

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4945061号
(P4945061)

(45) 発行日 平成24年6月6日 (2012.6.6)

(24) 登録日 平成24年3月9日 (2012.3.9)

| | |
|-------------------------|-----------------------|
| (51) Int. Cl. | F I |
| B 3 2 B 5/02 (2006.01) | B 3 2 B 5/02 Z |
| 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 13/18 3 0 7 F |
| A 6 1 F 13/15 (2006.01) | B 3 2 B 27/00 B |
| B 3 2 B 27/00 (2006.01) | B 3 2 B 27/30 A |

請求項の数 14 (全 12 頁) 最終頁に続く

| | | | |
|---------------|-------------------------------|-----------|-----------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2003-552821 (P2003-552821) | (73) 特許権者 | 504460441 |
| (86) (22) 出願日 | 平成14年9月12日 (2002.9.12) | | キンバリー クラーク ワールドワイド |
| (65) 公表番号 | 特表2005-511370 (P2005-511370A) | | インコーポレイテッド |
| (43) 公表日 | 平成17年4月28日 (2005.4.28) | | アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 5 4 |
| (86) 国際出願番号 | PCT/US2002/029050 | | 9 5 6 ニーナ |
| (87) 国際公開番号 | W02003/051945 | (74) 代理人 | 110001379 |
| (87) 国際公開日 | 平成15年6月26日 (2003.6.26) | | 特許業務法人 大島特許事務所 |
| 審査請求日 | 平成17年8月18日 (2005.8.18) | (74) 代理人 | 100089266 |
| 審判番号 | 不服2009-14088 (P2009-14088/J1) | | 弁理士 大島 陽一 |
| 審判請求日 | 平成21年8月6日 (2009.8.6) | (72) 発明者 | コー ヤン シー |
| (31) 優先権主張番号 | 10/017, 681 | | アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 5 4 |
| (32) 優先日 | 平成13年12月14日 (2001.12.14) | | 9 5 6 ニーナ バブコーク ストリート |
| (33) 優先権主張国 | 米国 (US) | | 1 0 1 7 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 その場の重合化により超吸収体をあらかじめ形成された繊維性ウェブに加える方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

吸収性複合ウェブを製造する方法であって、
超吸収性ポリマー先駆体組成物を準備し、
複数の吸収性の親水性繊維を含むあらかじめ形成された繊維性ウェブを準備し、
インクジェット印刷法を用いて前記超吸収性ポリマー先駆体組成物を前記繊維性ウェブ
に加え、

前記繊維性ウェブ上又は該繊維性ウェブ内において、前記超吸収性ポリマー先駆体混合
物が前記繊維性ウェブに接触するまでは化学反応を起こさない手段で前記超吸収性ポリ
マー先駆体組成物を化学反応させて、乾燥直径が10ないし1000ミクロンであり、50
から4000ミクロンの距離をもって繊維表面に付着する主に粒子からなる超吸収性ポリ
マーを形成し、

前記超吸収性ポリマー先駆体組成物は、前記超吸収性ポリマーを作るのに用いられるす
べての反応物を含むことを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記超吸収性ポリマー先駆体組成物が10から1000ミクロンの微小滴として適用さ
れることを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記微小滴の直径は50から500ミクロンであることを特徴とする請求項2に記載の
方法。

【請求項 4】

前記微小滴が 5 から 1 0 0 0 センチポイズの粘度を有することを特徴とする請求項 2 に記載の方法。

【請求項 5】

前記微小滴が 1 0 から 5 0 0 センチポイズの粘度を有することを特徴とする請求項 2 に記載の方法。

【請求項 6】

前記微小滴が 2 0 から 1 0 0 センチポイズの粘度を有することを特徴とする請求項 2 に記載の方法。

【請求項 7】

前記吸収性親水性繊維がセルロース繊維からなることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 8】

前記あらかじめ形成された繊維ウェブが熱可塑性繊維を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記あらかじめ形成された繊維ウェブが 6 0 から 9 0 重量 % のセルロース繊維と 1 0 から 4 0 重量 % の熱可塑性繊維とからなることを特徴とする請求項 8 に記載の方法。

【請求項 1 0】

前記熱可塑性繊維はメルトブロー繊維からなることを特徴とする請求項 8 に記載の方法。

20

【請求項 1 1】

前記熱可塑性繊維はスパンボンド繊維からなることを特徴とする請求項 8 に記載の方法。

【請求項 1 2】

前記超吸収性ポリマーが、ポリ(アクリル酸)及びポリ(メタアクリル酸)のアルカリ金属及びアンモニウム塩、ポリ(アクリルアミド)、ポリ(ビニルエーテル)、ビニルエーテルとアルファオレフィンとの無水マレイン酸コポリマー、ポリ(ビニルピロリドン)、ポリ(ビニルモルフォリノン)、ポリ(ビニルアルコール)及びこれらの混合物から選択されたポリマーを含むことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

30

【請求項 1 3】

前記超吸収性ポリマーが前記吸収性複合材ウェブの 1 5 から 6 5 重量 % を構成するものであることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 1 4】

前記超吸収性ポリマーが前記吸収性複合ウェブの 2 0 から 5 0 重量 % を構成するものであることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

(技術分野)

本発明は、モノマー、触媒などを含む 1 つ又はそれ以上のポリマー先駆体の流れをあらかじめ形成された繊維性ウェブに加えて、該先駆体の流れが該ウェブに接触した後に、超吸収性ポリマーをその場で形成することにより、吸収性材料の超吸収性ポリマー成分が形成されるパーソナルケア吸収性物品、医療用吸収性物品などに有益な吸収性材料を作る方法に関する。

40

【0 0 0 2】

(背景技術)

超吸収性ポリマー成分を有する吸収性複合材料を作る方法は周知である。種々の方法においては、あらかじめ形成された超吸収性ポリマー粒子又は繊維が、複合ウェブ構造を作るウェブ形成工程中に、セルロース繊維、熱可塑性繊維などと組み合わされる。例示的な

50

方法は、L a u に付与された米国特許第 4 , 8 1 8 , 4 6 4 号、アンダーソン他に付与された米国特許第 4 , 1 0 0 , 3 2 4 号、G e o r g e r 他に付与された米国特許第 4 , 9 0 2 , 5 5 9 号、及び E s h w e y 他に付与された米国特許第 4 , 9 0 2 , 5 5 9 号に開示されている。これらの方法は、一般には、「コフォーム」法と呼ばれる。

さらに、繊維性基体に加えられる前に、超吸収性ポリマーが先駆体モノマーから部分的にのみ形成され、重合化は、部分的に重合されたモノマーが該基体に接触した後に完了する方法が周知である。ツチヤ他に付与された米国特許第 5 , 9 6 2 , 0 6 8 号は、繊維性基体及び吸水性ポリマー粒子を含む吸水性複合材を開示する。吸水性ポリマーは、繊維性基体に加えられる前に、レドックス開始剤の助けにより部分的に重合される。部分的に重合された材料は、液状で基体に加えられ、次いで、重合化反応が完了まで進む。

10

周知の方法が共通して有する 1 つの特徴は、超吸収性材料を繊維性基体に加えることができるようになる前に、該超吸収性材料を重合するか又は部分的に重合する少なくとも幾つかの別々の段階を必要とすることである。換言すると、どちらの方法も、繊維性基体内で超吸収性ポリマーを完全に形成するものではない。

【 0 0 0 3 】

定義

「セルロース繊維」という用語は、木質植物及び非木質植物のような天然資源、再生セルロース、及び化学的処理、機械的処理、又は熱処理によるこれらの繊維からの誘導体、又はこれらの組み合わせのいずれかのことをいう。木質植物は、例えば、落葉樹及び針葉樹を含む。非木質植物は、例えば綿、亜麻、アフリカハネガヤ、トウワタ、藁、ジュート麻、及びバガスを含む。再生セルロースは、例えば、ビスコース及びレーヨンを含む。セルロース誘導体は、例えば、微結晶性セルロース、化学的架橋繊維、及び化学的非架橋ねじれ繊維を含む。

20

「平均パルプ繊維長」という用語は、フィンランド、カジャーニ・オイ・エレクトロニクスから入手可能な、カジャーニ繊維分析器、型番 F S - 1 0 0 を用いて求められた、パルプの加重平均長のことをいう。試験手順の下で、繊維のサンプルを、組織解離液で処理し、確実に如何なる繊維束も結束繊維もないようにする。各々のサンプルを、熱湯の中で解砕し、約 0 . 0 0 1 % の濃度にまで希釈する。個々の試験サンプルは、標準的なカジャーニ繊維分析試験手順を用いて試験するとき、希釈液からおおよそ 5 0 から 1 0 0 m l だけ抜き取られる。加重平均の繊維長は、下記の方程式により表すことができ、

30

k

$$\sum (X_i * n_i) / n$$

$$X_i > 0$$

ここで、 k = 最大繊維長であり、

X_i = 個々の繊維長

n_i = 長さ X_i を有する繊維の数

n = 測定繊維の総計

40

である。

【 0 0 0 4 】

「メルトブローン繊維」という用語は、溶融した熱可塑性材料を、複数の微細な、通常は円形のダイ毛細管を通じて、収束する高速高温ガス（例えば空気）流の中へ溶融糸又はフィラメントとして押し出し、熱可塑性材料のフィラメントがガス流によって細められ、直径が、マイクロファイバーの直径にまで縮小されることにより形成される小直径の繊維を意味する。その後、メルトブローン繊維は、高速ガス流により運ばれ、集積面に堆積されて、不規則に分散されたメルトブローン繊維のウェブを形成する。このような工程は、例えば、ビューティン他に付与された米国特許第 3 , 8 4 9 , 2 4 1 号に開示されている。メルトブローン繊維は、連続的又は非連続的なマイクロファイバーであり、一般的には

50

約 10 ミクロン以下であり、集積面に堆積されるときには、通常は自己結合する。

「スパンボンド繊維」という用語は、溶融した熱可塑性材料を、円形又はその他の形状を有する紡糸口金の複数の微細な毛細管からフィラメントとして押し出し、次いで、押し出されたフィラメントの直径を、例えば、それぞれの全部を引用によりここに組み入れる、アップル他に付与された米国特許第 4,340,563 号、ドーシュナー他に付与された米国特許第 3,692,618 号、マツキ他に付与された米国特許第 3,802,817 号、キニーに付与された米国特許第 3,338,992 号及び 3,341,394 号、ハートマンに付与された米国特許第 3,502,763 号、ピーターセンに付与された米国特許第 3,502,538 号、及びドーボー他に付与された米国特許第 3,542,615 号におけるように、急速に縮小させることにより形成される小直径の繊維を指す。スパンボンド繊維は、集積面に堆積される際に急冷され、通常は粘着性がない。スパンボンド繊維は、ほぼ連続しており、しばしば約 0.3 ミクロン以上、より具体的には、約 0.6 から 10 ミクロンの間の平均デニールを有する。

【0005】

「ステープルフィラメント又は繊維」という用語は、天然のものであるか、又はウェブに形成される前に製造されたフィラメントから切断された、約 0.1 ないし 15 cm までの範囲、より一般的には約 0.2 ないし 7 cm までの範囲に及ぶ長さを有するフィラメント又は繊維のことをいう。

「ほぼ連続的なフィラメント又は繊維」という用語は、紡糸口金からの押し出しにより形成された、限定的ではないが、繊維性ウェブに形成される前に、元の長さから切断されていないスパンボンド繊維及びメルトブローン繊維を含むフィラメント又は繊維のことをいう。ほぼ連続的なフィラメント又は繊維は、約 15 cm より大きい値から 1 メートルより大きい値までの長さまで、及び形成されている繊維性ウェブの長さまでの範囲に及ぶ長さを有することができる。「ほぼ連続的なフィラメント又は繊維」の定義は、繊維性ウェブに形成される前に切断されていないが、該繊維性ウェブが切断された後に切断されるものを含む。

「不織ウェブ」という用語は、個々の繊維又は糸が、相互に組み合わせられているが、編まれた布のように識別できる形態ではない構造を持つウェブである。「繊維性」ウェブは、繊維が識別できる（例えば、通常の）方法により相互に組み合わせられた不織ウェブ並びに繊維性ウェブを含む。「繊維」及び「フィラメント」という用語は、互換的に用いられる。不織布又はウェブは、例えば、メルトブロー工程、スパンボンド工程、及びボンデッド・カーデッド・ウェブ工程などの多くの工程により形成されている。この用語はさらに、空気が通過するように穿孔されるか或いは別の方法により処理されたフィルムを含む。不織布の坪量は、通常は、材料の平方ヤード当たりのオンス数（osy）、又は平方メートル当たりのグラム数（gsm）で表され、有用な繊維直径は、通常はミクロンで表される（osy を gsm に換算するには、osy に 33.91 を掛ける。）。

【0006】

「ポリマー」という用語は、単独重合体と、例えば、ブロック共重合体、グラフト共重合体、ランダム共重合体、及び交互共重合体、三元共重合体等のような共重合体と、それらの配合物及び変成物を含むが、これらに限られるものではない。さらに、特に限定されない限り、「ポリマー」という用語は、材料の可能性のある全ての幾何学的形状を含む。これらの形状は、これらに限られるものではないが、アイソタクチック対称、シンジオタクチック対称、及びアタクチック対称を含む。

「湿潤性」及び/又は「親水性」という用語は、空気中で、水のような液体、合成尿、又は 0.9 重量パーセントの水性食塩水が 90°より小さい接触角を示す繊維のことをいう。接触角は、例えば、ASTM D724-89 により求めることができる。

「熱可塑性物質」という用語は、高温に曝されたときに軟化して流動性になり、室温まで冷却されたときには実質的に元の状態に戻る材料のことをいう。

「超吸収性ポリマー先駆体組成物」という用語は、混合されたとき、化学反応して、超吸収性ポリマーを形成するようになる如何なる及びすべての溶液のことをいう。各々の溶

10

20

30

40

50

液は、オリゴマー、モノマー、架橋試剤、中和剤、又は開始剤のいずれかの組み合わせで構成することができる。単一の溶液だけが利用される場合には、すべての所望の成分が前述の溶液内になければならず、開始剤がその後の活性化段階（例えば、加熱又は照射）で必要となる。2つ又はそれ以上の溶液が利用される場合には、開始剤は、多くの場合、化学的レドックス対であるがこれに限られるものではない。酸化基生成剤及び還元剤で構成されるレドックス対の溶液は、さらに、オリゴマー、モノマー、架橋試剤、又は中和剤のいずれかの組み合わせを含むことができる。

【0007】

「弾性の」及び「エラストマ性の」という用語は、変形を生じさせる力を除いた後に、元の形状に戻ることができる材料を意味するものとして互換的に用いられる。特に、ここで用いられる弾性又はエラストマ性とは、伸長力をかけることにより、材料を、弛緩された付勢されていない状態のときの長さの少なくとも約50パーセントである延伸付勢長さにまで延伸でき、しかも、付勢力を解除することにより、その材料の伸びの少なくとも40パーセントを回復する材料の特性を意味する。エラストマ材料のこの定義を満たす仮定的な例は、少なくとも1.50インチまで伸長することができ、1.50インチまで伸長されて解放されると、多くて1.30インチの長さまで回復する1インチの材料のサンプルである。多くの弾性材料は、その弛緩状態のときの50パーセントよりかなり多く延伸することができ、これらの多くは、延伸伸長力の解除によりほぼ元の弛緩状態のときの長さまで回復する。

「回復する」又は「収縮する」という用語は、付勢力をかけたことにより材料が延伸した後に、付勢力を終了したことにより延伸した材料が収縮することに関する。

「超吸収性材料」という用語は、最適条件下において、0.9重量%の塩化ナトリウムを含む水溶液中で、少なくともそれ自体の重量の約15倍を、より好ましくは、少なくともそれ自体の重量の約20倍を吸収することが可能な、水膨潤性、水不溶性の有機又は無機材料のことをいう。「吸収性材料」という用語は、同じ溶液の中でそれ自体の重量の約5から約15倍より少ない値までの重量を吸収することが可能な材料のことをいう。

「パーソナルケア吸収性物品」という用語は、おむつ、トレーニングパンツ、水着、吸収性アンダーパンツ、成人失禁用製品、婦人用衛生製品などを含む。

「医療用吸収性物品」という用語は、医療用吸収性衣料、ドレープ、ガウン、絆創膏、包帯、アンダーパッド、拭き布などを含む。

「ティッシュ及びタオル物品」という用語は、顔用ティッシュ及びトイレットペーパー、ペーパータオル、濡れ拭き布などを含む。

【0008】

（発明の開示）

本発明は、繊維性ウェブが、最初に、吸収性繊維及び/又は他の親水性繊維と、任意的に熱可塑性繊維とから形成される、吸収性繊維性ウェブの複合材を作る方法に向けられる。次に、1つ又はそれ以上の超吸収性ポリマー先駆体組成物を繊維性ウェブに加えることにより、超吸収性ポリマーが該繊維性ウェブにおいてその場で完全に形成されて、該繊維性ウェブ上及び/又は該繊維性ウェブにおいて重合化反応が遂行される。

この方法は、吸収性繊維及び/又は他の親水性繊維と、任意的に熱可塑性繊維その他の成分を含む繊維性ウェブを形成するステップを含む。少なくとも1つ、望ましくは2つの超吸収性ポリマー先駆体組成物を準備する。1つの超吸収性ポリマー先駆体組成物だけが準備される場合には、該先駆体組成物は、化学反応を遂行するのに必要なすべての成分（モノマー、触媒など）を含まなければならない。2つの超吸収性ポリマー先駆体組成物が準備される場合には、その一方がモノマーを含み、他方が重合開始剤を含むことができる。或いは、各々の先駆体組成物が、化学的レドックス対（酸化基生成剤及び還元剤）の対応する成分を含むことができ、さらに、一方の又は他方の先駆体組成物はさらに、オリゴマー、モノマー、架橋試剤、及び/又は中和剤のいずれかの組み合わせを含むことができる。少なくとも後者においては、重合化反応は自然に進行し、2つの先駆体組成物が組み合わせられたときに開始される。

【 0 0 0 9 】

超吸収性ポリマー先駆体組成物は、非接触印刷法を用いて繊維性ウェブに加えられる。非接触印刷法は、液状の添加、噴霧、浸漬などを含まず、エンボス加工、グラビア印刷、又は該繊維性ウェブと機械との間の接触を含む他の方法も含まない。非接触印刷法としてインクジェット印刷法があげられる。2つの超吸収性ポリマー先駆体組成物が用いられる場合には、これらが繊維性ウェブ上であるか又は該繊維性ウェブにおいて初めて互いに接触するように、これらを別々に加えることができる。先駆体組成物及び処理条件は、超吸収性ポリマーを作るための重合化反応が、完全に、繊維性ウェブ上であるか又は該繊維性ウェブにおいて進行するように選択される。

その結果、超吸収性ポリマーは、繊維表面上に直接形成される。結果としてもたらされる吸収性繊維性ウェブの複合材は、超吸収性ポリマーが繊維に付着して、該繊維性ウェブの複合材内に移動するか又は該繊維性ウェブの複合材から離れるように移動することのない、制御され、安定した組成を有する。

最初の重合化が生じると、付加的な表面架橋を超吸収性材料上でさらに遂行することができる。表面架橋は、材料の吸収特性を高めることになる。

【 0 0 1 0 】

(発明を実施するための最良の形態)

本発明においては、あらかじめ形成された繊維のウェブが提供される。このウェブは、例えば不織ウェブとすることができ、吸収性繊維及び/又は他の親水性繊維の約25ないし100重量%及び熱可塑性繊維の約0ないし75重量%を含み、好適には、該吸収性繊維及び/又は他の親水性繊維の約50ないし100重量%及び該熱可塑性繊維の約0ないし50重量パーセントを含み、望ましくは該吸収性繊維及び/又は他の親水性繊維の約60ないし90重量%及び該熱可塑性繊維の約10ないし40重量%を含む。出発の繊維性ウェブは、いずれの通常の技術を用いて形成してもよい。

親水性繊維は、セルロース繊維を含むことが望ましい。セルロース繊維の例は、限定的ではないが、木材パルプ繊維、木材パルプフラフ、渦巻状パルプ繊維、微結晶性セルロース、微小繊維セルロース、綿などを含むことが望ましい。さらに、他の親水性繊維並びに吸収性ステーブル繊維を用いることができる。あらかじめ形成された超吸収性粒子又は繊維をさらに含むことができる。しかしながら、本発明の目的のためには、少なくとも幾つかの超吸収性ポリマーは、以下に述べられるように、その場で形成されなければならない。

熱可塑性繊維が用いられる場合には、メルトブロー繊維を含むことができる。メルトブロー繊維は、限定的ではないが、ポリオレフィン、ポリアミド、ポリエステル、ポリウレタン、ポリビニルアルコール、ポリカプロラクトン、スチレンブタジエン・ブロックコポリマーなどを含む熱可塑性ポリマーから形成することができる。好適なポリオレフィンは、限定的ではないが、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブチレン、他のアルファオレフィンをもったエチレンのコポリマー、他のアルファオレフィンをもったプロピレンのコポリマー、他のアルファオレフィンをもったブチレンのコポリマー、及びこれらの組み合わせを含む。親水性繊維、メルトブロー繊維、その他の任意的な成分を含む吸収性不織ウェブを形成する方法は、Georger他に付与された米国特許第5,350,624、Lauに付与された米国特許第4,818,464号、及びアンダーソン他に付与された米国特許第4,100,324号に開示され、これらの開示は、引用によりここに組み入れられる。

【 0 0 1 1 】

熱可塑性繊維が用いられる場合には、メルトブロー繊維に有益であるものとして上に挙げられた熱可塑性ポリマーのいずれかから形成されたスパンボンド繊維を含むことができる。親水性繊維、スパンボンド繊維、その他の任意的な成分を含む吸収性不織ウェブを形成するプロセスは、Eshwey他に付与された米国特許第4,902,559号に開示され、この開示は引用によりここに組み入れられる。

本発明においては、1つ又はそれ以上の超吸収性ポリマー先駆体組成物を繊維性ウェブ

10

20

30

40

50

に加え、該繊維性ウェブに加えた後に化学反応させて（重合して）、吸収性繊維性ウェブの複合材を作るようにする。超吸収性ポリマー先駆体組成物は、繊維性ウェブと該先駆体組成物が適用される機器との間に如何なる接触もない、非接触印刷法を用いて加えられる。超吸収性ポリマー先駆体組成物を適用するのに好適な非接触印刷法は、インクジェット印刷法であり、コイケ他に付与された米国特許第6,024,438号、Silverbrookに付与された米国特許第6,019,457号、及びRuth、IIIに付与された米国特許第5,875,967号に開示されており、これらは、引用によりここに組み入れられる。超吸収性ポリマー先駆体組成物は、約10ないし1000ミクロンの直径、望ましくは50ないし500ミクロンの直径を有する滴又は微小滴として適用されることが望ましい。微小滴は、適用温度（典型的には、室温）において、約5ないし1000センチポイズの粘度、好適には約10ないし500センチポイズの粘度、望ましくは約20ないし100センチポイズの粘度を有することができる。

10

単一の超吸収性ポリマー先駆体組成物が用いられる場合には、該先駆体組成物は、超吸収性ポリマーを作るのに用いられるすべての反応物（モノマー、触媒など）を含まなければならない。したがって、本発明の目的のためには、1つの先駆体組成物だけを用いることは、化学反応を開始するのに積極的な活性化ステップ（例えば、熱、放射線などによる）が必要である場合を含む、該先駆体組成物が繊維性ウェブに接触するまで化学反応を遅らせることができる状況に限定される。互いに接触したときにおいてのみ自然に反応する少なくとも2つの超吸収性ポリマー先駆体組成物を用いることは、本発明の目的のために望ましい。このことは、2つの超吸収性ポリマー先駆体組成物は別々に維持することができ、異なる噴霧又は浸漬ノズルなどを用いて別々に適用できるので、これらの両方が繊維性ウェブ上に存在するか又は該繊維性ウェブにある場合においてのみ最初に互いに接触するようになるためである。

20

【0012】

広範にわたる超吸収性ポリマー先駆体組成物を、本発明の工程に用いることができる。少なくとも1つのポリマー組成物は、モノマーを含むことができる。好適な超吸収体形成モノマーは、以下のモノマー及びこれらの組み合わせを含む。

1．カルボキシル基含有モノマー：（メタ）アクリル酸（アクリル酸又はメタクリル酸を意味する。同様の表記が以下に用いられる）、マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、ソルビン酸、イタコン酸、及び桂皮酸のようなモノエチレン性不飽和モノ又はポリ-カルボン酸。

30

2．無水カルボン酸基含有モノマー：モノエチレン性不飽和無水ポリ-カルボン酸（無水マレインのような）。

3．カルボン酸塩含有モノマー：モノエチレン性不飽和モノ又はポリ-カルボン酸（（メタ）アクリル酸ナトリウム、トリメチルアミン（メタ）アクリル酸、トリエタノールアミン（メタ）アクリル酸、マレイン酸ナトリウム、メチルアミンマレートののような）の水溶性塩（アルカリ金属塩、アンモニウム塩、アミン塩など）。

4．スルホン酸基含有モノマー：脂肪族又は芳香族スルホン酸ビニル（スルホン酸ビニル、スルホン酸アリール、スルホン酸ビニルトルエン、スチレン化スルホン酸のような）、（メタ）アクリルスルホン酸〔スルホプロピル（メタ）アクリル酸、2-ヒドロキシ-3-（メタ）アクリルオキシプロピルスルホン酸のような〕。

40

5．スルホン酸塩基含有モノマー：アルカリ金属塩、アンモニウム塩、上述のようなモノマーを含有するスルホン酸基のアミン塩。

6．ヒドロキシル基含有モノマー：モノエチレン性不飽和アルコール〔（メタ）アリールアルコールのような〕、ヒドロキシエチル（メタ）アクリル酸、ヒドロキシプロピル（メタ）アクリル酸、トリエチレングリコール（メタ）アクリル酸、ポリ（オキシエチレン・オキシプロピレン）グリコールモノ（メタ）アリールエーテル（ヒドロキシ基がエーテル化されたか又はエステル化された）のようなポリオールモノエチレン性不飽和エーテル又はエステル（アルキレングリコール、グリセロール、ポリオキシアリレン ポリオール）。

50

7. アミド基含有モノマー：ビニルホルムアミド、(メタ)アクリルアミド、N-アルキル(メタ)アクリルアミド(N-メチルアクリルアミド、N-ヘキシルアクリルアミドのような)、N,N-ジアルキル(メタ)アクリルアミド(N,N-ジメチルアクリルアミド、N,N-ジ-n-プロピルアクリルアミドのような)、N-ヒドロキシアルキル(メタ)アクリルアミド[N-メチロール(メタ)アクリルアミド、N-ヒドロキシエチル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジヒドロキシアルキル(メタ)アクリルアミドのような][N,N-ジヒドロキシチル(メタ)アクリルアミドのような、ビニルラクタム(N-ビニルピロリドンのような)。

8. アミノ基含有モノマー：モノエチレン性不飽和モノ又はジカルボン酸[ジメチルアミノエチル(メタ)アクリル酸、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリル酸、モルフォリノエチル(メタ)アクリル酸、ジメチルアミノエチルフマル酸のような、ビニルピリジン(例えば2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-ビニルピリジン)のような複素環式ビニル化合物、N-ビニルイミダゾールのアミノ基含有エステル(例えば、ジアルキルアミノアルキルエステル、ジヒドロキシアルキルアミノアルキルエステル、モルフォリノアルキルエステルなど)

9. 第四アンモニウム塩基含有モノマー：N,N,N-トリアルキル-N-(メタ)アクリロイルオキシアルキルアンモニウム塩[N,N,N-トリメチル-N-(メタ)アクリロイルオキシエチルアンモニウム塩化物、N,N,N-トリエチル-N-(メタ)アクリロイルオキシエチルアンモニウム塩化物、2-ヒドロキシ-3-(メタ)-アクリロイルオキシプロピルトリメチルアンモニウム塩化物のような。

10. エーテル基含有モノマー：メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリル酸、ポリエチレングリコールジメタシラート。

【0013】

本発明の工程に好適な超吸収体形成モノマーは、限定的ではないが、単独で又は組み合わせて用いることができる脂肪族不飽和モノカルボン酸又はその塩、特に、アクリル酸又はその塩のような不飽和モノカルボン酸、メタアクリル酸又はその塩、又はマレイン酸又はその塩のような不飽和ジカルボン酸又はその塩、イタコン酸又はその塩を含むことが好ましい。

この中では、アクリル酸又はその塩、及びメタアクリル酸又はその塩が好ましく、特に、アクリル酸又はその塩が好ましい。

本発明においては、水吸収性ポリマーを与える重合可能モノマーは、上述のような脂肪族不飽和カルボン酸又はその塩であることが好ましく、しがたって、これらの重合可能モノマーの水溶液は、本質的に脂肪族不飽和カルボン酸又はその塩を含む水溶液であることが好ましい。ここで用いられる「本質的に脂肪族不飽和カルボン酸又はその塩を含む」という表現は、脂肪族不飽和カルボン酸又はその塩を、重合可能モノマーの合計量の50モル%又はそれ以上、好ましくは80モル%又はそれ以上含むことを意味する。

【0014】

好適な脂肪族不飽和カルボン酸は、通常は、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩などのような水溶性塩を含む。中和度は、目的によって適切に選択されるが、アクリル酸の場合においては、20ないし90モル%のカルボキシル基は、アルカリ金属塩又はアンモニウム塩で中和することが好ましい。アクリルモノマーの部分的な中和度が20モル%より少ない場合には、結果としてもたらされる吸水性ポリマーは、低い吸水度を有する傾向になる。

アクリルモノマーは、水酸化アルカリ金属又はバイカーボネート又は水酸化アンモニウムなどで中和することができ、水酸化ナトリウム及び水酸化カリウムのような水酸化アルカリ金属で中和することが好ましい。

超吸収体形成モノマーはさらに、上に挙げられたモノマーのいずれかと併せて重合可能なコモノマーを含むことができる。コモノマーは、主モノマーと同じ超吸収性ポリマー先駆体組成物の一部を形成することができ、又は、異なる超吸収性ポリマー先駆体組成物の一部であることができ、同じ又は異なる流れを用いて、繊維性混合物に加えることができ

10

20

30

40

50

る。主モノマーが脂肪族不飽和カルボン酸である場合には、好適なモノマーは、限定的ではないが、(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコール(メタ)アクリル酸、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリル酸、又はさらに、アクリルでキャップされたウレタンを含むわずかに水溶性のモノマーのような二次モノマーを含み、メチルアクリル酸又はエチルアクリル酸のようなアクリルアルキルエステルは、さらに、本発明において、結果としてもたらされる吸水ポリマーの性能に影響を与えない範囲内の量で共重合化することができる。ここで用いられる「(メタ)アクリル」という用語は、「アクリル」及び「メタアクリル」の両方を意味する。

【0015】

脂肪族不飽和カルボン酸又はその塩、特にアクリル酸又はその塩は、時には、それ自体で自己架橋ポリマーを形成するが、架橋剤を用いて架橋構造を形成するように積極的に誘起される。架橋剤の使用は、通常は、結果としてもたらされる吸水性ポリマーの吸水性能を改善する。好適な架橋剤は、N, N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコール(メタ)アクリル酸、及びエチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテルのようなポリグリシジルエーテルを含むカルボン酸と反応することができる2つ又はそれ以上の官能基を有する水溶性化合物のような前述の重合可能モノマーと共重合化できるジビニル化合物を含む。この中では、N, N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミドが特に好ましい。架橋剤は、モノマーの量の0.001-1重量パーセントの量、好ましくは0.01-0.5重量パーセントの量で用いられ、モノマーと同じ超吸収性ポリマー先駆体組成物に加えられるか又は異なる先駆体組成物の一部とすることができる。

本質的に、上述のような脂肪族不飽和カルボン酸又はその塩を含む水性重合可能モノマー溶液における重合可能モノマーの濃度は、20%より多く、25%より多いことが好ましい。20重量%より少ない濃度では、適切な粘度を有する液滴を生成することが困難であり、したがって、結果としてもたらされる吸水性ポリマーが不十分な吸水度を有することになるために、好ましくない。上限は、重合化反応溶液の取り扱いの点においては、約80重量パーセントであることが好ましい。

1つ又はそれ以上の重合開始剤を、モノマーと同じであるか又は異なる超吸収性ポリマー先駆体組成物に加えることができる。後続する活性化が必要である場合、又は開始剤がレドックス対の単一成分である場合には、重合開始剤をモノマーと同じ先駆体組成物の一部として加えることができる。或いは、重合開始剤は、接触すると迅速にモノマー単位を重合するように作用することができるという事実に起因して、モノマーとは異なる先駆体組成物の一部として加えることができる。モノマーと重合開始剤とが繊維性ウェブにおいて初期接触すると、重合化反応が始まり、完全に繊維性ウェブ内で遂行される。

【0016】

本発明に好適な重合開始剤は、限定的ではないが、酸化基生成剤と還元剤とを組み合わせる幾分水溶性のレドックス系を含む。このような酸化剤は、過酸化水素、臭素酸カリウム、N-ブロモスクシンイミド、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、又は過硫酸カリウムのような過硫酸塩、1-ブチルヒドロペルオキシド又はクメンヒドロペルオキシドのようなヒドロペルオキシドを含む過酸化物、二次セリウム塩、過マンガン酸塩、亜塩素酸塩、次亜塩素酸塩などを含み、この中では特に過酸化物が好ましい。これらの酸化剤は、重合化可能モノマーの0.001ないし10重量%の量で、望ましくは0.01ないし2重量パーセントの量で用いることができる。

還元剤をさらにレドックス系と併せて用いて、重合開始剤の一部として加えることができる。好適な還元剤は、前述の酸化剤、特に、亜硫酸ナトリウム又は亜硫酸水素ナトリウムのような亜硫酸塩、チオ硫酸ナトリウム、酢酸コバルト、硫酸銅、硫酸第一鉄、硫酸鉄アンモニウム、メタ重亜硫酸ナトリウム、第3アミン又はジアミン、L-アスコルビン酸、又はL-アスコルビン酸アルカリ金属塩などである。中でもL-アスコルビン酸又はL-アスコルビン酸アルカリ金属塩が特に好ましい。これらの還元剤は、重合化可能モノマーの0.001ないし10重量%の量で、望ましくは0.01ないし2重量パーセントの

量で用いることができる。還元剤について用いられたものとは異なる付加的な流れを用いて、酸化基生成剤を含む先駆体組成物を加えることが望ましい。

【 0 0 1 7 】

処理条件、供給速度などは、吸収性繊維性ウェブの複合材のための所望の組成を生成するように調整されるものとする。この処理条件及び供給速度は、以下の組成を有する吸収性繊維性ウェブの複合材を生成するように調整することができる。

| 組成、重量% | | | |
|--------|-----------|-------------------|-------------------------|
| | 吸収性繊維 | その場で形成された超吸収性ポリマー | 熱可塑性メルトブローン及び／又はステーブル繊維 |
| 広い | 2 5 - 9 9 | 1 - 7 5 | 0 - 7 4 |
| 中間 | 3 5 - 8 0 | 1 5 - 6 5 | 0 - 4 5 |
| 狭い | 4 0 - 7 0 | 2 0 - 5 0 | 1 0 - 3 0 |

10

上述の重合開始剤のレドックス系が用いられる場合には、化学反応は自然に進行する。或いは、用いられる化学反応の機構によっては、繊維性ウェブの温度を上昇させるか、これを照射するか、又は、化学反応を助長して最適化するために、その他の処理を用いることが必要になる。

その場で形成することができる超吸収性材料ポリマーの例は、限定的ではないが、ポリ（アクリル酸）及びポリ（メタアクリル酸）のアルカリ金属及びアンモニウム塩、ポリ（アクリルアミド）、ポリ（ビニルエーテル）、ビニルエーテルとアルファオレフィンとの無水マレイン酸、ポリ（ビニルピロリドン）、ポリ（ビニルモルフォリノン）、ポリ（ビニルアルコール）及びこれらの混合物及びコポリマーを含む。さらに、超吸収性材料（これらの幾つかは、繊維性ウェブに加える前に形成することができる）は、加水分解されたアクリロニトリルグラフトでんぷん、アクリル酸グラフトでんぷん、メチルセルロース、キトサン、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロースのような天然ポリマー及び改質された天然ポリマー、及びアルギン酸、キサンタンガム、イナゴマメガムなどのような天然ガムを含む。天然の吸収性ポリマーと完全に又は部分的に合成された吸収性ポリマーとの混合物も本発明において有用となり得る。その他の好適な吸収性ゲル化材料は、1975年8月26日付けのAssarsson他の米国特許第3,901,236号に開示されている。ゲル化ポリマーを調製する周知の工程は、1978年2月28日付けのマスダ他の米国特許第4,076,663号と、1981年8月25日付けのツバキモト他の米国特許第4,286,082号に開示されている。

20

30

【 0 0 1 8 】

超吸収性材料は、湿潤したときにヒドロゲルを形成するキセロゲルである。しかしながら、「ヒドロゲル」という用語は、通常は超吸収性ポリマー材料の湿潤した形態と湿潤していない形態との両方を指すためにも用いられる。超吸収性材料は、フレーク、粉末、粒子、繊維、連続的な繊維、ネットワーク、溶液スパンフィラメント及びウェブのような多くの形態であってよい。この粒子は、例えば、渦巻き、半渦巻き、立方体、棒状、多面体などの所望の形状のいずれとすることもできる。針、フレーク、繊維、及びこれらの組み合わせも用いることができる。

40

あらかじめ形成された超吸収体は、一般に、約20から約100ミクロンまでの範囲に及ぶ粒子の大きさで入手可能である。好適な市販の粒子の超吸収体は、バージニア州ポーツマス所在のBASF社から入手可能なHYSORB（登録商標）P7050及びHYSORB（登録商標）P7060、ミシガン州ミッドランド所在のダウケミカル社から入手可能なDRYTECH（登録商標）2035LD、及びノースキャロライナ州グリーンズボロー所持のStockhausen社から入手可能なFAVOR（登録商標）SXM880を含む。繊維性超吸収体の例は、英国グリムズビー所在のTechnical Absorbentから入手可能なOASIS（登録商標）101である。

【 0 0 1 9 】

50

結果としてもたらされる吸収性複合材料は、繊維表面に付着し、自由に移動することができないその場で形成された超吸収性粒子を有する複数の親水性繊維を含むものとなる。超吸収性粒子は、約 50 ないし 4000 ミクロンまで、望ましくは約 200 ないし 3000 ミクロンまでの平均距離だけ互いに間隔をもつことを可能にする量で、その場で形成されて、該超吸収性粒子が互いに接触することなく液体の存在下で膨潤することができるようにすることが好適である。その場で形成された超吸収性粒子は、乾燥した膨潤していない状態では、通常のあらかじめ形成された超吸収製粒子と同じ平均直径を有することが好ましい。乾燥した粒子の平均直径は、約 10 ないし 1000 ミクロンまで、望ましくは約 20 ないし 500 ミクロンまでの範囲とすることができる。本発明の吸収性複合材料の主な利点は、超吸収性粒子が繊維性基体に付着して、該超吸収性粒子間の距離が維持されることである。

10

本発明の吸収性複合不織材料は、広範にわたる吸収性物品において、特にパーソナルケア吸収性物品及び医療用吸収性物品における吸収性コア材料として有益である。パーソナルケア吸収性物品は、おむつ、トレーニングパンツ、水着、吸収性アンダーパンツ、幼児用拭き取り製品、成人失禁用製品、婦人用衛生製品などを含む。医療用吸収性物品は、医療用吸収性衣料、ドレープ、ガウン、絆創膏、包帯、アンダーパッド、拭き布などを含む。

ここに述べられた本発明の実施形態は現在好ましいものであるが、本発明の精神及び範囲から離れることなく、種々の修正及び改良を行うことができる。本発明の範囲は、特許請求の範囲に示され、均等技術の意味及び範囲内にあるすべての変更は、ここに含まれることが意図される。

20

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I

B 3 2 B 27/30 (2006.01)

- (72)発明者 ケレンバーガー スタンリー アール
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 5 4 9 1 1 アップルトン ウェスト リンドバーグ スト
リート 3 0 6
- (72)発明者 ジャクソン デイヴィッド マーティン
アメリカ合衆国 ジョージア州 3 0 0 7 6 ロスウェル サマー オークス ドライヴ 9 8 2
5
- (72)発明者 ソーレンズ デイヴ エイ
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 5 4 9 5 6 ニーナ ケンシントン ロード 7 3 6
- (72)発明者 ローマー ジェイソン エム
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 サウス スクール アベニュー
3 7 0 1
- (72)発明者 ランガナサン スライダー
アメリカ合衆国 ジョージア州 3 0 0 2 4 スワニー サンディアル コート 8 4 4 1

合議体

審判長 鈴木 由紀夫

審判官 紀本 孝

審判官 熊倉 強

- (56)参考文献 特開平 1 0 - 1 1 3 5 5 6 (J P , A)
特開昭 6 2 - 1 3 3 1 8 3 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B32B 5/02