

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4939931号
(P4939931)

(45) 発行日 平成24年5月30日(2012.5.30)

(24) 登録日 平成24年3月2日(2012.3.2)

(51) Int.Cl.	F 1
A 6 1 F 13/49	(2006.01) A 4 1 B 13/02 D
A 6 1 F 13/53	(2006.01) A 6 1 F 5/44 H
A 6 1 F 5/44	(2006.01) A 6 1 F 13/18 3 0 7 B
A 6 1 F 13/15	(2006.01) A 6 1 F 13/18 3 0 7 G

請求項の数 20 (全 34 頁)

(21) 出願番号	特願2006-510111 (P2006-510111)	(73) 特許権者	504460441 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 54 956 ニーナ
(86) (22) 出願日	平成16年4月16日 (2004.4.16)	(74) 代理人	110001379 特許業務法人 大島特許事務所
(65) 公表番号	特表2006-524541 (P2006-524541A)	(74) 代理人	100089266 弁理士 大島 陽一
(43) 公表日	平成18年11月2日 (2006.11.2)	(72) 発明者	クイン ジアン アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 54 915 アップルトン サウス スカーレット オーク レーン 3316
(86) 國際出願番号	PCT/US2004/011740		
(87) 國際公開番号	W02004/096303		
(87) 國際公開日	平成16年11月11日 (2004.11.11)		
審査請求日	平成19年4月6日 (2007.4.6)		
審判番号	不服2010-21962 (P2010-21962/J1)		
審判請求日	平成22年9月30日 (2010.9.30)		
(31) 優先権主張番号	10/423,709		
(32) 優先日	平成15年4月25日 (2003.4.25)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】超吸収性材料を有する吸収性構造体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

55から99.9重量パーセントの重合性不飽和酸基含有モノマーを含む架橋超吸収性ポリマー又はポリマーの組合せが含まれるような超吸収性材料を、少なくとも部分的に含む吸収性構造体であって、

前記重合性不飽和酸基含有モノマーは、エトキシリ化(メタ)-アクリレートからなるエチレン性不飽和酸モノマーと共に重合し、前記架橋超吸収性ポリマーが、前記吸収性材料の表面をアルカリ性炭酸塩でコーティングした後に、表面架橋するために150から250の温度で熱処理することによって調製されることによって、

該吸収性構造体の前記超吸収性材料が、「遠心保持容量試験」で求められた少なくとも25g/gの保持容量(CRC)と、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」で求められた少なくとも $575 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ の自由膨潤ゲルベッド透過率(GBP)とを有し、

前記吸収性構造体における前記超吸収性材料は、該吸収性構造体の重量の約30パーセントから約90パーセントの範囲であることを特徴とする吸収性構造体。

【請求項2】

前記超吸収性材料は、「荷重下吸収性試験」で求められた少なくとも約15g/gの0.9psiでの「荷重下吸収性(AUL)」を有することを特徴とする請求項1に記載の吸収性構造体。

【請求項3】

親水性纖維及び疎水性纖維の少なくとも一方を更に含むことを特徴とする請求項1に記

10

20

載の吸收性構造体。

【請求項 4】

前記親水性纖維は、セルロース纖維を含むことを特徴とする請求項 3 に記載の吸收性構造体。

【請求項 5】

前記超吸收性材料は、少なくとも約 75 重量パーセントの陰イオン性ポリマー及び少なくとも約 75 重量パーセントの陽イオン性ポリマーの一方を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の吸收性構造体。

【請求項 6】

前記超吸收性材料は、少なくとも約 85 重量パーセントの陰イオン性ポリマー及び少なくとも約 85 重量パーセントの陽イオン性ポリマーの一方を含むことを特徴とする請求項 5 に記載の吸收性構造体。

10

【請求項 7】

前記超吸收性材料は、少なくとも約 90 重量パーセントの陰イオン性ポリマー及び少なくとも約 90 重量パーセントの陽イオン性ポリマーの一方を含むことを特徴とする請求項 6 に記載の吸收性構造体。

【請求項 8】

請求項 1 に記載の吸收性構造体を少なくとも部分的に含むことを特徴とする吸收性物品。

20

【請求項 9】

おむつ、トレーニングパンツ、女性用衛生製品、及び失禁用製品のうちの 1 つであることを特徴とする請求項 8 に記載の吸收性物品。

【請求項 10】

55 から 99.9 重量パーセントの重合性不飽和酸基含有モノマーを含む架橋超吸收性ポリマー又はポリマーの組合せが含まれるような超吸收性材料を、少なくとも部分的に含む吸收性構造体であって、

前記重合性不飽和酸基含有モノマーは、エトキシリ化(メタ) - アクリレートからなるエチレン性不飽和酸モノマーと共に重合し、前記架橋超吸收性ポリマーが、前記吸收性材料の表面をアルカリ性炭酸塩でコーティングした後に、表面架橋するために 150 から 250 の温度で熱処理することによって調製されることによって、

30

該吸收性構造体の前記超吸收性材料が、「遠心保持容量試験」で求められた少なくとも約 25 g / g の保持容量(CRC)と、「荷重下吸收性試験」で求められた少なくとも 18 g / g の 0.9 psi での「荷重下吸收性(AUL)」と、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」で求められた少なくとも約 $400 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ の自由膨潤ゲルベッド透過率(GBP)とを有し、

前記吸收性構造体における前記超吸收性材料は、該吸收性構造体の重量の約 30 パーセントから約 90 パーセントの範囲であることを特徴とする吸收性構造体。

【請求項 11】

親水性纖維及び疎水性纖維の少なくとも一方を更に含むことを特徴とする請求項 1 に記載の吸收性構造体。

40

【請求項 12】

前記親水性纖維は、セルロース纖維を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の吸收性構造体。

【請求項 13】

前記超吸收性材料は、少なくとも約 75 重量パーセントの陰イオン性ポリマー及び少なくとも約 75 重量パーセントの陽イオン性ポリマーの一方を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の吸收性構造体。

【請求項 14】

前記超吸收性材料は、少なくとも約 85 重量パーセントの陰イオン性ポリマー及び少なくとも約 85 重量パーセントの陽イオン性ポリマーの一方を含むことを特徴とする請求項

50

1 3 に記載の吸収性構造体。

【請求項 1 5】

前記超吸収性材料は、少なくとも約 90 重量パーセントの陰イオン性ポリマー及び少なくとも約 90 重量パーセントの陽イオン性ポリマーの一方を含むことを特徴とする請求項 1 4 に記載の吸収性構造体。

【請求項 1 6】

請求項 1 0 に記載の吸収性構造体を少なくとも部分的に含むことを特徴とする吸収性物品。

【請求項 1 7】

おむつ、トレーニングパンツ、女性用衛生製品、及び失禁用製品のうちの 1 つであることを特徴とする請求項 1 6 に記載の吸収性物品。

【請求項 1 8】

約 55 から約 99.9 重量パーセントの重合性不飽和酸基含有モノマーを含む架橋超吸収性ポリマー又はポリマーの組合せが含まれるような超吸収性材料を、少なくとも部分的に含む吸収性構造体であって、

前記重合性不飽和酸基含有モノマーは、エトキシリ化(メタ) - アクリレートからなるエチレン性不飽和酸モノマーと共に重合し、前記架橋超吸収性ポリマーが、前記吸収性材料の表面をアルカリ性炭酸塩でコーティングした後に、表面架橋するために 150 から 250 の温度で熱処理することによって調製されることによって、

該吸収性構造体の前記超吸収性材料が、「遠心保持容量試験」で求められた少なくとも約 27.5 g / g の保持容量 (C R C) と、「荷重下吸収性試験」で求められた少なくとも 18 g / g の 0.9 p s i での「荷重下吸収性 (A U L)」と、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」で求められた少なくとも $350 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ の自由膨潤ゲルベッド透過率 (G B P) とを有し、

前記吸収性構造体における前記超吸収性材料は、該吸収性構造体の重量の約 30 パーセントから約 90 パーセントの範囲であることを特徴とする吸収性構造体。

【請求項 1 9】

約 55 から約 99.9 重量パーセントの重合性不飽和酸基含有モノマーを含む架橋超吸収性ポリマー又はポリマーの組合せが含まれるような超吸収性材料を、少なくとも部分的に含む吸収性構造体であって、

前記重合性不飽和酸基含有モノマーは、エトキシリ化(メタ) - アクリレートからなるエチレン性不飽和酸モノマーと共に重合し、前記架橋超吸収性ポリマーが、前記吸収性材料の表面をアルカリ性炭酸塩でコーティングした後に、表面架橋するために 150 から 250 の温度で熱処理することによって調製されることによって、

該吸収性構造体の前記超吸収性材料が、「遠心保持容量試験」で求められた少なくとも約 25 g / g の保持容量 (C R C) と、「荷重下吸収性試験」で求められた少なくとも 19 g / g の 0.9 p s i での「荷重下吸収性 (A U L)」と、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」で求められた少なくとも $350 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ の自由膨潤ゲルベッド透過率 (G B P) とを有し、

前記吸収性構造体における前記超吸収性材料は、該吸収性構造体の重量の約 30 パーセントから約 90 パーセントの範囲であることを特徴とする吸収性構造体。

【請求項 2 0】

前記架橋超吸収性ポリマー又はポリマーの組合せが、内部架橋剤と、前記超吸収性ポリマーの表面に付与される浸透性調整剤と、前記超吸収性ポリマーの表面上の多価金属塩と、不溶性の無機粉末とを更に含むことを特徴とする請求項 1 に記載の吸収性構造体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、一般的に、おむつ、小児用トレーニングパンツ、女性用ケア物品、失禁用物品、包帯、手術衣、及び吸収性ワイプなどの使い捨ての物品に用いられる吸収性構

10

20

30

40

50

造体に関し、より詳細には、保持容量、自由膨潤ゲルベッド透過率、及び／又は荷重下吸収性値の強化した組合せのような強化した液体処理特性を有する超吸収性材料を含む吸収性構造体に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来の使い捨て物品には、一般的に吸収性構造体が含まれるが、これは、吸収性コア又は吸収性複合体と呼ばれることもあり、空気形成、空気堆積、又は他の公知の形成技術により形成される。例えば、このような吸収性構造体の製造は、纖維化装置又は他の細断又は微粉碎装置内で親水性材料の纖維シートを纖維化して個別の纖維を形成することにより開始することができる。それに加えて、水不溶性で水膨潤性、及び0.9重量パーセント塩化ナトリウム蒸留水溶液（生理食塩水溶液）中でその重量の少なくとも約10倍吸収することができる超吸収性材料の粒子又は纖維を個別の纖維と混合する。次に、親水性纖維及び超吸収性材料は、空気流に連行されて小孔のある形成表面に導かれ、その上に纖維及び超吸収性材料が堆積して蓄積し、吸収性構造体を形成する。

10

【0003】

吸収性構造体の製造業者は、吸収性構造体の液体吸込み性能を向上させ、それによって構造体が使用中に、特に廃棄される前に繰返し液体放出を受けて次第に飽和する時にこのような構造体が漏れにくくするための努力を続けている。例えば、吸収性構造体の漏れを低減する手段の1つは、超吸収性材料を広範囲に用いることである。超吸収性塊の量を増大させることに加え、市販の吸収性構造体設計における近年の努力は、一般的に、超吸収性材料の濃度を高め、纖維を少なく用いて吸収性構造体を更に薄く緻密にすることに向けられている。

20

【0004】

しかし、超吸収性材料の濃度を増大させることにより総吸収性容量を増大させても、このような吸収性構造体は、依然として使用中に漏れる場合がある。この漏れは、部分的には、構造体が不十分な吸込み率、例えば、液体放出が構造体内に取り込まれて連行され、次に超吸収性材料によって吸収することができる比率が不十分であることによるであろう。より詳細には、このような吸収性構造体の吸込み率は、構造体内の超吸収性材料が吸収する時に膨潤し、従って超吸収性粒子間又は粒子と吸収性構造体内の親水性纖維との間の開放流路が制限されるか又はそうでなければ塞がれる傾向があるために、液体放出が繰り返されると減少する場合がある。この現象は、多くの場合にゲル閉塞形態と呼ばれ、超吸収性材料のゲル一体性が十分でないか、又は着用者が動いたり座ったりすることにより加えられる荷重のような外部圧力下で容易に変形しやすくなるほど高度の膨潤に達する結果発生すると考えられる。

30

【0005】

吸収性構造体の使用時の性能は、1)吸収性構造体内に開放流路及び空隙容積を生じる機能と、2)吸収性構造体が飽和した時にこのような流路及び空隙容積の開放性及びアクセス性を維持する機能とに依存するであろう。開放流路を生じる機能は、材料が圧力下にある時に超吸収性材料が液体を吸収する機能、並びに圧力下で液体を保持して変形しない機能の関数と考えられる。液体処理特性は、通常は、超吸収性材料の保持容量（CRC）と荷重下吸収性（AUL）値とを含む機能に関連する。流路及び空隙容積の開放性及びアクセス性を維持する機能は、大部分は、超吸収性材料のゲルベッド透過率（GBP）の関数であると考えられる。より高いGBPは、超吸収性材料が飽和して完全に膨潤した後に吸収性構造体内に開放流路を維持する機能が高いことを示すものである。

40

【0006】

今日まで、吸収性構造体の液体処理特性を改良することに関する研究努力は、一般的に、吸収性構造体内の超吸収性材料のゲルベッド透過率を向上させることに焦点が置かれてきた。しかし、このような手法は、保持容量が減少するか又は少なくとも向上が見られないという形の代償を払っている。

【0007】

50

従って、ゲルベッド透過率が高く、保持容量が高く、及び／又は荷重下吸収性値が高い超吸収性材料を組み込んだ吸収性構造体が必要とされている。

【0008】

【特許文献1】米国特許第5,108,820号
 【特許文献2】米国特許第4,795,668号
 【特許文献3】米国特許第5,540,992号
 【特許文献4】米国特許第5,336,552号
 【特許文献5】米国特許第5,382,400号
 【特許文献6】米国特許第3,849,241号
 【特許文献7】米国特許第4,340,563号
 【特許文献8】米国特許第3,692,618号
 【特許文献9】米国特許第3,802,817号
 【特許文献10】米国特許第3,338,992号
 【特許文献11】米国特許第3,341,394号
 【特許文献12】米国特許第3,502,763号
 【特許文献13】米国特許第3,502,538号
 【特許文献14】米国特許第3,542,615号
 【特許文献15】米国特許第6,090,875号
 【特許文献16】米国特許第5,994,440号
 【特許文献17】米国特許第4,777,073号

10

【非特許文献1】L i c h s t e i n、「I N D A技術シンポジウム紀要」、1974年3月、129～142頁
 【非特許文献2】「せん断弾性率測定のための簡単なソリューション」、「R a n k P u l s e S h e a r o m e t e r (登録商標)」のための操作マニュアル

20

【発明の開示】

【0009】

一実施形態では、本発明の吸収性構造体は、一般的に、少なくとも部分的には、「遠心保持容量試験」により求められた少なくとも約25g/gの保持容量(CRC)と、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」により求められた少なくとも $575 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ の自由膨潤ゲルベッド透過率(GBP)とを有する超吸収性材料を含む。

30

【0010】

別の実施形態では、本発明の吸収性構造体は、一般的に、少なくとも部分的には、「遠心保持容量試験」により求められた少なくとも約25g/gの保持容量(CRC)と、「荷重下吸収性試験」で求められた少なくとも18の0.9psiでの荷重下吸収性(AUL)と、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」により求められた少なくとも $350 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ の自由膨潤ゲルベッド透過率(GBP)とを有する超吸収性材料を含む。

30

【0011】

本発明の他の特徴は、一部は明白であり、一部はこれ以後に示される。

【0012】

定義

40

本明細書の関連においては、以下の各用語又は語句は、以下の1つ又は複数の意味を含むことになる。

【0013】

「二成分」又は「多成分」纖維とは、本明細書で用いる場合、天然纖維及びポリマー又は2つ又はそれ以上のポリマーのような2つ(例えば、二成分)又はそれ以上の成分で形成される纖維であり、これらの成分を1つ又はそれ以上の分離した押し出し機から押し出し、互いに接合させて单一の纖維を形成した纖維を意味する。これらの成分は、多成分纖維の断面に亘って実質的に一定に配置された区別可能な区域に配列され、纖維の長さの少なくとも一部分、及びより望ましくはその全長に沿って連続的に延びるものである。多成分纖維の構成は、例えば、1つのポリマーが別のポリマーに囲まれている芯／鞘配列、並

50

列配列、パイ配列、「海島型」配列、又は他の適切な配列とすることができる。二成分纖維は、K a n e k o 他に付与された米国特許第5,108,820号、K r u e g e r 他に付与された米国特許第4,795,668号、M a r c h e r 他に付与された米国特許第5,540,992号、及びS t r a c k 他に付与された米国特許第5,336,552号に開示されている。また、二成分纖維は、P i k e 他に付与された米国特許第5,382,400号にも教示されており、これを用いて、2つ(又はそれ以上)のポリマーの膨張率及び収縮率の差を用いることにより纖維にしほ寄せすることができる。

【0014】

「ボンデッドカーデッド」とは、纖維を分離又は粉碎し、機械方向に纖維を整列させてほぼ機械方向に配向された纖維不織ウェブを形成する結合又は梳毛ユニットを通して送られたステープル長纖維から作られたウェブを意味する。この材料は、ポイント結合、通気結合、超音波結合、接着剤結合、又は他の適切な結合技術を含む方法により互いに結合することができる。

10

【0015】

「親水性」とは、水性液体に接触すると濡れる材料又は表面を表すものである。濡れの程度は、次に、関連の液体及び材料の接触角及び表面張力を用いて説明することができる。特定の材料又は表面の濡れ性を測定するのに適切な機器及び技術は、「C a h n S F A - 222 表面力分析システム」又は実質的に同等なシステムによって準備することができる。このシステムで測定した時に、接触角が90度よりも小さい材料又は表面は「濡れ性」又は親水性であるとされ、接触角が90度よりも大きいものは、「非濡れ性」又は疎水性であるとされる。

20

【0016】

「メルトプローン」とは、複数の細い、通常円形のダイ毛管を通して溶融糸又はフィラメントとして溶融熱可塑性材料を収束高速加熱気体(例えば、空気)流内に押し出し、これによって溶融熱可塑性材料のフィラメントの直径を低減することにより形成される纖維を意味する。その後、メルトプローン纖維は、高速気体流により運ばれ、收集表面上に堆積されてランダムに分散されたメルトプローン纖維のウェブを形成する。このような工程は、例えば、本明細書において引用により組み込まれている、B u t i n 他に付与された米国特許第3,849,241号に開示されている。メルトプローン纖維は、一般的に、連続又は不連続とすることができる、一般的に約0.6デニール又はそれ以下であり、收集表面に堆積されると一般的に自己結合するミクロ纖維である。

30

【0017】

「不織材料」又は「不織ウェブ」とは、布地の織又は編工程の助けを借りることなく形成された材料又はウェブを意味する。この構造体は、相互に交錯しているが編布のように識別可能な様式ではない個々の又は群になった纖維又は糸を含む。不織構造体は、例えば、メルトプロー工程、スパンボンド工程、及びボンデッドカーデッド工程のような多くの工程で形成されている。

【0018】

「スパンボンド」とは、円形又は他の構成の口金の複数の細い毛管から溶融熱可塑性材料をフィラメントとして押し出し、押し出したフィラメントの直径を次に、それぞれ本明細書においてその全内容が引用により組み込まれている、A p p e l 他に付与された米国特許第4,340,563号、D o r s c h n e r 他に付与された米国特許第3,692,618号、M a t s u k i 他に付与された米国特許第3,802,817号、K i n n e y 他に付与された米国特許第3,338,992号及び第3,341,394号、H a r t m a n n に付与された米国特許第3,502,763号、P e t e r s o n に付与された米国特許第3,502,538号、及びD o b o 他に付与された米国特許第3,542,615号に説明されているような空気引き伸ばし工程により急速に低減することによって形成された小さな直径の纖維を意味する。スパンボンド纖維は、ほぼ連続であり、多くの場合に、平均デニールは約0.3又はそれ以上、より詳細には、約0.6と約1.0の間である。

40

50

【0019】

「超吸収性構造体」及び「超吸収性材料」とは、最も好ましい条件下において、0.9重量パーセント塩化ナトリウム水溶液を含有する水溶液中でその重量の少なくとも約10倍、更に適切には、その重量の少なくとも約30倍吸収することができる水膨潤性で水不溶性の有機又は無機ポリマー及び/又は材料を意味する。超吸収性ポリマーは架橋ポリマーであり、これは、膨潤してヒドロゲルを形成しながら尿又は血液のような大量の水性液体及び体液を吸収することができ、超吸収性構造体という用語のここでの定義に従い、圧力下でこのような液体及び流体を保持することができるものである。

【0020】

「熱可塑性」とは、熱に露出されると軟化し、室温まで冷却されると実質的に非軟化状態に戻る材料を表すものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0021】

本発明は、液体処理特性が向上した吸収性構造体に関し、より詳細には、液体保持容量が大きく、自由膨潤ゲルベッド透過率も大きい超吸収性材料を含む吸収性構造体に関する。また、本発明は、一般的に、これらの吸収性構造体を組み込んだ吸収性物品に関する。例えば、このような吸収性物品には、以下に限定されるものではないが、女性用ケアパッド、陰唇間製品、タンポン、おむつ、並びにパッド、ガード、パンツ、及び下着のような失禁用物品、トレーニングパンツ、医療用衣類、ベッドパッド、汗吸収パッド、靴パッド、包帯、ヘルメットライナ、ワイプ等が含まれる。別の例として、吸収性構造体は、例えば、ティッシュ、タオル、又はナプキン等の形態としてそれ自体で有用とすることができます。

【0022】

一実施形態では、吸収性構造体は、親水性纖維及び超吸収性材料を含む不織ウェブである。適切な親水性纖維の例には、セルロース纖維のような本質的に濡れ性の材料から成る天然有機纖維が含まれる。適切なセルロース纖維源には、漂白クラフト軟材又は硬材、高収量木材纖維、及びケミサー・モメカニカルパルプ纖維のような木材纖維、バガス纖維、トウワタフラフ纖維、麦かん、ケナフ、麻、パイナップル葉纖維、又はピートモスが含まれる。また、再生セルロース及びカール付き化学的補剛セルロース纖維のような他の親水性纖維は、緻密化して、湿潤すると膨張して嵩高になることができる吸収性構造体を形成することができる。また、パルプ纖維は、ホルムアルデヒド又はその誘導体、グルタルアルデヒド、エピクロルヒドリン、並びに尿素又は尿素誘導体のようなメチロール化化合物、無水マレイン酸のような無水物、非メチロール化尿素誘導体、クエン酸又は他のポリカルボン酸のような架橋剤を用いることにより補剛することができる。

【0023】

適切な親水性纖維の一例は、米国アラバマ州クーサリバー所在の「B o w a t e r」からモデル名称「C R 1 6 5 4」で入手可能であり、これは、軟材纖維を主に含む漂白高吸収性硫酸塩木質パルプである。別の適切な親水性纖維は、米国ワシントン州フェデラルウェイ所在の「W e y e r h a u s e r」からモデル名称「N B - 4 1 6」で入手可能であり、これは漂白南方軟材パルプである。

【0024】

適切な親水性纖維の他の例には、レーヨン纖維のようなセルロース又はセルロース誘導体から成る合成纖維、ガラス纖維のような本質的に濡れ性の材料から成る無機纖維、特定のポリエステル又はポリアミド纖維のような本質的に濡れ性の熱可塑ポリマーで作られた合成纖維、及び適切な手段で親水化したポリプロピレン纖維のような非濡れ性熱可塑ポリマーから成る合成纖維が含まれる。纖維は、例えば、シリカ処理するか又は適切な親水性成分を有し、纖維から容易に除去することができない材料で処理することによるか、又は纖維の形成中又はその後に非濡れ性の疎水性纖維に親水性ポリマーで外装することにより親水化することができる。

【0025】

10

20

30

40

50

本発明の目的に対しては、上述の様々な種類の纖維の選択した配合物を用いることができるよう¹⁰に想定されている。更に、その代わりに又はそれに加えて、纖維の選択肢には、親水性であるか又は親水性になるように処理されて、熱活性化によって結合することで吸収性構造体の一体性及び/又は柔らかさを向上するのに用いられる二成分又は2組成纖維を含むことができる。

【0026】

また、本発明の範囲を逸脱することなく、吸収性構造体は、その代わりに又はそれに加えて、疎水性纖維も含むよう²⁰に想定されている。別の実施形態では、吸収性構造体は、従来の発泡技術を用いて構造体が形成されるような超吸収性材料のみを含むことができる。

【0027】

適切な超吸収性材料は、天然で生体分解性の合成及び修飾天然ポリマー及び材料から選択することができる。また、超吸収性材料には、シリカゲルのような無機材料、又は架橋ポリマーのような有機化合物を含むことができる。「架橋」という用語は、超吸収性材料を意味する時に用いる場合には、通常は水溶性の材料を実質的に水不溶性であるが膨潤性³⁰にするのに有効なあらゆる手段を意味する。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、水素結合のような親水性会合、及び疎水性会合又はファンデルワールス力を含むことができる。

【0028】

一実施形態では、超吸収性材料には、a) 約55～約99.9重量(wt)パーセントの重合性不飽和酸基含有モノマー、b) 約0.001～約5.0重量パーセントの本質的架橋剤、c) 粒子表面に付加された約0.001～約5.0重量パーセントの飽和架橋剤、d) 表面架橋中又は直後に粒子表面に付加された0～約5重量パーセントの浸透性調整剤、e) 表面上の0～約5重量パーセントの多価金属塩、f) 約0.01～約5重量パーセントの不溶性無機粉末、及びg) 超吸収性材料の中和度が約25パーセントを超える表面上の約0～約2重量パーセントの表面活性剤を含む、架橋超吸収性ポリマー又はポリマーの組合せが含まれる。

【0029】

架橋超吸収性ポリマーは、約55～約99.9重量パーセントの重合性不飽和酸基含有モノマーを最初にポリマー化することにより得られる。適切なモノマーには、アクリル酸、メタクリル酸又は2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、又はこれらのモノマーの混合物のようなカルボキシル基を含有するものが含まれる。酸基の少なくとも約50重量%、更に好ましくは少なくとも約75重量%がカルボキシル基であることが好ましい。酸基は、少なくとも約25モル%まで中和され、すなわち、酸基は、ナトリウム、カリウム、又はアンモニウム塩として存在することが好ましい。中和の程度は、少なくとも約50モル%であることが好ましい。アクリル酸又はメタクリル酸をポリマー化することによりポリマーを得ることが好ましく、そのカルボキシル基は、内部架橋剤の存在下で50～80モル%の程度まで中和される。

【0030】

超吸収性ポリマーを調製するために用いることができる別のモノマーは、例えば、アクリルアミド、メタクリルアミド、ヒドロキシエチルアクリレート、ジメチルアミノアルキル(メタ)アクリレート、エトキシル化(メタ)-アクリレート、ジメチルアミノプロピルアクリルアミド、又はアクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロリドのよう⁴⁰な上述のa)と共に重合することができる0～40重量%のエチレン性不飽和モノマーである。これらのモノマーが40重量%を超えると、ポリマーの膨潤性を損なう可能性がある。

【0031】

内部架橋剤は、少なくとも2つのエチレン性不飽和二重結合又は1つのエチレン性不飽和二重結合を有し、重合性不飽和酸基含有モノマーの酸基に対して反応性を有する1つの官能基又は酸基に対して反応性を有するいくつかの官能基を内部架橋構成要素として用いることができる、これは、重合性不飽和酸基含有モノマーをポリマー化する間に存在するも⁵⁰

のである。

【0032】

内部架橋剤の例には、メチレンビスアクリル-、又は-メタクリルアミド、又はエチレンビスアクリルアミドのような脂肪族不飽和アミドを含み、更に、多価アルコール又はアルコキシリ化多価アルコールとジ(メタ)アクリレート又はトリ(メタ)アクリレート又はブタンジオールのようなエチレン性不飽和酸又はエチレングリコール、ポリグリコール又はトリメチロールプロパンとの脂肪族エステル、好ましくはオキシアルキル化され、好ましくはエトキシリ化されたトリメチロールプロパンと1~30モルのアルキレンオキシドとのジ-及びトリアクリレートエステル、グリセロールとペンタエリスリトール及びグリセロールと好ましくは1~30モルのエチレンオキシドでオキシエチル化したペンタエリスリトールのアクリレート及びメタクリレートエステルを含み、更に、好ましくは1~30モルのエチレンオキシド、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、マレイン酸ジアリルエステル、ポリアリルエステル、テトラアリルオキシエタン、トリアリルアミン、テトラアリルエチレンジアミン、ジオール、多価アルコール、ヒドロキシリ化アリル(メタ)アクリレートのようなアルキル化合物及びリン酸又は亜リン酸のアリルエステルを含み、更に、メタクリルアミド又はアクリルアミドのような不飽和アミドのN-メチロール化合物及びそれからのエステルのような架橋可能モノマーを含む。また、多価金属塩のようなイオン性架橋剤を用いることもできる。また、上述の架橋剤の混合物を用いることもできる。内部架橋剤の含量は、重合性不飽和酸基含有モノマーの総量に基づき約0.01~約5重量%であり、好ましくは、約0.1~約3.0重量%である。

【0033】

例えは、アゾ又はペルオキソ化合物のような開始剤、酸化還元システム、又はUV開始剤、(増感剤)、及び/又は放射を用いて、フリーラジカルのポリマー化が開始される。

【0034】

超吸収性ポリマーは、ポリマー化後に表面架橋される。表面架橋とは、粒子内部の架橋密度に対して超吸収性粒子表面の近辺のポリマーマトリックスの架橋密度を増大させるあらゆる工程を意味する。超吸収性ポリマーは、一般的に、表面架橋剤を加えることにより表面架橋される。好ましい表面架橋剤には、ポリマー鎖のペンドント基、一般的に酸基に対して反応性を有する1つ又はそれ以上の官能基を有する化学物質が含まれる。表面架橋剤の含量は、乾燥ポリマーの重量に基づき約0.01~約5重量%、更に適切には、約0.1~約3.0重量%である。表面架橋剤を加えた後に加熱段階を行うことが好ましい。

【0035】

超吸収性ポリマーは、アルカリ性炭酸塩でコーティングした後に加熱して表面架橋し、超吸収性材料の表面架橋密度及びゲル強度特性を強化することができる。より詳細には、表面架橋剤は、アルキレンカーボネート表面架橋剤のポリマーを水性アルコール溶液と混合することにより超吸収性粒子上にコーティングされる。アルコールの量は、アルキレンカーボネートの溶解性によって判断され、技術的な理由、例えは爆発に対する保護のためになるべく少なくされる。適切なアルコールは、メタノール、エタノール、ブタノール、又はブチルグリコール、及びこれらのアルコールの混合物である。好ましい溶媒は水であり、一般的に、粒子状超吸収性ポリマーに対して重量で0.3~5.0%の量で用いられる。いくつかの例では、何らアルコールを用いることなく、アルキレンカーボネート表面架橋剤は水に溶解される。また、アルキレンカーボネート表面架橋剤は、例えは、SiO₂のような無機担体材料との粉末混合物で又はアルキレンカーボネートの昇華による蒸気状態で添加することができる。

【0036】

望ましい表面架橋特性を達成するために、アルキレンカーボネートは、粒子状超吸収性ポリマー上に均等に分配することが適切である。この目的で、混合は、流動床ミキサ、パドルミキサ、練りロール、又は二軸スクリューミキサのような適切なミキサで行われる。また、粒子状超吸収性ポリマーのコーティングは、粒子状超吸収性ポリマーの生成の工程

10

20

30

40

50

段階の 1 つの間に行うことが可能である。この目的に特に適切な工程は、逆懸濁液ポリマー化工程である。

【 0 0 3 7 】

コーティング処理後の熱処理は、以下のように行われる。一般的に、熱処理は、100と300の間の温度である。しかし、アルキレンカーボネートを用いる場合には、熱処理は、150と250の間の温度であることが適切である。処理温度は、停滞時間及びアルキレンカーボネートの種類によって判断される。150の温度では、熱処理は、1時間又はそれ以上行われる。一方、250の温度では、望ましい表面架橋特性を達成するには、数分、例えば0.5~5分で十分である。熱処理は、従来の乾燥器又はオープンで行うことができる。

10

【 0 0 3 8 】

超吸収性ポリマーの物理的形態の例として粒子が用いられるが、本発明は、この形態に限定されず、纖維、発泡材、フィルム、ビーズ、及びロッドなどのような他の形態にも応用可能である。

【 0 0 3 9 】

超吸収性ポリマーは、表面架橋剤を加える直前、その間、又は直後に加える0~約5重量%の浸透性調整剤を含むことができる。浸透性調整剤の例には、上述の薬剤又はこれらの薬剤を含む媒体の粘性、表面張力、イオン特性、又は粘着性を変化させることにより超吸収性ポリマー粒子、纖維、フィルム、発泡材、又はビーズに対する表面改質剤の浸透深度を変化させる化合物が含まれる。好ましい浸透性調整剤は、ポリエチレングリコール、テトラエチレングリコールジメチルエーテル、1価の金属塩、界面活性剤、及び水溶性ポリマーである。

20

【 0 0 4 0 】

本発明による超吸収性ポリマーは、混合物の重量に基づきポリマーの表面に0~約5重量%の多価金属塩を含むことができる。多価金属塩は、水溶性であることが好ましい。好ましい金属陽イオンの例には、Al、Fe、Zr、Mg、及びZnの陽イオンが含まれる。金属陽イオンの原子価は、少なくとも+3であることが好ましく、Alが最も適切である。多価金属塩の適切な陰イオンの例には、ハロゲン化物、クロロヒドレート、硫酸塩、硝酸塩、及び酢酸塩が含まれ、塩化物、硫酸塩、クロロヒドレート、及び酢酸塩が好ましく、クロロヒドレート及び硫酸塩が更に好ましく、硫酸塩が最も好ましい。硫酸アルミニウムは、最も適切な多価金属塩であり、容易に市場で入手可能である。硫酸アルミニウムの適切な形態は、硫酸アルミニウム水和物であり、硫酸アルミニウムは、12から14の水和物水を有することが好ましい。多価金属塩の混合物を用いることもでき、これも本発明の範囲に含まれることが理解される。

30

【 0 0 4 1 】

ポリマー及び多価金属塩は、適切には乾燥配合により、更に適切には溶液中、最も適切には水溶液中で配合することにより、当業者に公知の手段を用いて混合される。乾燥配合では、結合剤は、塩及びポリマーが確実に実質的に均質な混合物のままであるのに十分な量を用いることができる。結合剤は、水又は沸点が少なくとも150の不揮発性有機化合物とすることができます。適切な結合剤の例には、水、プロピレングリコール、グリセリン、及びポリ(エチレングリコール)のような多価アルコールが含まれる。

40

【 0 0 4 2 】

また、超吸収性ポリマーは、約0.01~約5重量%の水不溶性無機粉末も含むことができる。適切な水不溶性無機粉末の例には、二酸化珪素、ケイ酸、ケイ酸塩、二酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、タルク、リン酸カルシウム、クレイ、ケイソウ土、ゼオライト、ベントナイト、カオリーン、ヒドロタルサイト、活性クレイ等が含まれる。不溶性無機粉末添加剤は、単一化合物とすることもでき、又は上に列記したものから選択した化合物の混合物とすることもできる。これらの全ての例のうちで、微視的非結晶二酸化珪素又は酸化アルミニウムが最も適切である。更に、無機粉末の適切な粒径は、1,000 μm又はそれ以下、最も適切には100 μm又はそれ以下である。

50

【0043】

また、超吸収性ポリマーには、ポリマー粒子表面に対して0～約5重量%の界面活性剤を添加することができる。これらは、表面架橋段階の直前、その間、又は直後に添加されることが好ましい。このような界面活性剤の例には、脂肪酸塩、ジアルキルスルホスクシネート、アルキルリン酸塩、及びポリオキシエチレンアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、脂肪酸エステル、及びオキシエチレン-オキシブロピレンブロックポリマー、アルキルアミン塩、第4級アンモニウム塩、及びラウリルジメチルアミンオキシドのような陰イオン性、非イオン性、陽イオン性、及び両性表面活性剤が含まれる。しかし、界面活性剤を上述のものに限定する必要はない。このような界面活性剤は、個々に用いることができ、組み合わせて用いることもできる。

【0044】

また、超吸収性ポリマーには、0～約30重量%の好ましくはポリマー化された形態の部分的又は完全に加水分解されたポリビニルアセテート、ポリビニルピロリドン、デンプン又はデンプン誘導体、ポリグリコール、又はポリアクリル酸水溶性ポリマーを含むことができる。これらのポリマーの分子量は、水溶性である限り重要ではない。好ましい水溶性ポリマーは、デンプン及びポリビニルアルコールである。本発明による吸収性ポリマー中のこのような水溶性ポリマーの好ましい含量は、a)～d)の構成要素の総量に基づき0～30重量%、好ましくは0～5重量%である。また、水溶性ポリマー、好ましくはポリビニルアルコールのような合成ポリマーも、ポリマー化するモノマーに対するグラフトベースとして働くことができる。

【0045】

表面改質の間にいくつかの役割を果たす表面添加剤を用いることが望ましいこともある。例えば、単一の添加物を界面活性剤や粘性調整剤とし、ポリマー鎖と架橋するように反応させることができる。

【0046】

また、超吸収性ポリマーには、0～約2.0重量%の米国特許第6,090,875号及び第5,994,440号に説明されている親水性及び疎水性制塵剤のような制塵剤を含むことができる。

【0047】

例えば、臭気結合物質シクロデキサトリン、ゼオライト、無機又は有機塩、及び同様の材料、固化防止添加剤、流れ調整剤などのような別の添加剤を任意的に用いることができる。

【0048】

超吸収性ポリマーは、2つの方法で調製することが適切である。ポリマーは、適宜に架橋が行われた後に、上述の公知の工程により大規模な工業的方法で連続的又は非連続的に調製することができる。

【0049】

第1の方法によれば、部分的に中和したモノマー、適切にはアクリル酸を架橋剤及び任意的に別の成分を存在させて水溶液中でフリーラジカルポリマー化することによりゲルに変換し、ゲルを粉碎、乾燥、及び磨碎し、望ましい粒子の大きさまで篩いにかける。この溶液ポリマー化は、連続的又は非連続的に行うことができる。

【0050】

また、逆懸濁液及び乳剤ポリマー化は、超吸収性ポリマーの調製に用いることができる。これらの工程によれば、モノマー、好ましくはアクリル酸の水性の部分中和溶液を保護コロイド及び/又は乳化剤の助けを借りて疎水性有機溶媒に分散させ、フリーラジカル開始剤によりポリマー化を開始する。内部架橋剤は、モノマー溶液に溶解してこれと共に計量するか、又は別々に及び任意的にポリマー化の間に加えるかの何れかである。モノマー溶液を通じて又は油相に直接導入することにより、任意的にグラフトベースとして水溶性

10

20

30

40

50

ポリマーを加える。次に、共沸により混合物から水を除去し、ポリマーを濾過して任意的に乾燥する。モノマー溶液に溶解した多機能架橋剤中でポリマー化することにより及び／又はポリマー化段階の間に適切な架橋剤をポリマーの官能基と反応させることにより、内部架橋を実行することができる。

【0051】

1つの特定的な実施形態では、本発明の吸収性構造体に用いるのに適切な超吸収性材料には、少なくとも約75重量パーセントの陰イオン性の1つ又は複数のポリマー又は少なくとも約75重量パーセントの陽イオン性の1つ又は複数のポリマーの何れかを含む架橋超吸収性ポリマーが含まれる。より適切には、超吸収性材料には、少なくとも約85重量パーセントの陰イオン性の1つ又は複数のポリマー又は少なくとも約85重量パーセントの陽イオン性の1つ又は複数のポリマーの何れか、更に適切には、少なくとも約90重量パーセントの陰イオン性の1つ又は複数のポリマー又は少なくとも約90重量パーセントの陽イオン性の1つ又は複数のポリマーの何れかを含む架橋ポリマーが含まれる。

10

【0052】

陰イオン性ポリマーとは、水溶液中でイオン化すると負に荷電したイオンになることができる官能基又は基を含むポリマーを意味するものとする。一般的に、陰イオン性ポリマーに適切な官能基には、以下に限定はしないが、カルボキシル基、スルホン酸基、硫酸基、亜硫酸基、及びリン酸基が含まれる。適切には、この官能基はカルボキシル基である。これらの官能基は、中和された形態であることが好ましい。適切な中和の程度は、少なくとも50%、更に適切には少なくとも60%、更に適切には少なくとも70%である。

20

【0053】

陽イオン性ポリマーは、水溶液中でイオン化すると正に荷電したイオンになることができる官能基又は基を含むポリマーを意味するものとする。一般的に、陽イオン性ポリマーに適切な官能基には、以下に限定はしないが、第1級、第2級、又は第3級アミノ基、イミノ基、イミド基、アミド基、及び第4級アンモニウム基が含まれる。これらの官能基は、中和された形態であることが適切である。適切な中和の程度は、少なくとも50%、更に適切には少なくとも60%、更に適切には少なくとも70%である。

【0054】

合成の陰イオン性超吸収性ポリマーの例には、ポリ(アクリル酸)、ポリ(メタクリル酸)、加水分解されたポリ(アクリルアミド)、ビニルエーテル及び-オレフィンの無水マレイン酸コポリマー、ポリ(ビニル酢酸)、ポリ(ビニルスルホン酸)、ポリ(ビニルホスホン酸)、ポリ(ビニルエーテル)、ポリ(ビニルピロリドン)、ポリ(ビニルモルホリノン)、ポリ(ビニルアルコール)、及びその混合物及びコポリマーのアルカリ金属及びアンモニウム塩又は部分塩が含まれる。天然ベースの陰イオン性ポリマーの例には、カルボキシメチルセルロース、カルボキシメチルデンプン、アルギナート、及びカラギーナンの塩又は部分塩が含まれる。また、ポリアスパラギン酸及びポリグルタミン酸のような合成ポリペプチドは、陰イオン性ポリマーの例とすることができます。合成の陽イオン性超吸収性ポリマーの例には、ポリ(ビニルアミン)、ポリ(アリルアミン)、ポリ(エチレンイミン)、ポリ(アミノプロパノールビニルエーテル)、ポリ(アクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロリド)、ポリ(ジアリルジメチルアンモニウムクロリド)の塩又は部分塩が含まれる。天然ベースの陽イオン性ポリマーの例には、部分脱アセタール化キチン、キトサン、及びキトサン塩が含まれる。また、ポリアスパラギン、ポリリジン、ポリグルタミン、ポリアルギニンのような合成ポリペプチドも陽イオン性ポリマーの例とすることができます。

30

【0055】

一実施形態では、吸収性構造体を製造するのに用いられる超吸収性材料は、個々の粒子の形態である。超吸収性材料粒子は、任意の適切な形状、例えば、螺旋又は半螺旋、立方体、ロッド状、多面体等とすることができます。また、針、薄片、及び纖維のような最大寸法／最小寸法比が大きな粒子形状も本発明で用いられるものとする。また、この吸収性構造体には、超吸収性材料粒子の集塊を用いることができる。超吸収性材料は、様々な長さ

40

50

及び断面寸法とすることができます。

【0056】

本発明によれば、超吸収性材料は、適切な自由膨潤ゲルベッド透過率(GBP)、適切な荷重下吸収性値(AUL)、適切な遠心保持容量(CRC)、適切な対圧力吸収(AAP)値、及び適切なせん断弾性率(G')を含むある一定の液体処理特性を有し、これらの全ては、以下の試験を用いて測定可能である。

【0057】

自由膨潤ゲルベッド透過率試験

本明細書で用いる場合、「自由膨潤ゲルベッド透過率(GBP)試験」では、通常「自由膨潤」条件と呼ばれる条件下で超吸収性材料の膨潤ベッドの透過率を判断する。「自由膨潤」という用語は、これから説明する試験溶液を吸収すると、膨潤を制限する負荷無しに超吸収性材料が膨潤することができることを意味する。「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」を行うのに適切な装置を図1及び図2に示しており、全体的に28で示されている。試験装置28は、全体的に30で示されるサンプル容器、及び全体的に36で示されるピストンが含まれる。ピストン36は、シャフトの縦方向軸に穴を開けた同心円の円筒形穴40を有する円筒形の「LEXAN」シャフト38を含む。シャフト38の両端を機械加工して各々42及び46と呼ばれる上側及び下端を設ける。48と示される重りを一端42に載せるが、これは、その中心の少なくとも一部を通して穴を開けた円筒形の穴48を有する。

【0058】

円形ピストンヘッド50を他端46に位置決めし、各々直径約0.95cmの7つの穴60の同心内側リング、及びこれも各々直径約0.95cmの14の穴54の同心外側リングを設ける。穴54及び60は、ピストンヘッド50の上面から底面まで穴を開けられる。また、ピストンヘッド50には、その中心に開けたシャフト38の端部46を受け取るための円筒形の穴62がある。また、ピストンヘッド50の底面は、2軸延伸400メッシュステンレス鋼スクリーン64で覆うことができる。

【0059】

サンプル容器30は、円筒34及び100メッシュステンレス鋼布スクリーン66を含み、このスクリーン66は、緊縮するまで2軸延伸されて円筒の下端に取り付けられる。図1に68で示される超吸収性材料サンプルは、試験中円筒34内のスクリーン66に支持される。

【0060】

円筒34は、透明「LEXAN」ロッド又は同等の材料に穴を開けて作ることも、「LEXAN」チューブ又は同等の材料を切断して作ることもでき、この内径は約6cm(例えば、断面積が約28.27cm²)、壁の厚さが約0.5cm、高さがほぼ5cmである。排水穴(図示せず)をスクリーン66の上方ほぼ4.0cmの高さで円筒34の側壁に形成して液体が円筒から排水されるようにし、これによってサンプル容器内の流体レベルをスクリーン66の上方ほぼ4.0cmに維持する。ピストンヘッド50は、「LEXAN」ロッド又は同等の材料から機械加工され、高さがほぼ16mm、直径は、壁の間隙が最小であるが自由に摺るように円筒34内部に適合する大きさにされる。シャフト38は、「LEXAN」ロッド又は同等の材料から機械加工され、外径が約2.22cm、内径が約0.64cmである。

【0061】

シャフトの上端42は、ほぼ2.54cmの長さで直径がほぼ1.58cmの環状肩部47を形成し、重り48を支持する。環状重り48の内径は約1.59cmとし、シャフト38の上端42に滑ってその上に形成された環状肩部47に載るようになっている。環状重り48は、ステンレス鋼又は0.9重量%塩化ナトリウム蒸留水溶液である試験溶液が存在しても耐腐蝕性がある他の適切な材料で作ることができる。ピストン36及び環状重り48を組み合わせた重量は、ほぼ596グラム(g)に等しく、これは、サンプル68に印加されたサンプル面積約28.27cm²に亘る圧力約0.3ポンド/平方インチ

10

20

30

40

50

(p s i) 又は約 2 0 . 7 ダイン / cm^2 に対応する。

【 0 0 6 2 】

以下に説明するように試験中に試験溶液が試験装置を通って流れると、サンプル容器 3 0 は、一般的に、16 メッシュ硬質ステンレス鋼支持スクリーン（図示せず）上に載る。代替的に、サンプル容器 3 0 は、支持輪が容器の底面からの流れを制限しないように円筒 3 4 と実質的に同じ直径の支持輪（図示せず）に載せることができる。

【 0 0 6 3 】

「自由膨潤」条件下で「ゲルベッド透過率試験」を行うために、その上に重り 4 8 を置いたピストン 3 6 を空のサンプル容器 3 0 に入れ、重り 4 8 の底面から円筒 3 4 の上面までの高さをキャリバー又は 0 . 0 1 mm までの精度の適切なゲージを用いて測る。各サンプル容器 3 0 を空にして高さを測り、複数の試験装置を用いる場合は、どのピストン 3 6 及び重り 4 8 を用いたかを把握しておくことが重要である。サンプル 6 8 を飽和させた後に膨潤させる場合には、測定に同じピストン 3 6 及び重り 4 8 を用いる必要がある。

10

【 0 0 6 4 】

試験するサンプルは、米国標準 3 0 メッシュスクリーンを通して予め篩いにかけ、米国標準 5 0 メッシュスクリーン上に保持された超吸収性材料粒子から調製される。その結果、試験サンプルは、約 3 0 0 ~ 約 6 0 0 ミクロンの範囲の大きさの粒子を含む。粒子は、手動又は自動で予め篩に掛けることができる。ほぼ 0 . 9 グラムのサンプルをサンプル容器 3 0 に入れ、次に、ピストン 3 6 及び重り 4 8 が入っていない容器を約 6 0 分の期間に亘って試験溶液に沈め、サンプルを飽和させて何ら制限負荷をかけずに膨潤させる。

20

【 0 0 6 5 】

この期間が終わった時点で、ピストン 3 6 及び重り 4 8 アセンブリをサンプル容器 3 0 内の飽和サンプル 6 8 上に置き、その後、サンプル容器 3 0 、ピストン 3 6 、重り 4 8 、及びサンプル 6 8 を溶液から取り出す。初期の高さ測定からゼロ点が変化していなければ、先に用いたのと同じキャリバー又はゲージを用いて再び重り 4 8 の底面から円筒 3 4 の上面までの高さを測定することにより飽和サンプル 6 8 の厚さを判断する。サンプル 6 8 を飽和した後に得られた高さの測定値から空のサンプル容器 3 0 、ピストン 3 6 、及び重り 4 8 を測定することによって得た高さの測定値を差し引く。得られる値が厚さ、すなわち、膨潤サンプルの高さ「 H 」である。

【 0 0 6 6 】

30

透過率測定は、飽和サンプル 6 8 、ピストン 3 6 、及び重り 4 8 を入れたサンプル容器 3 0 に試験溶液の流れを供給することにより開始される。試験溶液の容器内への流量を流体の高さがサンプル容器の底面の上方約 4 . 0 cm に維持されるように調節する。サンプル 6 8 を通過する溶液の量対時間は、重量測定法で測定する。データ点は、流体レベルが安定して高さ約 4 . 0 cm に維持された時に、少なくとも 2 0 秒間毎秒収集する。膨潤サンプル 6 8 を通る流量 Q は、サンプル 6 8 を通る流体（グラム）対時間（秒）の線形最小二乗当て嵌めによりグラム / 秒 (g / s) 単位で判断される。

【 0 0 6 7 】

cm^2 での透過率は、以下の式により得られる。

【 0 0 6 8 】

40

$$K = [Q^* H^* M u] / [A^* R h o^* P]$$

【 0 0 6 9 】

ここで、 K = 透過率 (cm^2) 、 Q = 流量 (g / 秒) 、 H = サンプルの高さ (cm) 、 $M u$ = 液体粘性 (ポアズ) (この試験で用いる試験溶液では約 1 センチポアズ) 、 A = 液体流の断面積 (cm^2) 、 $R h o$ = 液体密度 (g / cm^3) (この試験で用いる試験溶液では約 1 g / cm^3) 、 P = 静水圧 (ダイン / cm^2) (通常、約 3 , 9 2 3 ダイン / cm^2) である。静水圧は、以下の式から計算される。

【 0 0 7 0 】

$$P = R h o^* g^* h$$

【 0 0 7 1 】

50

ここで、 Rho = 液体密度 (g / cm³)、 g = 通常 981 cm / 秒² の重力加速度、 h = 例えれば本明細書に説明する「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」では 4.0 cm である流体高さである。

【0072】

最低 3 つのサンプルを試験し、結果を平均してサンプルの自由膨潤ゲルベッド透過率を判断する。サンプルは、23 ± 1 、相対湿度 50 ± 2 パーセントで試験される。

【0073】

荷重下吸収性試験

「荷重下吸収性 (AUL) 試験」では、材料に 0.9 psi の荷重をかけている間に、室温での 0.9 重量パーセント塩化ナトリウム蒸留水溶液 (試験溶液) を超吸収性材料が吸収する機能を測定する。AUL 試験を行うための装置 106 を図 3 に示しており、これには、米国マサチューセッツ州ダナーズ所在の「M/K Systems」から入手可能な「重力測定吸収性試験システム (GATS)」と、「INDA 技術シンポジウム紀要」、1974 年 3 月の 129 ~ 142 頁に Lichstein により説明されたシステムと同様の全体的に 100 で示す「デマンド吸収性試験器 (DAT)」を含む。

10

【0074】

試験装置には、空洞 102 が形成され、空洞に多孔性プレート 103 が置かれ、プレートを通じて伸びる複数の内腔 104 により形成された全体的に 101 で示す直径約 2.5 4 cm の中心多孔域を有する試験スタンド (図 4) が更に含まれる。図 4 に示す空洞 102 の直径は約 3.2 cm、多孔性プレート 103 の直径は約 3.1 cm であり、各々直径が約 0.3 cm の 7 つの内腔 104 を含む。内腔 104 の 1 つは中心に位置し、残りの 6 つの内腔は、中心内腔の中心から各隣接内腔の中心までの間隔が約 1 センチメートルになるように中心内腔の周りに同心円状に位置決めされる。

20

【0075】

試験する超吸収性材料のサンプル 110 を収容するためのサンプル容器は、円筒 112 及び緊縮するまで 2 軸延伸されて円筒の下端に取り付けられたステンレス鋼布スクリーン 114 を含む。円筒 112 は、透明「LEXAN」ロッド又は同等の材料に穴を開けて作ることも、「LEXAN」チューブ又は同等の材料から切断して作ることもでき、内径が約 1 インチ (約 2.54 cm) である。ステンレス鋼布スクリーン 114 は、100 メッシュスクリーンであることが適切である。

30

【0076】

円板又はピストン 116 は、「LEXAN」ロッド、「Plexiglass」、又は同等の材料から機械加工して作ることができ、直径の大きさは、円筒 112 内に適合して壁の間隙が最小であるが自由に摺るようにされる。ピストン 116 の高さはほぼ 0.8 cm であり、ピストンの重量は、約 4.4 グラムにして容器内のサンプルの断面積に亘る荷重が約 0.01 psi となるようにすることが適切である。重り 118 の大きさは、サンプル上の荷重を増大させるために (例えば、ピストンの重量に加えて)、ピストン 116 上に着座するような大きさにされる (例えば、直径が約 2.6 cm)。例えば、約 317 グラムの重りを用いて容器内のサンプルの断面積に亘って約 0.9 psi の荷重 (例えば、ピストン重量を含む) を与える。

40

【0077】

空洞 102 及び従って多孔性プレート 103 は、適切な導管 122 を通じて試験溶液 (室温の 0.9 重量パーセント塩化ナトリウム蒸留水溶液) を含むリザーバ 120 と流体連通する。図 3 に示すように、リザーバ 120 を静電気秤 108 上に置く。

【0078】

サンプルが約 300 ~ 約 600 ミクロンの粒子の大きさの粒子を含むように米国標準 30 メッシュスクリーンを通して選別し、米国標準 50 メッシュスクリーン上に保持することにより、約 0.160 グラム重さの超吸収性材料のサンプル 110 を調製する。サンプルは、適切な秤量紙に載せて秤量した後にサンプル容器 (ピストン 116 を除去したもの) に入れ、粒子が容器の底面でスクリーンの表面を覆うようにする。サンプル容器を軽く

50

叩き、容器内の粒子ベッドを水平にする。

【0079】

「A U L 試験」は、多孔性プレートに形成されてリザーバ 120 から多孔性プレートへ導管 122 を通じて供給される試験溶液により飽和することができる内腔 104 の上の多孔性プレート 103 上に円形片の G F / A ガラス濾紙 124 を置くことにより開始される。紙 124 は、円筒 112 の内径より大きく、外径よりも小さい大きさにして、内腔 104 を超えて蒸発することを防ぎながら確実に良好に接触するようになることが適切である。静電気秤 108 は、この時点でゼロに合わせる。ピストン 116 及び重り 118 を上述の容器内のサンプル上に置き、容器（サンプルを有し、そこにピストン及び重りがある）を飽和ガラス濾紙 124 を覆ってプレート 103 の上に置き、導管 122 、プレート 102 の内腔 104 、及び濾紙を通じて試験溶液が容器内のサンプルに取り込まれるようにする。10

【0080】

静電気秤 108 は、約 60 分間に亘って試験溶液がサンプルに流れるのを測定するのに用いられる。約 60 分後にサンプルに取り込まれた溶液の量（グラム）をサンプルの乾燥重量（例えば、約 0.160 グラム）で割ったものが、液体グラム / サンプル重量グラムでのサンプルの A U L 値である。

【0081】

測定の精度を保証するために 2 つの検査を行うことができる。第 1 に、ピストン 116 がサンプル容器の底面でスクリーン 114 の上方に上昇する高さにピストンの断面積を掛けたものは、60 分間に亘ってサンプルに吸い込まれた溶液の量に当然等しい。第 2 に、試験の前（例えば、超吸収性材料が乾燥している時）及び後にサンプル容器の重さを量ることができ、この重量の差は、60 分間に亘ってサンプルに吸収された溶液の量に当然ほぼ等しい。20

【0082】

最低でも 3 回の試験を行い、結果を平均して 0.9 p s i での A U L 値を判断する。サンプルは、23 ± 1 、相対湿度 50 ± 2 パーセントで試験する。

【0083】

遠心保持容量試験

「遠心保持容量（ C R C ）試験」では、超吸収性材料が飽和され、制御された条件下で遠心分離された後に液体を保持する機能を測定する。得られる保持容量は、サンプルの重量グラム当たりに保持される液体グラム（ g / g ）で示される。試験されるサンプルは、米国標準 30 メッシュスクリーンを通して予め篩に掛け、米国標準 50 メッシュスクリーンに保持される粒子で調製される。その結果、サンプルは、約 300 ~ 約 600 ミクロンの範囲の大きさの粒子を含む。粒子は、手動又は自動で予め篩に掛け、試験まで密封した気密容器に保存される。30

【0084】

保持容量は、0.2 ± 0.005 グラムの予め篩に掛けたサンプルをサンプルが試験溶液（0.9 重量パーセント塩化ナトリウム蒸留水溶液）を自由に吸収するようになる水透過性バッグに入れることにより測定される。モデル名称「 1234 T 」ヒートシール可能濾紙として米国コネチカット州ウィンザーロック所在の「 Dexter Corporation 」から入手可能なもののようないヒートシール可能ティーバッグ材料は、ほとんどの用途で良好に働くものである。バッグは、バッグ材料の 5 インチ × 3 インチサンプルを 2 つ折りにし、開放端部の 2 つをヒートシールして 2.5 インチ × 3 インチの矩形小袋を形成することにより形成される。ヒートシールは、材料の縁の約 0.25 インチ内側とすべきである。サンプルを小袋に入れた後に、小袋の残りの開放縁部もヒートシールする。対照として用いるために空のバッグも作られる。試験には 3 つのサンプル（例えば、充填して密封したバッグ）を調製する。直ちに密封容器に入れない場合は調製した後の 3 分以内に充填バッグを試験する必要があり、直ちに密封容器に入れた場合には、充填バッグは調製してから 30 分以内に試験すべき4050

である。

【0085】

バッグは、3インチ開口部を有する2つの「TEFLON（登録商標）」コーティング繊維ガラススクリーン（米国ニューヨーク州ピーターズバーグ所在の「Taconic Plastics, Inc.」）の間に挟み、23の試験溶液の皿に浸して、バッグが完全に濡れるまでスクリーンを確実に押さえつける。湿潤後、サンプルは溶液中に約30±1分保持し、その時点で溶液から取り出し、一時的に非吸収性の平坦な表面に置く。複数の試験に対しては、皿で24のバッグを飽和させた後皿を空にして新しい試験溶液を補充すべきである。

【0086】

湿潤バッグは、次に、サンプルに約350Gの力を掛けることができる適切な遠心分離機のバスケットに入れる。適切な遠心分離機の1つは、水収集バスケット、デジタルrpmゲージ、及びバッグサンプルを保持して排水するように構成された機械排水バスケットを有する「Heraeus LaboFuge 400」である。複数のサンプルを遠心分離する場合には、サンプルは、回転する時にバスケットの均衡を取るために遠心分離機内で対向する位置に置く必要がある。バッグ（湿潤した空のバッグを含む）を約1,600rpmで3分間遠心分離する（例えば、目標の約350Gの力を達成するために）。バッグを取り出して重さを量るが、空のバッグ（対照）の重さを最初に量り、続いてサンプルを含むバッグを量る。サンプルに保持される溶液の量は、バッグ自身に保持される溶液を考慮すると、流体グラム/サンプルグラムで表されるサンプルの遠心保持容量（CRC）である。より詳細には、保持容量は、以下のように判断される。

（遠心分離後のサンプル/バッグ重量 - 遠心分離後の空のバッグ重量 - 乾燥サンプル重量）/（乾燥サンプル重量）

【0087】

3つのサンプルを試験し、結果を平均して超吸収性材料の保持容量（CRC）を判断する。サンプルは、23±1、相対湿度50±2パーセントで試験する。

【0088】

対圧力吸収（AAP）試験

水吸収ポリマー化物が所定の圧力（「対圧力吸収（AAP）」（0.7psi = 49g/cm²））下でリザーバから液体を吸収する機能は、次のように判断される。すなわち、底面としてスクリーン布（メッシュ幅 = 400メッシュ）を有するプラスチック円筒（内径 = 6cm、高さ = 5cm）内に超吸収性材料の900mgサンプルを秤量して均等に分散し、プラスチックプレート（直径 = 5.98cm）の形態の所定の重りを金属ピストン（直径 = 5.98cm）と共に用いて秤量する。プラスチックプレートは、サンプルと金属ピストンの間に置く。その後、濾紙で覆って0.9%NaCl溶液に浸漬したガラス濾過プレート（直径 = 12cm、空隙率 = 0）上に全試験ユニットを置く。濾過プレートは、その上縁までNaCl溶液に挿入されている。サンプルに60分間液体を吸収させる。

【0089】

プラスチックスペーサ、次に、ステンレス鋼重りを注意して円筒内に入れる。完全なAAP装置の重量を記録する（A）。ステンレス鋼の重りは、約49g/cm²の圧力荷重を及ぼす大きさにされる。（49g/cm² = 0.7psiであることに注意されたい。）

【0090】

1時間後、膨潤サンプルを有する装置の重さを再び量り、その重量を記録する（B）。次の式により、サンプルグラム当たりに保持されたNaCl溶液のグラム量を計算する。

【0091】

$$AAP = (B - A) / E$$

【0092】

ここで、AAPは、0.7psiでのg/gである。Aは、試験溶液を吸収する前のサ

10

20

30

40

50

ンプルを有する A A P 装置の重量 (g) である。 B は、試験溶液を 1 時間吸収した後のサンプルを有する A A P 装置の重量 (g) であり、 E は、サンプルの乾燥重量 (g) である。

【 0 0 9 3 】

せん断弾性率試験

「せん断弾性率試験」では、超吸収性材料のゲル強度又はゲル変形傾向を測定する。せん断弾性率は、膨潤超吸収性材料を通るねじれせん断波の速度を測定するための「 R a n k B r o t h e r s P u l s e S h e a r o m e t e r 」(図 8) の使用を伴う手順によって測定される。本方法は、応力と歪みの間の位相角シフトを測定することに依存する従来の一定応力又は一定歪み流量計を用いる表面架橋超吸収性構造体のせん断弾性率を測定することに伴う問題の多くを回避するものである。 「 S h e a r o m e t e r 」は、全体的に図 8 に 170 で示されており、これには、円形下側プレート又は円板 172 が含まれ、この上に超吸収性材料の膨潤サンプルを置く。この試験に関しては、「 R a n k P u l s e S h e a r o m e t e r (登録商標) 」のための操作マニュアル「せん断弾性率測定のための簡単なソリューション」を参照されたい。器具は、ねじれせん断波が一对の平行円板 172 及び 174 の間を伝播することができるよう構成される。各円板は圧電変換器に装着され、その一方は、せん断波を開始するのに用いられ、他方は、短時間後にこの波が到達するのを検出するのに用いられる。円板の分離は、ネジ調節 176 により変化させ、その後、ダイアルゲージ 178 で測定することができる。各円板分離に対してせん断波の伝播時間を測定する。次に、円板分離に対してプロットした伝播時間のグラフの傾きから波速を判断することができる。次に、せん断弾性率の値は、以下の近似式から計算することができる。

【 0 0 9 4 】

$$G = p V^2$$

【 0 0 9 5 】

ここで、 G は、 $N M^{-2}$ でのせん断弾性率、 p は、 $kg \cdot m^{-3}$ でのサンプルの密度、 V は、 $m s^{-1}$ での波伝播速度である。

【 0 0 9 6 】

試験するサンプルは、そのゲル容積まで合成尿中で膨潤させる。過剰な自由合成尿を正確に 1 分間の緊張に亘って 2 つのペーパータオル上で吸い取ることによりサンプルから除去する。

【 0 0 9 7 】

超吸収性構造体サンプルのせん断弾性率 (G') を次の式から計算する。

【 0 0 9 8 】

$$G' = \text{密度} \times (\text{せん断波速}) \times (\text{せん断波速})$$

【 0 0 9 9 】

サンプルの弾性は、次のように波の速度に関連させることができる。すなわち、せん断波がサンプルを通過する場合には、動的弾性率 (弾性) の保存成分 G' は、次の式で表すことができる。

【 0 1 0 0 】

$$G' = [V^2 (1 - n^2)] / (1 + n^2)^2$$

【 0 1 0 1 】

ここで、 V は光の伝播速度、 n はサンプルの密度、 n は波長の臨界減衰長さに対する比率である。せん断弾性率の測定値は、連合王国ブリストル所在のブリストル大学の「 B r i s t o l C o l l o i d C e n t e r 」のようなコンサルトグループから得ることができる。また、「 R a n k S h e a r o m e t e r s 」は、インターネットでも提供されている。

【 0 1 0 2 】

せん断弾性率試験を行うための準備には、合成尿を調製する段階が含まれ、これは、 1 % 水性「 T r i t o n X - 100 」を 7.50 g 、塩化ナトリウムを 30.00 g 、無

10

20

30

40

50

水 CaCl_2 を 0.68 g、 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を 1.80 g、及び脱イオン水を 3000.0 g 使用して作られる。

【0103】

約 90 g の合成尿を 3 つの大きなビーカに入れる。次に、ほぼ 3.00 g の超吸収性材料のサンプルを各 3 つのアルミニウム秤量皿に入れる。各サンプルを合成尿の各ビーカに加え、計時を開始する。各サンプルを平衡値まで、一般的に 30 分間膨潤させる。各サンプルを攪拌し、完全に均質に液体が分配されるようにする。大きな金属スパチュラを用いてビーカから水化サンプルを除去し、半分に折って重ねられたキンバリー・クラークから入手可能な 2 つの「Wipe Alls L20 Kimtowel (登録商標)」上に均等に広げる。サンプルを「Wipe Alls」上で正確に 60 秒吸い取る。スパチュラを用いて、サンプルをタオルに少しだけ押し付けながらペーパータオルの上にサンプルを広げる。サンプルを分配するのに必要な力以上の力は加えない。60 秒後にサンプルをスパチュラで擦り取り、ビーカに戻す。サンプルを測定するまで、ビーカにはホイル又はフィルムで覆いをする。

【0104】

サンプルのせん断弾性率は、サンプル調製の 1 時間以内に測定する。各サンプルを「Shearometer」管に移して下側円板 172 上に置き、下側円板の上方少なくとも 18 mm の高さまで「Shearometer」管を満たす。上面円板が底面円板から正確に 12 mm の距離になるまで上面円板 174 をゆっくり下げる。ねじれ波が 1 mm ずつの減分で測定して円板間隔 12 mm ~ 6 mm のサンプルを通過するのに必要な時間を測定することにより、せん断弾性率 G' を測定して記録する。線形時間の円板分離距離に対するプロットの傾きにより、せん断弾性率 G' を計算するのに用いられるせん断波速が得られる。

【0105】

一実施形態では、本発明の吸収性構造体を製造するのに有用な超吸収性材料の保持容量 (CRC) は、上述の「遠心保持容量試験」で判断すると、少なくとも 25 グラム液体 / 超吸収性材料グラム (g / g) であることが適切である。別の実施形態では、超吸収性材料の保持容量 (CRC) は、「遠心保持容量試験」で判断すると、少なくとも約 27.5 g / g、更に適切には、少なくとも約 30 g / g とすることができます。

【0106】

また、超吸収性材料の自由膨潤ゲルベッド透過率 (GBP) は、上述の「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」により判断すると、適切には少なくとも $350 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ 、更に適切には、少なくとも約 $400 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ 、更に適切には、少なくとも約 $500 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ である。別の実施形態では、超吸収性材料の自由膨潤ゲルベッド透過率は、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」で判断すると、適切には少なくとも $575 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ 、更に適切には、少なくとも約 $600 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ 、更に適切には、少なくとも約 $700 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ 、更に適切には、少なくとも約 $800 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ 、更に適切には、少なくとも約 $900 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ 、更に適切には、少なくとも約 $1,100 \times 10^{-9} \text{ cm}^2$ である。

【0107】

超吸収性材料の 0.9 psi での「荷重下吸収性」値 (0.9 AUL とも呼ばれる) を上述の「AUL 試験」により判断すると、適切には少なくとも 15 グラム液体 / 超吸収性材料の重量グラム (g / g)、更に適切には、少なくとも約 18 g / g、更に適切には、少なくとも約 19 g / g、更に適切には、少なくとも約 20 g / g である。

【0108】

実施例

以下の実施例は、本発明を更に説明するために提供され、特許請求の範囲を限定しないものである。特に説明しなければ、全ての部及びパーセントは重量によるものである。

【実施例 1】

【0109】

10

20

30

40

50

断熱平底反応槽に入れた 3090.26 g の蒸留水に 1866.7 g の 50% NaOH を加え、25まで冷却した。次に、この苛性溶液に 800 g のアクリル酸を加え、溶液を再び 25まで冷却した。次に、9.6 g のポリエチレングリコール(300)ジアクリレートを含む 1600 g のアクリル酸の第2の溶液を第1の溶液に加え、続いて 15まで冷却し、10モルのエトキシル化が行われた 9.6 g のモノアリルエーテルアクリレートを加え、更に 5まで冷却し、これらを全て攪拌しながら行った。このモノマー溶液を次に断熱状態で 100 ppm 水素過酸化物、200 ppm アゾ-ビス-(2-アミジノ-プロペン)ジヒドロクロリド、200 ppm 過硫酸ナトリウム、及び 40 ppm アスコルビン酸(全て水溶液)の混合物でポリマー化し、25分間 T_{max} 近くに保持した。得られるゲルを切り刻んで「Hobart 4M6」という市販の押出し機で押し出し、
10 続いて 175 の「Procter & Schwartz Model 062」強制通風オーブンに入れ、上向き流で 10 分間、下向き流で 6 分間、20 インチ × 40 インチの穿孔金属トレイに載せて最終製品水分レベルが 5 重量% 未満になるまで乾燥した。乾燥材料は、「Prodeva Model 315-S」破碎機で粗く粉碎し、「MPI 666-F」3段階ローラミルで微粉碎し、「Minox MTS 600 DS 3V」で篩って 850 ミクロンよりも大きい粒子及び 150 ミクロンよりも小さい粒子を除去した。
20 400 g の篩った粉末を次に 0.2 重量% カオリン(Neogen DGH)と均質に配合し、続いて、SAP 粒子を空气中で流動化させながら、細かい霧のスプレーを用いて 0.5 重量% 硫酸アルミニウム及び 1.0 重量% エチレンカーボネートを 12 g の水に溶かした溶液を均質にスプレーで付加した。次に、コーティングした材料を 186 の電気加熱パドル乾燥器に入れて 25 分間加熱した。

【実施例 2】

【0110】

モノマー溶液には、12.0 g のポリエチレングリコール(300)ジアクリレート及び 10 モルのエトキシル化が行われた 12.0 g のモノアリルエーテルアクリレートを除けば実施例 1 と同様のものが用いられる。

【実施例 3】

【0111】

断熱平底反応槽に入れた 3090.26 g の蒸留水に 1866.7 g の 50% NaOH を加え、25まで冷却した。次に、この苛性溶液に 800 g のアクリル酸を加え、溶液を再び 25まで冷却した。次に、120 g の 50 重量% メトキシポリエチレングリコール(750)モノメタクリレートのアクリル酸溶液及び 3 モルのエトキシル化が行われた 6.0 g のトリメチロールプロパントリアクリレートを含む 1600 g のアクリル酸の第2の溶液を第1の溶液に加え、続いて 15まで冷却し、10モルのエトキシル化が行われた 10.8 g のアリルエーテルアクリレートを加え、更に 5まで冷却し、これらを全て攪拌しながら行った。このモノマー溶液を次に断熱状態で 100 ppm 水素過酸化物、125 ppm アゾ-ビス-(2-アミジノ-プロペン)ジヒドロクロリド、300 ppm 過硫酸ナトリウム及び 30 ppm エリソルビン酸ナトリウム(全て水溶液)の混合物でポリマー化し、25分間 T_{max} 近くに保持した。得られるゲルを切り刻んで「Hobart 4M6」という市販の押出し機で押し出し、
30 続いて 175 の「Procter & Schwartz Model 062」強制通風オーブンに入れ、上向き流で 10 分間、下向き流で 6 分間、20 インチ × 40 インチの穿孔金属トレイに載せて最終製品水分レベルが 5 重量% 未満になるまで乾燥した。乾燥材料は、「Prodeva Model 315-S」破碎機で粗く粉碎し、「MPI 666-F」3段階ローラミルで微粉碎し、「Minox MTS 600 DS 3V」で篩って 850 ミクロンよりも大きい粒子及び 150 ミクロンよりも小さい粒子を除去した。
40 400 g の篩った粉末を次に 0.5 重量% ヒュームドアルミナ(Degussa Aluminumoxid C)と均質に配合し、続いて、SAP 粒子を空气中で流動化させながら、細かい霧のスプレーを用いて、0.2 重量% 硫酸アルミニウム及び 0.1 重量% ココアンホプロピオン酸 2 ナトリウム、0.5 重量% テトラエチレングリコールジメチルエーテル、及び 1.0 重量% エチレン
50

カーボネートを 5 g の水に溶かした溶液を均質にスプレーで付加した。次に、コーティングした材料を 180 の「General Signal / BM Model OV-5 10A-3」強制通気オーブンに入れて 20 分間加熱した。

【実施例 4】

【0112】

断熱平底反応槽に入れた 3090.26 g の蒸留水に 1866.7 g の 50% NaOH を加え、25 まで冷却した。次に、この苛性溶液に 800 g のアクリル酸を加え、溶液を再び 25 まで冷却した。次に、120 g の 50 重量% メトキシポリエチレングリコール (750) モノメトキシレートのアクリル酸溶液及び 3 モルのエトキシル化が行われた 14.4 g のトリメチロールプロパントリアクリレートを含む 1600 g のアクリル酸の第 2 の溶液を第 1 の溶液に加え、続いて 15 まで冷却し、10 モルのエトキシル化が行われた 14.4 g のヒドロキシモノアリルエーテルを加え、更に 5 まで冷却し、これらを全て攪拌しながら行った。このモノマー溶液を次に断熱状態で 100 ppm 水素過酸化物、200 ppm アゾ-ビス-(2-アミジノ-プロペン)ジヒドロクロリド、200 ppm 過硫酸ナトリウム及び 40 ppm アスコルビン酸(全て水溶液)の混合物でポリマー化し、25 分間 T_{max} 近くに保持した。得られるゲルを切り刻んで「Hobart 4M6」という市販の押出し機で押し出し、続いて 175 の「Procter & Schwartz Model 062」強制通風オーブンに入れ、上向き流で 10 分間、下向き流で 6 分間、20 インチ × 40 インチの穿孔金属トレイに載せて最終製品水分レベルが 5 重量% 未満になるまで乾燥した。乾燥材料は、「Prodeva Model 315-S」破碎機で粗く粉碎し、「MPI 666-F」3 段階ローラミルで微粉碎し、「Minox MTS 600 DS 3V」で篩って 850 ミクロンよりも大きい粒子及び 150 ミクロンよりも小さい粒子を除去した。400 g の篩った粉末を次に 0.5 重量% ヒュームドシリカ「Aerosil 200」と均質に配合し、続いて、SAP 粒子を空气中で流動化させながら、細かい霧のスプレーを用いて、0.01 重量% 硫酸アルミニウム及び 1.0 重量% エチレンカーボネートを 4 g の水に溶かした溶液を均質にスプレーで付加した。次に、コーティングした材料を 176 の電気加熱パドル乾燥器に入れて 135 分間加熱した。

【0113】

実験 1

実施例 1 ~ 実施例 4 で示した各超吸収性材料に対してその液体処理特性を判断するために、「遠心保持容量試験」、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」、「せん断弾性率試験」、及び「対圧力吸収試験」を行った。

【0114】

その結果を以下の表 1 に示す。

【0115】

(表 1)

10

20

30

40

	C R C (g / g)	自由膨潤G B P ($\times 10^{-9}$ cm ²)	G' (ダイン / cm ²)	A A P (g / g)
実施例 1	3 0	6 1 2	6 8 9 9	2 1. 2
実施例 2	2 9	8 6 2	7 7 7 7	2 2. 4
実施例 3	3 1	8 3 6	5 1 8 2	1 9. 7
実施例 4	2 7. 8	1 4 5 6	6 8 7 2	2 0. 8

【 0 1 1 6 】

比較のために、様々な市販の超吸収性材料にも「遠心保持容量試験」、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」、「せん断弾性率試験」、及び「対圧力吸収試験」を行ってその液体処理特性を判断した。

【 0 1 1 7 】

その結果を以下の表 2 に示す。

10

20

30

40

【 0 1 1 8 】

(表 2)

	CRC(g/g)	G' (dynes/cm ²)	自由膨潤GBP (×10 ⁻⁹ cm ²)	0.7psiでのAAP (g/g)
Sanwet 770H	32.4	4305	58	22.3
Hy-Sorb M 7055	33.1	4276	55	24.2
Hysorb 100	26.3	5649	95	24
BASF 2300	33.4	4034	58	19.7
BASF 7050	31.1	5033	62	26.5
BASF 2260	23.9	9025	553	19.5
BASF ASAP 2000	31.4	3688	50	21
Sumitomo SA60	32.5	3196	37	13
Kolon GS3400	30.4	6818	186	22.6
Kolon G53000	38.9	2811	20	22
DryTech 2035M	30.4	7138	35	15.1
DOW S100R	28.2	6032	88	24.3
Aqualic CAB	34.4	3356	176	17.4
Pampers Baby Dry おむつからのSAP	28.4	5746	143	20.6
Pampers Premium おむつからのSAP	30.8	5573	130	23.3
Pampers Cruisers からのSAP	28.9	6866	154	22.2
LuvのおむつからのSAP	27.3	6954	137	22.0
Huggies超薄型 おむつからのSAP	21.5	11490	408	20.9
Huggies Overnites からのSAP	29.6	6889	110	10.5
Huggies Supremes からのSAP	22.2	11360	325	18.0
White Cloud おむつからのSAP	22.1	9785	435	14.4
White Cloud トレーニングパンツからのSAP	22.3	9490	373	13.3
Waigreens UltraValue おむつからのSAP	26.9	7590	278	15.9
DriBottoms おむつからのSAP	22.4	9545	273	14.4
PaperPak大人用ブリーフ から回収したSAP	39.5	4554	10	13.1

【0119】

40

実験 2

以下の表3に示す様々な超吸収性材料に「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」、「荷重下吸収性試験」、及び「遠心保持容量試験」を行い、その液体処理特性を判断した。表3の超吸収性材料A及びBは、米国ノースカロライナ州グリーンズボロ所在の「Stockhausen, Inc.」から各々モデル名称「SXM 880」及び「SXM 9543」で市販されている従来の超吸収性材料である。超吸収性材料Cは、米国オハイオ州シンシナチ所在の「Procter & Gamble Co.」から商品名「Pampers Baby Dry」で入手可能な従来のおむつから回収した超吸収性材料である。超吸収性材料D～Mは、米国ノースカロライナ州グリーンズボロ所在の「Stockhausen, Inc.」によって本発明により製造された超吸収性材料である。より詳細には

50

、超吸収性材料D～Iは、本発明により「Stockhausen」により作られた実験的超吸収性材料であり、各々「SP-1389」(上述の実施例1)、「SP-1390」(上述の実施例2)、「SP-1391」、「SP-1392」、「SP-1393」(上述の実施例3)、及び「SP-1394」(上述の実施例4)と呼ばれるものである。超吸収性材料J～Mは、本発明によって「Stockhausen」により作られた付加的な実験的超吸収性材料であり、各々「SP-1395」、「SP-1396」、「SR-1401」、及び「SR-1402」と呼ばれるものである。

【0120】

その結果を以下の表3に示す。

【0121】

(表3)

超吸収性材料	CRC (g/g)	AUL(g/g)				自由膨潤GBP($\times 10^{-9} \text{ cm}^2$)
		0.01psi	0.3psi	0.6psi	0.9psi	
A	29.9	46.9	31.8	26.8	23.4	60
B	23.3	35.2	26.2	23.0	20.6	300
C	29.4				22.8	98
D	31.0	45.6	29.3	24.5	20.1	528
E	28.8	44.4	28.3	23.8	20.7	846
F	30.5	44.9	28.1	23.0	18.6	467
G	29.0	43.1	26.9	22.7	19.2	577
H	30.4	44.5	28.7	22.3	19.0	716
I	28.6	43.4	27.9	22.5	19.5	917
J	30.6	44.9	29.1	23.5	18.7	624
K	27.5	41.5	27.3	22.1	19.2	1140
L	31.6	46.9	26.2	20.6	15.6	485
M	27.3	44.2	27.6	23.0	18.5	1173

【0122】

本発明の吸収性構造体は、空気形成、空気堆積、コフォーム、ポンデッドカーデッドのような任意の従来の方法で形成することができ、又は、纖維及び超吸収性材料が混合して不織ウェブを形成する他の公知の技術で形成することもできる。例えば、吸収性構造体は、代替的に、最初にモノマーを纖維にスプレーし、次にモノマーをポリマー化及び架橋して超吸収性材料を形成する段階を一般的に含む原位置ポリマー化により形成することができる。別の代替方法では、吸収性構造体は、超吸収性材料が透過性で親水性の纖維又はウェブの少なくとも1つの層上又はこのような層の間に一様に又はパターン化したアレイに配置された積層体とすることができる。

【0123】

吸収性構造体は、実質的に、意図する目的に適切な任意の形状及び大きさとすることができる。また、吸収性構造体は、並列型の関係又は表面と表面を合わせる関係に位置決めすることができる2つ又はそれ以上の不織ウェブ又は層を含むことができ、隣接するウェブ又は層の全て又は一部分を互いに固定して吸収性構造体を形成することができる。

【0124】

超吸収性材料は、親水性纖維と実質的に均質に混合し、吸収性構造体中に超吸収性材料及び纖維を均一に分配することができる。代替的に、超吸収性材料は、構造体の幅に亘り、長さに沿い、及び/又は厚さに亘るよう吸収性構造体に不均一に分配し、内部に超吸

10

20

30

40

50

吸収性材料が分配された構造体の個別の目標領域又は区域を形成することができる。また、吸収性構造体内の超吸収性材料の濃度は、吸収性構造体の厚さの全体又は一部を通して、幅の全体又は一部に亘って及び／又は長さの全て又は一部に沿って不均一とすることができる。

【0125】

一般的に、吸収性構造体内の超吸収性材料の全濃度は、吸収性構造体の総重量に基づいて90重量パーセント又はそれ以下であることが適切であるが、いずれにしてもゼロよりは大きい。一実施形態では、吸収性構造体内の超吸収性材料の濃度は、適切には約30～約90重量パーセントの範囲、更に適切には、約40～約90重量パーセントの範囲、更に適切には、約40～約80重量パーセントの範囲である。別の実施形態では、吸収性構造体内の超吸収性材料の濃度は、約40～約60重量パーセントの範囲である。

10

【0126】

吸収性構造体は、吸収性構造体の一体性及び／又は形状を維持するために適切なティッシュ又はウェーブラップで包むか又は他の方法で取り囲んでもよく、又はそうでなくてもよい。

【0127】

実験3

6つの異なる吸収性構造体（以下の表4では、構造体1～6というコードを用いる）を実験用空気形成装置で作り、全て本明細書で以下に説明する「飽和容量試験」、「吸収性構造体透過率試験」、「流体吸込み逆流評価（FIFE）試験」、及び「垂直吸上げ試験」を含む様々な試験を行い、吸収性構造体の液体処理特性を評価した。各吸収性構造体には、親水性纖維（より詳細には、米国ワシントン州フェデラルウェイ所在の「Weyerhaeuser」からモデル名「NB-416」で入手可能な親水性纖維）の不織ウェブと6つの異なる超吸収性材料のうちの1つとを含んでいた。

20

【0128】

初めから5つの吸収性構造体のコードは、本発明による吸収性構造体を作るのに有用であると上述した超吸収性材料を用いた吸収性構造体の構成を反映している。より詳細には、コード1は、表3の超吸収性材料「E」を組み入れた吸収性構造体に対応し、コード2は、表3の超吸収性材料「G」を組み入れた吸収性構造体に対応し、コード3は、表3の超吸収性材料「I」を組み入れた吸収性構造体に対応し、コード4は、表3の超吸収性材料「K」を組み入れた吸収性構造体に対応し、コード5は、表3の超吸収性材料「M」を組み入れた吸収性構造体に対応する。コード6は、表3で超吸収性材料「B」と識別され、「Stockhausen, Inc.」からモデル名称「SXM 9543」で入手可能である従来の超吸収性材料を組み入れた吸収性構造体に対応する。

30

【0129】

各吸収性構造体コードに対して、試験のために3つの異なる種類のサンプルを生成し、これらは、以下の表4に文字a、b、及びcで示されている。「a」型サンプルに対しては、吸収性構造体サンプル内の目標超吸収性構造体濃度は、約45パーセント、目標密度は約0.222g/cm³であり、「b」型サンプルに対しては、目標超吸収性構造体濃度は約45パーセント、目標密度は約0.353g/cm³であり、「c」型サンプルに対しては、目標超吸収性構造体濃度は約65パーセント、目標密度は約0.353g/cm³であった。各吸収性構造体サンプルの目標坪量は、ほぼ600グラム/平方メートル(gsm)であった。

40

【0130】

「飽和容量試験」、「吸収性構造体透過率試験」、「流体吸込み逆流評価（FIFE）試験」、及び「垂直吸上げ試験」を各吸収性構造体サンプルに行い、その結果を表4に記録している。

【0131】

（表4）

コード	吸収性構造体組成			飽和容量	吸収性構造体透過率		75m1負荷での吸込み率(g/秒)				垂直吸上げ
	SAM型 (表3 より)	SAM (%)	密度a /cm ²		g/g	自由膨潤x10 ⁻⁸ cm ²	0.3psi cm ²	1回目の液体放出	2回目の液体放出	3回目の液体放出	
1a	E	45.0	0.222	18.0	24.2	17.6	1.81	1.01	2.81	2.48	103.7
2a	G	45.0	0.222	17.2	32.7	23.5	2.05	1.06	2.82	2.30	102.4
3a	I	45.0	0.222	18.0	39.4	26.3	2.12	1.01	2.64	2.34	106.5
4a	K	45.0	0.222	18.4	32.7	21.9	2.11	1.02	2.84	2.53	105.8
5a	M	45.0	0.222	19.1	25.9	12.4	1.97	1.02	2.40	2.05	114.3
6a	B	45.0	0.222	15.6	25.0	17.1	1.87	1.02	1.68	1.47	93.4
1b	E	45.0	0.353	17.2	23.1	11.6	1.42	1.02	2.58	2.29	120.8
2b	G	45.0	0.353	17.5	25.3	17.9	1.56	1.03	2.10	1.76	123.9
3b	I	45.0	0.353	18.1	41.0	16.9	1.44	1.02	2.27	1.96	107.7
4b	K	45.0	0.353	17.3	29.3	23.8	1.62	1.01	2.47	2.07	108.0
5b	M	45.0	0.353	18.3	14.8	15.4	1.51	1.02	1.74	1.53	121.6
6b	B	45.0	0.353	14.9	21.9	9.4	1.28	1.01	1.17	0.95	96.7
1c	E	65.0	0.353	22.7	22.3	8.9	1.35	1.01	1.79	1.64	110.8
2c	G	65.0	0.353	22.0	18.2	8.3	1.35	1.01	1.88	1.74	122.0
3c	I	65.0	0.353	21.7	22.8	9.7	1.46	1.01	2.27	2.00	118.1
4c	K	65.0	0.353	21.5	24.2	9.6	1.39	1.01	1.78	1.53	121.6
5c	M	65.0	0.353	22.8	14.4	5.7	1.29	1.01	1.43	1.34	118.9
6c	B	65.0	0.353	17.3	14.6	8.9	1.18	1.02	1.53	1.43	94.8

【0132】

一般的に、本発明に従って作った吸収性構造体（例えば、コード1～5）は、従来の超吸収性材料を組み込んだ吸収性構造体（コード6）に比べて優れた液体処理特性を示している。例えば、「FIFE」試験で判断される吸込み率に関しては、本発明により作られた吸収性構造体は、一般的に、特に吸収性構造体の液体放出を繰り返すと（例えば、その3回目及び4回目の液体放出時に）、従来の超吸収性材料を組み込んだ吸収性構造体よりも大きな吸込み率を示す。また、本発明により作られた吸収性構造体の飽和容量、吸収性構造体透過率（両方とも自由膨潤、0.3psi荷重下）、及び吸上げ容量は、一般的に、従来の超吸収性材料を組み込んだ吸収性構造体よりも良好であった。

【0133】

流体吸込み逆流評価試験

「流体吸込み逆流評価（FIFE）試験」では、吸収性構造体、より詳細には、そのサンプルが、既知の量の試験溶液（室温の0.9重量パーセント塩化ナトリウム蒸留水溶液）を取り込む（必ずしも吸収する必要はない）のに必要な時間の量を判断する。「FIFE

10

20

30

40

50

E試験」を行うのに適切な装置を図5及び図6に示し、全体的に200で示している。試験装置200には、全体的に各々202及び204で示される上側及び下側アセンブリが含まれ、下側アセンブリは、「 Plexiglas」のような透明材料で構成されたほぼ14インチ(35.56cm)×8インチ(20.32cm)の矩形プレート206と、試験中に吸収性構造体サンプルを中心に合わせるためのプレート上の中心に置かれたほぼ6インチ(15.24cm)×3インチ(7.62cm)の矩形プラットフォーム207とを含む。

【0134】

上側アセンブリ202は、下側プレート206と同様に構成され、中心開口部210が形成されたほぼ矩形のプレート202を含む。内径が約2インチ(約5.08cm)、高さが約4インチ(約10.16cm)の円筒212は、上側プレート208の中心開口部210に固定され、上向きに実質的に上側プレートに垂直に延びる。上側プレートの上面に円筒が装着されている場合には、上側プレート208の中心開口部210の直径は、少なくとも円筒212の内径に等しくすべきである。しかし、代替的に、中心開口部210の直径は、円筒212の外径を開口部内に受け取るのに十分な大きさにし、円筒が中心開口部内で上側プレート208に固定されるようにすることもできる。

【0135】

ピン要素214は、下側プレート206の外側隅部の近くに位置し、上側プレート208の対応する凹部216は、ピン要素を受け取って試験中に下側アセンブリ上に上側アセンブリ202を適切に位置合わせして配置するような大きさにされる。上側アセンブリ202(例えば、上側プレート208及び円筒212)の重量は、ほぼ845グラムである。

【0136】

「FIFE試験」を行うために、長さ及び幅寸法が約14インチ(35.56cm)×約3インチ(7.68cm)の吸収性構造体サンプル218(望ましい大きさに形成するか、又は吸収性物品から取り出して望ましい大きさに切断するかの何れかによる)にティッシュラップをかぶせて秤量し、重量をグラムで記録する。次に、サンプル218は、下側アセンブリのプラットフォーム207に中心を合わせて配置する。上側アセンブリ202を下側アセンブリと対向するようにサンプルを覆って配置し、下側プレートのピン214を上側プレート208に形成された凹部216に嵌め込み、円筒212は、サンプルを覆ってほぼ中心に配置する。ほぼ75mLの試験溶液(本明細書では第1の液体放出という)を円筒212(例えば、ほぼ円筒の上面の高さ)の上面に注入し、吸収性構造体サンプル218内に流入させる。溶液の最初の1滴がサンプル218に接触する時にストップウォッチを開始し、円筒212の縁とサンプルの間の液体リングが消滅した時に停止する。ストップウォッチの読み値を小数点第2位まで記録し、これは、第1の液体放出が吸収性構造体サンプル218に取り込まれるのに必要な吸込み時間(秒)を表すことになる。

【0137】

15分間経過させ、その後、第1の液体放出と同じ第2の液体放出を円筒212の上面に注入し、上述のように再び吸込み時間を測定する。この手順を第3の液体放出に対して繰返し、次に、第4の液体放出に対しても繰り返す。各4回の液体放出に対する吸込み率(ミリリットル/秒)は、各液体放出に用いられる溶液の量(例えば、75mL)を対応する液体放出に対して測定した吸込み時間で割ることにより判断される。

【0138】

各吸収性構造体の少なくとも3つのサンプルに「FIFE試験」を行い、結果を平均して吸収性構造体の吸込み時間及び吸込み率を判断する。

【0139】

吸収性構造体透過率試験

「吸収性構造体透過率試験」を用いて、上述の吸収性構造体の透過率、より詳細には、構造体の厚さに亘る液体流に基づく吸収性構造体の「z方向」透過率を判断する。この試験は、以下に示す例外を除けば、上述の「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」と実質的に同

10

20

30

40

50

様である。図1及び図2に戻ると、円筒高さは、約5cmとする代わりに約10cmとすべきである。また、粒子超吸収性材料をサンプル容器に入れる代わりに、あらゆるティッシュラップを除去し、断面直径が約6cmの円形吸収性構造体サンプル68（例えば、形成されるか又はそうでなければ大きな吸収性構造体から切断したもの）をサンプル容器30に入れ、円筒34の底面のスクリーン64と接触させる。次に、サンプル容器（ピストン及び重りを入れていないもの）を0.9重量パーセント生理食塩水溶液に約60分間沈め、吸収性構造体を飽和させる。例えば、容器30を空にして吸収性構造体サンプルを容器内に入れて飽和させ、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」で得られる同じ高さ測定値が測定される。

【0140】

10

吸収性構造体透過率測定は、飽和吸収性構造体、ピストン36、及び重り48を入れたサンプル容器30内に生理食塩水溶液の連續流を供給することにより開始される。生理食塩水溶液は、流体の高さをサンプル容器の底面の上方約7.8cm（「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」で用いられる4cmではない）に維持するのに十分な流量で容器30に供給される。時間に対する吸収性構造体を通過する流体の量を重量測定法で測定する。流体レベルが安定し、高さが約7.8cmに維持された状態で、少なくとも20秒間、毎秒データ点を収集する。容器を通る流体（グラム）対時間（秒）の線形最小二乗当て嵌めにより、グラム/秒（g/s）単位で吸収性構造体サンプル68を通る流量Qを判断する。次に、「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」に関して上述した式を用いて吸収性構造体の透過率を判断する。

20

【0141】

「吸収性構造体透過率試験」を上述のように行う場合、より詳細には、吸収性構造体サンプルをピストン及び重りを載せないで溶液に沈める場合には、試験は、「自由膨潤」条件下で行われると言われ、これによって吸収性構造体は、何ら制限荷重を掛けずに膨潤させることができる。この試験の変形では、ピストン及び重りを容器内のサンプル上に置くことができ、その後、アセンブリ全体を沈め、サンプルが飽和して膨潤する時に荷重（例えば、ほぼ0.3psi）がサンプルに掛かるようにすることができる。このように行う場合、試験は「荷重下」で行われると言われる。

【0142】

30

垂直吸上げ試験

垂直吸上げ試験では、30分間の間に吸収性構造体内に吸上げられることになる試験溶液（0.9重量パーセント塩化ナトリウム蒸留水溶液）の量を判断する。

【0143】

試験する吸収性構造体のサンプルは、約3インチ幅×約7インチ長さの寸法となるよう、例えば、形成するか又はそうでなければ大きな吸収性構造体から切断して調製される。次に、高さ25cm×幅15cm×厚さ0.5cmであるアクリル板の片面に、サンプルの一端がアクリル板の底面端部を僅かに超えて延びるようにサンプルをクランプで挟む。サンプルは、更に、板の側縁の周りに延びる2つのクランプにより板の所定位置に保持され、サンプルの上面近くでサンプルの側縁を掴むようになっている。板の側部には、1mm増分で目盛を付け、吸上げ溶液の垂直方向高さを測定することができる。

40

【0144】

次に、サンプル（及び、板）を自由搖動支持クランプから吊り下げ、サンプルの下端が溶液に接触するまでサンプルを下げる試験溶液のリザーバ内に入れる。サンプルが液体に接触すると同時に、1秒増分のタイマを開始する。溶液を約30分間サンプルに取込ませて吸上げさせる。次に、サンプルをリザーバから取り出して板から外し、秤量する。30分後のサンプルの重量とサンプルの乾燥重量との間の差が、吸収性構造体の重量グラム（g）での吸上げ容量である。

【0145】

液体飽和容量試験

以下の試験を用いて吸収性構造体の飽和容量を判断する。図7を参照すると、長さ及び

50

幅寸法がほぼ 4 インチ × 4 インチ (ほぼ 10.16 cm × 10.16 cm) の吸性構造体サンプル 308 をいずれのティッシュラップ材料も載せて秤量し、グラムでの重量を記録する。サンプル 308 を次に米国ウィスコンシン州ニーナー所在のキンバリー・クラーク・ワールドワイド・インコーポレーテッドから入手可能な「Scott」ペーパータオルのようなペーパータオル (図示せず) で包み、室温 (例えば、約 23) の過剰な量の 0.9 重量パーセント塩化ナトリウム蒸留水溶液に約 20 分間沈める。この時間が終わると、サンプル 308 は、試験溶液から取り出され、真空箱 302 と、0.25 インチ (0.6 cm) の開口部を有して真空箱に支持された「TEFLON」繊維ガラススクリーン 304 と、真空箱上のスクリーンの上に重なる大きさにされた可撓性のあるゴムカバー 306 を含む、図 7 で全体的に 300 で示された試験装置上に置かれる。 10

【 0146 】

より詳細には、吸性構造体サンプル 308 (タオルを備えた) をスクリーン 304 上に (ゴムカバーによって) 覆わずに配置し、約 1 分間滴下して乾燥させる。次に、ゴムカバー 306 をサンプル 308 及びスクリーン 304 の上に配置し (例えば、真空箱 302 を覆うシールをほぼ形成する) 、約 0.5 ポンド / 平方インチ (約 34.5 ダイン / 平方センチメートル) の真空 (V) で約 5 分間真空箱 (従って、サンプル) を吸引する。次に、サンプル 308 を装置から取り出し、サンプルからタオルを取り除き、遊離繊維及び超吸性粒子をなるべくサンプルと共に回収するようにする。回収したサンプルを再び秤量し、グラムでの重量を記録する。サンプルの飽和容量は、サンプルの乾燥重量を真空印加後の回収したサンプルの重量から差し引き、それをサンプルの乾燥重量で割ることによって判断され、保持された液体グラム / 吸收性構造体グラム (g / g) として記録される。 20

【 0147 】

試験中に吸性構造体繊維及び / 又は超吸性材料が繊維ガラススクリーンを通して真空箱内に吸引される場合には、開口部の小さいスクリーンを用いて試験を再度行う必要がある。代替的に、ティーバッグ材料又は他の同様の材料の一片をサンプルとスクリーンの間に挟むことができ、総保持容量は、ティーバッグ又は他の材料によって保持された液体に対して調節することができる。 20

【 0148 】

各吸性構造体に対して少なくとも 3 つのサンプルを試験し、結果を平均して吸性構造体の保持容量 (例えば、合計及び正規化保持容量) がもたらされる。 30

【 0149 】

上述のように、本発明により形成した吸性構造体は、吸性物品に組み込むことができる。本明細書で用いる場合、吸性物品とは、着用者の身体に接触させるか又はその近傍に (例えば、身体に隣接して) 配置させて身体から排出される様々な排泄物を吸収及び / 又は保持することができる物品を意味する。使い捨て物品のようないくつかの吸性物品は、再利用するために洗濯又は他の方法で復元する代わりに、限定された期間用いた後に廃棄することが意図されている。一実施形態では、本発明の吸性物品は、外側カバーと、外側カバーに面する関係で位置決めされて着用者の身体と隣接する関係になるように構成された身体側ライナと、外側カバー及びライナ間に配置された吸性本体とを含む。身体側ライナは、外側カバーとほぼ同じ広がりを有することができ、又は、代わりに、必要に応じて外側カバーの面積よりも大きいか又は小さい面積の上に重なることができる。 40

【 0150 】

一実施形態では、外側カバーは延伸可能であり、幾分弾性であっても又はそうでなくともよい。より詳細には、外側カバーは、液体放出を受けた吸性本体の重量下で延伸された状態で外側カバーがその元の位置まで実質的に収縮して戻らないように十分に伸張可能である。しかし、外側カバーが代わりにほぼ伸張不能であり、かつ本発明の範囲に留まることができるようにも想定されている。 40

【 0151 】

外側カバーは、単層構造にすることができる、又は、多層積層体構造として望ましいレベルの伸張性、並びに液体不透過性及び蒸気透過性を生じるようにすることもできる。例え 50

ば、外側カバーは、蒸気透過性材料で構成された外側層と、液体不透過性材料で構成された内側層とを含み、2つの層が適切な積層体接着剤により互いに固定された2層構造体とすることができる。蒸気透過性外側層は、任意の適切な材料とすることができるが、望ましくは、全体的に布状のきめを生じるものである。外側層に適切な材料には、不織ウェブ、織材料、及び編材料が含まれる。不織布又はウェブは、多くの公知の工程、例えば、ボンデッドカーデッドウェブ工程、メルトローン工程、及びスパンボンド工程で形成されている。

【0152】

外側カバーの液体不透過性内側層は、蒸気透過性（すなわち、「通気可能」）又は蒸気不透過性の何れかとすることができる。内側層は、薄いプラスチックフィルムで製造されることが望ましいが、他の可撓性のある液体不透過性材料を用いることもできる。より詳細には、内側層は、キャスト又はローンフィルム機器の何れかで形成することができ、必要に応じて共押出ししてエンボス加工することができる。内側層は、それ以外に任意の適切な非弹性ポリマー組成物で作ることができ、複数の層を含むことは理解されている。内側層が蒸気透過性である場合には、それは、微孔発生充填剤、例えば炭酸カルシウム、不透明剤、例えば二酸化チタン、及び粘着防止添加剤、例えばケイソウ土のような充填剤を含有することができる。内側層に適切なポリマーには、以下に限定はしないが、ポリオレフィン又はポリオレフィンの配合物、ナイロン、ポリエステル及びエチレンビニルアルコールのような非弹性押出し可能ポリマーが含まれる。より詳細には、有用なポリオレフィンには、ポリプロピレン及びポリエチレンが含まれる。他の有用なポリマーには、ポリプロピレン及び低密度ポリエチレン又は鎖状低密度ポリエチレンのコポリマーのような、Sheethに付与されて「Exxon Chemical Patents Inc.」に譲渡された米国特許第4,777,073号に説明されたものが含まれる。

【0153】

身体側ライナは、馴染みやすく柔らかい感触であり、着用者の皮膚に刺激がないことが適切であり、着用者の皮膚を吸収性本体から隔離するのを助けるために用いられる。ライナは、吸収性本体よりも親水性が小さく、着用者に比較的乾燥した表面となることが望ましく、液体透過性になるほど十分に多孔性であることにより液体がその厚さを容易に透過することができるものである。適切な身体側ライナは、各種のウェブ材料で製造することができる。ライナには、合成及び天然纖維の何れか又は両方を含む様々な織及び不織布が用いられる。例えば、身体側ライナは、望ましい纖維のメルトローン又はスパンボンデッドウェブで構成することができ、ボンデッドカーデッドウェブとすることもできる。また、異なる纖維デニールを有することができる異なる材料の層を用いることができる。様々な布は、天然纖維、合成纖維、又はその組合せで構成することができる。

【0154】

吸収性物品の様々な構成要素は、接着剤、音波結合、熱結合、又はその組合せのような適切な形式の取付方法を用いて互いに組み立てられる。例えば、一実施形態では、外側カバー及び吸収性本体は、ホットメルト又は感圧接着剤のような接着剤の線で互いに固定される。また、身体側ライナは、外側カバーにも固定され、同じ形式の取付方法を用いて吸収性本体に固定することができる。

【0155】

本発明によれば、吸収性本体は、本明細書で上述したように、少なくとも部分的に吸収性構造体を含む。吸収性本体は、上に重なった又は並列のような関係で1つ又はそれ以上の吸収性構造体を含むことができ、及び/又は、それは、吸収性構造体に加えて、本発明の範囲から逸脱することなく、サージ層のような1つ又はそれ以上の層を含むことができるよう

【0156】

説明の目的で与えられた上述の実施形態の詳細は、本発明の範囲を限定するように解釈されないことが認められるであろう。上述のように本発明の例示的ないくつかの実施形態

10

20

30

40

50

のみを詳細に説明したが、例示的な実施形態には、本発明の新しい教示及び利点から実質的に逸脱することなく多くの修正が可能であることを当業者は容易に認めるであろう。例えば、一実施形態に関して説明された特徴を本発明の別の実施形態に組み込むことができる。

【0157】

従って、このような修正の全ては、特許請求の範囲及びその均等物により規定された本発明の範囲に含まれるものとする。更に、一部の実施形態、特に好ましい実施形態の利点の全てを達成していない多くの実施形態を考えることができるが、特定の利点が欠除していることにより、このような実施形態が本発明の範囲外であることを必ずしも意味するよう10に解釈されるべきではないことが認識される。

【0158】

本発明又はその好ましい実施形態の要素を導入する場合に、冠詞「a」、「an」、「the」、及び「said」は、1つ又はそれ以上の要素があることを意味するものとする。用語「comprising」、「including」、及び「having」は、包括的であり、列記した要素の他に付加的な要素がある場合があることを意味する。

【0159】

本発明の範囲から逸脱することなく上述の構成に様々な変形を作ることができるので、上述の説明に含まれる全ての内容は、例示的であり非限定的な意味で解釈されるべきであるものとする。

【図面の簡単な説明】

【0160】

【図1】透過率試験を行うための装置の断面図である。

【図2】図1の線2-2の平面で取った断面図である。

【図3】「荷重下吸収性試験」を行うための装置の断面図である。

【図4】図3の線4-4の平面で取った断面図である。

【図5】「流体吸込み逆流評価試験」を行うための装置の上面図である。

【図6】図5の線6-6の平面で取った断面図である。

【図7】「液体飽和容量試験」を行うための装置の断面図である。

【図8】「せん断弾性率試験」を行うための装置の立面図である。

【符号の説明】

【0161】

28 「自由膨潤ゲルベッド透過率試験」のための試験装置

30 サンプル容器

36 ピストン

38 「LEXAN」シャフト

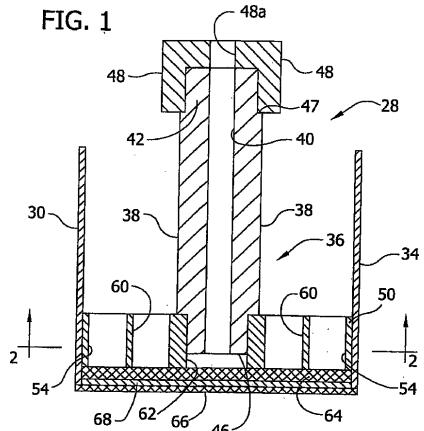
10

20

30

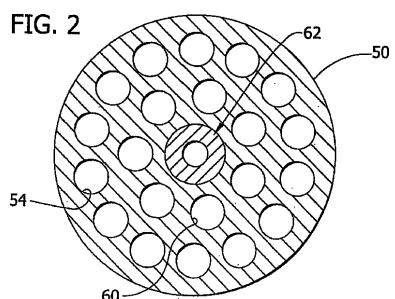
【 四 1 】

FIG. 1



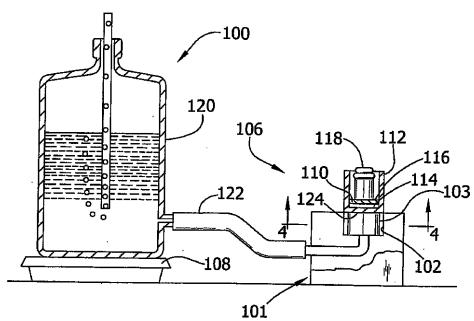
【図2】

FIG. 2



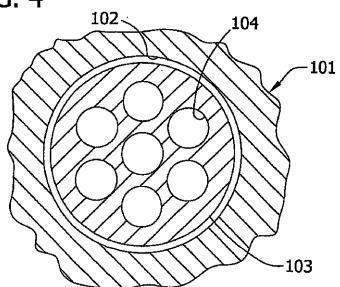
【 义 3 】

FIG. 3



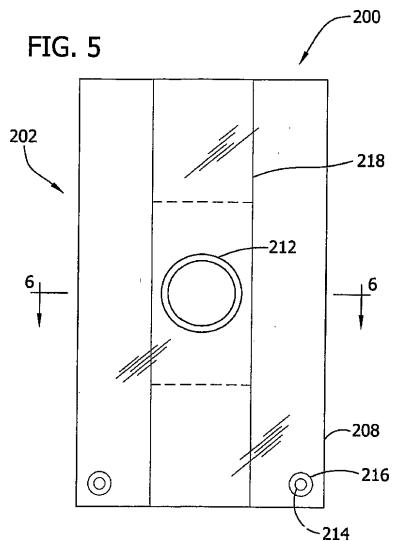
【 四 4 】

FIG. 4



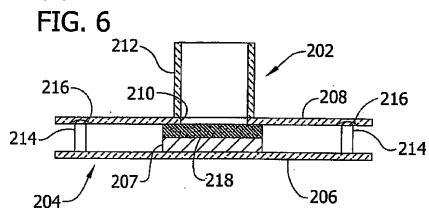
【図5】

1000

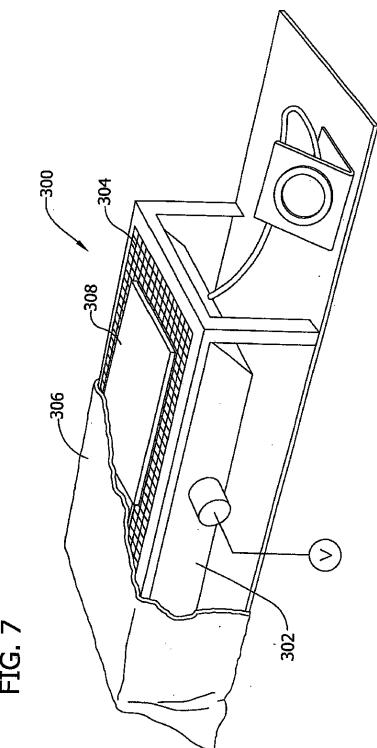


【 义 6 】

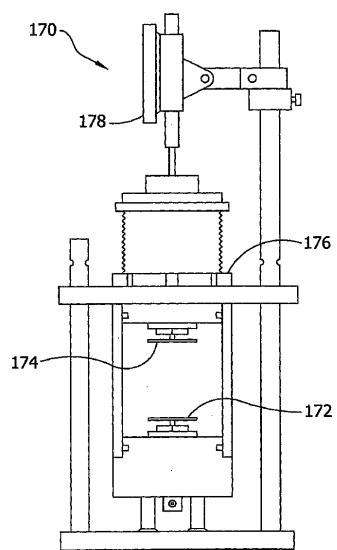
FIG. 6



【 四 7 】



【図8】
FIG. 8



フロントページの続き

- (72)発明者 ロジャーズ サンドラ マリー
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 54915 アップルトン パイオニア コート ウェスト
2527
- (72)発明者 ニーマイアー マイケル ジェイ
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 54915 アップルトン ノース ウェッジウッド ドラ
イヴ 4125
- (72)発明者 シューラー ケニス アール
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 54915 アップルトン イースト メドー グローヴ
ブルヴァード 830
- (72)発明者 ハーレー スティーヴン エム
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 54956 ニーナ セイモア コート 1448
- (72)発明者 ソーヤー ローレンス エイチ
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 54956 ニーナ アッシュブルック プレイス 117
- (72)発明者 ラング ナンシー ピー
イギリス シーエイチ66 2ジーキュー チェシャー グレイト サットン カンタベリー ク
ローズ 2
- (72)発明者 シューケイ ニーン
アメリカ合衆国 ノースカロライナ州 27410 グリーンズボロー ジェサップ グローヴ
ロード 4913
- (72)発明者 ジョイ マーク シー
アメリカ合衆国 ノースカロライナ州 27410 グリーンズボロー グレイストーン ポイン
ト 3005ディー
- (72)発明者 スミス スコット ジェイ
アメリカ合衆国 ノースカロライナ州 27407 グリーンズボロー デュープリン コート
4100
- (72)発明者 フランク マルクス
ドイツ連邦共和国 76532 バーデン バーデン アーエム ラントクラーベン 6ア-

合議体

- 審判長 鳥居 稔
審判官 佐野 健治
審判官 熊倉 強

- (56)参考文献 特表2002-539281(JP,A)
特表平9-510889(JP,A)
特開2003-105092(JP,A)
特表2000-510518(JP,A)
特表2001-523733(JP,A)
特表2004-517173(JP,A)
特開2003-105092(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A61F 13/15-13/84