

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2022年12月8日(08.12.2022)



(10) 国際公開番号

WO 2022/255302 A1

(51) 国際特許分類:
A61F 13/53 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2022/021927

(22) 国際出願日: 2022年5月30日(30.05.2022)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2021-091475 2021年5月31日(31.05.2021) JP

(71) 出願人: 住友精化株式会社(SUMITOMO SEIKA
CHEMICALS CO., LTD.) [JP/JP]; 〒6750145 兵
庫県加古郡播磨町宮西346番地
の1 Hyogo (JP).

(72) 発明者: 津留 春香(TSURU, Haruka); 〒6728076
兵庫県姫路市飾磨区入船町1番地 住友
精化株式会社内 Hyogo (JP).

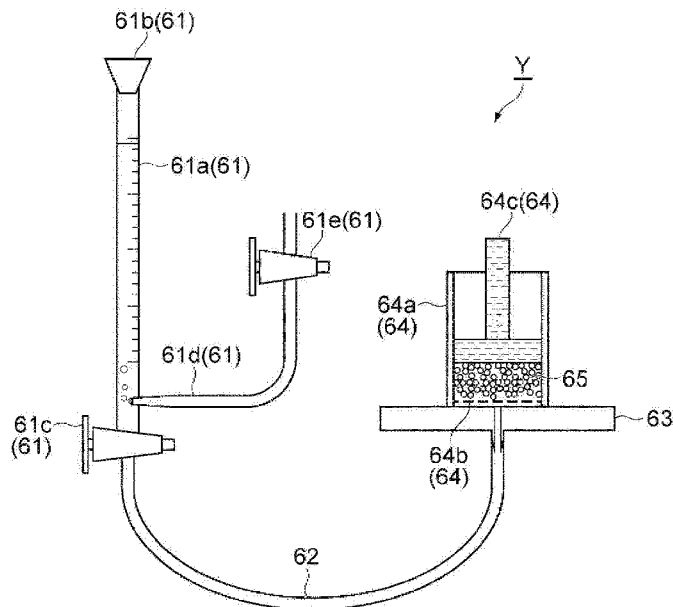
(74) 代理人: 田中 順也, 外(TANAKA, Junya et al.);
〒5300005 大阪府大阪市北区中之島6-2-4
0 中之島インテス21階 Osaka (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP,
KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK,
LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW,
MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE,

(54) Title: WATER ABSORBENT SHEET AND ABSORBENT ARTICLE

(54) 発明の名称: 吸水シート及び吸収性物品

[図1]



(57) Abstract: A water absorbent sheet which comprises an absorbent layer and nonwoven fabrics that are arranged so that the absorbent layer is sandwiched therebetween in the vertical direction, wherein: the absorbent layer contains a water absorbent resin; and the water absorbent resin has the characteristics (A) to (C) described below. (A) The saline holding capacity is from 45 g/g to 70g/g. (B) The water absorption under a load of 4.14 kPa is 13 ml/g or more. (C) The five-minute value of DW under no pressure is from 44 ml/g to 80 ml/g.

[続葉有]



WO 2022/255302 A1

PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD,
SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT,
TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告(条約第21条(3))
-

(57) 要約: 吸収層と、前記吸収層の上下を挟持する不織布と、を備える吸水シートであって、前記吸収層は、吸水性樹脂を含み、前記吸水性樹脂は、以下の(A)～(C)の特性を有する、吸水シート。(A) 生理食塩水保水量が、45 g/g以上70 g/g以下である。(B) 4.14 kPa荷重下での吸水量が、13 ml/g以上である。(C) 無加圧DW5分値が、44 ml/g以上80 ml/g以下である。

明 細 書

発明の名称： 吸水シート及び吸収性物品

技術分野

[0001] 本発明は、吸水シート及び吸収性物品に関し、より詳しくは、紙オムツ、生理用ナプキン、失禁用パッド等の衛生材料に好適に用いられる吸水シート、及び吸水シートを用いた吸収性物品に関する。

背景技術

[0002] 吸水性樹脂は、近年、紙オムツ、生理用ナプキン、失禁用パッド等の衛生材料の分野に広く使用されている。

[0003] このような吸水性樹脂としては、水溶性エチレン性不飽和単量体の重合体の架橋物、より具体的には、ポリアクリル酸部分中和物の重合体の架橋物が、優れた吸水能を有するとともに、その原料であるアクリル酸の工業的な入手が容易であるため、品質が一定で且つ安価に製造でき、しかも腐敗や劣化がおこりにくい等の数々の利点を有することから、好ましい吸水性樹脂であるとされている（例えば特許文献1参照）。

[0004] 紙オムツ、生理用ナプキン、失禁用パッド等の吸収性物品は、主として中心部に配された、身体から排泄される尿、経血等の体液を吸収、保持する吸収体と、身体に接する側に配された液体透過性の表面シート（トップシート）と、身体と接する反対側に配された液体不透過性の裏面シート（バックシート）から構成されている。また、吸収体は、通常、パルプ等の親水性繊維と吸水性樹脂とから構成されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開平3－227301号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] このような吸収性物品において、吸収体に含まれる吸水性樹脂には高い保

水量が求められている。吸水性樹脂の保水量を高めることで、吸収体に一度吸収された液体が逆戻りする現象（すなわち、吸収体からの液の戻り現象であり、吸収体を手で触ったときに不快な濡れとして感じる）を改善できる。しかしながら、吸収性物品の使用時において、吸収性物品の吸収面が傾斜している場合に、繰り返し排泄される液体が十分に吸収されずに、吸水性樹脂の保水量が高いにもかかわらず、液が吸収性物品の外に漏れ出すという不具合が生じることもある。

[0007] このような状況下、本発明は、漏れの発生が抑制された吸水シートを提供することを主な目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明者は、上記課題を解決するために鋭意検討した。その結果、吸収層と、前記吸収層の上下を挟持する不織布とを備える吸水シートにおいて、吸水性樹脂として、所定の生理食塩水保水量、 4.14 kPa 荷重下での吸水量、及び無加圧DWの5分値を有するものを用いることにより、漏れの発生を抑制できることを見出した。本発明は、このような知見に基づき、さらに鋭意検討を重ねて完成した発明である。

[0009] すなわち、本発明は、下記の構成を備える発明を提供する。

項1. 吸収層と、前記吸収層の上下を挟持する不織布と、を備える吸水シートであって、

前記吸収層は、吸水性樹脂を含み、

前記吸水性樹脂は、以下の(A)～(C)の特性を有する、吸水シート。

(A) 生理食塩水保水量が、 45 g/g 以上 70 g/g 以下である。

(B) 4.14 kPa 荷重下での吸水量が、 13 ml/g 以上である。

(C) 無加圧DW5分値が、 44 ml/g 以上 80 ml/g 以下である。

項2. 前記吸水性樹脂の目付が、 100 g/m^2 以上 450 g/m^2 以下である、項1に記載の吸水シート。

項3. 前記吸収層は、接着剤を介して前記不織布に接着されている、項1又は2に記載の吸水シート。

項4. 項1～3に記載の吸水シートを含んでなる、吸収性物品。

発明の効果

[0010] 本発明によれば、漏れの発生を抑制できる吸水シートを提供することができる。さらに、本発明によれば、吸水シートを用いた吸収性物品を提供することもできる。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]吸水性樹脂の4. 14 kPa 荷重下での生理食塩水吸水量の測定に用いる測定装置の模式図である。

[図2]吸水性樹脂の無加圧DWの測定に用いる測定装置の模式図である。

[図3]吸収性物品の漏れ試験（勾配吸収試験）の方法を説明するための模式図である。

発明を実施するための形態

[0012] 本明細書において、「含む」とは、「本質的にからなる」と、「からなる」をも包含する（The term "comprising" includes "consisting essentially of" and "consisting of".）。また、本明細書において、「（メタ）アクリル」とは「アクリル又はメタクリル」を意味し、「（メタ）アクリレート」とは「アクリレート又はメタクリレート」を意味し、「（ポリ）」とは「ポリ」の接頭語がある場合とない場合を意味する。また、本明細書において、「水溶性」とは、25℃において水に5質量%以上の溶解性を示すことを意味する。

[0013] 本明細書において、「～」で結ばれた数値は、「～」の前後の数値を下限值及び上限値として含む数値範囲を意味する。複数の下限値と複数の上限値が別個に記載されている場合、任意の下限値と上限値を選択し、「～」で結ぶことができるものとする。

[0014] 1. 吸水シート

本発明の吸水シートは、吸収層と、吸収層の上下を挟持する不織布とを備える吸水シートである。本発明の吸水シートにおいて、吸収層は、吸水性樹脂を含み、吸水性樹脂は、以下の（A）～（C）の特性を有することを特徴

とする。

(A) 生理食塩水保水量が、 45 g/g 以上 70 g/g 以下である。

(B) 4.14 kPa 荷重下での吸水量が、 13 ml/g 以上である。

(C) 無加圧DW5分値が、 44 ml/g 以上 80 ml/g 以下である。

[0015] 本発明の吸水シートは、このような特徴を備えることにより、吸収性物品に使用され、漏れの発生を抑制することができる。以下、本発明の吸水シートについて詳述する。

[0016] 本発明の吸水シートにおいて、吸収層は、吸水性樹脂に加えて、親水性繊維などを含んでいてもよいが、実質的に吸水性樹脂のみにより構成されていることが好ましい。吸収層が実質的に吸水性樹脂のみにより構成されているとは、吸収層中の吸水性樹脂の含有率が、 $95\text{ 質量\%}$ 以上、さらには $98\text{ 質量\%}$ 以上、さらには $99\text{ 質量\%}$ 以上、さらには $100\text{ 質量\%}$ であることを意味する。

[0017] 本発明の吸水シートに含まれる吸収層は、1層であってもよいし、2層以上であってもよい。吸水シートに含まれる吸収層は、1層または2層であることが好ましい。なお、吸水シートに2層以上の吸収層が含まれる場合、各吸収層の間には、不織布等の液体透過性基材を配置することが好ましい。この液体透過性基材については、吸収層の上下を挟持する後述の不織布と同様のものを使用することができる。

[0018] 吸水シートの構成は、吸水性樹脂を含む吸収層の上下を不織布で挟持した構造であればよく、例えば2枚の不織布の間に吸収層を固定した形態のシート状構造体、吸収層を不織布で包んだ構造体などであってもよい。

[0019] 吸水シートの平面形状は、用途に応じて、あるいは吸収性物品の形状に応じて適宜定められ、例えば、略長方形、楕円形、砂時計形、羽子板形等が挙げられ、フィット性向上のために切れ込み等があってもよい。また、縦方向に延びる複数の縦溝及び縦方向に直交する横方向に延びる複数の横溝で区画されたブロック構造が縦方向に複数配されたブロック領域を有していてもよい。また、吸水シートの内部構造もまた、目的に応じて適宜定められる。例

例えば、単一の吸水シートからなること以外にも、複数の吸水シート（平面上で分割、垂直方向に分割など）が組み合わされていること、あるいは、吸水シート内部において、吸水性樹脂およびその他の成分の量的分布勾配（均一分布、液体投入部に応じての量的分布など）を持たせること等が挙げられる。また、吸水シートは、液体の流路を設けるために、吸水シートの中にエンボス加工が施されていてもよい。

[0020] 吸収層は、接着剤を介して不織布に接着されていることが好ましい。吸収層を不織布に接着する（固定する）接着剤としては、ホットメルト接着剤などが好ましい。

[0021] 本発明の吸水シートにおいて、吸収層に含まれる吸水性樹脂の目付は特に制限されないが、本発明の効果をより一層好適に発揮する観点から、好ましくは $100 \sim 450 \text{ g/m}^2$ 、より好ましくは $120 \sim 350 \text{ g/m}^2$ 、さらに好ましくは $150 \sim 300 \text{ g/m}^2$ である。

[0022] 吸水シートにおける吸水性樹脂の含有量としては、 $5 \sim 100$ 質量%であることが好ましく、 $10 \sim 95$ 質量%であることがより好ましく、 $20 \sim 90$ 質量%であることがさらに好ましく、 $30 \sim 80$ 質量%であることがよりさらに好ましい。

[0023] 吸水シートを、液体が通過し得る液体透過性の表面シート（トップシート）と、液体が通過し得ない液体不透過性の裏面シート（バックシート）との間に保持することによって、本発明の吸収性物品とすることができる。液体透過性シートは、身体と接触する側に配され、液体不透過性シートは、身体と接する反対側に配される。

[0024] 液体透過性シートとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル等の繊維からなる、エアスルー型、スパンボンド型、ケミカルボンド型、ニードルパンチ型等の不織布及び多孔質の合成樹脂シート等が挙げられる。また、液体不透過性シートとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル等の樹脂からなる合成樹脂フィルム等が挙げられる。液体透過性シートは、サーマルボンド不織布、エアスルー不織布、スパンボンド不織布

、及びスパンボンド／メルトブロー／スパンボンド不織布からなる群から選ばれる少なくとも１種であることが好ましい。

[0025] 液体透過性シートの目付は、 5 g/m^2 以上 100 g/m^2 以下であることが好ましく、 10 g/m^2 以上 60 g/m^2 以下であることがより好ましい。また、液体透過性シートには、液体の拡散性を向上させるために、表面にエンボス加工や穿孔加工が施されていてもよい。前記エンボス加工や穿孔加工を施すにあたっては、公知の方法にて実施することができる。

[0026] 液体不透過性シートとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル等の合成樹脂からなるシート、耐水性のメルトブローン不織布を高強度のスパンボンド不織布で挟んだスパンボンド／メルトブロー／スパンボンド（SMS）不織布等の不織布からなるシート、これらの合成樹脂と不織布（例えば、スパンボンド不織布、スパンレース不織布）との複合材料からなるシートなどが挙げられる。液体不透過性シートは、装着時のムレが低減されて、着用者に与える不快感を軽減することができる等の観点から、通気性を有してよい。液体不透過性シートとして、低密度ポリエチレン（LDPE）樹脂を主体とする合成樹脂からなるシートを用いることもできる。液体不透過性シートは、例えば、目付が $10\sim50\text{ g/m}^2$ の合成樹脂からなるシートであってよい。また、液体不透過性シートに通気性を付与するため、例えば、樹脂シートにフィラーを配合したり、液体不透過性シートにエンボス加工を施したりすることもできる。なお、フィラーとしては炭酸カルシウム等が用いられる。

[0027] 吸収性物品は、吸水シートの上表面に配置された液体透過性シート、及び前記液体透過性シート側とは反対側の面に配置された液体不透過性シートを有することが好ましい。また、吸収性物品において、吸水シートの上表面および／または下表面に、吸水性樹脂と親水性繊維とで構成された吸収体が組み合わされているともよい。

[0028] 吸収性物品には、前述した液体透過性シート、吸水シート、液体不透過性シートの他にも、用途や機能に合わせて適宜、部材が存在してもよい。例え

ば、コアラップ、液体獲得拡散シート、アウターカバー不織布、レッグギャザー等が挙げられる。

[0029] コアラップは、例えば、吸水シートの外周を覆うように配置されている。吸水シートは、コアラップの中に配置されている。コアラップとしては、ティッシュ、不織布等が挙げられる。コアラップは、例えば、吸水シートと同等の大きさの主面を有している。吸水シートは、コアラップの中に封入することにより、保形されている。コアラップによって吸水シートを保形する方法はこれに限られず、例えば、上下個別2枚のコアラップで吸水シートを挟んでもよいし、コアラップが袋体を形成し、その内部に吸水シート配置されてもよい。

[0030] (液体獲得拡散シート)

吸収性物品は、液体獲得拡散シートを含んでいてもよい。液体獲得拡散シートが、例えば、液体透過性シートの下面に配置されていてもよい。これにより、液体透過性シートを透過した液を吸水シート側へ速やかに移動させること、あるいは逆戻りをさらに低減することができる。液体獲得拡散シート及び液体透過性シート間の接着は、ホットメルト接着剤を用いてもよいし、ヒートエンボスや超音波溶着を用いることもできる。液体獲得拡散シートとしては、不織布を用いる他、多数の透過孔を有する樹脂フィルムを用いることもできる。不織布としては、液体透過性シートの項に記載したものと同様の素材を用いることができるが、液体透過性シートより親水性が高いものや、繊維密度が高いほうが、吸水シート方向への液の移動特性に優れるため好ましい。

[0031] 液体獲得拡散シートは、通常、吸水シートより短い幅にて中央部に配置されるが、全幅にわたって配置されてもよい。液体獲得拡散シートの前後方向長さは、吸収性物品の全長と略同一でもよいし、吸水シートの全長と略同一でもよいし、液が投入される部分を想定した範囲の長さであってもよい。

[0032] (アウターカバー不織布)

また、アウターカバー不織布が、液体不透過性シートの吸水シート対向側

に配置されていてもよい。アウターカバー不織布は、例えば、接着剤を用いて液体不透過性シートに接着されることができる。アウターカバー不織布は、1層以上で形成されてもよく、軟質材であってもよい。アウターカバー不織布は、消費者の購入意欲に訴求できるように、あるいはその他の理由に応じて、柔軟な触感を付与されていてもよいし、絵柄がプリントされていてもよいし、複数の結合部、エンボス加工、あるいは三次元の形態を形成されていてもよい。

[0033] (レッグギャザー)

本発明の吸収性物品は、吸水シートにおける幅方向の両端部よりも外側に配置され、吸水シートの長手方向と略平行に設置される、伸縮性を有する弾性部材を備えたレッグギャザーを有していてもよい。レッグギャザーの長さは、装着者の足回りかそれを上回る程度に設定される。レッグギャザーの伸長率は、排出される液体の漏れを防止しつつ、長時間装着時の圧迫感が少ないなどの観点から適宜設定される。

[0034] (前面／背面ギャザー)

本発明の吸収性物品は、吸収性物品における長手方向の両端部近傍に配置され、幅方向に伸縮する弾性部材を備える前面／背面ギャザーを有していてもよい。

[0035] 本発明の吸収性物品は、吸水シートの幅方向の側縁部上方に立ち上がることができる前面／背面ギャザーを備えている。すなわち、吸収性物品における長手方向の両側のそれぞれには、ギャザー弾性部材を有する前面／背面ギャザーのシート用部材が配されて、前面／背面ギャザーが構成されている。

[0036] 前面／背面ギャザー用の部材は、通常、液不透過性または撥水性の素材であって、好ましくは透湿性の素材が用いられる。例えば、液不透過性または撥水性の多孔質シート、液不透過性または撥水性の不織布、もしくは前記多孔質シートと該不織布との積層体等が挙げられる。前記不織布としては、例えば、サーマルボンド不織布、スパンボンド不織布、メルトブロー不織布、スパンレース不織布、スパンボンド／メルトブロー／スパンボンド不織布等

が挙げられる。前記部材の目付は、 $5 \sim 100 \text{ g/m}^2$ であってよく、 $8 \sim 70 \text{ g/m}^2$ であってよく、 $10 \sim 40 \text{ g/m}^2$ であってよい。

[0037] 本発明の吸収性物品を構成する各部材は、接着されていてもよい。例えば、吸水シートと液体透過性シートとを接着することで、液体がより円滑に吸水シートに導かれ、漏れ防止に優れた吸収性物品が得られやすい。吸水シートがコアラップ20により被覆又は挟持されている場合、少なくともコアラップ20と液体透過性シート30とが接着されていることが好ましく、さらにコアラップ20と吸水シートとが接着されていることがより好ましい。接着方法としては、接着剤、ヒートシール、超音波シール等の公知の方法が挙げられる。例えば、ホットメルト接着剤を液体透過性シートに対してその幅方向へ所定間隔で縦方向ストライプ状、スパイラル状等の形状に塗布する方法、デンプン、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン及びその他水溶性高分子から選ばれる水溶性接着剤を用いる方法等が挙げられる。また、吸水シートが熱融着性合成繊維を含む場合は、その熱融着による方法を採用してもよい。

[0038] 本発明の吸水シートに使用される吸水性樹脂は、以下の(A)～(C)の特性を有することを特徴とする。このような特徴を備える吸水性樹脂を用いた本発明の吸水シートは、漏れの発生を抑制することができる。以下、吸水性樹脂について詳述する。

[0039] (A) 生理食塩水保水量が、 45 g/g 以上 70 g/g 以下である。

(B) 4.14 kPa 荷重下での吸水量が、 13 ml/g 以上である。

(C) 無加圧DWの5分値が、 44 ml/g 以上 80 ml/g 以下である。

[0040] 本発明の効果をより一層好適に発揮する観点から、吸水シートに使用される吸水性樹脂のうち、(A)～(C)の特性を有する吸水性樹脂の含有率は、好ましくは30質量%以上、より好ましくは50質量%以上、さらに好ましくは70質量%以上であり、よりさらに好ましくは90質量%以上である。

[0041] 本発明の吸水シートに含まれる吸収層が2層以上である場合、少なくとも

1層には(A)～(C)の特性を有する吸水性樹脂が含まれていればよく、各々の吸収層に含まれる吸水性樹脂は同一であっても異なってもよい。また、本発明の効果をより一層好適に発揮する観点から、吸水シートに全吸収層の50%以上に(A)～(C)の特性を有する吸水性樹脂が含まれることが好ましく、すべての層に(A)～(C)の特性を有する吸水性樹脂が含まれることがより好ましい。

[0042] 本発明の効果をより一層好適に発揮する観点から、吸水性樹脂の生理食塩水保水量は、好ましくは46g/g以上、より好ましくは47g/g以上、さらに好ましくは48g/g以上であり、また、好ましくは70g/g以下、より好ましくは68g/g以下、さらに好ましくは65g/g以下である。

[0043] また、本発明の効果をより一層好適に発揮する観点から、吸水性樹脂の4.14kPa荷重下での吸水量は、好ましくは14ml/g以上、より好ましくは15ml/g以上、さらに好ましくは16ml/g以上であり、また、好ましくは33ml/g以下、より好ましくは27ml/g以下、さらに好ましくは23ml/g以下である。

[0044] また、本発明の効果をより一層好適に発揮する観点から、吸水性樹脂の無加圧DWの5分値は、好ましくは46ml/g以上、より好ましくは48ml/g以上、さらに好ましくは50ml/g以上であり、また、好ましくは70ml/g以下、より好ましくは60ml/g以下、さらに好ましくは54ml/g以下である。

[0045] また、吸水性樹脂は、勾配吸収試験によって測定される漏れ発生までの液の吸収量は、吸水シートに含まれる吸収層が1層の場合、好ましくは185g以上、より好ましくは190g以上である。また、漏れ発生までの液の吸収量は、例えば、560g以下、より好ましくは555g以下、550g以下である。吸水シートに含まれる吸収層が2層の場合、好ましくは172g以上、より好ましくは176g以上である。また、漏れ発生までの液の吸収量は、例えば、560g以下、より好ましくは555g以下、550g以下

である。

[0046] 吸水性樹脂の生理食塩水保水量、4. 14 kPa 荷重下での吸水量、及び無加圧DW5分値の測定方法、勾配吸収試験の方法は、それぞれ、実施例に記載の通りである。

[0047] 吸水性樹脂は、水溶性エチレン性不飽和単量体の重合物を架橋したもの、すなわち水溶性エチレン性不飽和単量体に由来する構造単位を有する架橋重合体により構成されている。

[0048] 本発明に用いられる吸水性樹脂は、様々な形状を有していてもよい。吸水性樹脂の形状としては、例えば、顆粒状、略球状、不定形破砕状、板状、繊維状、フレーク状、またはそれらの樹脂が凝集した形状等が挙げられる。吸水性樹脂は、顆粒状、略球状、不定形破砕状、繊維状、またはそれらの樹脂が凝集した形状等であることが好ましい。

[0049] なお、吸水性樹脂は、各々が単一の粒子からなる形態のほかに、微細な粒子（一次粒子）が凝集した形態（二次粒子）であってもよい。一次粒子の形状としては、略球状、不定形破砕状、板状等が挙げられる。逆相懸濁重合によって製造される一次粒子である場合には、真球状、楕円球状等のような円滑な表面形状を有する略球状の単粒子形状が挙げられるが、このような形状の一次粒子は、表面形状が円滑であることにより、粉体としての流動性が高くなるうえ、凝集した粒子が密に充填されやすいために衝撃を受けても破壊されにくく、粒子強度が高い吸水性樹脂となる。

[0050] 吸水性樹脂の中位粒子径は、本発明の効果をより好適に発揮する観点から、200 μm 以上、250 μm 以上、280 μm 以上、300 μm 以上、又は320 μm 以上が好ましい。また、中位粒子径は、同様の観点から、700 μm 以下、600 μm 以下、550 μm 以下、500 μm 以下、450 μm 以下、又は400 μm 以下が好ましい。すなわち、中位粒子径が200～700 μm であることが好ましく、200～600 μm であることが好ましく、250～500 μm であることがより好ましく、300～450 μm であることがさらに好ましく、320～400 μm であることがよりさらに好

ましい。

[0051] 吸水性樹脂の中位粒子径は、JIS標準篩を用いて測定することができ、具体的には、実施例に記載の方法により測定した値である。

[0052] 水溶性エチレン性不飽和単量体の重合方法は、代表的な重合法である水溶液重合法、乳化重合法、逆相懸濁重合法等が用いられる。水溶液重合法では、水溶性エチレン性不飽和単量体水溶液を、必要に応じて攪拌しながら、加熱することにより重合が行われる。また、逆相懸濁重合法では、水溶性エチレン性不飽和単量体を、炭化水素分散媒中、攪拌下で加熱することにより重合が行われる。精密な重合反応制御と広範な粒子径の制御が可能な観点から逆相懸濁重合法が好ましく用いられる。

[0053] 吸水性樹脂の製造方法の具体的な実施形態を、逆相懸濁重合法を例に、以下に説明する。

[0054] 吸水性樹脂の製造方法の具体例としては、水溶性エチレン性不飽和単量体を炭化水素分散媒中で逆相懸濁重合させて吸水性樹脂を製造する方法において、ラジカル重合開始剤の存在下において重合を行う工程と、重合で得られた含水ゲル状物に後架橋剤の存在下に後架橋する工程とを有する製造方法が挙げられる。なお、吸水性樹脂の製造方法においては、必要に応じて水溶性エチレン性不飽和単量体に内部架橋剤を添加して内部架橋構造を有する含水ゲル状物としてもよい。

[0055] <重合工程>

[水溶性エチレン性不飽和単量体]

水溶性エチレン性不飽和単量体としては、例えば、(メタ)アクリル酸及びその塩；2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸及びその塩；(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート等の非イオン性単量体；N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、ジエチルアミノプ

ロピル（メタ）アクリルアミド等のアミノ基含有不飽和単量体及びその４級化物等が挙げられる。これらの水溶性エチレン性不飽和単量体の中でも、工業的に入手が容易であること等の観点から、（メタ）アクリル酸又はその塩、（メタ）アクリルアミド、N，N－ジメチルアクリルアミドが好ましく、（メタ）アクリル酸及びその塩がより好ましい。なお、これらの水溶性エチレン性不飽和単量体は、単独で用いてもよく、２種類以上を組み合わせ用いてもよい。

[0056] これらの中でも、アクリル酸及びその塩が吸水性樹脂の原材料として広く用いられており、これらアクリル酸及び／又はその塩に、上述の他の水溶性エチレン性不飽和単量体を共重合させて用いる場合もある。この場合、アクリル酸及び／又はその塩は、主となる水溶性エチレン性不飽和単量体として、総水溶性エチレン性不飽和単量体に対して70～100モル%用いられることが好ましい。

[0057] 水溶性エチレン性不飽和単量体は、水溶液の状態で炭化水素分散媒中に分散されて、逆相懸濁重合に供されるのが好ましい。水溶性エチレン性不飽和単量体は、水溶液とすることにより、炭化水素分散媒中での分散効率を上昇させることができる。この水溶液における水溶性エチレン性不飽和単量体の濃度としては、20質量%～飽和濃度以下の範囲であることが好ましい。また、本件発明の吸水特性が得られやすい加点から、水溶性エチレン性不飽和単量体の濃度としては、水溶性エチレン性不飽和単量体の濃度としては38質量%以上であることがより好ましく、40質量%以上であることがさらに好ましく、42質量%以上であることがよりさらに好ましい。一方、水溶性エチレン性不飽和単量体の濃度としては55質量%以下であることがより好ましく、50質量%以下であることがさらに好ましく、46質量%以下であることがよりさらに好ましい。

[0058] 水溶性エチレン性不飽和単量体が、（メタ）アクリル酸、2－（メタ）アクリルアミドー2－メチルプロパンスルホン酸等のように酸基を有する場合、必要に応じてその酸基が予めアルカリ性中和剤により中和されたものを用

いてもよい。このようなアルカリ性中和剤としては、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸カリウム等のアルカリ金属塩；アンモニア等が挙げられる。また、これらのアルカリ性中和剤は、中和操作を簡便にするために水溶液の状態にして用いてもよい。なお、上述したアルカリ性中和剤は、単独で用いてもよく、2種類以上を組み合わせ用いてもよい。

[0059] アルカリ性中和剤による水溶性エチレン性不飽和単量体の中和度としては、水溶性エチレン性不飽和単量体が有する全ての酸基に対する中和度として、10～100モル%であることが好ましく、30～90モル%であることがより好ましく、40～85モル%であることがさらに好ましく、50～80モル%であることがよりさらに好ましい。

[0060] [ラジカル重合開始剤]

当該重合工程に添加されるラジカル重合開始剤としては、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム等の過硫酸塩類、メチルエチルケトンパーオキシド、メチルイソブチルケトンパーオキシド、ジ-*t*-ブチルパーオキシド、*t*-ブチルクミルパーオキシド、*t*-ブチルパーオキシアセテート、*t*-ブチルパーオキシイソブチレート、*t*-ブチルパーオキシピバレート、過酸化水素等の過酸化物類、並びに、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン) 2塩酸塩、2, 2'-アゾビス[2-(*N*-フェニルアミジノ)プロパン] 2塩酸塩、2, 2'-アゾビス[2-(*N*-アリルアミジノ)プロパン] 2塩酸塩、2, 2'-アゾビス{2-[1-(2-ヒドロキシエチル)-2-イミダゾリン-2-イル]プロパン} 2塩酸塩、2, 2'-アゾビス{2-メチル-*N*-[1, 1-ビス(ヒドロキシメチル)-2-ヒドロキシエチル]プロピオンアミド}、2, 2'-アゾビス[2-メチル-*N*-(2-ヒドロキシエチル)-プロピオンアミド]、4, 4'-アゾビス(4-シアノ吉草酸)等のアゾ化合物等を挙げることができる。これらのラジカル重合開始剤の中でも、入手が容易で取り扱いやすいという観点から、好ましくは、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナト

リウム及び2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)2塩酸塩が挙げられる。これらラジカル重合開始剤は、単独で用いても、2種以上を組み合わせ用いてもよい。また、前記ラジカル重合開始剤は、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム、硫酸第一鉄、及びL-アスコルビン酸等の還元剤と併用して、レドックス重合開始剤として用いることもできる。

[0061] 本発明の効果をより一層好適に発揮する吸水性樹脂を得る観点から、重合工程で混合されるラジカル重合開始剤は、アゾ系化合物及び過酸化物を含むことが好ましい。なお、アゾ系化合物に対する過酸化物のモル比（過酸化物／アゾ系化合物）は、好ましくは0.1～1.0の範囲、より好ましくは0.2～0.8の範囲、さらに好ましくは0.3～0.6の範囲である。

[0062] ラジカル重合開始剤の使用量としては、例えば、水溶性エチレン性不飽和単量体1モルに対して0.00005～0.01モルが挙げられる。このような使用量を充足することにより、急激な重合反応が起こるのを回避し、且つ重合反応を適切な時間で完了させることができる。

[0063] [内部架橋剤]

内部架橋剤としては、使用する水溶性エチレン性不飽和単量体の重合体を架橋できるものが挙げられ、例えば、(ポリ)エチレングリコール、(ポリ)プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、トリメチロールプロパン、(ポリ)グリセリン等のジオール、トリオール等のポリオール類と(メタ)アクリル酸、マレイン酸、フマル酸等の不飽和酸とを反応させて得られる不飽和ポリエステル類；N,N-メチレンビスアクリルアミド等のビスアクリルアミド類；ポリエポキシドと(メタ)アクリル酸とを反応させて得られるジ(メタ)アクリル酸エステル類又はトリ(メタ)アクリル酸エステル類；トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等のポリイソシアネートと(メタ)アクリル酸ヒドロキシエチルとを反応させて得られるジ(メタ)アクリル酸カルバミルエステル類；アリル化澱粉、アリル化セルロース、ジアリルフタレート、N,N',N''-トリアリルイソシアヌレート、ジビニルベンゼン等の重合性不飽和基を2個以上有する化合物；

(ポリ) エチレングリコールジグリシジルエーテル、(ポリ) プロピレングリコールジグリシジルエーテル、(ポリ) グリセリンジグリシジルエーテル等のジグリシジル化合物、トリグリシジル化合物等のポリグリシジル化合物；エピクロルヒドリン、エピブロムヒドリン、 α -メチルエピクロルヒドリン等のエピハロヒドリン化合物；2, 4-トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等のイソシアネート化合物等の反応性官能基を2個以上有する化合物；3-メチル-3-オキセタンメタノール、3-エチル-3-オキセタンメタノール、3-ブチル-3-オキセタンメタノール、3-メチル-3-オキセタンエタノール、3-エチル-3-オキセタンエタノール、3-ブチル-3-オキセタンエタノール等のオキセタン化合物等が挙げられる。これらの内部架橋剤の中でも、不飽和ポリエステル類、又はポリグリシジル化合物を用いることが好ましく、ジグリシジルエーテル化合物を用いることがより好ましく、(ポリ) エチレングリコールジグリシジルエーテル、(ポリ) プロピレングリコールジグリシジルエーテル、(ポリ) グリセリンジグリシジルエーテルを用いることが好ましい。これらの内部架橋剤は、単独で用いてもよく、2種類以上を組み合わせ用いてもよい。

[0064] 内部架橋剤の使用量としては、水溶性エチレン性不飽和単量体1モルに対して、0.02モル以下であることが好ましく、0.000001~0.01モルであることがより好ましく、0.00001~0.005モルであることがさらに好ましく、0.00005~0.002モルであることがよりさらに好ましい。

[0065] [炭化水素分散媒]

炭化水素分散媒としては、例えば、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、2-メチルヘキサン、3-メチルヘキサン、2, 3-ジメチルペンタン、3-エチルペンタン、*n*-オクタン等の炭素数6~8の脂肪族炭化水素；シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、シクロペンタン、メチルシクロペンタン、*trans*-1, 2-ジメチルシクロペンタン、*cis*-1, 3-ジメチルシクロペンタン、*trans*-1, 3-ジメチルシクロペンタン等の脂環族炭

化水素；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素等が挙げられる。これらの炭化水素分散媒の中でも、特に、工業的に入手が容易であり、品質が安定しており且つ安価である点で、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、シクロヘキサンが好適に用いられる。これらの炭化水素分散媒は、単独で用いてもよく、2種類以上を組み合わせ用いてもよい。なお、炭化水素分散媒の混合物の例としては、エクソールヘプタン（エクソンモービル社製：ヘプタン及びその異性体の炭化水素75～85質量%含有）等の市販品を用いても好適な結果を得ることができる。

[0066] 炭化水素分散媒の使用量としては、水溶性エチレン性不飽和単量体を均一に分散し、重合温度の制御を容易にする観点から、第1段目の水溶性エチレン性不飽和単量体100質量部に対して、100～1500質量部であることが好ましく、200～1400質量部であることがより好ましい。なお、後述するが、逆相懸濁重合は、1段（単段）もしくは2段以上の多段で行われ、上述した第1段目の重合とは、単段重合もしくは多段重合における1段目の重合反応を意味する（以下も同様）。

[0067] [分散安定剤]

（界面活性剤）

逆相懸濁重合では、水溶性エチレン性不飽和単量体の炭化水素分散媒中での分散安定性を向上させるために、分散安定剤を用いることもできる。その分散安定剤としては、界面活性剤を用いることができる。

[0068] 界面活性剤としては、例えば、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、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ニルエーテル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、アルキルアリルホルムアルデヒド縮合ポリオキシエチレンエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、ポリオキシエチ

レンポリオキシプロピルアルキルエーテル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、アルキルグルコシド、N-アルキルグルコンアミド、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレンアルキルエーテルのリン酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテルのリン酸エステル等を用いることができる。これらの界面活性剤の中でも、特に、単量体の分散安定性の面から、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステルを用いることが好ましい。これらの界面活性剤は、単独で用いてもよく、2種類以上を組み合わせ用いてもよい。

[0069] 界面活性剤の使用量としては、第1段目の水溶性エチレン性不飽和単量体100質量部に対して、好ましくは0.1～30質量部であることが好ましく、0.3～20質量部であることがより好ましい。

[0070] (高分子系分散剤)

また、逆相懸濁重合で用いられる分散安定剤としては、上述した界面活性剤と共に、高分子系分散剤を併せて用いてもよい。

[0071] 高分子系分散剤としては、例えば、無水マレイン酸変性ポリエチレン、無水マレイン酸変性ポリプロピレン、無水マレイン酸変性エチレン・プロピレン共重合体、無水マレイン酸変性EPDM（エチレン・プロピレン・ジエン・ターポリマー）、無水マレイン酸変性ポリブタジエン、無水マレイン酸・エチレン共重合体、無水マレイン酸・プロピレン共重合体、無水マレイン酸・エチレン・プロピレン共重合体、無水マレイン酸・ブタジエン共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・プロピレン共重合体、酸化型ポリエチレン、酸化型ポリプロピレン、酸化型エチレン・プロピレン共重合体、エチレン・アクリル酸共重合体、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース等が挙げられる。これらの高分子系分散剤の中でも、特に、単量体の分散安定性の面から、無水マレイン酸変性ポリエチレン、無水マレイン酸変性ポリプロピレン、無水マレイン酸変性エチレン・プロピレン共重合体、無水マレイン酸・エチレン共重合体、無水マレイン酸・プロピレン共

重合体、無水マレイン酸・エチレン・プロピレン共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・プロピレン共重合体、酸化型ポリエチレン、酸化型ポリプロピレン、酸化型エチレン・プロピレン共重合体を用いることが好ましい。これらの高分子系分散剤は、単独で用いてもよく、2種類以上を組み合わせ用いてもよい。

[0072] 高分子系分散剤の使用量としては、第1段目の水溶性エチレン性不飽和単量体100質量部に対して、0.1～30質量部であることが好ましく、0.3～20質量部であることがより好ましい。

[0073] [その他の成分]

吸水性樹脂の製造方法において、所望によりその他の成分を、水溶性エチレン性不飽和単量体を含む水溶液に添加して逆相懸濁重合を行うようにしてもよい。その他の成分としては、増粘剤、連鎖移動剤等の各種の添加剤を添加することができる。

[0074] 一例として、水溶性エチレン性不飽和単量体を含む水溶液に対して増粘剤を添加して逆相懸濁重合を行うことができる。このように増粘剤を添加して水溶液粘度を調整することによって、逆相懸濁重合において得られる中位粒子径を制御することが可能である。

[0075] 増粘剤としては、例えば、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸（部分）中和物、ポリエチレングリコール、ポリアクリルアミド、ポリエチレンイミン、デキストリン、アルギン酸ナトリウム、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリエチレンオキサイド等を用いることができる。なお、重合時の攪拌速度が同じであれば、水溶性エチレン性不飽和単量体水溶液の粘度が高いほど得られる粒子の一次粒子及び／又は二次粒子は大きくなる傾向にある。

[0076] [逆相懸濁重合]

逆相懸濁重合を行うにあたっては、例えば、分散安定剤の存在下に、水溶性エチレン性不飽和単量体を含む単量体水溶液を、炭化水素分散媒に分散さ

せる。このとき、重合反応を開始する前であれば、分散安定剤（界面活性剤や高分子系分散剤）の添加時期は、単量体水溶液添加の前後どちらであってもよい。

[0077] その中でも、得られる吸水性樹脂に残存する炭化水素分散媒量を低減しやすいという観点から、高分子系分散剤を分散させた炭化水素分散媒に、単量体水溶液を分散させた後に、さらに界面活性剤を分散させてから重合を行うことが好ましい。

[0078] このような逆相懸濁重合を、1段もしくは2段以上の多段で行うことが可能である。また、生産性を高める観点から2～3段で行うことが好ましい。

[0079] 2段以上の多段で逆相懸濁重合を行う場合には、1段目の逆相懸濁重合を行った後、1段目の重合反応で得られた反応混合物に水溶性エチレン性不飽和単量体を添加して混合し、1段目と同様の方法で2段目以降の逆相懸濁重合を行えばよい。2段目以降の各段における逆相懸濁重合では、水溶性エチレン性不飽和単量体の他に、ラジカル重合開始剤と、必要に応じて、内部架橋剤とを、2段目以降の各段における逆相懸濁重合の際に添加する水溶性エチレン性不飽和単量体の量を基準として、上述した水溶性エチレン性不飽和単量体に対する各成分のモル比の範囲内で添加して逆相懸濁重合を行うことができる。なお、水溶性エチレン性不飽和単量体の量と、水溶性エチレン性不飽和単量体に対する重合開始剤、内部架橋剤等の比率は、前記範囲内であれば、1段目と2段目以降の各段とが、同じであっても、異なってもよい。

[0080] 重合反応の反応温度としては、重合を迅速に進行させ、重合時間を短くすることにより、経済性を高めるとともに、容易に重合熱を除去して円滑に反応を行わせる観点から、20～110℃であることが好ましく、40～90℃であることがより好ましい。

[0081] <後架橋工程>

次に、吸水性樹脂は、水溶性エチレン性不飽和単量体を重合して得られた内部架橋構造を有する含水ゲル状物に対して、後架橋剤を添加して架橋する

こと（後架橋反応）で得られる。この後架橋反応は、水溶性エチレン性不飽和単量体の重合後以降に後架橋剤の存在下に行う。このような後架橋反応を施すことによって、吸水性樹脂の表面近傍の架橋密度を適切に高めて、荷重下での吸水量や無加圧DW等の諸性能を高めた吸水性樹脂を得ることができる。

[0082] 後架橋剤としては、反応性官能基を2個以上有する化合物を挙げることができる。例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール、ポリグリセリン等のポリオール類；（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリントリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、（ポリ）プロピレングリコールポリグリシジルエーテル、（ポリ）グリセロールポリグリシジルエーテル等のポリグリシジル化合物；エピクロルヒドリン、エピブロムヒドリン、 α -メチルエピクロルヒドリン等のハロエポキシ化合物；2,4-トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等のイソシアネート化合物；3-メチル-3-オキセタンメタノール、3-エチル-3-オキセタンメタノール、3-ブチル-3-オキセタンメタノール、3-メチル-3-オキセタンエタノール、3-エチル-3-オキセタンエタノール、3-ブチル-3-オキセタンエタノール等のオキセタン化合物；1,2-エチレンビスオキサゾリン等のオキサゾリン化合物；エチレンカーボネート等のカーボネート化合物；ビス[N,N-ジ(β -ヒドロキシエチル)]アジプアミド等のヒドロキシアルキルアミド化合物が挙げられる。これらの後架橋剤の中でも、（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリントリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、（ポリ）プロピレングリコールポリグリシジルエーテル、（ポリ）グリセロールポリグリシジルエーテル等のポリグリシジル化合物が好ましい。これらの後架橋剤は、単独

で用いてもよく、2種類以上を組み合わせ用いてもよい。

[0083] 後架橋剤の使用量としては、重合に使用した水溶性エチレン性不飽和単量体の総量1モルに対して、0.00001～0.01モルであることが好ましく、0.00005～0.005モルであることがより好ましく、0.00001～0.001モルであることがさらに好ましい。

[0084] 後架橋剤の添加方法としては、後架橋剤をそのまま添加しても、水溶液として添加してもよいが、必要に応じて、溶媒として親水性有機溶媒を用いた溶液として添加してもよい。親水性有機溶媒としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール等の低級アルコール類；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類；ジエチルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類；N,N-ジメチルホルムアミド等のアミド類；ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類等が挙げられる。これら親水性有機溶媒は、単独で用いてもよく、2種類以上を組み合わせ、又は水との混合溶媒として用いてもよい。

[0085] 後架橋剤の添加時期としては、水溶性エチレン性不飽和単量体の重合後であればよく、水溶性エチレン性不飽和単量体100質量部に対して、5～140質量部の範囲の水分存在下に添加することが好ましく、15～100質量部の範囲の水分存在下に添加することがより好ましく、20～50質量部の範囲の水分存在下に添加することがさらに好ましく、22～28質量部の範囲の水分存在下に添加することがよりさらに好ましい。なお、水分の量は、反応系に含まれる水分と後架橋剤を添加する際に必要に応じて用いられる水分との合計量を意味する。水分の量が140質量部より高い状態で後架橋剤を添加すると、保水量が低くなる傾向にある。また、水分の量が5質量部よりも低い状態で後架橋剤を添加すると、後架橋剤の反応が十分でなくなる傾向にある。

[0086] 後架橋反応における反応温度としては、50～250℃であることが好ましく、60～180℃であることがより好ましく、60～140℃であることがさらに好ましく、70～120℃であることがよりさらに好ましい。ま

た、後架橋反応の反応時間としては、1～300分間であることが好ましく、5～200分間であることがより好ましい。

[0087] <乾燥工程>

上述した逆相懸濁重合を行った後、熱等のエネルギーを外部から加えることで、水、炭化水素分散媒等を蒸留により除去する乾燥工程を含んでもよい。逆相懸濁重合後の含水ゲルから脱水を行う場合、炭化水素分散媒中に含水ゲルが分散している系を加熱することで、水と炭化水素分散媒を共沸蒸留により系外に一旦留去する。このとき、留去した炭化水素分散媒のみを系内へ返送すると、連続的な共沸蒸留が可能となる。その場合、乾燥中の系内の温度が、炭化水素分散媒との共沸温度以下に維持されるため、樹脂が劣化しにくい等の観点から好ましい。引き続き、水及び炭化水素分散媒を留去することにより、吸水性樹脂が得られる。この重合後における乾燥工程の処理条件を制御して脱水量を調整することにより、得られる吸水性樹脂の諸性能を制御することが可能である。

[0088] 乾燥工程では、蒸留による乾燥処理を常圧下で行ってもよく、減圧下で行ってもよい。また、乾燥効率を高める観点から、窒素等の気流下で行ってもよい。乾燥処理を常圧下で行う場合においては、乾燥温度としては、70～250℃であることが好ましく、80～180℃であることがより好ましく、80～140℃であることがさらに好ましく、90～130℃であることがよりさらに好ましい。また、乾燥処理を減圧下で行う場合においては、乾燥温度としては、40～160℃であることが好ましく、50～110℃であることがより好ましい。

[0089] なお、上述した後架橋剤による後架橋工程を行う場合には、その後架橋工程の終了後に、上述した蒸留による乾燥工程を行うようにする。または、後架橋工程と乾燥工程とを同時に行うようにしてもよい。

[0090] 吸水性樹脂は、目的に応じた添加剤を含んでもよい。このような添加剤としては、無機粉末、界面活性剤、酸化剤、還元剤、金属キレート剤、ラジカル連鎖禁止剤、酸化防止剤、抗菌剤等が挙げられる。例えば、吸水性樹

脂 100 質量部に対し、無機粉末として 0.05～5 質量部の非晶質シリカを添加することで、吸水性樹脂の流動性をさらに向上させることができる。

実施例

[0091] 以下に実施例及び比較例を示して本発明を詳細に説明する。但し本発明は実施例に限定されるものではない。

[0092] 実施例及び比較例で得られた吸水性樹脂は、以下の各種試験で評価した。特に断りのない場合、測定は温度 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 、湿度 $50 \pm 10\%$ の環境下で実施した。以下、各評価試験方法について説明する。

[0093] <生理食塩水保水量>

吸水性樹脂粒子 2.0 g を量り取った綿袋（メンブロード 60 番、横 100 mm × 縦 200 mm）を 500 mL 容のビーカー内に設置した。吸水性樹脂粒子の入った綿袋中に 0.9 質量%塩化ナトリウム水溶液（生理食塩水）500 g をママコができないように一度に注ぎ込み、綿袋の上部を輪ゴムで縛り、30 分静置させることで吸水性樹脂粒子を膨潤させた。30 分経過後の綿袋を、遠心力が 167 G となるよう設定した脱水機（株式会社コクサン製、品番：H-122）を用いて 1 分間脱水し、脱水後の膨潤ゲルを含んだ綿袋の質量 W_a (g) を測定した。吸水性樹脂粒子を添加せずに同様の操作を行い、綿袋の湿潤時の空質量 W_b (g) を測定し、以下の式から生理食塩水保水量を算出した。

$$\text{生理食塩水保水量 (g/g)} = [W_a - W_b] / 2.0$$

[0094] <4.14 kPa 荷重下での生理食塩水吸水量>

吸水性樹脂粒子の荷重下での生理食塩水の吸水量（室温、 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ）を、図 1 に示す測定装置 Y を用いて測定した。測定装置 Y は、ビュレット部 61、導管 62、測定台 63、及び、測定台 63 上に置かれた測定部 64 から構成される。ビュレット部 61 は、鉛直方向に伸びるビュレット 61a と、ビュレット 61a の上端に配置されたゴム栓 61b と、ビュレット 61a の下端に配置されたコック 61c と、コック 61c の近傍において一端がビュレット 61a 内に伸びる空気導入管 61d と、空気導入管 61d の他端側

に配置されたコック 6 1 e とを有している。導管 6 2 は、ビュレット部 6 1 と測定台 6 3 との間に取り付けられている。導管 6 2 の内径は 6 mm である。測定台 6 3 の中央部には、直径 2 mm の穴があいており、導管 6 2 が連結されている。測定部 6 4 は、円筒 6 4 a（アクリル樹脂（プレキシグラス）製）と、円筒 6 4 a の底部に接着されたナイロンメッシュ 6 4 b と、重り 6 4 c とを有している。円筒 6 4 a の内径は 20 mm である。ナイロンメッシュ 6 4 b の目開きは $75\ \mu\text{m}$ （200 メッシュ）である。そして、測定時にはナイロンメッシュ 6 4 b 上に測定対象の吸水性樹脂粒子 6 5 が均一に撒布される。重り 6 4 c の直径は 19 mm であり、重り 6 4 c の質量は 120 g である。重り 6 4 c は、吸水性樹脂粒子 6 5 上に置かれ、吸水性樹脂粒子 6 5 に対して $4.14\ \text{kPa}$ の荷重を加えることができる。

[0095] 測定装置 Y の円筒 6 4 a の中に 0.100 g の吸水性樹脂粒子 6 5 を入れた後、重り 6 4 c を載せて測定を開始した。吸水性樹脂粒子 6 5 が吸水した生理食塩水と同容積の空気が、空気導入管より、速やかにかつスムーズにビュレット 6 1 a の内部に供給されるため、ビュレット 6 1 a の内部の生理食塩水の水位の減量が、吸水性樹脂粒子 6 5 が吸水した生理食塩水量となる。ビュレット 6 1 a の目盛は、上から下方向に 0 mL から 0.5 mL 刻みで刻印されており、生理食塩水の水位として、吸水開始前のビュレット 6 1 a の目盛り V_a と、吸水開始から 60 分後のビュレット 6 1 a の目盛り V_b とを読み取り、下記式より $4.14\ \text{kPa}$ 荷重下での生理食塩水吸水量を算出した。

$$4.14\ \text{kPa 荷重下での生理食塩水吸水量} [\text{mL} / \text{g}] = (V_b - V_a) / 0.100$$

[0096] <無加圧 DW (Demand Wettability) の 5 分値>

吸水性樹脂粒子の無加圧 DW は、図 2 に示す測定装置を用いて測定した。測定は 1 種類の吸水性樹脂粒子に関して 5 回実施し、最低値と最高値とを除いた 3 点の測定値の平均値を求めた。当該測定装置は、ビュレット部 1、導管 5、測定台 13、ナイロンメッシュシート 15、架台 11、及びクランプ

3を有する。ビュレット部1は、目盛が記載されたビュレット管21と、ビュレット管21の上部の開口を密栓するゴム栓23と、ビュレット管21の下部の先端に連結されたコック22と、ビュレット管21の下部に連結された空気導入管25及びコック24とを有する。ビュレット部1はクランプ3で固定されている。平板状の測定台13は、その中央部に形成された直径2 mmの貫通孔13aを有しており、高さが可変の架台11によって支持されている。測定台13の貫通孔13aとビュレット部1のコック22とが導管5によって連結されている。導管5の内径は6 mmである。

[0097] 測定は温度25℃、湿度60±10%の環境下で行なわれた。まずビュレット部1のコック22とコック24を閉め、25℃に調節された0.9質量%食塩水50をビュレット管21上部の開口からビュレット管21に入れた。食塩水の濃度0.9質量%は、食塩水の質量を基準とする濃度である。ゴム栓23でビュレット管21の開口の密栓した後、コック22及びコック24を開けた。気泡が入らないよう導管5内部を0.9質量%食塩水50で満たした。貫通孔13a内に到達した0.9質量%食塩水の水面の高さが、測定台13の上面の高さと同じになるように、測定台13の高さを調整した。調整後、ビュレット管21内の0.9質量%食塩水50の水面の高さをビュレット管21の目盛で読み取り、その位置をゼロ点（0秒時点の読み値）とした。

[0098] 測定台13上の貫通孔13aの近傍にてナイロンメッシュシート15（100 mm×100 mm、250メッシュ、厚さ約50 μm）を敷き、その中央部に、内径30 mm、高さ20 mmのシリンダーを置いた。このシリンダーに、1.00 gの吸水性樹脂粒子10aを均一に散布した。その後、シリンダーを注意深く取り除き、ナイロンメッシュシート15の中央部に吸水性樹脂粒子10aが円状に分散されたサンプルを得た。次いで、吸水性樹脂粒子10aが載置されたナイロンメッシュシート15を、その中心が貫通孔13aの位置になるように、吸水性樹脂粒子10aが散逸しない程度にすばやく移動させて、測定を開始した。空気導入管25からビュレット管21内に

気泡が最初に導入された時点吸水開始（0秒）とした。

[0099] ビュレット管21内の0.9質量%食塩水50の減少量（すなわち、吸水性樹脂粒子10aが吸水した0.9質量%食塩水の量）を順次読み取り、吸水性樹脂粒子10aの吸水開始から起算して5分後の0.9質量%食塩水50の減量分 W_c （g）を読み取った。 W_c から、下記式により無加圧DWの5分値を求めた。無加圧DWは、吸水性樹脂粒子10aの1.00g当たりの吸水量である。

$$\text{無加圧DW (mL/g)} = W_c / 1.00$$

[0100] <中位粒子径>

吸水性樹脂粒子10gを、連続全自動音波振動式ふるい分け測定器（ロボットシフター RPS-205、株式会社セイシン企業製）と、JIS規格の目開き $850\mu\text{m}$ 、 $710\mu\text{m}$ 、 $600\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m}$ 、 $425\mu\text{m}$ 、 $300\mu\text{m}$ 、 $250\mu\text{m}$ 及び $150\mu\text{m}$ の篩と、受け皿とを用いて篩分けした。各篩上に残った粒子の質量を全量に対する質量百分率として算出した。各篩上に残存した粒子の質量百分率を、粒子径の大きいものから順に積算し、篩の目開きと、篩上に残った粒子の質量百分率の積算値との関係に対数確率紙にプロットした。確率紙上のプロットを直線で結ぶことにより、積算質量百分率50質量%に相当する粒子径を求め、これを中位粒子径とした。

[0101] <試験液の調製>

試験液は、イオン交換水に、下記の通りに無機塩が存在するように配合して溶解させたものに、さらに少量の青色1号を配合して調製した。

試験液組成

- ・脱イオン水 5919.6g
- ・NaCl 60.0g
- ・ $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 1.8g
- ・ $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 3.6g
- ・食用青色1号（着色用）
- ・1%トリトンX-100 15.0g

[0102] <漏れ試験（勾配吸収試験）>

図3は、吸収性物品の漏れ性を評価する方法を示す模式図である。平坦な主面を有する長さ45cmの支持板40（ここではアクリル樹脂板、以下傾斜面S1ともいう）を、水平面S0に対して 45 ± 2 度に傾斜した状態で架台41によって固定した。温度 25 ± 2 ℃の室内において、固定された支持板40の傾斜面S1上に、試験用の吸収性物品100を、その長手方向が支持板40の長手方向に沿う向きで貼り付けた。次いで、吸収性物品100中の吸水シートの中央から8cm上方の位置に向けて、吸収性物品の鉛直上方に配置された滴下ロート42から、 25 ± 1 ℃に調整した試験液50を滴下した。吸収性物品のサイズが42cm×14cmのものは1回あたり80mL、32cm×12cmのものは1回あたり30mLの試験液を8mL/秒の速度で滴下した。滴下ロート42の先端と吸収性物品との距離は 10 ± 1 mmであった。1回目の試験液投入開始から10分間隔で、同様の条件で試験液を計7回投入した。

[0103] 吸収性物品100に吸収されなかった試験液が支持板40の下部から漏れ出た場合、漏れ出た試験液を支持板40の下方に配置された金属製トレイ44内に回収した。回収された試験液の質量（g）を天秤43によって測定し、その値を漏れ量として記録した。試験液の全投入量から漏れ量を差し引くことにより、吸収量を算出した。また、吸収率に関しては下記式にて算出した。これらの数値が大きいほど、着用時における液体の漏れが発生し難いと判断される。なお、試験液の密度は 1.0 g/mL とした。

$$\text{吸収率 (\%)} = \text{吸収量 (g)} / \text{試験液の投入量 (g)} \times 100$$

[0104] <吸水性樹脂の製造>

（製造例1）

還流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管、及び攪拌機を備えた、内径11cm、内容積2Lの丸底円筒型セパラブルフラスコを準備した。攪拌機としては、翼径5cmの4枚傾斜パドル翼を2段で有する攪拌翼を有するものを用いた。上記フラスコに、炭化水素分散媒としてn-ヘプタン252g、

及び分散剤として無水マレイン酸変性エチレン・プロピレン共重合体（三井化学株式会社製、ハイワックス1105A）0.736gを投入して混合した。フラスコ内の混合物を攪拌機の回転数を300rpmとして攪拌しつつ、80℃まで昇温することにより、分散剤をn-ヘプタンに溶解させた。形成された溶液を50℃まで冷却した。

[0105] 内容積300mLのビーカーに、水溶性エチレン性不飽和単量体として80.5質量%のアクリル酸水溶液92.0g（1.03モル）を入れ、外部より冷却しつつ、30質量%の水酸化ナトリウム水溶液102.8gをビーカー内に滴下することにより、75モル%の中和を行った。その後、増粘剤としてヒドロキシエチルセルロースを0.092g（住友精化株式会社、HEC AW-15F）、アゾ系化合物として2,2'-アゾビス（2-アミジノプロパン）二塩酸塩0.0460g（0.170ミリモル）、過酸化物として過硫酸カリウムの添加量を0.0276g（0.102ミリモル）、及び内部架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル0.00184g（0.0106ミリモル）、イオン交換水9.47gを加えて溶解することにより、第1段目の単量体水溶液を調製した。

[0106] 調製した第1段目の単量体水溶液を上記セパラブルフラスコ内の反応液に添加して10分間攪拌した。次いで、n-ヘプタン6.62gに界面活性剤としてショ糖ステアリン酸エステル（HLB：3、三菱化学フーズ株式会社、リョートーシュガーエステルS-370）0.736gを加熱溶解した界面活性剤溶液を、反応液に更に添加して、攪拌機の回転数を600rpmとして攪拌しながら系内を窒素で十分に置換した。その後、フラスコを70℃の水浴に浸漬して昇温し、重合を60分間行うことにより、第1段目の重合スラリー液を得た。

[0107] 次に、別の内容積500mLのビーカーにエチレン性不飽和単量体として80.5質量%のアクリル酸水溶液128.8g（1.44モル）をとり、外部より冷却しつつ、30質量%の水酸化ナトリウム水溶液143.89gを滴下して75モル%の中和を行った。その後、アゾ系化合物として2,2'

ーアゾビス（2-アミジノプロパン）二塩酸塩 0.129 g（0.475 ミリモル）、過酸化物として過硫酸カリウム 0.0386 g（0.143 ミリモル）、内部架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル 0.0116 g（0.0665 ミリモル）、イオン交換水 11.2 g を加えて溶解し、第2段目の単量体水溶液を調製した。

[0108] 攪拌機の回転数を 1000 rpm として攪拌しながら、上記のセパラブルフラスコ系内を 25℃ に冷却した。次いで、上記第2段目の単量体水溶液の全量を、上記セパラブルフラスコ内の第1段目の重合スラリー液に添加して、系内を窒素で 30 分間置換した。その後、再度、フラスコを 70℃ の水浴に浸漬して昇温し、重合反応を 60 分間行った。

[0109] 第2段目の重合後の含水ゲル状重合体を含む反応液に、45 質量%のジエチレントリアミン 5 酢酸 5 ナトリウム水溶液 0.393 g を攪拌下で添加した。その後、125℃ に設定した油浴にフラスコを浸漬し n-ヘプタンと水との共沸蒸留により、221.82 g の水を系外へ抜き出した。その後、フラスコに 2 質量%のエチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液 4.42 g（0.507 ミリモル）を添加し、セパラブルフラスコ内温を 83℃ で 2 時間保持した。

[0110] その後、セパラブルフラスコを 125℃ に設定したオイルバスに浸漬させて n-ヘプタンを除去することによって、重合体粒子（乾燥品）を得た。この重合体粒子を目開き 850 μ m の篩に通過させ、重合体粒子の質量に対して 0.2 質量%の非晶質シリカ（オリエンタルシリカズコーポレーション、トクシール NP-S、親水性）を重合体粒子と混合し、非晶質シリカを含む吸水性樹脂粒子 A を 216.4 g 得た。該吸水性樹脂粒子の性能は表 1 に示す。

[0111] （製造例 2）

炭化水素分散媒として用いる n-ヘプタンを 293 g とし、1 段目単量体水溶液に溶解させるアゾ系化合物 2, 2'-アゾビス（2-アミジノプロパン）二塩酸塩は添加せず、過硫酸カリウムを 0.0736 g（0.272 ミリ

モル)、内部架橋剤エチレングリコールジグリシジルエーテルの添加量を0.0101 g (0.0579ミリモル)、イオン交換水を39.9 gとし、1段目重合時の回転数を550 rpmとし、2段目単量体水溶液に溶解させるアゾ系化合物2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩は添加せず、過硫酸カリウムを0.103 g (0.381ミリモル)、イオン交換水を10.6 g添加し、共沸蒸留により系外へ水を抜き出す量を247.9 gに変更したこと、及び、重合体粒子(乾燥品)に対する非晶質シリカの混合量を0.5質量%に変更したこと以外は、製造例1と同様にして、吸水性樹脂粒子Bを228.0 g得た。該吸水性樹脂粒子の性能は表1に示す。

[0112] (製造例3)

1段目単量体水溶液に溶解させる内部架橋剤エチレングリコールジグリシジルエーテルの添加量を0.00276 g (0.0158ミリモル)、イオン交換水を40.7 gとし、共沸蒸留により系外へ水を抜き出すときの量を266.4 gに変更したこと以外は、製造例2と同様にして、吸水性樹脂粒子Cを229.0 g得た。該吸水性樹脂粒子の性能は表1に示す。

[0113] (製造例4)

炭化水素分散媒として用いるn-ヘプタンを293 gとし、1段目単量体水溶液に溶解させるアゾ系化合物2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩の添加量を0.0920 g (0.339ミリモル)とし、内部架橋剤エチレングリコールジグリシジルエーテルの添加量を0.00460 g (0.0264ミリモル)とし、イオン交換水を40.9 gとし、1段目重合時の回転数を550 rpmとし、共沸蒸留により系外へ水を抜き出すときの量を234.2 gに変更したこと以外は、製造例1と同様にして、吸水性樹脂粒子Dを229.0 g得た。該吸水性樹脂粒子の性能は表1に示す。

[0114] (製造例5)

共沸蒸留により系外へ水を抜き出すときの量を294.3 gに変更したこと、後架橋剤としてのエチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液の量を13.25 g (1.52ミリモル)に変更したこと以外は、製造例3と同

様にして、吸水性樹脂粒子Eを228.8g得た。該吸水性樹脂粒子の性能は表1に示す。

[0115] (吸水シートおよび吸収性物品の作製)

以下の不織布を用意した。

- ・エアレイド不織布 (KNH Enterprise Co., Ltd.、目付40g/m²)
- ・親水性エアスルー不織布 (レンゴー・ノンウーブン・プロダクツ、目付21g/m²)
- ・エアスルー不織布 (広州市錦漢不織布有限公司、目付40g/m²)
- ・スパンボンド不織布 (TORAY POLYTECH NANTONG、目付17g/m²)
- ・スパンレース不織布 (株式会社クラレ、目付35g/m²)
- ・液体不透過性シート (ポリエチレン製、目付40g/m²)

[0116] (実施例1)

第1シート及び第2シートとして、42cm×14cmに裁断したエアレイド不織布を準備し、ホットメルト塗工機 (株式会社ハリーズ、ポンプ: Marshall 150、テーブル: XADT、タンク設定温度: 150℃、ホース内設定温度: 165℃、ガンヘッド設定温度: 170℃) を用いて、0.15gのホットメルト接着剤 (ヘンケルジャパン株式会社、ME-765E) を第2シートのエアレイド不織布に対し長手方向に沿って、10mm間隔で13本塗布した。接着剤の塗布パターンはスパイラルストライプであった。その後、第2シートの接着剤を塗布した面の短手方向及び長手方向両端の外周1cmの範囲を除く部分に14.4gの吸水性樹脂粒子Aを均一に散布した。吸収性物品において、吸水性樹脂粒子の目付は300g/m²であった。

[0117] 第1シートにも上記と同様の操作にてホットメルト接着剤を塗布した。第1シートのホットメルト接着剤が塗布された面と第2シートの吸水性樹脂粒子が散布された面を、両端を揃えて合わせた後、剥離紙で上下から挟み、ラ

ミネート機（株式会社ハシマ、Straight Linear Fusing Press、型式HP-600LFS）を用いて、110℃、0.1MPaの条件にてプレスして張り合わせ、剥離紙を取り除いて吸水シートを得た。さらに、吸水シートの上面に吸水シートと同サイズの親水性エアスルー不織布を配置し、吸水シートの下面に目付40g/m²のポリエチレン製液体不透過性シートを配置することにより、試験用の吸収性物品を作製した。得られた吸収性物品は、親水性エアスルー不織布、第1シート、ホットメルト接着剤、吸水性樹脂粒子Aからなる吸収層、ホットメルト接着剤、及び第2シート、液体不透過性シートがこの順に配置されている。

[0118]（比較例1）

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Bに変更したこと以外は実施例1と同様にして比較例1の吸収性物品を作製した。

[0119]（比較例2）

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Cに変更したこと以外は実施例1と同様にして比較例2の吸収性物品を作製した。

[0120]（比較例3）

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Dに変更したこと以外は実施例1と同様にして比較例3の吸収性物品を作製した。

[0121]（比較例4）

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Eに変更したこと以外は実施例1と同様にして比較例4の吸収性物品を作製した。

[0122]（実施例2）

吸収性物品を32cm×12cm、ホットメルト接着剤の量及び本数を0.1g及び11本、吸水性樹脂粒子Aの量を4.5gに変更したこと以外は実施例1と同様にして実施例2の吸収性物品を作製した。吸収性物品において、吸水性樹脂粒子の目付は150g/m²であった。

[0123]（比較例5）

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Bに変更したこと以外は実施例2と同様

にして比較例 5 の吸収性物品を作製した。

[0124] (比較例 6)

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 C に変更したこと以外は実施例 2 と同様にして比較例 6 の吸収性物品を作製した。

[0125] (比較例 7)

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 D に変更したこと以外は実施例 2 と同様にして比較例 7 の吸収性物品を作製した。

[0126] (比較例 8)

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 E に変更したこと以外は実施例 2 と同様にして比較例 8 の吸収性物品を作製した。

[0127] (実施例 3)

実施例 1 と同様の操作にて第 1 シートにホットメルトを塗布した後、第 1 シートの短手方向及び長手方向両端の外周 1 c m の範囲を除く部分に 7. 2 g の吸水性樹脂粒子 A を均一に散布した。吸水性樹脂粒子 A が散布された面に、4 0 c m × 1 2 c m に裁断したエアスルー不織布を載せた後、剥離紙で上下から挟み、実施例 1 と同様の操作にてラミネート機を用いてプレスして張り合わせ、剥離紙を取り除き、エアスルー不織布、吸水性樹脂粒子 A からなる吸収体（上層吸収層）、ホットメルト接着剤及び第 1 シートがこの順に配置された積層体を得た。

[0128] 次に、実施例 1 と同様の操作にて第 2 シートにホットメルト接着剤を塗布し、7. 2 g の吸水性樹脂粒子 A を第 2 シート上に均一に散布した。積層体のエアスルー不織布面と第 2 シートの吸水性樹脂粒子が散布された面を、両端を揃えて合わせた積層体を剥離紙で上下から挟み、上記と同様の操作にてラミネート機を用いてプレスして張り合わせ、剥離紙を取り除き、吸水シートを作製した。さらに、吸水シートの上面に吸水シートと同サイズの親水性エアスルー不織布を配置し、吸水シートの下面に目付 4 0 g / m² のポリエチレン製液体不透過性シートを配置することにより、試験用の吸収性物品を作製した。得られた吸収性物品は、親水性エアスルー不織布、第 1 シート、ホ

ットメルト接着剤、吸水性樹脂粒子 a からなる吸収体（上層吸収層）、エアスルー不織布、吸水性樹脂粒子 a からなる吸収体（下層吸収層）、ホットメルト接着剤、第 2 シート、液体不透過性シートがこの順に配置されている。吸収性物品において、吸水性樹脂粒子の目付は、上層吸収層が 150 g/m^2 、下層吸収層が 150 g/m^2 であった。

[0129] （実施例 4）

下層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 D に変更したこと以外は実施例 3 と同様にして、実施例 4 の吸収性物品を作製した。

[0130] （実施例 5）

上層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 D に変更したこと以外は実施例 3 と同様にして、実施例 5 の吸収性物品を作製した。

[0131] （比較例 9）

上層吸収層及び下層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 B に変更したこと以外は実施例 3 と同様にして、比較例 9 の吸収性物品を作製した。

[0132] （比較例 10）

上層吸収層及び下層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 C に変更したこと以外は実施例 3 と同様にして、比較例 10 の吸収性物品を作製した。

[0133] （比較例 11）

上層吸収層及び下層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 D に変更したこと以外は実施例 3 と同様にして、比較例 11 の吸収性物品を作製した。

[0134] （比較例 12）

上層吸収層及び下層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 E に変更したこと以外は実施例 3 と同様にして、比較例 12 の吸収性物品を作製した。

[0135] （実施例 6）

第1シート及び第2シートを32cm×12cm、ホットメルト接着剤の量及び本数を0.1g及び11本、エアスルー不織布を30cm×10cm、吸水性樹脂粒子Aの量を上層吸収層2.3g、下層吸収層2.3gに変更したこと以外は実施例3と同様にして、吸収性物品を作製した。吸収性物品において、吸水性樹脂粒子の目付は上層吸収層75g/m²、下層吸収層75g/m²であった。

[0136] (実施例7)

下層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Dに変更したこと以外は実施例6と同様にして、実施例7の吸収性物品を作製した。

[0137] (実施例8)

上層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Dに変更したこと以外は実施例6と同様にして、実施例8の吸収性物品を作製した。

[0138] (比較例13)

上層吸収層及び下層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Bに変更したこと以外は実施例6と同様にして、比較例13の吸収性物品を作製した。

[0139] (比較例14)

上層吸収層及び下層吸収層に用いる吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Dに変更したこと以外は実施例6と同様にして、比較例14の吸収性物品を作製した。

[0140] (実施例9)

第1シート及び第2シートの不織布をスパンボンド不織布に変更したこと以外は実施例1と同様にして、実施例9の吸収性物品を作製した。

[0141] (比較例15)

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Bに変更したこと以外は実施例9と同様にして比較例15の吸収性物品を作製した。

[0142] (比較例16)

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子Dに変更したこと以外は実施例9と同様

にして比較例 1 6 の吸収性物品を作製した。

[0143] (実施例 1 0)

第 1 シート及び第 2 シートの不織布をспанレース不織布に変更したこと以外は実施例 1 と同様にして、実施例 1 0 の吸収性物品を作製した。

[0144] (比較例 1 7)

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 B に変更したこと以外は実施例 1 0 と同様にして比較例 1 7 の吸収性物品を作製した。

[0145] (比較例 1 8)

吸水性樹脂粒子を吸水性樹脂粒子 D に変更したこと以外は実施例 1 0 と同様にして比較例 1 8 の吸収性物品を作製した。

[0146] 吸水シートが用いられた吸収性物品について、以下の評価を行った。結果を表 2 ～ 6 に示す。

[0147] [表 1]

表 1	吸水性 樹脂粒子	生理食塩水保水量 (g / g)	荷重下の吸水量 (m L / g)	無加圧 DW (m L / g)	中位粒子径 (μ m)
製造例 1	A	49	16	51	3 3 4
製造例 2	B	35	25	55	3 8 2
製造例 3	C	50	12	60	3 8 2
製造例 4	D	49	18	36	3 4 8
製造例 5	E	48	9	41	3 8 5

[0148]

[表2]

表 2	吸水性樹脂粒子	吸収性物品のサイズ (cm^2)	吸水性樹脂粒子の目付 (g/m^2)	漏れ試験	
				吸収量 (g)	吸収率 (%)
実施例 1	A	42 × 14	300	550	98
比較例 1	B			461	82
比較例 2	C			515	92
比較例 3	D			494	88
比較例 4	E			452	81

[0149] [表3]

表 3	吸水性樹脂粒子	吸収性物品のサイズ (cm^2)	吸水性樹脂粒子の目付 (g/m^2)	漏れ試験	
				吸収量 (g)	吸収率 (%)
実施例2	A	32 × 12	150	195	93
比較例 5	B			169	80
比較例 6	C			182	87
比較例 7	D			180	86
比較例 8	E			136	65

[0150]

[表4]

表 4	吸水性樹脂粒子		吸収性物品のサイズ (cm^2)	吸水性樹脂粒子の目付 上層/下層 (g/m^2)	漏れ試験	
	上層	下層			吸収量 (g)	吸収率 (%)
実施例 3	A	A	42 × 14	150 / 150	489	87
実施例 4	A	D			483	86
実施例 5	D	A			487	87
比較例 9	B	B			376	67
比較例 10	C	C			452	81
比較例 11	D	D			463	83
比較例 12	E	E			434	77

[0151] [表5]

表 5	吸水性樹脂粒子		吸収性物品のサイズ (cm^2)	吸水性樹脂粒子の目付 上層/下層 (g/m^2)	漏れ試験	
	上層	下層			吸収量 (g)	吸収率 (%)
実施例 6	A	A	32 × 12	75 / 75	186	89
実施例 7	A	D			178	85
実施例 8	D	A			178	85
比較例 13	B	B			148	71
比較例 14	D	D			170	81

[0152]

[表6]

表 6	吸水性樹脂粒子	吸収性物品のサイズ (cm^2)	吸水性樹脂粒子の目付 (g/m^2)	第 1 シート及び 第 2 シートの不織布	漏れ試験	
					吸収量 (g)	吸収率 (%)
実施例 9	A	42 × 14	300	スパンボンド 不織布	491	88
比較例 15	B				407	73
比較例 16	D				430	77
実施例 10	A			スパンレース 不織布	540	97
比較例 17	B				452	81
比較例 18	D				466	83

表 1 から表 6 の結果からわかるように、本発明によれば、漏れの発生を抑制できる吸水シート、及び吸水シートを用いた吸収性物品を提供することができる。なお、本発明の構成を備える吸収体及び吸収性物品を製造する場合、吸水性樹脂の使用量を低減したとしても各種性能が同等である吸収体及び吸収性物品を提供することも期待でき、製造面でのコスト削減ができる可能性がある。

符号の説明

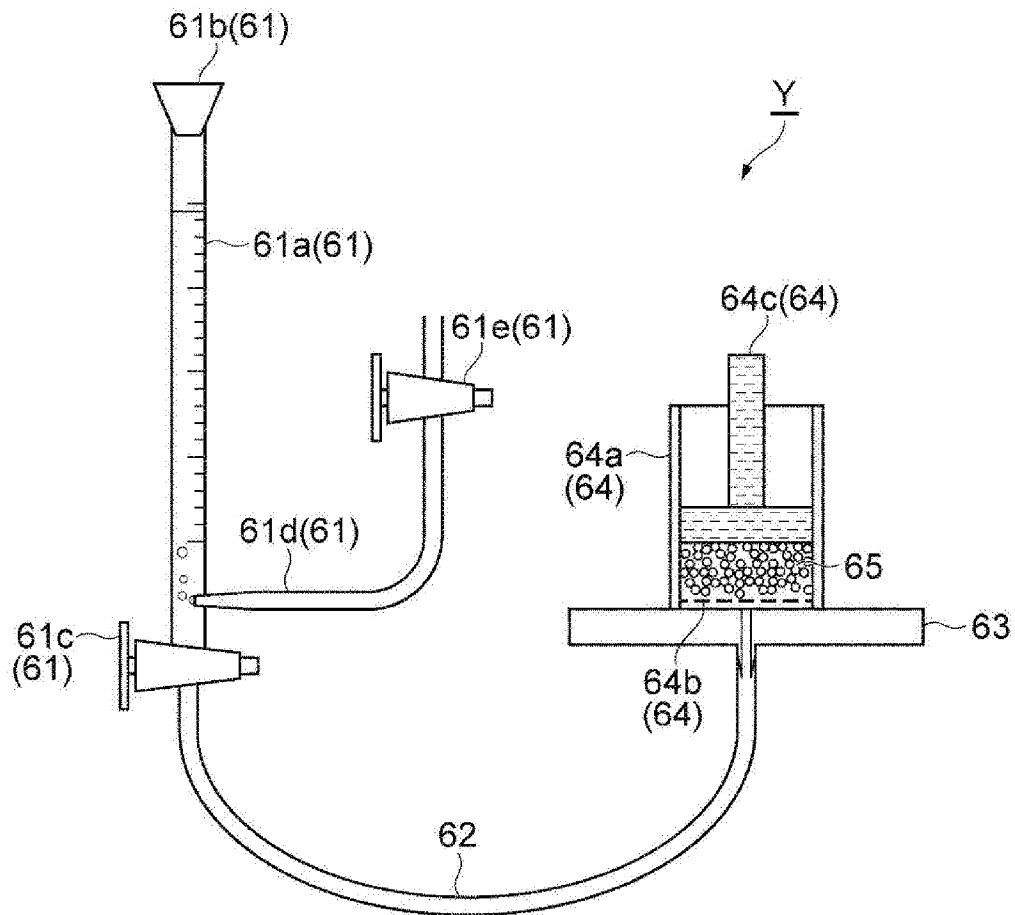
- [0153] 1 ビュレット部
- 3 クランプ
- 5 導管
- 10 吸収体
- 10a 吸水性樹脂粒子
- 10b 親水性繊維
- 11 架台
- 13 測定台
- 13a 貫通孔
- 15 ナイロンメッシュシート
- 20 コアラップ
- 21 ビュレット管

- 2 2 コック
- 2 3 ゴム栓
- 2 4 コック
- 2 5 空気導入管
- 3 0 表面シート
- 3 1 裏面シート
- 4 0 支持板
- 4 1 架台
- 4 2 滴下ロート
- 4 3 天秤
- 4 4 金属製トレイ
- 5 0 食塩水
- 5 1 試験液
- 6 1 ビュレット部
 - 6 1 a ビュレット
 - 6 1 b ゴム栓
 - 6 1 c コック
 - 6 1 d 空気導入管
 - 6 1 e コック
- 6 2 導管
- 6 3 測定台
- 6 4 測定部
 - 6 4 a 円筒
 - 6 4 b ナイロンメッシュ
 - 6 4 c 重り
- 1 0 0 吸収性物品
- S₀ 水平面
- S₁ 傾斜面

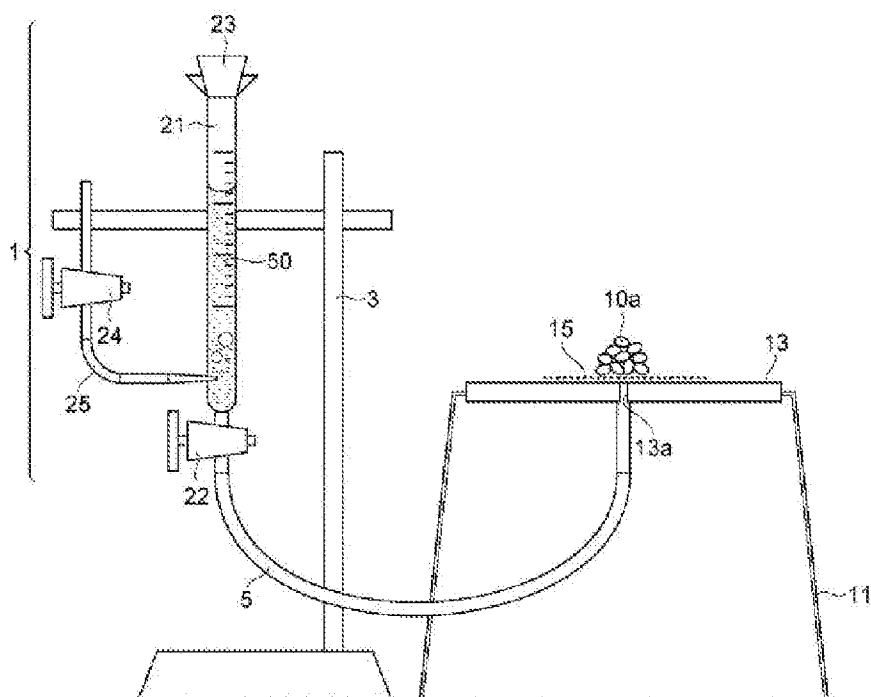
請求の範囲

- [請求項1] 吸収層と、前記吸収層の上下を挟持する不織布と、を備える吸水シートであって、
前記吸収層は、吸水性樹脂を含み、
前記吸水性樹脂は、以下の（Ａ）～（Ｃ）の特性を有する、吸水シート。
（Ａ）生理食塩水保水量が、 45 g/g 以上 70 g/g 以下である。
（Ｂ） 4.14 kPa 荷重下での吸水量が、 13 ml/g 以上である。
（Ｃ）無加圧DW5分値が、 44 ml/g 以上 80 ml/g 以下である。
- [請求項2] 前記吸水性樹脂の目付が、 100 g/m^2 以上 450 g/m^2 以下である、請求項1に記載の吸水シート。
- [請求項3] 前記吸収層は、接着剤を介して前記不織布に接着されている、請求項1又は2に記載の吸水シート。
- [請求項4] 請求項1又は2に記載の吸水シートを含んでなる、吸収性物品。

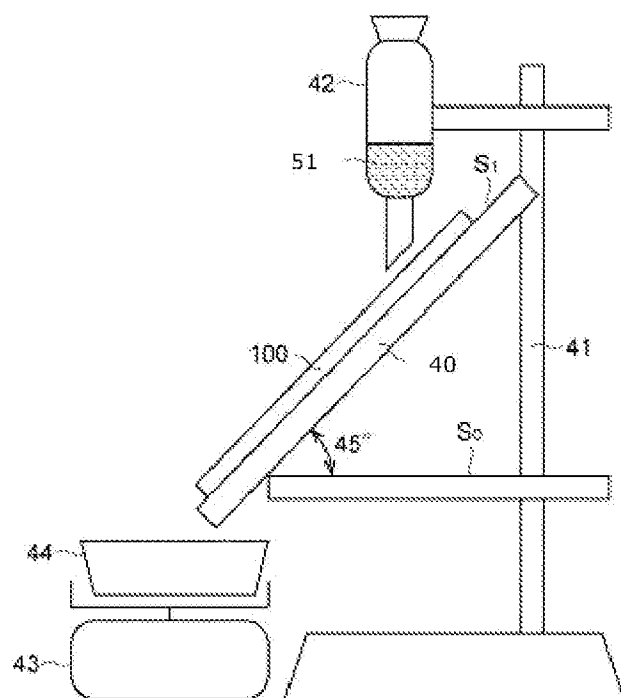
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2022/021927

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**A61F 13/53**(2006.01)i

FI: A61F13/53 300; A61F13/53 100

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A61F13/15-13/84, A61L15/16-15/64, C08J3/00-3/28,99/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2022

Registered utility model specifications of Japan 1996-2022

Published registered utility model applications of Japan 1994-2022

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2020/184388 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 17 September 2020 (2020-09-17) paragraphs [0017]-[0019], [0075]-[0079], fig. 1	1-4
Y	JP 2010-116548 A (SAN-DIA POLYMER LTD) 27 May 2010 (2010-05-27) paragraph [0116]	1-4
Y	WO 2020/218158 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 29 October 2020 (2020-10-29) paragraph [0076]	2, 4
Y	paragraph [0098]	3
A	JP 2014-14666 A (KAO CORP) 30 January 2014 (2014-01-30)	1-4



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

04 August 2022

Date of mailing of the international search report

16 August 2022

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)**3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915****Japan**

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2022/021927

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO	2020/184388	A1	17 September 2020	US 2022/0072508 A1 paragraphs [0022]-[0024], [0080]-[0084], fig. 1 EP 3936539 A1 CN 113544170 A KR 10-2021-0139286 A	
JP	2010-116548	A	27 May 2010	(Family: none)	
WO	2020/218158	A1	29 October 2020	EP 3954728 A1 paragraphs [0078], [0100]	
JP	2014-14666	A	30 January 2014	WO 2013/187375 A1 CN 104244889 B RU 2600437 C2	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） A61F 13/53(2006.01)i FI: A61F13/53 300; A61F13/53 100										
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） A61F13/15-13/84, A61L15/16-15/64, C08J3/00-3/28, 99/00 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2022年</td> </tr> </table> 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2022年	日本国実用新案登録公報	1996-2022年	日本国登録実用新案公報	1994-2022年
日本国実用新案公報	1922-1996年									
日本国公開実用新案公報	1971-2022年									
日本国実用新案登録公報	1996-2022年									
日本国登録実用新案公報	1994-2022年									
C. 関連すると認められる文献										
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号								
Y	WO 2020/184388 A1（住友精化株式会社）17.09.2020（2020-09-17） 段落[0017]-[0019], [0075]-[0079], 図1	1-4								
Y	JP 2010-116548 A（サンダイヤポリマー株式会社）27.05.2010（2010-05-27） 段落[0116]	1-4								
Y	WO 2020/218158 A1（住友精化株式会社）29.10.2020（2020-10-29） 段落[0076]	2, 4								
Y	段落[0098]	3								
A	JP 2014-14666 A（花王株式会社）30.01.2014（2014-01-30）	1-4								
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。										
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献										
国際調査を完了した日 04.08.2022	国際調査報告の発送日 16.08.2022									
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 富江 耕太郎 3B 9532 電話番号 03-3581-1101 内線 3320									

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2022/021927

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO	2020/184388	A1	17.09.2020	US 2022/0072508 A1 段落[0022]-[0024], [0080]- [0084], 図1 EP 3936539 A1 CN 113544170 A KR 10-2021-0139286 A	
JP	2010-116548	A	27.05.2010	(ファミリーなし)	
WO	2020/218158	A1	29.10.2020	EP 3954728 A1 段落[0078], [0100]	
JP	2014-14666	A	30.01.2014	WO 2013/187375 A1 CN 104244889 B RU 2600437 C2	