

發明專利說明書

200529894

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：93134096

※申請日期：93.11.9.

※IPC 分類：A61L15/60

一、發明名稱：(中文/英文)

具有延遲之游離水吸收性的超吸收聚合物

SUPERABSORBENT POLYMER HAVING DELAYED FREE WATER
ABSORPTION

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

斯塔克豪森公司 / STOCKHAUSEN, INC.

代表人：(中文/英文)

波爾弗萊德 麥斯諾 / MESSNER, BERNFRIED

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國北卡羅萊那州 27406 綠村, 多依耳街 2401 號

2401 DOYLE STREET, GREENSBORO, NC 27406, U.S.A.

國籍：(中文/英文)

美國 / USA

三、發明人：(共 3 人)

姓名：(中文/英文)

1. 伊格貝爾 俄梅德 / AHMED, IQBAL

2. 安琪拉瑪莉亞 瓊斯 / JONES, ANGELA MARIE

3. 史考特 J 史密斯 / SMITH, SCOTT J.

國籍：(中文/英文)

1.~3. 美國 / USA

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項第一款或第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

美國、2003.11.12、10/706,569

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明之領域

本發明係有關於一種吸收水、水溶液、血液之超吸收聚合物，其中在維持可接受液體保持特性下，本發明之超吸收聚合物具有改良性質，尤其在於 15 秒內延遲游離水吸收能力方面之加強。本發明也相關於超吸收聚合物之製備與作為收吸劑之用途使用應用於衛生用品與工業領域。

【先前技術】

本發明之背景

超吸收劑指的為遇水可膨潤、不溶於水、有機或無機之物質，其在 0.9 重量%氯化鈉之水溶液中，具有吸收至少 10 倍，至多 30 倍其本身重量之能力。超吸收聚合物為交聯之聚合物，其能夠藉由膨潤或形成水凝膠吸收大量的水溶液和體液，如尿液或血液；且在一定壓力下，能夠保有一般對超吸收物定義之吸收能力。

目前商業化之超吸收聚合物為交聯聚丙烯酸或交聯澱粉-丙烯酸接枝聚合物，其中部份之羧基群以氫氧化鈉水溶液或氫氧化鉀水溶液中中和。由於具備特殊性質的結果，這些聚合物被公司主要作為衛生產品使用，如嬰兒尿片、生理失禁產品、衛浴毛巾。

在尿布構造中，需要使其能於濕式(wet laid)結構中結合 SAP 與纖維。為了這個目的，SAP 需具備能延遲其吸收

水分時間至少一分鐘之特性，以使得在(濕式)方法下，SAP和纖維結合之結構不會反應。

GB2,280,115 A 描述吸收用品，如尿片，於體液排出區域包含有塗佈超吸收微粒。此超吸收微粒之塗層會防止膨潤，直到此塗層溶解於測試液或體液中，或被其滲透進去。這些超吸收微粒表現出其活化時間直到膨潤開始，其時間能夠隨著塗層材料或厚度而改變。若干被揭示之塗層材料為沒有活性之聚糖類，如骨膠、微晶纖維素以及纖維素衍生物。其活化期間至開始膨潤應該至少有 5 分鐘，較佳為 15 分鐘，而最佳為 60 分鐘。

塗佈超吸收聚合物有其不利條件，即使為一部分起初潤濕，不必然導致高度可膨潤聚合物膨潤，皆會透過溶解、分離、膨潤或解體導致表面處理的破壞。一旦於聚合物周圍之塗層溶解，就如同未經過表面處理之傳統超吸收聚合物，會展現高的膨潤速率。如此一來，就失去於吸收物質中改良液態處理所欲達成的效果了。

因此本發明的目的為提供一種顯出改良延遲游離水吸收性之吸收聚合物組成物，甚至當超吸收聚合物基於吸收劑結構重量比例增加，仍保有絕佳能夠保持高度液體穿透能力與液體含水之性質。

【發明內容】

本發明之概要

本發明針對塗佈超吸收聚合物微粒，包含具有延遲之

游離水吸收特性之塗佈超吸收聚合物，此聚合物於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合體吸收少於約 13 克水。

本發明進一步針對具有改良延遲游離水吸收之塗佈超吸收聚合物微粒，包含 a) 一種組成物，由濃度約 55 至 99.9 重量%含單體之可聚合未飽和酸群和濃度約 0.001 至約 5.0 重量%內部交聯劑構成，其中組成物之中和度超過 20%，與 b) 一種塗佈於組成物上之鹽類，其中塗佈超吸收聚合物具有延遲之游離水吸收特性，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 13 克水。

本發明也針對一種製備塗佈超吸收聚合物之方法，使其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 13 克水。其方法包含下列步驟(a) 一種由濃度約 55 至 99.9 重量%含單體之可聚合未飽和酸群之組成物，與(b) 濃度約 0.001 至約 5.0 重量%內部交聯劑，與(c)中和劑使組成物之中和度超過 20%，與(d)添加至少一種自由基誘發劑達起作用份量以開始自由基聚合反應，同時在溫度範圍約 0 至約 100°C 下聚合，以形成微胞水凝膠，與(e)於溫度範圍約 85 至約 210°C 下乾燥該凝膠片塊，以形成乾片塊，並將其磨至直徑範圍約 0.05 至約 5.0 公厘大小，以形成改良之乾超吸收聚合物，與(f)加入塗層組成物於乾超吸收聚合物微粒中，使其塗佈於超吸收聚合物微粒上。

【實施方式】

較佳具體實例之說明

一個適當的超吸收聚合物可選自天然的、生物可分解、合成方式與改質於天然之聚合物和物質。關於超吸收聚合物所用到之交聯專門名詞，泛指任何有效的方法使得通常可溶於水的物質相當多地成為不溶於水但可膨潤。類似於交聯之方法可包含如物理纏繞，結晶領域，共價鍵結，離子複合與締合，親水性締合如氫鍵鍵結，疏水性締結或凡得瓦力。超吸收聚合物包括內部交聯與表面交聯。

具體地說，申請人已經一種發明塗佈超吸收聚合物，藉著添加特殊塗層材料進入超吸收聚合物微粒使其具有改良延遲游離水吸收之特性。尤其本發明針對塗佈超吸收聚合物微粒，包含具有延遲游離水吸收特性之高吸收聚合物微粒，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 13 克水，或於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 10 克水，或於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 8 克水，或於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 5 克水，或於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 3 克水。

本發明的塗佈超吸收聚合物微粒包含塗層，其中塗層選自由價鹽類、雙價鹽類、三價鹽類或更高價數鹽類所組成群組，或塗層材料選自由氯化鈣、氯化鈉、氯化鉀、硝酸鈣、氯化鎂、硫酸鋁、氯化鋁、氯化鐵所組成群組。

本發明進一步針對具有改良延遲游離水吸收之塗佈超吸收聚合物微粒，包含 a) 一種組成物，由濃度約 55 至 99.9 重量%含單體之可聚合未飽和酸群和濃度約 0.001 至約 5.0

重量%內部交聯劑構成，其中組成物之中和度超過 20%，與 b) 一種塗佈於組成物上之鹽類，其中塗佈超吸收聚合物具有延遲之游離水吸收特性，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 13 克水。

本發明也針對一種製備塗佈超吸收聚合物之方法，使其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 13 克水。其方法包含下列步驟(a) 一種由濃度約 55 至 99.9 重量%含單體之可聚合未飽和酸群之組成物，與(b) 濃度約 0.001 至約 5.0 重量%內部交聯劑，與(c)中和劑使組成物之中和度超過 20%，與(d)添加至少一種自由基誘發劑達起作用份量以開始自由基聚合反應，同時在溫度範圍約 0 至約 100°C 下聚合，以形成微胞水凝膠，與(e)於溫度範圍約 85 至約 210°C 下乾燥該凝膠片塊，以形成乾片塊，並將其磨至直徑範圍約 0.05 至約 5.0 公厘大小，以形成改良之乾超吸收聚合物，與(f)加入塗層組成物於乾超吸收聚合物微粒中，使其塗佈於超吸收聚合物微粒上。

本發明超吸收聚合物之游離水吸收時間安排指的是延遲、減少或較慢，相較於一般則意指於短暫的時間，進行游離水吸收，即約 1 分鐘或多一點時間。有別於游離水吸收，此處超吸收聚合物允許吸收水直到水分無法吸收為止，其所花時間約 3 至 5 分鐘，此可稱為最終游離水吸收能力作為不論時間多長所能被吸收水總量之參考。

本發明的超吸收聚合物由濃度約 55 至 99.9 重量%含單體之可聚合未飽和酸群經初步聚合反應所獲得。適當之單

體包括以那些含有羧基，如丙烯酸、甲基丙烯酸或 2-丙烯醯胺基 2-甲基丙磺酸或這裡所提單體的混合物較佳。酸基中至少約 50 重量%是羧基為較佳，若至少約 75 重量%則是更佳。酸基至少要被中和至濃度約 25 莫耳%，較佳的範圍則是 25 至 80 莫耳%，而中和後之酸基會以鹽類型態存在。而在內部交聯劑存在下，以丙烯酸或甲基丙烯酸進行聚合反應得到聚合物是較佳的方法，其含之羧基需中和至 50 至 80 莫耳%範圍。

根據本發明可用於製備吸收聚合物之其他單體，可由 0 至約 40 重量%乙烯化未飽和單體，與 a)例如丙烯醯胺、甲基丙烯酸醯胺、丙烯酸羥乙酯、丙烯酸兩甲基胺烷基(甲基)酯、丙烯酸乙氧基(甲基)相關酯類、二甲基胺丙基醯胺或氯化 N,N,N 三甲基 N-(3,丙烯醯胺)丙基銨進行異分子聚合反應。這些單體若超過 40 重量%則會降低聚合物的可膨潤能力。

本發明的超吸收聚合物此外還包括約 0.001 至約 5.0 重量%之內部交聯劑。內部交聯劑至少包含兩個乙烯式未飽和雙鍵或一個乙烯式未飽和雙鍵和一個官能基，其可針對含單體可聚合未飽和酸基進行反應或數個官能基，其主要針對可以作為內部交聯組成物之酸基進行反應，其存在於含單體可聚合未飽和酸基進行聚合反應時。

內部交聯劑之舉例包含脂肪族未飽和醯胺，如甲二丙烯酸化合物、甲基丙烯酸醯胺化合物或乙二丙烯醯胺；此外脂肪族酯類為多元醇或烷氧基多元醇與乙烯化未飽和酸化

合，未飽和酸則如丁二醇或乙二醇所形成之二甲基丙烯酸酯或聚乙二醇或三甲基醇丙烷所形成之三甲基丙烯酸酯，三甲基醇丙烷之二和三丙烯酸酯主要以 1 至 30 莫耳濃度之環氧乙烷丙烯酸酯烷氧化為較佳，丙三醇與新戊四醇之甲基丙烯酸酯以 1 至 30 莫耳濃度之環氧乙烷將之氧乙烷化；此外丙烯化合物，如丙烯酸甲基丙烯醯胺、烷氧基甲基丙烯醯胺與環氧乙烷、三丙烯基三聚氰酸鹽、三丙烯基三聚氰酸鹽同質異構物、順丁烯二酸二丙烯酯、聚丙烯酯、四丙氧基乙烷、三烯丙胺、四丙烯乙二胺、二元醇、多元醇、清基丙烯或酯類化合物和磷酸或亞磷酸之丙烯酯進行反應，其濃度以 1 至 30 莫耳較佳；此外可產生交聯之單體，如由甲基丙烯醯胺或丙烯醯胺或從其衍生之酯類為例之不飽和醯胺之 N-羥甲化合物。離子交聯劑如多價金屬鹽類也可被使用，上述所提及交聯劑之混合物也可應用。內部交聯劑的成分濃度約 0.01 至約 5 重量%，若基於含有單體可聚合未飽和酸基的總量，其濃度約 0.1 至約 3.0 重量%較佳。

常用之起始劑，如含偶氮或過氧化合物、氧化還原系統、UV 起始劑、(感光劑)、放射線，常被使用作為啟動自由基聚合反應。

根據本發明，塗佈吸收聚合物包含約 0.5 至約 20 重量%用來塗佈之鹽類。塗層選自包含單價鹽類、二價鹽類、三價鹽類或更高價數鹽類之群組，或選自包含氯化鈣、氯化鈉、氯化鉀、硝酸鈣、氯化鎂、硫酸鋁、氯化鋁、氯化鐵所組成群組。金屬鹽類的混合物也可被利用。

聚合物和鹽類可藉由乾式混和或較佳於水溶液中進行適當攪和，此方法已熟知於熟習該項技術者。於水溶液中為較佳方式，如用乾式混和，接合劑需使用足夠數量以確保維持塗層與超吸收聚合物之充分均勻混和。

吸收聚合物在聚合反應後，可能會表面交聯。表面交聯相關於微粒內部交聯密度則是指任何方法，可以於超吸收聚合物表面鄰近處，增加聚合物矩陣之交聯密度。吸收聚合物一般藉由添加表面交聯劑進行表面交聯，而較佳之表面交聯劑包含一個或多個官能基之化合物，此官能基會朝著聚合物鏈上垂吊基一般為酸基進行反應。表面交聯劑的成分以約 0.01 至約 5 重量%為較佳，或是基於乾聚合物重量而言，則約 0.1 至約 3 重量%。於添加表面交聯劑後，有一加熱步驟為佳。

利用微粒作為超吸收聚合物物理形式之範例使用，並不表示本發明限制在此形式，其可利用於其他形式如纖維、海綿、薄膜、珠狀、棒狀等等。

超吸收聚合物也可能包括從 0 至約 30 重量%的水溶性聚合物，例如部份或全部水解的聚乙酸乙烯、聚吡咯啉酮乙烯、澱粉或其衍生物、聚甘醇或聚丙烯，以內聚合化為佳。只要可溶於水中，這些聚合物之分子量就非關鍵。澱粉與聚乙烯醇為較佳之水溶性聚合物，其在吸收性聚合物中所佔之較佳比例，根據本發明為 0 至 30 重量%，若基於組成物總量來說則比例於 0 至 5 重量%為較佳。水溶性聚合物，以合成聚合物為佳，如聚乙烯醇，可作為單體聚合時

之接枝平台。

超吸收聚合物之添加物根據此發明可以視需要被加入，如連接氣味之物質、環糊精、沸石、有機或無機鹽類和類似物質；抗結塊添加劑、流動改質劑等等。

根據本發明，利用兩種方式製備此聚合物為較佳。聚合物可依先前提及之已知流程連續或非連續式之工廠大規模方式製備。其後交聯反應則按本發明加以完成。

根據第一個方法，部份被中和之單體，以丙烯酸較佳，在交聯劑與視需要添加之成分存在中，藉由在水溶液自由基聚合反應，轉換為膠體，之後進行切割、乾燥、磨粉，篩選至預先設定之微粒尺寸。此溶液聚合反應能以連續式或非連續式完成。

根據本發明，逆懸浮液及乳化聚合也可使用於製備此生成物。依照這些方法，部份中和過之單體水溶液，以丙烯酸較佳，在保護膠體與乳化劑之協助下，分散於疏水性有機溶劑中，而聚合反應則以自由機起始劑開始進行。內部交聯劑不是溶解於單體溶液中，與之串聯結合，就是於聚合反應進行中，分別地且視情況地被加入其中。之後，水分由混合液中共沸移除，聚合物被濾除且視需要乾燥。內部交聯反應於聚合反應過程中，可藉由溶解於單體溶液之多功能交聯劑內部聚合進行或適當交聯劑與聚合物中官能基進行反應達成。

特別地，本發明超吸收聚合物由於游離水吸收之特性，以濕式方法製造濕式織物是非常有用的。織物具有超

吸收聚合物成分與纖維成分混合，有利於作為衛生產品之核心組成物。濕式方法之範例可由上述已提及已發表歐洲專利應用 No.0437816A1 和美國專利 No.460501 中見其描述。當濕式方法包含超吸收聚合物水泥漿與纖維之混合，水會在此濕式方法中被吸收。因此，於濕式方法結束後，濕式織物必須先乾燥後，才可作為最終使用產品如免洗尿布之主要成分。

利用本發明所做的超吸收聚合物，於濕式方法製作織物期間，較少的水分會被吸收。因此，乾燥過程中，只有少量水分需要被移除，導致乾燥時間縮短，這對於大規模的工廠生產設置，為非常有利條件。

除此，由於超吸收聚合物之游離水吸收特性，乾燥後之濕式織物，相較於先前技藝之超吸收聚合物，織物具有改良之固體含量。典型來說，本發明之濕式織物有超過 18% 的固體含量。

在具體實例中，超吸收聚合物以個別顆粒型態被使用，超吸收聚合物微粒可為任何適當之形狀，如螺線型、半螺線型、立方體、似棒形、多面體等。微粒形狀具有很大的尺寸比例的，如針型、薄片、纖維型於此也皆列入考慮。

測試方法

進行漩渦時間膨潤速率測試之方法。除另外說明，下述於所有測試方法中使用之測試液皆為 0.9 重量%的氯化鈉水溶液，如同可由 Ricca 化學公司(Arlington, Texas)買到之

溶液。除另外說明，所有測試皆於華式約 70 度下進行，所處相關濕度 10 至 60%。

為了定性出以下實驗室實例所做出之超吸收聚合物之特徵，其中包含本發明中的超吸收聚合物與那對照之超吸收聚合物。離心含水量(CRC)、荷重吸收量(AUL)、游離水吸收量(FWA)等數據以下述方式量測。

離心含水量測試(CRC)

於室溫條件下，進行此測試。0.9 重量%鹽類溶液之含水量，將以茶袋測試方法決定，再以兩次測量結果之平均值作為報告結果。

取已篩分粒徑分佈 300 至 600 微米之 SAP 微粒約 200 毫克，將其封住於茶袋中，浸入鹽類溶液 30 分鐘。之後，茶袋以 1600rpm 速度離心三分鐘，秤重。離心設備之直徑約 20 公分。同樣地，兩個不含微粒之茶袋作為空白對照組。

- 1.剪下 3x5 英吋長方形大小之茶袋，對折中間的線，將剩下三個開口封住兩個口，使其內側邊緣密封距離茶袋邊緣約 1/4 英吋。

- 2.對於每次測試，秤 SAP 重 0.200 ± 0.005 克置入茶袋中，記錄起始重量 W1。

- 3.利用熱密封機將茶袋之開口封住，如起初秤重與測試時間超過 30 分鐘，則需要將茶袋放置乾燥器中。

- 4.利用熱處理製備兩個沒有微粒的茶袋，作為空白對照試驗。

- 5.將一盤中注入 0.9 重量%鹽類溶液達 4 公分高。

6.準備用來浸入溶液的茶袋，藉由緩慢搖晃方式，使袋中 SAP 粒子可以均勻的分佈。

7.將茶袋浸入 0.9%的鹽類溶液中。

8.30 分鐘後，將茶袋移開測試溶液。

9.放置茶袋於離心機中，確定茶袋位置保持離心機平衡。在 1600rpm 速度下，進行離心程序三分鐘。

10.離心後，測量每一個樣品。記錄空白對照組之重量(不含測試微粒)，W2，及含有測試微粒茶袋之重量到精確度至 0.01 克(W3)

然後，可利用下列之公式計算 CRC 值(測量每克微粒吸收多少克液體)，

$$CRC=(W3-W2-W1)/W1$$

在此，

CRC=30 分鐘浸入時間之總含水量(克/克)

W1=SAP 粒子起初之重量(克)

W2=離心後兩個空白對照之平均重量 (克)

W3=離心後測試茶袋之重量(克)

荷重吸收量(AUL)

在荷重下超吸收物質吸收液體之能力由以下步驟決定。AUL 量測系統包含，(1)壓克力管柱具有斜面，其尺寸為內徑 25 公厘，高 33 公厘，於底部裝置一個 400 網目(36 微米)之金屬篩網，(2)塑膠間隔器(直徑=24+/-1 公厘，重 5.20 +/-0.015 克)，(3)不鏽鋼砝碼(於 0.3psi 壓力 AUL 量測，直徑 24 +/-1 公厘，重量 98.35+/-0.05 克；於 0.9psi 壓力 AUL

量測，重量 315.3+/-0.09 克，(4)玻璃質盤(Knotes Glass，目錄型號 9520001223)，(5)圓濾紙(Whatman 3)，(6)培養皿(直徑 150 公厘、高 20 公厘)，(7)分析天平(精確至 0.001 克)，(8)碼錶

一般 AUL 測量的如下，

1. 置放玻璃質盤於培養皿。注意於玻璃質盤在測試使用前，必須浸泡於氯化鈉水溶液最少一小時，才可進行試驗。

2. 加 0.9% 氯化鈉水溶液於培養皿內，使溶液高度稍低於玻璃質盤上端。

3. 將濾紙放置玻璃質盤上端，以氯化鈉水溶液整個潤濕濾紙，需避免任何表層上液體。

4. 在天平上量圓柱之重量。將重量 0.160+/-0.005 克 SAP 樣品均勻分散於裝置於乾淨且乾燥壓克力圓柱之金屬篩網上。記錄實際 SAP 樣品重量(SA)。

5. 小心將塑膠間隔器，隨後為符合之不鏽鋼砝碼，放置於圓柱內。記錄整個裝置的重量。(A)

6. 將 AUL 裝置放於濕的濾紙上，使裝置吸收一小時。在測試過程中，保持氯化鈉水溶液高度稍低於玻璃質盤之上端。

7. 一小時後，重新量測 AUL 裝置重量，記錄重量(B)
計算：

$$0.3 \text{ 或 } 0.9\text{psi} \quad \text{AUL(克/克)}=(B-A)/SA$$

此處，A=含 SAP 的 AUL 裝置之乾重

B=吸收一小時後，含 SAP 的 AUL 裝置之重量

游離水吸收 15 秒測試(FWA15sec)

為確定 SAP 游離水吸收量，配裝一套真空裝置。更具體地為，真空泵利用 Tygon 管接至真空長頸瓶，於瓶口上方放置 Buchner 漏斗之底部部份，利用單孔橡皮塞適當地與長頸瓶密封。一個磁式攪拌器放置於裝置旁邊。當裝置組裝好，真空泵加入且於整個 FWA15sec 測試過程中需要持續運轉。

使用有刻度之 250 毫升圓筒， $23.0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，150 毫升 ± 0.1 毫升。量測好之自來水倒入內含攪拌子之 250 毫升燒杯中。將裝水之燒杯放置於攪拌盤上，進行攪拌使最終產生之漩渦高於液體表面約 2 至 3 公分。

將乾躁的 80 網目(180 微米)篩網秤重，放置於漏斗上方，然後啟動真空泵。篩網由於吸力被下壓直到緊密固定在漏斗上。在鋁盤上秤 SAP 微粒約 3.00 ± 0.05 克，隨後被倒入攪拌出漩渦之水中，同時開始計時。在攪拌持續 15 秒後，將濕的聚合物於保持 5 英吋汞柱真空度下過濾。要注意濕的 SAP 轉換時間不可以超過 3 秒鐘。在篩網上 SAP 維持 30 秒的真空過濾。然後將篩網自漏斗移除，利用紙巾去除篩網底部可能存在的殘餘水份。篩網與濕的 SAP 同時秤重，扣除篩網的乾重，就可以計算出濕的 SAP 重量。

然後，可以根據下列之方程式，由膠體重量計算出 FWA15sec(被吸收液體量克/SAP 克)。

$$\text{FWA}_{15\text{sec}}(\text{克/克}) = (\text{膠重克} - \text{SAP 克}) / \text{SAP 克}$$

實施例

本發明進一步以下列實施例說明，然而這不因此以任意方式解釋為於此範圍之上加入限制。相反的，透過此處的說明，清晰的明白各種所訴諸之具體實例、修改、相等物，也同樣以不偏離本發明與申請專利範圍提醒那些熟習該項技術者。

塗佈超吸收聚合物製備之一般程序

於下面例子中，使用下列一般程序。在室溫下，將欲塗佈之鹽類於置去離水中攪拌以製備濃度 20 至 50 重量%的水溶液。能整除 50 至 200 克乾的商業用超吸收聚合物放置於攪拌鉢，攪拌器設定高攪拌速度。將所計算數量之先前製倍鹽類水溶液以噴霧器噴進正在劇烈攪拌的高吸收聚合物微粒。被鹽類塗佈之超吸收聚合物以對流烘箱於 100°C 乾燥約 1 小時或是於室溫下放置 12 至 24 小時方式乾燥。之後，再以先前所提及之測試項目，包括 FWA15sec、CRC、AUL0.3psi 及 AUL0.9psi 等，決定塗佈超吸收聚合物之特性。

實施例 1(以氯化鈉塗佈)

拿約 50 克 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物使用濃度 20 至 25 重量%氯化鈉水溶液 20 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

對照實施例(對比例 1) 除了超吸收聚合物沒有塗佈外，其餘皆與實例 1 相同。

實施例 2(以氯化鉀塗佈)

拿約 50 克 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物使用濃度 30 重量%氯化鉀水溶液 16.67 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

拿兩份各 25 克 Stockhausen SXM-77 超吸收聚合物分別使用濃度 25 重量%氯化鉀水溶液 20 克與 40 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

對照實施例(對比例 2) 除了超吸收聚合物沒有塗佈外，其餘皆與實例 2 相同。

實施例 3(以氯化鈣塗佈)

拿約 200 克 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物使用濃度 25 重量%氯化鈣水溶液 8 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

拿約 50 克 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物使用濃度 25 重量%氯化鈣水溶液 10 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

拿約 50 克 Stockhausen SXM-77 超吸收聚合物使用濃度

25 重量%氯化鈣水溶液 2 克，以上述程序噴入。相同之方法，100 克 SXM-77 以相同濃度氯化鈣水溶液 8 克噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

對照實施例(對比例 3) 除了超吸收聚合物沒有塗佈外，其餘皆與實例 3 相同。

實施例 4(以硝酸鈣塗佈)

拿 50 克可整除量之 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物使用濃度 50 重量%氯化鈣水溶液 2 至 10 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

對照實施例(對比例 4) 除了超吸收聚合物沒有塗佈外，其餘皆與實例 3 相同。

實施例 5(以氯化鎂塗佈)

拿約 50 克可整除量之 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物使用濃度 50 重量%氯化鎂水溶液 2 至 10 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

拿約 50 克 S 可整除量之 Stockhausen SXM-71 和 SXM-880 超吸收聚合物使用濃度 50 重量%氯化鎂水溶液 1 至 5 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100

°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

對照實施例(對比例 5) 除了超吸收聚合物沒有塗佈外，其餘皆與實例 5 相同。

實施例 6(以硫酸鋁塗佈)

拿約 50 克可整除量之 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物使用濃度 50 重量%含水硫酸鋁水溶液 2 至 10 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

對照實施例(對比例 6) 除了超吸收聚合物沒有塗佈外，其餘皆與實例 6 相同。

實施例 7(以氯化鋁塗佈)

拿約 50 克可整除量之 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物使用濃度 50 重量%氯化鋁水溶液 2 至 10 克，以上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

對照實施例(對比例 7) 除了超吸收聚合物沒有塗佈外，其餘皆與實例 7 相同。

實施例 8(以含六個結晶水氯化鐵塗佈)

拿約 50 克可整除量之 Stockhausen SXM-71 超吸收聚合物用濃度 50 重量%六個結晶水氯化鐵水溶液 4 至 10 克，以

上述程序噴入。塗佈之聚合物放置對流烘箱 100°C 下乾燥 1 小時。乾燥之聚合物經過研磨後，以 20 和 100 網目間之標準篩網篩析大小。性質隨後被量測，其結果則列於表 1。

對照實施例(對比例 8) 除了超吸收聚合物沒有塗佈外，其餘皆與實例 8 相同。

表 1 塗層材料對 SAP 之影響

Example	SAP	Coating %wt/wt	FWA _{15sec} (g/g)	% Reduction FWA	CRC (g/g)	AUL _{0.3psi} (g/g)	AUL _{0.9psi} (g/g)
Comp Ex 1	SXM71	none	8.6	--	35.2	31.6	20.7
Example 1	SXM71	10%	4.7	45.3	29.1	22.4	13.7
Comp Ex 2	SXM71	none	8.6	--	35.2	31.6	20.7
Comp Ex 2	SXM77	none	16.1	--	41.9	33.9	24.6
Example 2	SXM71	10	5.2	39.5	30.6	23.9	14.7
Example 2	SXM77	10	10.5	34.5	29.5	25.5	16.3
Example 2	SXM77	20	7.1	56	26.2	21.2	14.6
Comp Ex 3	SXM71	none	8.6	--	35.2	31.6	20.7
Comp Ex 3	SXM77	none	16.1	--	41.9	33.9	24.6
Comp Ex 3	SXM800	none	10.4	--	30.3	29.7	21
Example 3	SXM71	1	1.5	83	33	30	19.4
Example 3	SXM71	5	0.7	92	34.6	25.1	17.4
Example 3	SXM77	1	5.1	68	33.9	31.4	21.3
Example 3	SXM77	2	3.2	80	34.4	31.2	17.6
Example 3	SXM880	1	4.6	56	28.4	28.7	19.9
Example 3	SXM880	5	2.8	73	25.3	23.7	16.9
Comp Ex 4	SXM71	none	8.6	--	35.2	31.6	20.7
Example 4	SXM71	2	1.7	80	31.4	36.5	17.7
Example 4	SXM71	5	0.8	91	28.3	23.4	16.1
Example 4	SXM71	10	0.5	94	26.9	21.8	13.8
Comp Ex 5	SXM71	none	8.6	--	35.2	31.6	20.7
Comp Ex 5	SXM880	none	16.1	--	41.9	33.9	24.6
Comp Ex 5	SXM71	none	10.4	--	30.3	29.7	21.0
Example 5	SXM77	1	3.0	65	32.9	28.0	17.3
Example 5	SXM880	2	2.8	67	31.7	26.5	16.8
Example 5	SXM71	5	1.6	81	28.8	22.9	16.2
Example 5	SXM77	1	12.4	23	34.4	31.6	19.0

Example 5	SXM880	2	8.0	50	34.4	32.0	19.4
Example 5	SXM71	5	7.0	57	31.3	29.5	18.0
Example 5	SXM77	1	5.7	45	30.4	29.7	22.6
Example 5	SXM880	2	4.4	58	29.0	28.4	21.2
Example 5	SXM71	5	3.6	65	27.4	26.2	20.0
Comp Ex 6	SXM71	none	8.6	--	35.2	31.6	20.7
Example 6	SXM71	2	8.1	6	33.7	26.8	17.3
Example 6	SXM71	5	5.7	36	32.4	25.8	16.2
Comp Ex 7	SXM71	none	8.6	--	35.2	31.6	20.7
Example 7	SXM71	2	5.0	42	34.1	25.5	14.2
Example 7	SXM71	5	3.5	59	32.9	23.0	13.7
Comp Ex 8	SXM71	none	8.6	--	35.2	31.6	20.7
Example 8	SXM71	2	3.4	60	34.5	21.9	13.4
Example 8	SXM71	5	1.5	83	33.6	19.4	12.5

實施例 9 洗淨實驗

塗佈超吸收聚合物如 15 秒 FWA 測定方法描述一般，浸濕於水中。濕潤之聚合物在真空中過濾後，置在對流烘箱中以 100°C 加熱至乾。其性能特性則再次測定。其結果如表 2 所示。

表 2

	SAP	Treatment	FWA _{15sec}	CRC	AUL _{0.3psi}	AUL _{0.9psi}
9-1	SXM71	1% CaCl ₂	1.9	30.4	30	20
9-2	9-1	Washed & Dried	6.6	32.9	27.1	14.2
9-3	SXM71	1% CaCl ₂	1.5	33.0	30.0	19.4
9-4	9-3	Washed & Dried	6.3	28	28.5	16.9
9-5	SXM71	1% Ca(NO ₃) ₂	2.5	31	27.5	17.9
9-6	9-5	Washed & Dried	7.2	31.9	23.7	11.6
9-7	SXM71	1% MgCl ₂	3.0	32.9	28	17.3
9-8	9-7	Washed & Dried	5.7	32.9	25	11.2

【圖式簡單說明】

無

【主要元件符號說明】

無

五、中文發明摘要：

本發明係有關於一種塗佈超吸收聚合物，包含具有延遲之游離水吸收特性之塗佈超吸收聚合物，此聚合物於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合體吸收少於約 13 克水。本發明針對具有延遲之游離水吸收特性之塗佈超吸收聚合物，其包含 a) 一種組成物包含由濃度約 55 至 99.9 重量%含單體之可聚合未飽和酸群和濃度約 0.001 至約 5.0 重量%內部交聯劑構成，其中組成物之中和度超過 20%，與 b) 一種塗佈於組成物上之鹽類。

六、英文發明摘要：

The present invention is directed to a coated superabsorbent polymer comprising a coated superabsorbent polymer having a delayed free water absorption property of absorbing about 13 grams or less of water per gram of superabsorbent polymer in about 15 seconds. The present invention is directed to a coated superabsorbent polymer having delayed water absorption comprising a) a composition comprising from about 55 to about 99.9 wt.% of polymerizable unsaturated acid group containing monomers; and from about 0.001 to about 5.0 wt.% of internal crosslinking agent; wherein the composition has a degree of neutralization of more than about 20%; and b) a salt coated

200529894

on the composition.

十、申請專利範圍：

1、一種塗佈超吸收聚合物微粒，其包含具有延遲之游離水吸收特性之塗佈超吸收聚合物，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合體吸收少於約 13 克水。

2、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其中塗層材料選自由價鹽類、雙價鹽類、三價鹽類或更高價數鹽類所組成群組

3、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其中塗層材料選自由氯化鈣、氯化鈉、氯化鉀、硝酸鈣、氯化鎂、硫酸鋁、氯化鋁、氯化鐵所組成群組。

4、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 10 克水。

5、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 8 克水。

6、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 5 克水。

7、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 3 克水。

8、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每

克超吸收聚合物吸收少於約 10 克水，離心含水量在每克超吸收聚合物可保持 28 克或更多水性鹽類，於負載 0.9psi 下，每克超吸收聚合物保持超過 13 克水性鹽類之吸收能力。

9、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，在時間約 15 秒內，每一克的超吸收聚合物吸收約 8 克水，離心含水量在每克超吸收聚合物可保持 25 克或更多水性鹽類，於負載 0.9psi 下，每克超吸收聚合物保持超過 18 克水性鹽類之吸收能力。

10、一種塗佈超吸收聚合物微粒包含

a) 超吸收聚合物微粒包含由濃度約 55 至 99.9 重量% 含單體之可聚合未飽和酸群和濃度約 0.001 至約 5.0 重量% 內部交聯劑構成，其中組成物之中和度超過 20%

b) 塗佈於超吸收聚合物微粒上之鹽類，其中塗佈超吸收聚合物具有延遲之游離水吸收特性，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 13 克水。

11、根據申請專利範圍第 10 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其中塗層材料選自由價鹽類、雙價鹽類、三價鹽類或更高價數鹽類所組成群組。

12、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其中塗層材料選自由氯化鈣、氯化鈉、氯化鉀、硝酸鈣、氯化鎂、硫酸鋁、氯化鋁、氯化鐵所組成群組。

13、根據申請專利範圍第 10 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合體吸收少於約 10 克水。

14、根據申請專利範圍第 10 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合體吸收少於約 8 克水。

15、根據申請專利範圍第 10 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合體吸收少於約 5 克水。

16、根據申請專利範圍第 10 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合體吸收少於約 3 克水。

17、根據申請專利範圍第 10 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，在時間約 15 秒內，每克的超吸收聚合物吸收約 10 克水，離心含水量在每克超吸收聚合物可保持 28 克或更多水性鹽類，於負載 0.9psi 下，每克超吸收聚合物保持超過 13 克水性鹽類之吸收能力。

18、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，在時間約 15 秒內，每一克的超吸收聚合物吸收約 8 克水，離心含水量在每克超吸收聚合物可保持 25 克或更多水性鹽類，於負載 0.9psi 下，每克超吸收聚合物保持超過 18 克水性鹽類之吸收能力。

19、根據申請專利範圍第 1 項之塗佈超吸收聚合物微粒，其具有延遲之游離水吸收性質，在時間約 15 秒內，每一克的超吸收聚合物吸收約 5 克水，離心含水量在每克超吸收聚合物可保持 28 克或更多水性鹽類，於負載 0.9psi 下，每克超吸收聚合物保持超過 16 克水性鹽類之吸收能力。

20、一種製備具有改良延遲之游離水吸收性塗佈超吸收聚合物微粒之方法，包含步驟

a) 由濃度約 55%至 99.9 重量%含單體之可聚合未飽和酸群之組成物，

b) 濃度約 0.001 至約 5.0 重量%之內部交聯劑，

c) 中和劑使組成物之中和度超過 20%，

d) 添加至少一種自由基誘發劑達起作用份量以開始自由基聚合反應，同時在溫度範圍約 0 至約 100°C 下聚合，以形成微胞水凝膠，

e) 於溫度範圍約 85 至約 210°C 下乾燥該超吸收聚合物微粒，以形成乾片塊，並將其磨至直徑範圍約 0.05 至約 5.0 公厘大小，以形成改良之乾超吸收聚合物，

f) 加入塗層組成物於乾超吸收聚合物微粒中，使其塗佈於超吸收聚合物微粒上。

21、根據申請專利範圍第 20 項之製備塗佈超吸收聚合物微粒方法，其中塗層材料選自由氯化鈣、氯化鈉、氯化鉀、硝酸鈣、氯化鎂、硫酸鋁、氯化鋁、氯化鐵所組成群組。

22、根據申請專利範圍第 20 項之製備塗佈超吸收聚合物微粒方法，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 10 克水。

23、根據申請專利範圍第 20 項之製備塗佈超吸收聚合物微粒方法，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 8 克水。

24、根據申請專利範圍第 20 項之製備塗佈超吸收聚合物微粒方法，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 5 克水。

25、根據申請專利範圍第 20 項之製備塗佈超吸收聚合物微粒方法，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 3 克水。

26、根據申請專利範圍第 20 項之製備塗佈超吸收聚合物微粒方法，其具有延遲之游離水吸收性質，於約 15 秒時間內，每克超吸收聚合物吸收少於約 10 克水，離心含水量在每克超吸收聚合物可保持 28 克或更多水性鹽類，於負載 0.9psi 下，每克超吸收聚合物保持超過 13 克水性鹽類之吸收能力。

27、根據申請專利範圍第 20 項之製備塗佈超吸收聚合物微粒方法，其具有延遲之游離水吸收性質，在時間約 15 秒內，每克的超吸收聚合物吸收約 8 克水，離心含水量在每克超吸收聚合物可保持 25 克或更多水性鹽類，於負載 0.9psi 下，每克超吸收聚合物保持超過 18 克水性鹽類之吸收能力。

28、根據申請專利範圍第 20 項之製備塗佈超吸收聚合物微粒方法，其具有延遲之游離水吸收性質，在時間約 15 秒內，每克的超吸收聚合物吸收約 5 克水，離心含水量在每克超吸收聚合物可保持 28 克或更多水性鹽類，於負載 0.9psi 下，每克超吸收聚合物保持超過 16 克水性鹽類之吸收能力。

十一、圖式：

無

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(無)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無