

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
【部門区分】第 3 部門第 3 区分
【発行日】令和 5 年 6 月 23 日(2023.6.23)

【公開番号】特開 2021-42376(P2021-42376A)
【公開日】令和 3 年 3 月 18 日(2021.3.18)
【年通号数】公開・登録公報 2021-014
【出願番号】特願 2020-149374(P2020-149374)
【国際特許分類】

C 0 8 L 1 0 1 / 1 4 (2 0 0 6 . 0 1)

10

C 0 8 L 1 / 0 2 (2 0 0 6 . 0 1)

【 F I 】

C 0 8 L 1 0 1 / 1 4

C 0 8 L 1 / 0 2

【手続補正書】

【提出日】令和 5 年 6 月 14 日(2023.6.14)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

20

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

セルロースナノファイバー及び水溶性高分子を含有し、比表面積が $1.0 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上であり、

前記水溶性高分子は、セルロース誘導体又はその塩であり、該セルロース誘導体又はその塩のエーテル化度が 1.0 以下であり、

前記水溶性高分子は、 1 質量%水溶液の 25 における粘度が $5000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以上である、吸水性組成物。

30

【請求項 2】

前記比表面積が、 $5.0 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上である、請求項 1 に記載の吸水性組成物。

【請求項 3】

前記比表面積が、 $200 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以下である、請求項 1 又は 2 に記載の吸水性組成物。

【請求項 4】

前記比表面積が、 $1.0 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上 $200 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以下である、請求項 1 に記載の吸水性組成物。

【請求項 5】

前記セルロース誘導体又はその塩が、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、メチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、及びこれらの塩からなる群から選択される 1 種以上である、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項 に記載の吸水性組成物。

40

【請求項 6】

前記吸水性組成物における前記セルロースナノファイバーの含有量を $C1$ とし、該吸水性組成物における前記水溶性高分子の含有量を $C2$ としたとき、 $C1$ と $C2$ との比率である $C1 : C2$ が、 $1 : 0.5 \sim 1 : 20$ である、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項 に記載の吸水性組成物。

【請求項 7】

請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 に記載の吸水性組成物の製造方法であって、

前記セルロースナノファイバー及び前記水溶性高分子を液中で混合し、得られた混合溶

50

液を凍結乾燥する、吸水性組成物の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0014】

吸水性組成物の液保持性を向上させる観点から、水溶性高分子は、1質量%水溶液の25における粘度が好ましくは5000mPa・s以上、より好ましくは6000mPa・s以上、さらに好ましくは7500mPa・s以上であり、また好ましくは30000mPa・s以下、より好ましくは20000mPa・s以下であり、さらに好ましくは15000mPa・s以下であり、また好ましくは5000mPa・s以上30000mPa・s以下、より好ましくは6000mPa・s以上20000mPa・s以下、さらに好ましくは7500mPa・s以上15000mPa・s以下である。水溶性高分子の1質量%水溶液の25における粘度は、B型粘度計（東機産業株式会社製、TVB-10）を用いて、ローターNo. 4、回転速度30rpm、60秒間の測定条件で測定される。

10

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

水溶性高分子としては、例えばセルロース誘導体、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール、デキストリン、ポリエチレンオキシド、水溶性ナイロン、天然多糖類等が挙げられる。天然多糖類としては、アルギン酸ナトリウム、トラガカントガム、グアーガム、キサンタンガム、アラビアゴム、カラギーナン、ガラクトマンナン、ゼラチン、カゼイン、アルブミン、プルプラン等が挙げられる。吸水性組成物には、これら成分から選ばれる1種を単独で又は2種以上を組み合わせる用いることができる。

30

後述するCNFの水に対する分散性を高める観点から、水溶性高分子は、セルロース誘導体又はその塩であることが好ましい。セルロース誘導体及びその塩としては、セルロースを部分的に変性したものであり、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、メチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、及びこれらの塩等が挙げられる。前記塩としては、水溶性塩が好ましく用いられ、例えばナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩や、カルシウム塩やマグネシウム塩などのアルカリ土類金属塩等から選択される一種以上の金属塩が挙げられる。吸水性組成物には、これら成分から選ばれる1種を単独で又は2種以上を組み合わせる用いることができる。CNFの凝集を効果的に抑制する観点から、セルロース誘導体は、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、カルボキシメチルセルロース塩、及びカルボキシエチルセルロース塩からなる群から選ばれる少なくとも1種以上であることが好ましい。

40

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

前記の平均繊維長及び平均繊維径は、例えば以下の方法により測定する。吸水性組成物に、水又はエタノールを加え固形分濃度0.0001質量%の分散液を調製し、該分散液

50

を、マイカ（雲母）上に滴下して乾燥したものを観察試料とする。この観察試料を原子間力顕微鏡（AFM、Nanoscope III Tapping mode AFM、Digital instrument社製、プローブはナノセンサース社製Point Probe (NCH)を使用）を用いて観察し、該観察試料中に含まれる5本以上の任意のCNFを選択して、平均繊維長及び平均繊維径を測定する。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正の内容】

10

【0026】

吸水性組成物は、前記のCNF及び水溶性高分子以外の他の成分を含んでいてもよく、例えば、フィラー、顔料、染料、防腐剤、酸化防止剤、香料、消臭剤、抗菌剤等を含んでいてもよい。他の成分を含む場合、吸水性組成物中の他の成分の含有量は、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5質量%以下である。他の成分を複数種類含む場合、これらの合計含有量が、上記の範囲内であることが好ましい。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

20

【0037】

混合溶液中にCNF及びセルロース誘導体を均一に分散させる観点から、混合溶液における分散媒は、水を主体とすることが好ましい。具体的には、混合溶液における水の含有量が、好ましくは80質量%以上、より好ましくは90質量%以上であり、また好ましくは100質量%未満、であり、また好ましくは80質量%以上100質量%未満、より好ましくは90質量%以上100質量%未満である。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0055

【補正方法】変更

【補正の内容】

30

【0055】

表1に示す結果から明らかなように、実施例1～4の吸水性組成物は、自重の33倍量以上の人工尿をゲル化することができた。即ち、実施例1～4の吸水性組成物は、自重の33倍量以上の水を吸収し且つ保持できた。これは、吸水性組成物中のCNFの水に対する分散性及び接触効率が低いことに起因すると考えられる。したがって、表1に示す結果より、実施例1～4の吸水性組成物は、おむつ等の吸収性物品に用いられる吸収性材料として、十分な吸収性能を有し得ることが示された。また、実施例1～4の結果より、吸水性組成物の比表面積が高いほど、吸水性組成物の液保持性を向上させるのに有効であることが示された。さらに、吸水性組成物の比表面積が $14\text{ m}^2/\text{g}$ 以上であると、参考例の吸水性ポリマーよりも高い液保持性を示す結果となった。

40

また、実施例2の吸水性組成物に対し、自重の80倍の水を加えてゲル化の有無を試験したところ、バイアル瓶の中身、即ち吸水性組成物と水との混合物がゾル状となり、該バイアル瓶を上下逆に静置するとその中身全体が落下した。実施例4の吸水性組成物についても、自重の50倍の水を加えた試験で同様の現象が見られた。これらのサンプルでは、吸水性組成物と水との混合物からの離水が観察されず、前記の液だれを測定することができなかった。表1における実施例2及び4の最大液保持量については、ゲル化の有無の試験にてゲル化が確認された水の量（自重の66倍量、自重の50倍量）を記載する。

50