

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. <sup>6</sup> A61L 15/42	(45) 공고일자 2000년03월02일
	(11) 등록번호 10-0244423
	(24) 등록일자 1999년11월22일
(21) 출원번호 10-1992-0014660	(65) 공개번호 특1993-0003928
(22) 출원일자 1992년08월14일	(43) 공개일자 1993년03월22일
(30) 우선권주장 745,319 1991년08월15일 미국(US)	
(73) 특허권자 김벌리-클라크 월드와이드, 인크. 로날드 디. 맥크레이	
	미국 54956 위스콘신주 니나 노쓰 레이크 스트리트 401
(72) 발명자 추안-링차이	
	미합중국 54915 위스콘신주 애플톤 스프링브룩 커클 드라이브 40
(74) 대리인 주성민	

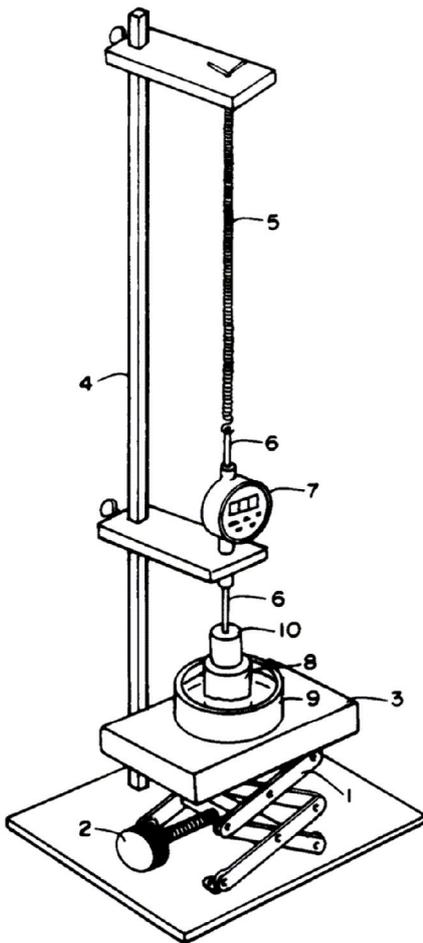
심사관 : 김성수

(54) 하중하의 흡수율을 향상시키기 위한 초흡수체의 열처리 방법

요약

부하를 걸어 측정하였을 때 초흡수성 물질의 흡수 용량은 초흡수성 물질을 약 125℃ 이상의 온도에서 충분한 시간 동안 처리함으로써 상당히 증가된다.

대표도



명세서

[발명의 명칭]

하중하의 흡수율을 향상시키기 위한 초흡수체의 열처리 방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 초흡수성 물질에 대한 하중하의 흡수도를 측정하는데 사용되는 장치의 개략도.

<도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>

- 1 : 실험용 잭(jack)
- 2 : 조절 가능한 손잡이
- 3 : 플랫폼(platform)
- 4 : 실험용 스탠드
- 5 : 스프링
- 6 : 계기 프로브(probe)
- 7 : 하우징(housing)
- 8 : 플라스틱 시료용 컵
- 9 : 페트리 디쉬
- 10 : 추

[발명의 상세한 설명]

초흡수성 물질은 일회용 기저귀, 배변 훈련용 속 팬츠, 성인 실금용 가먼트, 생리대 등과 같은 흡수성 개인 위생 용품에 특히 유용한 물질로 공지되어 있다. 명칭에서 알 수 있듯이, 초흡수체의 목적은 초흡수체 물질 중량의 수배에 달하는 다량의 액체를 흡수하는 것이다. 그러나, 많은 초흡수성 물질의 결점은 사용 중의 흡수 용량이 실제 사용 조건하에서 가해지는 압력 또는 하중으로 인해 실험실에서 측정된 수치보다 작아진다는 것이다. 일회용 기저귀의 경우, 예를 들어, 갓난 아기가 앉았을 때, 아기의 체중이 초흡수체에 미치는 압력을 증가시켜 액체의 흡수력과 수용력을 감소시킨다. 지금까지, 사용중의 흡수 용량을 증가시킨 초흡수체 물질을 제공하고자 하는 노력이 계속되어 왔다.

본 발명자들은 하중하에 측정된 초흡수성 물질의 사용중 흡수 용량은 충분히 높은 온도로서 일정 시간 동안 초흡수성 물질을 간단히 가열시킴으로써 개선시킬 수 있음을 알게되었다. 이러한 초흡수성 물질의 성질은 이후 도면을 참고로 하여 기재될 하중하의 흡수도(Absorbency Under load, AUL) 시험에 의해 측정된다. 흥미롭게도, 본 발명의 열처리는 AUL을 측정하기 위해 사용된 동일한 식염수를 사용하는 경우 가해진 하중없이 정상적으로 측정된 초흡수성 물질의 자유 팽창 흡수 용량에는 어떤 긍정적인 효과도 나타나지 않는다. 본 발명의 열처리에 대한 온도/시간 관계는 각각의 구체적인 초흡수성 물질에 따라 최적화시켜야 하나, 통상적으로 온도가 높아지고 시간이 길어질수록 AUL이 개선된다. 따라서, 저온에서 장시간 처리 뿐만 아니라 고온에서 단시간 처리도 양호한 결과를 가져올 수 있다. 본 발명의 방법을 실행하는데 있어서, 초흡수성 물질의 2분 AUL은 바람직하게는 약 1 g/g 이상 증가된다.

더 낮거나 더 높은 온도가 이용될 수 있지만, 약 140°C 내지 약 210°C의 처리 온도가 바람직하다. 약 125°C의 온도는, 충분히 개선된 결과를 얻는데 통상적으로 상당한 긴시간을 필요로 하기 때문에 실제 목적을 위한 하한치로 간주된다. 반면, 처리 온도 상한치는 분해 또는 용융없이 처리 온도를 견딜 수 있는 초흡수성 물질의 능력에 의해서만 제한된다. 예를 들어, 폴리(아크릴레이트) 초흡수성 물질의 경우, 상한 온도는 약 350°C이다. 상업적 목적으로는 가능한 가장 높은 온도가 짧은 처리 시간이 걸리기 때문에 바람직하다. 처리 동안에 처리 온도를 일정하게 유지하는 것이 반드시 필요한 것은 아니다. 따라서, 온도를 선택된 범위내에서 증가, 감소시키거나 고온 저온으로 순환시킬 수 있다.

초흡수성 물질의 2분 AUL이 약 1 g/g 이상 증가된다면 처리 시간은 가능한 짧은 것이 바람직하다. 그러나, 오븐을 사용할 때, 처리 시간은 열전달 한계 때문에 약 1 또는 2분 또는 그 이상이 필수적이다. 처리 시간으로는 약 5분 내지 60분 정도가 성공적으로 이용되었는데, 바람직하게는 약 20분 이하이고 더욱 바람직하게는 약 10분 이하이고, 가장 바람직하게는 약 5분 이하였다. 상기한 바와 같이, 처리 시간은 처리 온도에 따라 달라진다.

적합한 초흡수성 물질은 체액 분비물 또는 0.9 중량% 염화나트륨 증류수 용액과 같은 적합한 수용액 중량의 10배 이상, 바람직하게는 15배 이상을 흡수하거나 겔화시킬 수 있는 실질적으로 수불용성인 물질을 포함한다. 이러한 물질로는 합성물질 및 개질된 천연 물질 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 초흡수체 제조업자로부터 상업적으로 입수한 초흡수성 물질(수분 약 2 내지 약 7 중량% 이하)은 본 발명의 열처리를 행하기 전에 일단 건조시키는 것이 바람직하다. 그러나, 본 발명의 열 처리는 초흡수성 물질이 제조된 후 초기 건조하는 동안 행할 수도 있다. 예를 들어, 초흡수성 물질로는 폴리(아크릴산); 폴리(메타크릴산); 아크릴산 및 메타크릴산과 아크릴아미드, 비닐 알콜, 아크릴산 에스테르, 비닐 피롤리돈, 비닐 술폰산, 비닐 아세테이트, 비닐 모르폴리논 및 비닐 에테르와의 공중합체; 가수분해된 아크릴로니트릴이 그래프트된 전분; 아크릴산 그래프트된 전분; 에틸렌, 이소부틸렌, 스티렌 및 비닐 에테르와의 말레산 무수물 공중합체; 카르복시메틸 전분, 카르복시메틸 셀룰로스, 메틸 셀룰로스 및 히드록시프로필 셀룰로스과 같은 다당류; 폴리(아크릴아미드); 폴리(비닐 피롤리돈); 폴리(비닐 모르폴리논); 폴리(비닐 피리딘); 및 상기 물질들의 공중합체 및 혼합물 등이 포함되나, 이에 제한되지 않는다. 히드로겔 형성 중합체를 약하게 가교시켜 실질적으로 수불용성이 되도록 하는 것이 바람직하다. 바람직한 초흡수성 물질은 약하게 가교된 폴리(소듐 아크릴레이트)이다. 가교는, 예를 들면, 방사선 조사 또는 공유 결합, 이온 결합, 반 데르 발스 인력, 또는 수소 결합 상호 작용에 의하여 이루어질 수 있다. 초흡수성 물질은 입자, 섬유, 2성분 섬유, 필라멘트, 편상(片狀), 구형 등을 포함하여 흡수체 구조로 사용하기에 적합한 임의의 형상이 될 수 있다.

하중하의 흡수도(AUL)는 가해진 하중 또는 누르는 힘하에 초흡수성 물질이 액체(0.9 중량% 염화나트륨 증류수 용액)를 흡수할 수 있는 능력을 측정하는 시험이다.

제1도에는 AUL을 측정하는 장치 및 방법이 기재되어 있고 시험 중인 장치의 사시도가 도시되어 있다. 플랫폼(3)을 올리고 내리기 위한 조절 가능한 손잡이(2)를 갖는 실험용 잭(1)이 도시되어 있다. 실험용 스탠드(4)는 변형 두께 계기 프로브(6)에 연결되는 스프링(5)을 지지하고, 계기 프로브(6)는 계기의 하우징(7)을 통과하며, 하우징(7)은 실험용 스탠드에 의해 단단하게 지지되어 있다. 시험할 초흡수성 물질 시료를 함유하는 플라스틱 시료용 컵(8)은 액체 투과성 막을 가지며, 흡수될 식염수를 함유하는 페트리 디쉬(9) 내에 놓여 있다. 추(10)는 초흡수성 물질 시료(도시되지 않음)의 상부에 놓여 있는 스페이서 디스크(도시되지 않음)의 상부에 놓여져 있다.

시료용 컵은 내경이 2.54 cm(1 inch)이고 외경이 3.048 cm(1.25 inch)인 플라스틱 실린더로 이루어져 있다. 시료용 컵의 바닥은 스크린을 플라스틱의 융점 이상으로 가열하고 가열된 스크린에 대해 플라스틱 실린더를 압축하여 플라스틱을 융해시키고 스크린을 플라스틱 실린더에 결합시킴으로써 300 μ 메쉬 금속 스크린을 실린더의 말단에 부착시켜 형성한다.

식염수를 흡수하는 동안 시료의 팽창을 측정하는데 사용되는 변형 두께 계기는 측정 범위가 0-1.27 cm(0-0.5 inch)이고 정확도가 0.000127 cm(0.00005 inch)인 IDC 시리즈 543 모델 543-180인 미투토요 디지털 인디케이터(Mitutoyo Digimatic Indicator, 미투토요 코포레이션, 일본국 108 도교시 미나토-구 시바 5-쵸메 31-19에 소재)이다. 미투토요 코포레이션으로부터 구입했을 때, 두께 계기는 계기 하우징내의 프로브에 부착되어 있는 스프링을 함유하고 있다. 이 스프링을 제거하여 약 27 g의 하강력을 갖는 자유 낙하 프로브를 얻는다. 또한, 계기 하우징의 상부에 위치한 프로브의 상부 위의 캡도 제거하여 프로브의 하강력을 약 1 g, ±0.5 g까지 감소시키는 현수(suspending) 스프링(5)[미합중국 일리노이주 시카고시 소재의 맥매스터-카르 서플라이 코포레이션(McMaster-Carr Supply Co.)으로부터 품목 번호 9640K41 호로 시판됨]에 프로브를 부착시킬 수 있다. 와이어 후크(wire hook)를 현수 스프링에 부착시킨 프로브의 상부에 접촉시킬 수 있다. 또한, 프로브의 바닥 끝에는 프로브를 시료용 컵에 삽입시킬 수 있는 신장 니들(미투토요 코포레이션의 부품 번호 131279호)이 구비되어 있다.

시험을 수행하기 위해서, 입자 크기가 300 내지 600 μ이 되도록 체로 걸른 초흡수성 물질 시료 0.160 g을 시료용 컵안에 넣는다. 이어서, 시료를 무게가 4.4 g인 플라스틱 스페이서 디스크로 덮는데, 이 플라스틱 스페이서 디스크는 시료용 컵보다 내경이 약간 작으며 시험하는 동안 시료가 흐트러지지 않도록 막아준다. 이어서, 100 g의 추를 스페이서 디스크의 상부에 놓음으로써 21.09 g/cm<sup>2</sup>(0.3 lb/in<sup>2</sup>)의 하중을 가하게 된다. 시료용 컵을 실험용 잭의 플랫폼 상에 있는 페트리 디쉬내에 놓고 시료용 컵이 프로브의 끝과 접촉할 때까지 실험용 잭을 들어 올린다. 계기는 0에 맞춘다. 총분량의 식염수를 페트리 디쉬(50-100 ml)에 첨가하여 시험을 시작한다. 시료가 식염수를 흡수함에 따라 팽창되므로써 추가 올라간 거리는 프로브에 의해 측정된다. 시료용 컵 내부 단면적을 곱한 이 거리는 흡수로 인해 팽창된 시료 부피의 측정치이다. 식염수의 밀도 및 시료의 중량을 인자로 하여, 식염수의 흡수량이 쉽게 계산된다. 2분, 4분, 10분 또는 30분 후 흡수된 식염수의 중량은 흡수된 식염수 g/초흡수체 g으로 표시되는, 해당 시간 길이에 대한 AUL 수치이다. 필요에 따라서, 변형 두께 계기에서 읽은 값을 컴퓨터(미투토요 디지털 미니프로세서 DP-2 DX)에 연속적으로 입력하여 계산하고 AUL 값을 얻을 수 있다. 또한, 크로스체크로서 시험 전후 시료용 컵의 중량 차이, 즉 시료에 의해 흡수된 용액량을 측정하여 AUL을 결정할 수 있다.

[실시예]

본 발명의 방법을 설명하기 위해 여러개의 초흡수성 물질을 상이한 시간/온도에 처 처리하였다. 구체적으로는, 입자 크기가 300 내지 600 μ이 되도록 체로 걸른, 초흡수체 업자로부터 구입한 바와 같은 건조된 후의(once-dried) 초흡수성 물질 시료 10 g을 유리 비이커 안에 넣고 나서 예열된 강제 순환 공기 오븐(미합중국 일리노이주 블루 아일랜드시 소재의 ब्लू 엠(Blue M.)의 B-2730-Q내에 일정 시간 동안 두었다. 시료를 오븐으로부터 꺼내 실온까지 냉각시켰다. 이어서, 21.09 g/cm<sup>2</sup>(0.3 lb/in<sup>2</sup>)의 압력에서의 시료의 AUL을 2분, 4분, 10분 및 30분에 측정하였다.

시험한 구체적인 초흡수체는 IM-5000P(미합중국 버지니아주 포츠마우스에 소재하는 헥스트 셀라니즈 코포레이션의 전분 그래프트된 소듐 폴리아크릴레이트); DRYTECH 534(미합중국 미시간주 미드랜드시에 소재하는 다우 케미칼 컴퍼니의 가교된 폴리(아크릴산)의 부분 나트륨염); FAVOR SAB 835(미합중국 노스 캐롤라이나주 그린스보로시에 소재하는 스톡하우젠 인크.의 폴리아크릴레이트/폴리알콜); 88-103(다우 케미칼 컴퍼니의 가교된 폴리(아크릴산)의 부분 나트륨염); 88-111(다우 케미칼 컴퍼니의 가교된 폴리(아크릴산)의 부분 나트륨염); KI 겔(일본국 도교시에 소재하는 쿠라레이 코., 엘티디.의 이소부틸렌/말레산 무수물 공중합체); FOXORB HR(네덜란드 폭스홀에 소재하는 아베베의 카르복시메틸화된 전분); AQUALON(미합중국 델라웨어주 윌밍톤에 소재하는 아쿠알론 컴퍼니의 가교된 카르복시메틸화 셀룰로스)이다.

그 결과를 처리 시간 및 온도의 효과에 대해 각각 표 1 및 2에 표로 작성하였다.

[표 1a]

(AUL에 대한 처리 시간의 효과)

<u>시료</u>	<u>2분 AUL</u>	<u>4분 AUL</u>	<u>10분 AUL</u>	<u>30분 AUL</u>
<u>IM-5000P</u>				
미처리	2.75	4.05	8.96	24.84
170℃/5분	3.92	5.86	11.17	26.20
170℃/10분	3.78	5.80	13.14	27.26
170℃/15분	12.44	20.23	26.08	27.32
170℃/20분	11.43	18.65	25.19	26.61
170℃/30분	13.32	20.64	25.11	25.80
170℃/60분	14.27	20.35	23.35	23.60

[표 1b]

DRYTECH 534

미처리	4.06	6.25	11.67	21.49
180℃/15분	5.08	10.63	19.30	23.94
180℃/20분	6.43	12.34	20.76	24.68
180℃/25분	6.18	12.13	20.33	24.08
180℃/30분	6.37	12.48	20.76	24.48

[표 1c]

FAVOR SAB 835

미처리	3.88	5.15	8.77	22.42
190℃/10분	5.46	8.76	19.80	25.08
190℃/15분	8.03	14.99	22.72	25.61
190℃/20분	10.36	17.64	23.84	25.80
190℃/25분	10.48	17.89	24.34	26.29
190℃/30분	9.68	17.07	23.85	26.12

[표 2a]

(AUL에 대한 처리 온도의 효과)

<u>시료</u>	<u>2분 AUL</u>	<u>4분 AUL</u>	<u>10분 AUL</u>	<u>30분 AUL</u>
<b>IM-5000P</b>				
미처리	2.75	4.05	8.96	24.84
100℃/20분	2.62	3.75	6.95	21.90
140℃/20분	3.15	4.73	10.62	26.36
150℃/20분	4.60	7.26	15.66	27.44
160℃/20분	6.90	13.46	23.84	27.37
170℃/20분	9.27	17.69	24.87	26.42
180℃/20분	12.33	19.81	24.13	24.84
190℃/20분	12.37	18.92	21.97	22.32
200℃/20분	13.06	18.54	20.58	20.73

[표 2b]

**DRYTECH 534**

미처리	4.06	6.25	11.67	21.49
170℃/20분	5.78	10.71	19.47	23.97
180℃/20분	6.43	12.34	20.76	24.68
190℃/20분	5.09	10.95	19.39	23.32
200℃/20분	6.47	12.78	20.61	23.69

[표 2c]

<u>시료</u>	<u>2분 AUL</u>	<u>4분 AUL</u>	<u>10분 AUL</u>	<u>30분 AUL</u>
<b>FAVOR SAB 835</b>				
미처리	3.88	5.15	8.77	22.42
170℃/20분	4.44	5.91	11.78	25.19
180℃/20분	7.14	12.97	22.64	25.98
190℃/20분	10.36	17.64	23.84	25.80
200℃/20분	9.60	16.69	23.53	25.91

[표 2d]

<b>88-103</b>				
미처리	9.67	16.09	22.47	24.51
180℃/20분	9.84	16.77	22.85	24.52
190℃/20분	12.31	19.31	24.41	25.80
200℃/20분	13.12	20.61	24.24	24.85
210℃/20분	13.91	20.76	22.97	23.17

[표 2e]

<b>88-111</b>				
미처리	13.61	20.96	25.50	26.53
180℃/20분	15.34	20.94	24.21	24.92
190℃/20분	17.15	21.84	24.23	24.75
200℃/20분	19.00	22.41	23.82	23.99
210℃/20분	19.26	21.75	22.36	22.43

[표 2f]

<b>KI 겔</b>				
미처리	2.43	3.45	5.19	6.91
180℃/20분	3.46	4.74	6.84	8.80
200℃/20분	4.35	6.00	8.31	10.25

[표 2g]

<b>FOXORB_HR</b>				
미처리	2.62	3.28	4.17	5.26
110℃/20분	2.50	3.28	4.44	5.86
170℃/20분	11.21	11.26	11.30	11.35

[표 2h]

<b>AQUALON</b>				
미처리	1.22	1.54	2.13	3.23
170℃/20분	2.39	2.78	3.39	4.38

이들 시험의 결과는 본 발명의 열처리를 사용하여 성취된 AUL의 개선 정도를 설명한다. 모든 경우에 있어서 2분 AUL은 초흡수성 물질을 140℃ 이상의 온도에서 열처리한 후 증가되었다. 이와 유사하게, 2분 AUL은 시험된 모든 시료에 있어서 5분 이상을 처리한 후 증가되었다.

예시 목적으로 제시된 상기 실시예들은 다음의 본 발명의 특허청구의 범위를 제한하는 것은 아니며, 그에 대응하는 발명들을 포함하는 것임을 알 것이다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1

건조된 후의 수불용성 초흡수성 물질을 약 125℃ 이상의 온도에서 초흡수성 물질의 2분 하중하 흡수도를 약 1 g/g 이상 증가시키기에 충분한 시간 동안 가열하는 것을 특징으로 하는 건조된 후의 수불용성 초흡수성 물질의 처리 방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 온도가 약 140℃ 이상인 방법.

#### 청구항 3

제1항에 있어서, 온도가 약 150℃ 이상인 방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서, 온도가 약 160℃ 이상인 방법.

#### 청구항 5

제1항에 있어서, 온도가 약 170℃ 이상인 방법.

#### 청구항 6

제1항에 있어서, 온도가 약 180℃ 이상인 방법.

#### 청구항 7

제1항에 있어서, 온도가 약 190℃ 이상인 방법.

#### 청구항 8

제1항에 있어서, 온도가 약 200℃ 이상인 방법.

#### 청구항 9

제1항에 있어서, 온도가 약 210℃ 이상인 방법.

#### 청구항 10

제1항에 있어서, 온도가 약 150℃ 내지 약 210℃인 방법.

#### 청구항 11

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 5분 이하 동안 처리하는 방법.

#### 청구항 12

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 10분 이하 동안 처리하는 방법.

#### 청구항 13

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 20분 이하 동안 처리하는 방법.

#### 청구항 14

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 25분 이하 동안 처리하는 방법.

#### 청구항 15

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 30분 이하 동안 처리하는 방법.

#### 청구항 16

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 60분 이하 동안 처리하는 방법.

#### 청구항 17

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 140℃ 내지 약 210℃의 온도에서 약 5분 내지 약 60분 동안 처리하는 방법.

#### 청구항 18

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 170℃ 내지 약 210℃의 온도에서 약 20분 이하 동안 처리하는 방법.

청구항 19

제1항에 있어서, 초흡수성 물질을 약 170℃ 내지 약 190℃의 온도에서 약 20분 동안 처리하는 방법.

청구항 20

제1항에 있어서, 초흡수성 물질이 폴리(아크릴산)의 알칼리 금속염임을 특징으로 하는 방법.

도면

도면1

