形物を有するスラリーを得た。スラリーを手で振り、中心に圧縮空気駆動式の攪拌器を備えた 20.3 cm × 20.3 cm のシート用成型型に加えた。成型型は、8 インチ × 8 インチ (20.3 cm × 20.3 cm) の寸法を有する TAPPI スタンダード・シート用成型型であった。それは、スラリーを成型型内に加えることができるように上部が開いている。その底部は、溶媒のみを通過させて排出する網に気密に取り付けられている。しかし、繊維と溶媒の分離は、真空源につながれたバルブによって制御される。1 分間混合した後、攪拌器を速やかに取り除き、排水路を開放してカルボキシメチルセルロース繊維の複合材料シートを形成した。

【0341】

2 枚の吸い取り紙 (各吸い取り紙の OD 重量は 15.5 グラム) の間にシートを配置し、100 % 変性エタノールバスの中に、エタノールがシート及び 2 枚の吸い取り紙を完全に覆うように、10 分間沈めた。その後、真空 (水銀 26.5 インチ) に結合された細いスリット (長さ 22.9 cm × 幅 0.3 cm) の上にシート及び 2 枚の吸い取り紙を覆い被せることによってシート及び吸い取り紙 (総重量 114.6 グラム) から過剰アルコールを取り去り、総重量を 76.6 g にした。シート及び 2 枚の吸い取り紙を新鮮なエタノールバスに戻して 10 分間沈め、交換過程を全部で 3 回繰り返して湿潤シート及び 2 枚の吸い取り紙の総重量を 74.2 グラムにした。

【0342】

その後、表面架橋剤溶液がシート及び 2 枚の吸い取り紙を完全に覆うようにこの例において上記した表面架橋剤溶液 (すなわち、アルミニウム塩、18 水和物、グリオキサル、及びグルタルアルデヒドを含む) の中に 10 分間沈めることによって、交換シート及び 2 枚の吸い取り紙を 2 回含浸した。その後、真空 (水銀 26.5 インチ) に結合された細いスリット (長さ 22.9 cm × 幅 0.3 cm) の上にシート及び 2 枚の吸い取り紙を覆い被せることによって、シート及び 2 枚の吸い取り紙から過剰な表面架橋剤を取り去った。シート及び 2 枚の吸い取り紙を新鮮な表面架橋剤溶液バスに戻して 10 分間沈め、交換過程を全部で 3 回繰り返した。しかし、最後の交換では、含浸シートは真空を引かずにシートのみを重量を 131.6 グラムにした。吸収性複合材料シートを吸い取り紙から取り外し、必要に応じてシートを 60 の強制空気オープン内で乾燥させて全固形分が 88 ~ 92 wt % になるようにした。

【0343】

例 10

【0344】

例 9 の処理した吸収性複合材料に対する比較例

【0345】

3 つのサンプルを作製し、例 9 の複合材料に対する比較例 (すなわち対照) として用いた。

【0346】

対照 10 - 1

【0347】

対照 10 - 1 は、バルク架橋剤（１，３ - ジクロロ - ２ - プロパノール）及び表面架橋剤（アルミニウム塩、グルタルアルデヒド及びグリオキサール）を共に用いない点を除いて上記の例 9 の通りに作製したカルボキシメチルセルロース・ウェットレイド吸収性複合材料であった。

【 0 3 4 8 】

対照 10 - 2

【 0 3 4 9 】

対照 10 - 2 は、木材パルプシート（ドムター社（Domtar Industries）から入手可能な、坪量 $250 \pm 10 \text{ g/m}^2$ の DOMTAR 8 インチ × 8 インチ吸い取り紙）である。

【 0 3 5 0 】

対照 10 - 3

【 0 3 5 1 】

対照 10 - 3 は、60%の市販の高吸水材（シュトックハウゼン社（Stockhausen Inc.）から入手可能な SXM9300）と、40%の木材パルプフラッフ（ウェア・ハウザー社から入手可能な NB416）とを含む吸収性複合材料である。

【 0 3 5 2 】

対照 10 - 4

【 0 3 5 3 】

対照 10 - 4 は、例 9 の複合材料であるが、複合材料のアルコール／水の溶液を用いた処理は行っていない。

【 0 3 5 4 】

例 9 及び比較例（対照 10 - 1、10 - 2、10 - 3 及び 10 - 4）の複合材料を、その後、上記した湿潤完全性試験及び垂直吸上げ試験を用いて、湿潤完全性、垂直吸上げ高さ、及び垂直吸上げ容量について試験した。結果を下表 9 に示す。

【 0 3 5 5 】

【表 9】

表 9. 垂直完全性及び湿潤ウィッキング試験

サンプル	湿潤完全性ランク	垂直ウィッキング高さ (インチ)	垂直ウィッキング容量 (g/g)
例 9	5	6.2	15.8
対照 10-1	0	0	0
対照 10-2**	N/A	N/A	N/A
対照 10-3	0	2.5	7.6
対照 10-4**	N/A	N/A	N/A

** このサンプルの湿潤完全性は、液体がサンプルに吸い込まれたとき（ウィッキング時）、複合材料がバラバラになる程度のものであった。従って、湿潤完全性、垂直ウィッキング高さ、及び垂直ウィッキング容量の測定値を得ることができなかった。

【 0 3 5 6 】

本明細書に記載の高吸水性繊維を含む吸収性複合材料をおおよそ 60 wt % のエタノール／40 wt % の水の溶液を用いて処理すると、比較例よりも優れた全体として垂直吸上げ性及び湿潤完全性を有する複合材料が得られたことが分かる。

【 0 3 5 7 】

上記したサンプルに加えて、例 9 から得られる繊維状カルボキシメチルセルロースを用いて、エタノールと水の比を様々に変えてシートをウェットレイする幾つかの試みがなされた。概して、当該特定の繊維に対しては、約 50 wt % ないし 70 wt % のエタノールを用いてのみ良好なシート形成を得ることができた。当該繊維は分散しない傾向もあったので、より高レベルのエタノール（すなわち約 70 wt % 以上）は、良好ではない形成を生じさせる傾向があった。それゆえ、これらのサンプルは、望ましい完全性を有していなかった。対照的に、より高い水レベル（すなわち約 50 wt % 未満のアルコール）を有するシートは、よりゴワゴワして硬くなる傾向があるシートをもたらした。このように作ら

れたシートは、十分には繊維に分解しない傾向があり、代わりに、個々の繊維よりもむしろ複数の薄片に分かれる傾向がある。ここで説明したこれら2つのシナリオの材料（すなわちアルコールまたは水の含有量が多い）は、毛細管構造または完全性の欠如のせいで、垂直吸上げ試験によって試験されるのに適していなかった。

【0358】

例11

【0359】

カチオン性材料／エタノール／水の溶液を用いて処理した高吸水性繊維含有吸収性複合材料

【0360】

この例では、バルク／表面架橋カルボキシメチルセルロース繊維を含有する吸収性複合材料を、例9と同様に作製した。繊維を、坪量が650 gsm、密度が約0.23 g/cc、寸法が25.4 cm × 43.1 cmである12枚のエアレイド複合材料シートになるようにエアフォーミング（air form）した。

【0361】

対照11-1

【0362】

複合材料シートの半分（すなわち6枚）を利用してシートから吸収性複合材料を切り取った。2つの複合材料（各々、90 mm × 354 mmの矩形寸法を有する）を各シートから切り取った。その後、各複合材料を作製して、トップシート、バックシート、及びトップシートとバックシートの間に配置されて吸収性コア要素として機能する複合材料を有する12枚のおむつにした。その後、このおむつ群（Code B）を、後述するようにマネキンを用いて試験した。

【0363】

例11-2

【0364】

複合材料シートのもう半分（すなわち残りの6枚）については、5 wt %のKYMENE 577H（ハーキュリーズ社（Hercules, Inc.）から入手可能なカチオン性ポリマー材料）と、52 wt %のエタノールと、43 wt %の水を含む溶液を噴霧することによって表面処理した。複合材料を固形物が約90 wt %になるまで乾燥させ、溶液を再塗布した。シートの総重量に基づき2 wt %のKYMENEの総追加レベルが達成されるまでこの過程を続けた。KYMENEは実質的に複合材料の表面部分に位置するが、シートの内部はKYMENEを実質的に含んでいないままであった。処理は、「増湿処理（Wet Enhancement Treatment）」と呼ばれ、流体吸上げ能力を向上させることを目的としている。そして、90 mm × 354 mmの寸法を有する12個の吸収性複合材料をシートから切り取り、その後、上記の例11-2で説明したようにおむつに加工した。その後、このおむつ群（Code D）を、後述するようにマネキンを用いて試験した。

【0365】

対照11-3

【0366】

この比較例は、対照11-1及び例11-2と同様の構成のおむつを含んでいた。しかし、比較おむつの吸収性コア要素は、41 wt %の市販の高吸水性粒子（シュトックハウゼン社から入手可能なFAVOR SXM9300）と、59 %の木材パルプフラッフ（ウェアハウザー社から入手可能なNB416）とからなる。その後、このおむつ群（Code F）を、後述するようにマネキンを用いて試験した。

【0367】

評価

【0368】

3つのコード（code）のおむつをマネキンおむつ評価によって試験した。研究から不具合発生時の平均荷重に関する情報を獲得し、不具合発生時の平均荷重と製品容量の比を用

10

20

30

40

50

いておむつ効率を計算した。(吸収性コアのみならず)おむつ製品全体の製品容量を測定した。

【0369】

試験に先立ち、各おむつの乾燥重量を書き留めた。各おむつコードに対して、全ての物品を、座位の「女性」マネキンを用いて、加えられた侵襲液体に関して試験した。侵襲液体(0.9wt%の塩化ナトリウム水溶液)を室温(〜20℃)でゲル化させた。その後、各吸収性物品について、各侵襲に対して70mlの侵襲液体を用いて、各製品に漏れが生じるまで最大4回(各液体侵襲間の保持時間は15分間)侵襲した(すなわち、製品に漏れが生じ始めた時点で、たとえ70ml未満しか加えられていないとしても液体に曝すのを止めた。また、物品に漏れが生じた時点で、その特定の物品にはそれ以上液体侵襲を実施しなかった)。その後、各製品に対して漏れが生じた時の荷重を書き留めた。漏れが生じた後に製品を取り除き、重量を測定した。湿重量から乾燥重量を引き、その後、各コードの平均を決定することによって、不具合発生時の平均荷重を決定した。さらに、上記したSATCAP試験を用いて各コードに対する製品容量を決定し、不具合発生時の平均荷重を製品容量で割ることによっておむつ効率を決定した。結果を下表10に示す。

【0370】

【表10】

表10. おむつマネキン研究結果

おむつ Code	例 No.	不具合発生時の 平均荷重 (g)	おむつ効率
B	対照 11-1	191.61	43%
D	例 11-2	255.41	69%
F	対照 11-3	256.57	61%

【0371】

この結果から、増湿処理(すなわち、カチオン性材料/アルコール/水の溶液を用いた処理)を行わないと、吸収性複合材料(Code B)は、流体吸上げ能力及び完全性の欠如によって引き起こされる低い吸収性コア効率のせいで、本発明の複合材料(Code D)を有するおむつよりおむつ性能が劣るおむつをもたらすことがわかる。また、本発明の吸収性複合材料が本発明に従って処理されるとき、吸収性複合材料(Code D)は、従来のおむつ(Code F)と同様の性能及びCode Fのおむつより改善された吸収性コア効率を有するおむつをもたらすこともわかる。

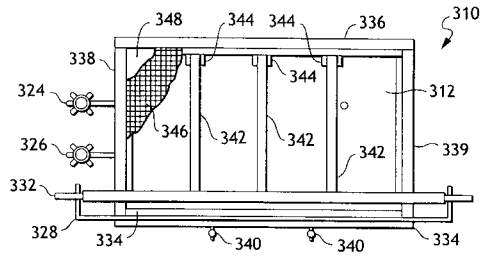
【0372】

当然のことながら、前述の例の詳細は、説明目的で与えられており、本発明の範囲を制限するものと解釈されるべきではない。上記では本発明のほんの数個の例示的な実施形態しか詳細に説明していないが、当業者であれば、本発明の新規な教示及び利点から著しく逸脱することなくこれらの例の数多くの変更形態が可能であることは容易に理解されよう。例えば、1つの例に関連して説明されている機能を本発明の任意の他の例に組み込むことができる。

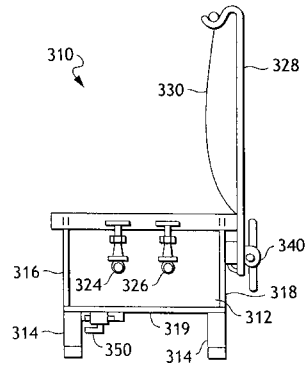
【0373】

従って、全てのそのような変更形態は、本発明の範囲内に含まれることが意図されており、本発明の範囲は、以下の請求項及びそれと等価な全てのものにおいて画定される。さらに、多くの実施形態は、一部の実施形態、特に望ましい実施形態の利点の全てを達成できないと考えられるかもしれないが、しかしながら、特定の利点がないことは、そのような実施形態が本発明の範囲外にあることを必ずしも意味すると解釈されるべきではないと認識される。本発明の範囲から逸脱することなく上記構成に様々な変更を加えることができるので、上記説明に含まれる全ての事項は、限定的な意味ではなく、例示的なものであると解釈されるべきである。

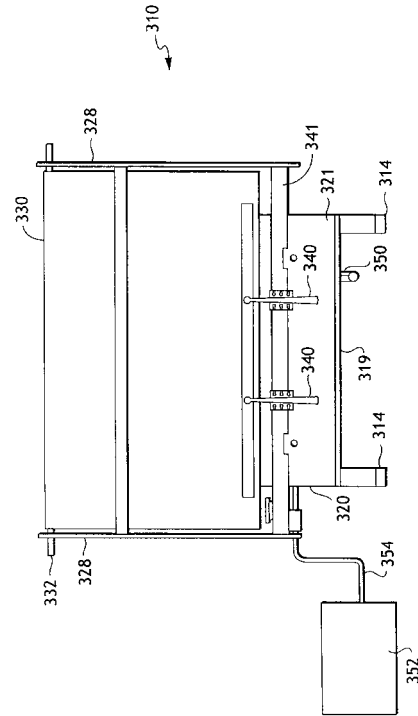
【図 1】



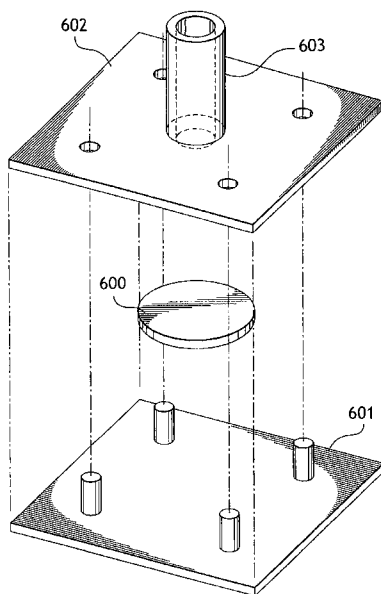
【図 2】



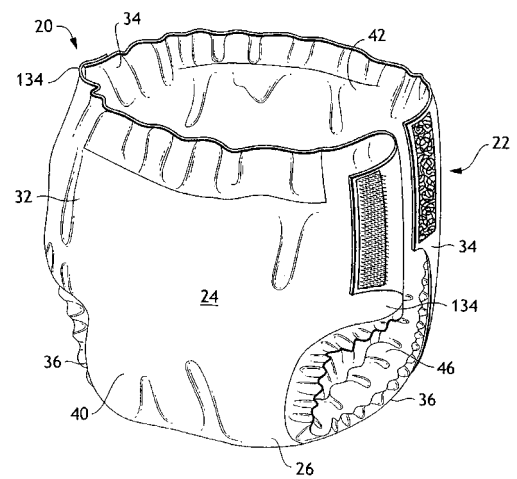
【図 3】



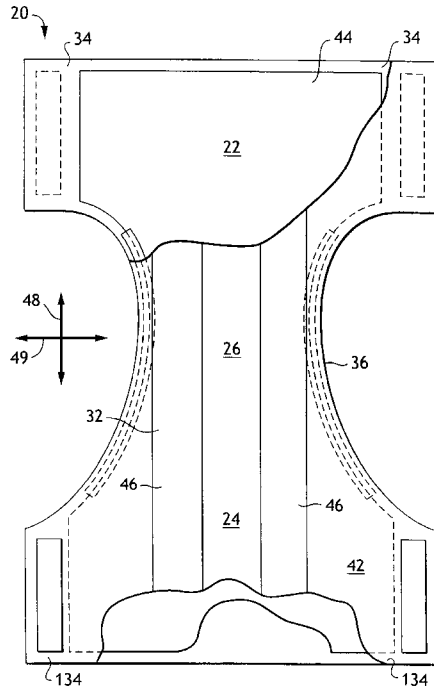
【図 4】



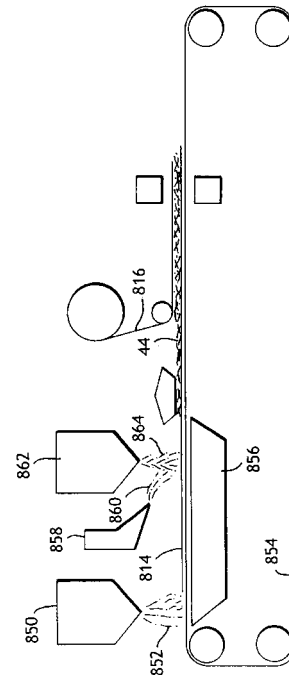
【図 5】



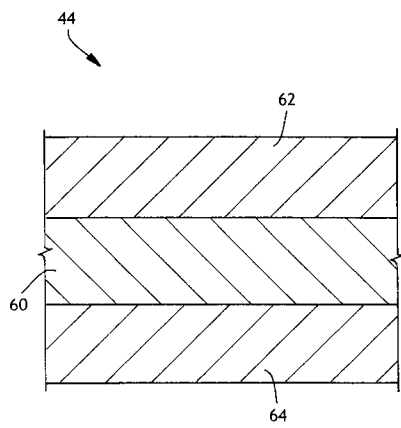
【図 6】



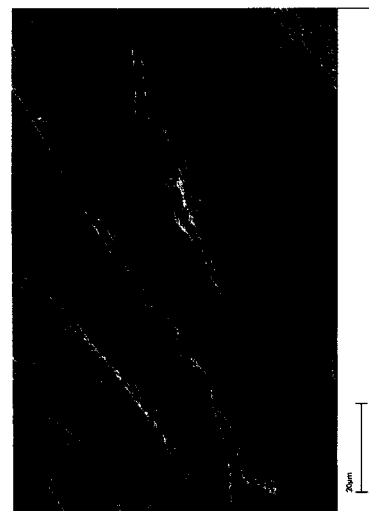
【図 7】



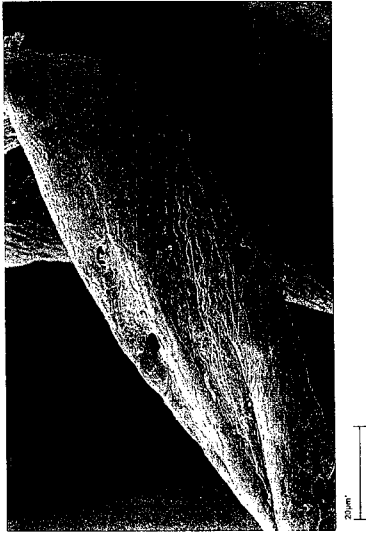
【図 8】



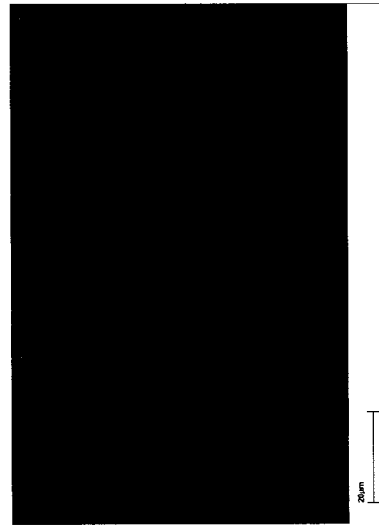
【図 9 A】



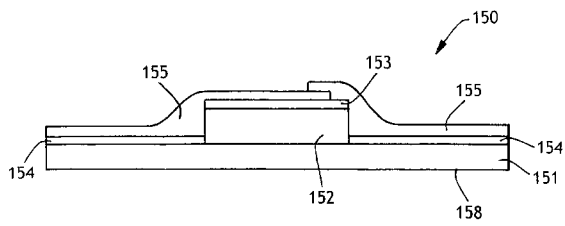
【図 9 B】



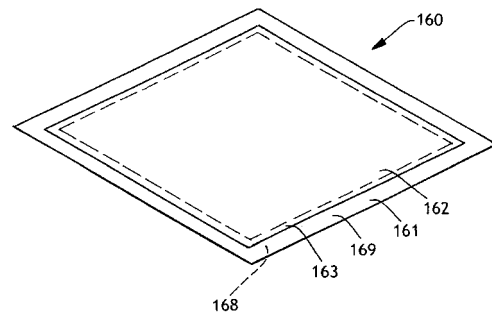
【図 9 C】



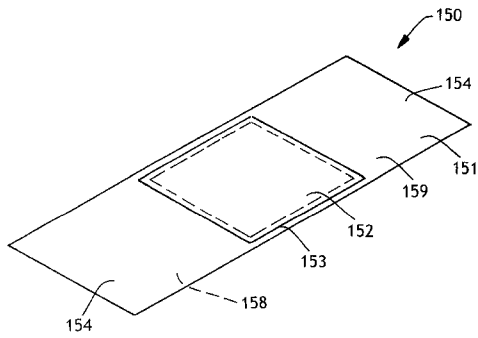
【図 10 A】



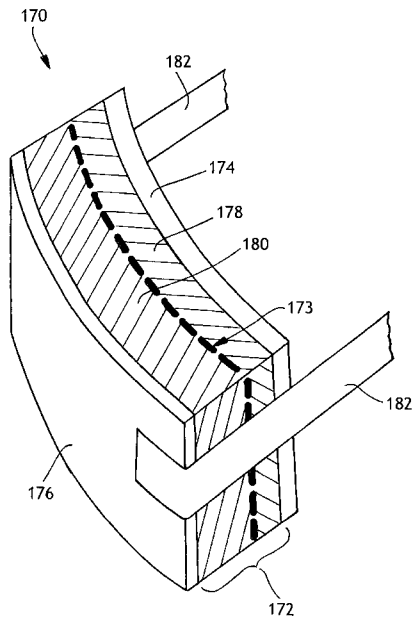
【図 11】



【図 10 B】



【図 12】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
D 2 1 H 13/04 (2006.01) D 2 1 H 13/04
D 2 1 H 13/06 (2006.01) D 2 1 H 13/06

(72)発明者 ワイリー、ジェイムス・エイチ
 アメリカ合衆国ワシントン州 9 8 4 0 7 ・ タコマ ・ 3 7 番 ストリート 4 0 0 2 エヌ
 (72)発明者 スティーブンソン、ポール・ピー
 アメリカ合衆国ワシントン州 9 8 5 4 1 ・ エルマ ・ ローリングヒルズレーン 7 1
 (72)発明者 ブライヤント、ジュニア・スタンレー・エル
 アメリカ合衆国ワシントン州 9 8 4 2 2 ・ タコマ ・ ヴィスタプレイスエヌイー 4 3 1 4

審査官 遠藤 秀明

(56)参考文献 特表 2 0 0 3 - 5 3 3 2 8 5 (J P , A)
 特表 平 0 7 - 5 0 2 0 8 1 (J P , A)
 特表 2 0 0 2 - 5 1 6 3 6 8 (J P , A)
 特表 2 0 0 0 - 5 1 0 1 9 4 (J P , A)
 特表 平 1 1 - 5 0 1 3 6 2 (J P , A)
 特表 2 0 0 0 - 5 0 3 7 3 0 (J P , A)
 特表 2 0 0 2 - 5 1 7 5 6 1 (J P , A)
 特開 2 0 0 2 - 3 6 3 3 4 0 (J P , A)
 特開 2 0 0 9 - 1 9 1 4 3 4 (J P , A)
 特開 2 0 0 8 - 2 4 7 9 7 5 (J P , A)
 特表 2 0 1 0 - 5 1 0 0 4 5 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
 A 6 1 F 1 3 / 0 0 , 1 3 / 1 5 - 1 3 / 8 4