



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102665774 B

(45) 授权公告日 2015. 05. 06

(21) 申请号 201080052983. 3

(22) 申请日 2010. 11. 23

(30) 优先权数据

61/263, 580 2009. 11. 23 US

61/263, 573 2009. 11. 23 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2012. 05. 23

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2010/057717 2010. 11. 23

(87) PCT国际申请的公布数据

W02011/063370 EN 2011. 05. 26

(73) 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 布林达·B·巴德理

莫塞斯·M·大卫 折谷忠人

荣浩鸣 巴德理·维尔拉哈万

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 张爽 郭国清

(51) Int. Cl.

A61L 15/42(2006. 01)

A61L 15/22(2006. 01)

A61L 15/56(2006. 01)

A61F 13/42(2006. 01)

B01J 20/26(2006. 01)

(56) 对比文件

US 2003/0124564 A1, 2003. 07. 03, 全文.

US 5082575 A, 1992. 01. 21, 全文.

US 6649222 B1, 2003. 11. 18, 全文.

CN 1800013 A, 2006. 07. 12, 说明书第 2-3 页、第 4-6 页的“实施例 3”及“实施例 5”, 权利要求 5.

US 2009/0180967 A1, 2009. 07. 16, 全文.

US 2006/0244034 A1, 2006. 11. 02, 全文.

审查员 赵莉

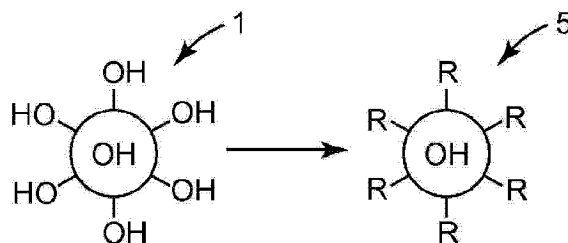
权利要求书1页 说明书44页 附图5页

(54) 发明名称

经处理的多孔粒子, 包含其的多个粒子、吸收组分和吸收制品, 及其制备和使用方法

(57) 摘要

本发明公开了经处理的多孔粒子, 所述经处理的多孔粒子具有外表面和内部孔表面, 其中所述经处理的多孔粒子的所述外表面的至少一部分具有疏水基团, 并且所述内部孔表面是亲水性的。例如, 所述经处理的多孔粒子可以用作干燥剂。本发明还公开了吸收制品, 例如, 尿布、卫生巾和吸收制品的吸收组分, 所述吸收制品的吸收组分包括所述经处理的多孔粒子。



1. 一种经处理的多孔粒子,其包括外表面和内部孔表面,其中所述经处理的多孔粒子的所述外表面积的至少 90% 包含疏水基团,并且其中所述内部孔表面是基本上未经处理的,所述内部孔表面表述为“基本上未经处理的”是指,如使用常规吸收技术所测定的,经处理的多孔粒子至少 90% 的羟基或硅烷醇基在处理前就存在于多孔粒子中。

2. 根据权利要求 1 所述的经处理的多孔粒子,其中所述疏水基团包括烷基或芳基中的至少一者,其中烷基和芳基各自任选地被氟取代。

3. 一种经处理的多孔粒子,其包括外表面和内部孔表面,其中所述经处理的多孔粒子的所述外表面的至少一部分包含疏水基团,所述疏水基团包括烷基或芳基中的至少一者,其中所述烷基和芳基被氟取代,并且其中所述内部孔表面为至少部分亲水的。

4. 根据前述任一项权利要求所述的经处理的多孔粒子,其中所述疏水基团包括硅氧烷,所述硅氧烷具有烷基、芳基或它们的组合。

5. 根据权利要求 1 至 3 中任一项所述的经处理的多孔粒子,其中所述经处理的多孔粒子为具有外表面的硅胶粒子,如通过 X 射线光电子能谱所确定,所述外表面最多至 50 埃深度处具有最多 5 原子%的硅原子。

6. 多个粒子,所述多个粒子包括根据权利要求 1 至 3 中任一项所述的经处理的多孔粒子。

7. 根据权利要求 6 所述的多个粒子,其中当将所述多个粒子喷洒在水面上以形成单层时,至少 75% 的所述多个粒子浮在所述水面上,并且所述多个粒子在 30℃ 和 50% 的相对湿度下保持 24 小时之后吸收其重量至少 20% 的水蒸气。

8. 根据权利要求 6 所述的多个粒子,其中在 30℃ 和 80% 的相对湿度下,所述多个粒子的水蒸气吸收率为不包含所述疏水基团的多个对比粒子的水蒸气吸收率的至少 60%。

9. 根据权利要求 6 所述的多个粒子,其中当所述多个粒子的至少一部分暴露于含水液体时,与不包含所述疏水基团的多个对比粒子相比,所述多个粒子会更大程度地降低相对湿度,即,以至少大 5% 的程度降低相对湿度。

10. 根据权利要求 6 所述的多个粒子,其中所述多个经处理的多孔粒子包括小于 25% 数量的粒子,其中所述外表面和所述内部孔表面均用疏水基团处理。

11. 根据权利要求 6 所述的多个粒子,其还包括未经处理的干燥剂粒子或变色指示剂中的至少一者。

12. 根据权利要求 6 所述的多个粒子,其还包括吸收粒子或纤维,所述吸收粒子或纤维包含超吸收聚合物、亲水性非织造布或木浆中的至少一者。

13. 一种吸收组分,其包含吸收材料与根据权利要求 6 所述的多个粒子的结合。

14. 一种吸收制品,其包括液体可透过的顶片、液体不可透过的底片、以及在所述顶片与所述底片之间的至少一种根据权利要求 13 所述的吸收组分。

15. 以下粒子作为干燥剂的用途:根据权利要求 1 至权利要求 3 中的任一项所述的经处理的多孔粒子。

16. 以下粒子作为气味控制剂的用途:根据权利要求 1 至权利要求 3 中的任一项所述的经处理的多孔粒子。

经处理的多孔粒子, 包含其的多个粒子、吸收组分和吸收制品, 及其制备和使用方法

[0001] 相关专利申请的交叉引用

[0002] 本申请要求 2009 年 11 月 23 日提交的美国临时申请 No. 61/263, 573 和 2009 年 11 月 23 日提交的美国临时申请 No. 61/263, 580 的优先权, 这些专利申请全文以引用方式并入本文。

背景技术

[0003] 某些多孔粒子在化学领域中有广泛的用途。例如, 疏水氧化物材料广泛用于不同的气相和液相分离工艺。尤其广泛使用的例子是硅胶, 已知硅胶可用于多种应用, 包括生物活性化合物和药物制剂的色谱法、吸附和纯化以及多组分体系的稳定。然而, 天然二氧化硅的表面特性并非总是适用于所需应用。表面改性可通过 (例如) 亲水硅烷醇基团转化为疏水基团来实现, 该转化通常会降低改性二氧化硅相对于水的亲和力。通常, 熟知的硅胶疏水处理旨在使外表面和内部孔表面均变为疏水的。

[0004] 在其他工艺中, 使用各种技术来降低某些环境中的相对湿度。在个人护理行业, 在一次性吸收衣服穿着期间由过度湿度所引起的不适和皮疹问题是熟知的。一次性吸收衣服 (如失禁用内衣、尿布和女性卫生产品) 通常包括液体可透过的体侧内衬、液体不可透过的外覆盖物以及设置于体侧内衬和外覆盖物之间的吸收组分。为了避免渗漏, 所述吸收衣服必须迅速吸收液体, 以避免液体在体侧内衬面向身体的表面上过度汇集。由衣服吸收和保留下来的任何液体均导致使用者皮肤附近的相对湿度增大。使用者出汗也会导致相对湿度增大。接触使用者皮肤的环境中的相对湿度高可引起不适或皮肤红疹 (如尿布疹)。

[0005] 已知采用可透过水蒸气的透气材料制造吸收衣服的外覆盖物 (即底片), 以使得衣服外部的新鲜空气可以与使用者皮肤附近环境中的高湿度空气交换, 并且使液体能够蒸发到外界环境中。然而, 高度多孔薄膜作为提供蒸发冷却的底片, 却可能不足以抑制制品中的渗漏。将减湿剂 (如干燥剂和 / 或湿润剂) 掺入一次性吸收衣服的组分中以降低使用者皮肤附近环境的相对湿度也是已知的。

[0006] 尽管一次性吸收衣服的研制工作取得了进展, 但仍然需要持续和可靠地降低使用者皮肤附近的相对湿度。

发明内容

[0007] 本发明涉及具有外表面上的疏水基团和亲水内部的经处理的多孔粒子及其制备方法。经处理的多孔粒子可以用作 (例如) 用于控制吸收制品环境内的湿度的干燥剂。吸收制品 (如卫生巾和卫生尿布) 的芯部区域中通常包含超吸收聚合物 (SAP) 和 / 或木浆, 以吸收和保持流体。在存在 SAP 或木浆的情况下, 本文所公开的经处理的粒子显示出降低与吸收制品使用者皮肤附近环境类似的环境中的湿度的能力。

[0008] 在一个方面, 本发明提供包括外表面和内部孔表面的经处理的多孔粒子, 其中经处理的多孔粒子的外表面的至少大部分包含疏水基团, 并且其中内部孔表面是基本上未经

处理的。在一些实施例中，疏水基团包括烷基或芳基中的至少一者，其中烷基和芳基各自任选地被氟取代。在一些实施例中，经处理的多孔粒子是经处理的干燥剂粒子。在一些实施例中，经处理的多孔粒子是经处理的硅胶粒子、经处理的蒙脱石粘土粒子、经处理的沸石粒子、经处理的分子筛或经处理的活性炭粒子。在一些实施例中，经处理的多孔粒子是经处理的硅胶粒子或经处理的活性炭粒子。在一些实施例中，疏水基团包括具有烷基、芳基或它们的组合的硅氧烷。在一些实施例中，经处理的多孔粒子是硅胶粒子，如通过 X 射线光电子能谱所确定，该硅胶粒子外表面最多至 50 埃深度处具有最多 5 原子%的硅原子。

[0009] 本发明还提供包括外表面和内部孔表面的经处理的多孔粒子，其中经处理的多孔粒子的外表面的至少一部分包含疏水基团，所述疏水基团包括烷基或芳基中的至少一者，其中所述烷基和芳基被氟取代，并且其中内部孔表面为至少部分亲水的。在一些实施例中，经处理的多孔粒子是经处理的干燥剂粒子。在一些实施例中，经处理的多孔粒子是经处理的硅胶粒子、经处理的蒙脱石粘土粒子、经处理的分子筛或经处理的活性炭粒子。在一些实施例中，疏水基团包括具有烷基、芳基或它们的组合的硅氧烷。在一些实施例中，经处理的多孔粒子是硅胶粒子，如通过 X 射线光电子能谱所确定，该硅胶粒子外表面最多至 50 埃深度处具有最多 5 原子%的硅原子。

[0010] 本发明还提供包括经处理的多孔粒子的多个粒子。在一些实施例中，所述多个粒子还包括未经处理的干燥剂粒子（如硅胶、蒙脱石粘土、分子筛、沸石或活性炭）。在一些实施例中，所述多个粒子基本上不含其中外表面和内部孔表面均用疏水基团处理的粒子。在一些实施例中，所述多个粒子还包括吸收粒子或纤维，所述吸收粒子或纤维包含超吸收聚合物、亲水性非织造布或木浆中的至少一者。

[0011] 在根据本发明的经处理的粒子或所述多个粒子的一些实施例中，当经处理的多孔粒子被喷洒在水面上以形成单层时，至少 75% 的粒子浮在水面上，并且经处理的多孔粒子在 30℃ 和 50% 的相对湿度下保持 24 小时之后吸收其重量至少 20% 的水蒸气。在这些实施例中的一些中，将一克经处理的多孔粒子撒到盛在 20mL 小瓶中的 10 毫升 (mL) 水上。在一些实施例中，在 30℃ 和 80% 相对湿度下，该粒子的水蒸气吸收率是不包含所述疏水基团的多个对比粒子的水蒸气吸收率的至少 60%。在一些实施例中，当所述多个粒子的至少一部分暴露于含水液体时，与不包含疏水基团的多个对比粒子相比，所述多个粒子会更大程度地降低相对湿度。

[0012] 在另一方面，本发明提供包含吸收材料与本文所公开的多个经处理的多孔粒子的结合的吸收组分。在一些实施例中，吸收材料为木浆、超吸收聚合物或丙烯酸系泡沫中的至少一者。

[0013] 在另一方面，本发明提供包含上述任何方面或实施例中所述吸收组分的吸收制品，或包含上述任何方面或实施例中所述多个粒子的吸收制品。在一些实施例中，吸收制品是腋下衬垫、胸垫、汗垫、鞋垫、伤口敷料、床垫或衬垫、尿布或卫生巾。在一些实施例中，吸收制品包括液体可透过的顶片、液体不可透过的底片以及设置于顶片和底片之间的吸收组分和 / 或上述多个粒子。

[0014] 在另一方面，本发明提供本文所公开的经处理的多孔粒子（或本文所公开的多个粒子）作为干燥剂的用途。在一些实施例中，干燥剂暴露在含水液体中。在一些实施例中，干燥剂用于吸收制品中。

[0015] 在另一方面,本发明提供干燥方法,所述方法包括将本文所公开的经处理的多孔粒子(或本文所公开的多个粒子)置于潮湿环境中,其中经处理的多孔粒子从潮湿环境中吸收水。在一些实施例中,水是水蒸气。在一些实施例中,经处理的多孔粒子与含水液体接触。在一些实施例中,潮湿环境位于吸收制品中(如穿着者的身体上)。

[0016] 在另一方面,本发明提供本文所公开的经处理的多孔粒子(或本文所公开的多个粒子)作为气味控制剂的用途。在一些实施例中,气味控制剂暴露在含水液体中。在一些实施例中,气味控制剂用于吸收制品中。在一些实施例中,经处理的多孔粒子是经处理的活性炭粒子。

[0017] 在另一方面,本发明提供控制气味的方法,所述方法包括将本文所公开的经处理的多孔粒子(或本文所公开的多个粒子)置于具有一定量臭味剂的环境中,其中经处理的多孔粒子可减少环境中臭味剂的量。在一些实施例中,经处理的多孔粒子与含水液体接触。在一些实施例中,环境位于吸收制品中(如穿着者的身体上)。在一些实施例中,经处理的多孔粒子是经处理的活性炭粒子。

[0018] 在另一方面,本发明提供制备根据上述任一实施例所述的经处理的多孔粒子的方法,所述方法包括在使多孔粒子的内部孔表面保持基本上未经处理的同时,用疏水剂处理多孔粒子的外表面。在一些实施例中,只有多孔粒子的外表面才用疏水剂处理。

[0019] 根据本发明和/或可用于实践本发明的经处理的多孔粒子的外表面为至少部分疏水的。通常,经处理的多孔粒子以比类似的未经处理的多孔粒子低得多的速率或低得多的程度吸收液态水(和其他含水液体)。因此,外表面上的疏水基团有助于排斥含水液体。基本上亲水的内部孔表面吸收水蒸气。

[0020] 虽然将干燥剂(如硅胶)掺入吸收制品的组分中以降低穿着者皮肤附近环境的相对湿度是已知的,但当这些干燥剂暴露于含水液体时,它们的效力会减退或不一致,并且往往会引起吸收制品穿着者的湿滑或粘糊感。将干燥剂封装在由以下材料制成的小袋中是已知的,这种材料可允许水蒸气渗透并排斥含水液体的材料(如通过热致相分离制成的微孔膜或粒子填充膜)。将此类小袋置于吸收制品中可能需要特殊的工艺技术,并且可能因此是不可取的。本文所公开的经处理的多孔粒子通常排斥含水液体,并且在本发明中显示出比未经处理的干燥剂粒子更为持续和可靠地降低穿着者皮肤附近的相对湿度的能力。可将它们添加到吸收制品中,而不需要使用小袋或其他麻烦的物理隔离技术。

[0021] 相似地,当暴露于含水液体时,气味控制剂(如活性炭和硅胶)的效力会减退或不一致。本文所公开的经处理的多孔粒子通常排斥含水液体,并且在本发明中显示出在润湿时比未经处理的干燥剂粒子更为可靠地降低气味的能力。它们也可在不需要使用小袋或其他麻烦的物理隔离技术的情况下添加到吸收制品。

[0022] 定义

[0023] 在本专利申请中:

[0024] 诸如“一个”和“所述”这样的术语并非旨在指单个实体,而是包括一般类别,其中的具体例子可用来作举例说明。术语“一个”和“所述”可与术语“至少一个”互换使用。

[0025] 后面跟着两个或更多个项目的列表的短语“中的至少一者”是指列表中项目的任一个以及列表中两个或更多个项目的任意组合。

[0026] “亲水的”描述可被接触表面的含水液体(即,包含水的液体)润湿的表面。润湿

性可通过液体在表面上的接触角而测定。通常,当水在表面上的接触角为小于 90° 时,表面为亲水的。

[0027] “疏水基团”描述可使得表面不被接触表面的含水液体(即,包含水的液体)润湿的官能团。通常,当水在表面上的接触角为大于 90° 时,表面为疏水的。

[0028] “外表面的至少一部分”和“外表面的至少大部分”可包括疏水基团均匀或不均匀地分布在粒子的外表面上。在一些实施例中,疏水基团均匀分布在粒子的外表面上。在一些实施例中,粒子的整个外表面被疏水基团覆盖。

[0029] “干燥剂”是指可从周围大气环境吸收水分的材料。在此所用的干燥剂可通过物理吸收方式将水或水蒸气吸收到多孔结构中。

[0030] 术语“吸收组分”是指通常用作吸收制品的主要吸收组分的组分,例如吸收制品的吸收芯。它还包括诸如本文所述的起到芯吸或储存作用的第二顶片的吸收组分。然而,术语“吸收组分”排除了通常仅用作吸收制品的顶片或底片的组分。

[0031] “一次性”通常理解为意指在执行其预期功能的能力耗竭前使用期有限的事物。就衣服而言,“一次性”衣服通常未构造成能够经受洗涤。

[0032] “含水”意指包含水。术语“含水流体”涵盖生物流体。

[0033] “烷基”和前缀“烷”包括直链和支链基团两者以及环状基团。除非另外指明,否则本文中的烷基具有最多至 20 个碳原子。环状基团可为单环或多环的,在一些实施例中,具有 3 至 10 个环碳原子。“亚烷基”是“烷基”的二价形式。

[0034] 术语“氟烷基”包括其中所有 C-H 键都被 C-F 键取代的直链、支链和 / 或环状的烷基基团,以及其中存在氢或氯原子而非氟原子的基团,前提条件是对于每两个碳原子存在最多至一个氢原子或氯原子。在氟烷基的一些实施例中,当存在至少一个氢或氯时,所述氟烷基包括至少一个三氟甲基。术语“全氟烷基”包括直链、支链和 / 或环状烷基,其中所有的 C-H 键都被 C-F 键所取代。

[0035] “芳基亚烷基”是指连接芳基的“亚烷基”部分。

[0036] 在此所用的术语“芳基”包括碳环型芳族环或环体系,例如具有 1、2 或 3 个环并且任选在环中包含至少一个杂原子(如 O、S 或 N)。芳基的例子包括苯基、萘基、联苯基、茚基以及呋喃基、噻吩基、吡啶基、喹啉基、异喹啉基、吲哚基、异吲哚基、三唑基、吡咯基、四唑基、咪唑基、吡唑基、噁唑基和噻唑基。

[0037] “亚芳基”是如上定义的“芳基”的二价形式。

[0038] “烷基亚芳基”是指连接烷基的“亚芳基”部分。

[0039] “等离子体处理”是指在多孔粒子存在的气氛中使用高频电场或磁场产生特定气体的自由基的过程。自由基对多孔粒子的表面进行改性。术语“等离子体处理”可涵盖“等离子体沉积”,其中由等离子体形成的膜沉积在表面的至少一部分上,并且通常通过共价键附接到表面。

[0040] 除非另外指明,否则所有数值范围均包括它们的端点以及端点之间的非整数值。

附图说明

[0041] 参照以下结合附图对本发明的多个实施例的详细说明,可更全面地理解本发明,其中:

[0042] 图 1 是根据本发明的一些实施例的制备经处理的多孔粒子的方法和所得的经处理的多孔粒子的示意图；

[0043] 图 2A 是用于测量如实例中所述的吸收制品中的相对湿度的装置的示意性俯视图；

[0044] 图 2B 是用于测量如实例中所述的吸收制品中的相对湿度的装置的示意性侧视图；

[0045] 图 3A 是根据本发明的一些实施例的用于在蒸气相中处理多孔粒子的装置的示意性侧视图,所述处理采用的是制备经处理的多孔粒子的示例性方法；

[0046] 图 3B 是图 3A 的装置的粒子搅拌器部分的示意性透视图；

[0047] 图 3C 是根据本发明的一些实施例的使用第一蒸气相和第二蒸气相处理多孔粒子所用的另一种示例性装置的示意性侧视图,所述处理采用的是制备经处理的多孔粒子的另一个示例性方法；

[0048] 图 4A-4D 是根据本发明的一些实施例的制备经处理的多孔粒子的方法和所得的经处理的多孔粒子的示意图；并且

[0049] 图 5 是根据本发明的示例性吸收制品的示意性分解图。

具体实施方式

[0050] 粒子

[0051] 图 1 示出根据本发明一些实施例的处理多孔粒子 1 以及经处理的多孔粒子 5 的示意图。在图示实施例中,多孔粒子 1 具有亲水的外表面和亲水的内部孔表面。在该实施例中,亲水的外表面和内部孔表面由于具有多个羟基 (-OH) 而为亲水的,羟基在图中示出在代表多孔粒子 1 的圆圈的外表面上和内部。当使用疏水剂和根据本发明的方法处理多孔粒子 1 时,形成经处理的多孔粒子 5。在图示实施例中,经处理的多孔粒子 5 具有疏水的外表面,该疏水的外表面以外表面上的多个疏水基团 (R) 表示。然而,经处理的多孔粒子 5 的内部孔表面仍然保持亲水性,该内部孔表面也以在代表经处理的多孔粒子 5 的圆圈内部示出的羟基表示。

[0052] 在根据本发明的经处理的多孔粒子 5 的任何实施例中,所述经处理的多孔粒子的外表面的至少一部分包含疏水基团 R。示例性 R 基包括烷基和氟代烷基,所述烷基和氟代烷基具有最多至 20、18、15、12、10 或 8 个碳原子 (如在 1 至 20、1 至 15、1 至 10、1 至 5 或 1 至 3 个碳原子的范围内)。R 基的其他例子包括芳基、芳基亚烷基或烷基亚芳基,所述基团中的每一者都可被一个或多个氟基取代。在一些实施例中,R 基包括甲基、三氟甲基、二氟甲基或氟代甲基中的至少一者。在一些实施例中,疏水基团 R 包括硅氧烷,所述硅氧烷具有烷基、芳基、芳基亚烷基 (如苄基)、烷基亚芳基或它们的组合。在这些实施例中的一些中,经处理的多孔粒子 5 是经处理的硅胶粒子。硅氧烷上的烷基具有最多至 20、18、15、12、10 或 8 个碳原子 (如在 1 至 20、1 至 15、1 至 10、1 至 5 或 1 至 3 个碳原子的范围内),并且可以任选地被一个或多个氟基取代。

[0053] 通常,外表面区域的主要部分 (如大于 50 % 或至少 51 %、55 %、60 %、65 %、70 %、75 %、80 %、85 %、90 % 或 95 %) 被疏水基团覆盖。在一些实施例中,外表面的大部分 (如至少 90 %、95 %、96 %、97 %、98 % 或 99 % 最多至 100 %) 包含疏水基团。用于分析

粒子外表面覆盖率的技术在本领域中是已知的（如红外、拉曼和核磁共振光谱）；参见如 L. A. Belyakova et al., *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 154(1999), pp. 285-294 (L. A. Belyakova 等人,《胶体与表面, A 辑:物理化学问题和工程问题》,第 154 卷第 285-294 页,1999 年)。粒子的外表面也可使用电子能谱化学分析法 (ESCA) 进行分析。ESCA 可用于记录表面上各种元素的原子百分比。结果取决于（例如）表面上的特定疏水基团以及将它们施加到表面的方法。在一些实施例中,包含疏水基团的外表面的大部分是指如通过 ESCA 确定的表面上不存在组成多孔粒子的元素。在一些实施例中（如,其中经处理的多孔粒子 5 为经处理的硅胶粒子的实施例）,如通过 X 射线光电子能谱所确定,外表面最多至 50 埃深度处不含硅原子。粒子的外表面也可使用飞行时间次级离子质谱法 (TOF-SIMS) 进行分析。TOF-SIMS 可用于检测通常深度范围为 5 至 20 埃的表面的化学组成。结果取决于（例如）表面上的特定疏水基团以及将它们施加到表面的方法。使用 SIMS 进行相对定量是可以的,通常通过取所关注质量计数与基准离子计数的比率、或所关注质量计数与总光谱积分计数的比率来进行。

[0054] 通常,当经处理的多孔粒子 5 浮在水面上时,本文所公开的经处理的多孔粒子 5 的外表面的大部分包含疏水基团。当液体的表面张力足够高以平衡在气/液界面处的粒子重力时,粒子被表述为浮在表面上。当根据本发明的经处理的多孔粒子 5 被喷洒在水面上时,经处理的多孔粒子 5 的润湿性可能与粒子下沉所用的时间相关。在一些实施例中,经处理的多孔粒子 5 无限期地保留在水面上。在一些实施例中,经处理的多孔粒子 5 保留在水面上至少 8 小时、6 小时、4 小时、2 小时或 30 分钟。漂浮粒子法在本领域中是已知的用于评估粒子的表面润湿性的技术;（参见如 M. Lazghab et al., *Powder Technology*, 157(2005), p. 83 (M. Lazghab 等人,《粉末技术》,第 157 卷第 83 页,2005 年)）。通过将经处理的多孔粒子 5 喷洒在水面上以形成单层来评估根据本发明的多个经处理的多孔粒子 5 的外表面的疏水性。通常,至少 75%（在一些实施例中 80%、85%、90% 或至少 95%）的粒子浮在水面上。在一些实施例中,该评估可通过以下方法来进行:将一克经处理的多孔粒子置于盛在 20mL 小瓶中的 10 毫升 (mL) 水面上并观察粒子是否浮在表面上。当摇晃装有经处理的粒子和水的小瓶时,粒子通常会团聚。随着时间的推移,团聚的粒子通常会分散开,并在水中再次浮起。当摇晃水中的未经处理的亲水粒子时,通常未观察到此类块状形成物。相反,未经处理的亲水粒子通常沉入水中。

[0055] 并非所有的疏水处理都会形成浮在水面上的粒子。例如,一些疏水处理（如当表面羟基通过等离子体处理被氟取代时）在接触液态水时可能发生水解。现已观察到,用 NF_3 等离子体处理的粒子不会浮在水面上,相反会沉入水中。本发明提供的疏水处理是稳固的,并且在将粒子置于水面上时不会水解。

[0056] 根据本发明的经处理的多孔粒子 5 的疏水性也可（例如）使用接触角测量法进行评估,该方法采用本领域中已知的技术对单个粒子或大批粒子进行测量。在一些实施例中,小水滴与经处理的多孔粒子 5 的接触角为至少 120、110、100 或 95 度（如,范围从 90 至 100 度、95 至 110 度、100 至 115 度、110 至 130 度或 115 至 125 度）。

[0057] 在根据本发明的经处理的多孔粒子 5 的任何实施例中,经处理的多孔粒子 5 的内部孔表面为至少部分亲水的。在一些实施例中,当经处理的多孔粒子 5 的内部孔表面具有亲水官能团时,将它们表述为亲水的。根据粒子的性质,亲水官能团通常包括羟基、硅烷醇

基或其他金属氧化物基团。在一些实施例中,当多孔粒子 1 具有包括羟基或硅烷醇基的内部孔表面时,经处理的多孔粒子 5 具有至少 50%、60%、70%、75%、80%、85%或 90%的羟基或硅烷醇基,这些基团在处理前就存在于多孔粒子 1 中。评估多孔粒子的内部孔表面的方法在本领域中是已知的。例如,通常使用吸收技术(如使用甲醇、乙醇、水、苯或氮)。由于多孔粒子中的大百分比的表面积位于内部孔表面中,因此当内部孔表面的润湿性改变时,通常会导致吸收发生很大的变化。例如,如使用常规吸收技术所测定,经处理的多孔粒子 5 至少 90%、95%、96%、97%或 98%的羟基或硅烷醇基在处理前就存在于多孔粒子 1 中,内部孔表面可表述为“基本上未经处理的”。多孔粒子也可以是剖面的,它们内部化学组成使用上述 ESCA 或 TOF-SIMS 进行分析。在一些实施例中,使用这些技术在经处理的多孔粒子内部观察到极少量甚至没有疏水基团。在这些实施例中,将内部孔表面表述为“基本上未经处理的”。在一些实施例中,本文所公开的经处理的多孔粒子的内部孔表面具有极少量甚至没有烷基或芳基,所述烷基或芳基任选地被氟取代,如 TOF-SIMS 所证实的那样。就 TOF-SIMS 而言,对疏水与亲水官能团进行相对定量是可以的,通常通过取疏水基团的质量计数与亲水基团的计数的比率来进行。可将来自外表面的计数比率与来自内表面的计数比率进行比较。

[0058] 在一些实施例中,本文所公开的经处理的多孔粒子 5 在 30℃和 50%的相对湿度下放置 24 小时后吸收其重量至少 20%(在一些实施例中至少 22%、25%、28%、30%或 32%)的水蒸气。一般来讲,该吸收在不存在液态水的情况下的湿度箱中进行,并且使用分析天平称量粒子的重量。多孔粒子 1 或本文所公开的经处理的多孔粒子 5 可吸收的水蒸气的量取决于粒子的类型。例如,通常报道硅胶粒子吸收其重量约 40%的水。在一些实施例中,在 30℃和 80%相对湿度下,经处理的多孔粒子的水蒸气吸收率是多个不包含疏水基团的对比粒子的水蒸气吸收率的至少 50%、55%、60%、65%、70%、75%或 80%。在一些实施例中,当经处理的多孔粒子的内表面在 30℃和 80%相对湿度下的水蒸气吸收率是多个不包含疏水基团的对比粒子的水蒸气吸收率的至少 60%、65%、70%、75%或 80%时,将该内表面表述为“基本上未经处理的”。多个不包含疏水基团的对比粒子是指与所述多个经处理的粒子相同的、但未经疏水处理的多个粒子。例如,在此类多个对比粒子被处理前,其尺寸和孔径分布与所述多个经处理的粒子相同,并且化学组成与经处理的多孔粒子相同。

[0059] 根据本发明的经处理的多孔粒子 5 包括经处理的硅胶粒子、经处理的沸石粒子、经处理的蒙脱石粘土粒子、经处理的分子筛和经处理的活性炭。经处理的多孔粒子的平均粒度范围可以为 0.075 毫米(mm)至 10mm(如从 0.1mm 至 10mm、0.5mm 至 5mm 或 0.5mm 至 1mm)。当经处理的多孔粒子用作干燥剂时,只要孔大得足以允许水分子进入,中值孔径就可以有差别。在一些实施例中,内孔的中值孔径的范围为 1 纳米(nm)至 10nm(如,2nm 至 3nm、2nm 至 7nm、4nm 至 7nm、8nm 至 10nm 或 4nm 至 10nm)。在一些实施例中,经处理的多孔粒子具有双峰多孔结构,其中孔具有自所列范围中的任何者的两种不同的中值孔径。处理前的多孔粒子 1 可得自多种商购来源(如 AGM Container Controls, Inc. (Tucson, AZ)、International Silica Gel Co., LTD(Shandong, China) 和 SIGMA-ALDRICH(St. Louis, MO))。在一些实施例中,经处理的多孔粒子可包含变色指示剂(如氯化钴),以在吸收水分时显示颜色变化。

[0060] 虽然硅胶粒子的疏水处理是已知的,但通常该疏水处理旨在使外表面和内部孔表

面均变为疏水的。部分经处理的粒子可自得自将外表面和内部孔表面均处理为疏水的方法，并且如果外表面未被足够量的疏水基团覆盖或如果疏水基团在接触水时水解，则所述粒子可能不会浮在水中。另外，如果外表面和内表面的大部分被制备为疏水的，则此类部分经处理的粒子可能不会吸收（例如）其重量至少 20% 的水。通常，此前已知的用于硅胶粒子疏水处理的溶剂和蒸气技术，不会轻易允许反应在内部孔表面未被处理的点处停止。另外，作为单独处理剂的射频四氟化碳等离子体处理硅胶的内部孔表面和外表面；参见如 K. Furukawa et al., Journal of Materials Science Letters, 19(2000), pp. 1545-1547 (K. Furukawa 等人,《材料科学杂志快报》,第 19 卷第 1545-1547 页,2000 年)。

[0061] 相比之下,根据本发明的和 / 或根据本发明制备的经处理的多孔粒子包括亲水内部孔表面,该亲水内部孔表面使经处理的粒子可用作（例如）干燥剂。其中外表面和内部孔表面均为疏水的疏水性硅胶将不能用作干燥剂。在一些实施例中,多个经处理的多孔粒子包括小于 25%（在一些实施例中,小于 20%、15%、10%、5%、4%、3%、2% 或 1%）的粒子,其中外表面和内部孔表面均用疏水基团处理。所述多个经处理的多孔粒子可称为基本上不含粒子,其中外表面和内部孔表面均用疏水基团处理。

[0062] 粒子制备方法

[0063] 制备根据上述任何实施例中的经处理的多孔粒子 5 的方法包括使多孔粒子 1 的内部孔表面保持基本上未经处理的同时,用疏水剂处理多孔粒子 1 的外表面。“基本上未经处理的”具有与上述相同的含义。在一些实施例中,只有多孔粒子 1 的外表面才用疏水剂处理。

[0064] 多孔材料的等离子体处理法在美国专利 No. 6,878,419 (David 等人) 中提供。另外,用于等离子体处理粒子的方法和装置在美国专利 No. 6,015,597 (David) 和 No. 6,197,120 (David) 中提供,这些专利的公开内容均以引用方式并入本文。在一些实施例中,制备经处理的多孔粒子的方法包括通过等离子体沉积在多孔粒子的至少一部分外表面上形成包含硅、氢和碳的层。形成该层的步骤可通过电离包含有机硅化合物的气体而进行,所述有机硅化合物选自烷基硅烷、烷氧基硅烷、亚烷基聚硅烷、烷基聚硅烷、烯基硅烷、芳基硅烷以及它们的组合。示例性烷基硅烷包括四甲基硅烷、甲基硅烷、二甲基硅烷、二乙基硅烷、二乙基甲基硅烷、丙基硅烷、三甲基硅烷和乙基硅烷。示例性烷氧基硅烷和硅氧烷包括原硅酸四乙酯 (TEOS) 和四甲基环四硅氧烷 (TMCTS)。示例性亚烷基聚硅烷包括二硅甲基甲烷、二（甲基硅亚甲基）甲烷、1,2-二硅甲基乙烷、1,2-二（甲基硅亚甲基）乙烷、2,2-二硅甲基丙烷、二甲基二硅亚甲基乙烷、二甲基二硅亚甲基丙烷、四甲基二硅次甲基乙烷和四甲基二硅次甲基丙烷。示例性烯基硅烷包括烯基甲基硅烷和二乙烯基二甲基硅烷。示例性芳基硅烷包括苯基硅烷、苯基二甲基硅烷和苯基三甲基硅烷。示例性烷基聚硅烷包括 1,1,2,2-四甲基二硅烷、六甲基二硅烷、1,1,2,2,3,3-六甲基三硅烷和 1,1,2,3,3-五甲基三硅烷。有机硅化合物的取代基可以是例如氨基、羟基和 / 或卤素（如氟、溴、氯）的基团,但它们通常是未取代的。在一些实施例中,有机硅化合物具有至少一个 C-H 键,该 C-H 键可以是 sp^3 、 sp^2 或 sp C-H 键。通常,有机硅具有多个 C-H 键,例如至少 2 个、至少 3 个、至少 5 个、至少 9 个和 / 或甚至至少 12 个 C-H 键,或者更多。通常可用的有机硅化合物在形成等离子体的等离子体处理条件下具有足够的蒸气压。

[0065] 在制备经处理的多孔粒子的方法的一些实施例中,所述方法还包括用含氟化合物

(如通过等离子体处理或沉积)处理包含硅、氢和碳的层的至少一部分。含氟化合物通常是烃,其中氢原子中的至少一些被氟原子取代。含氟化合物可以是直链的、支链的或环状的,并且可以是完全饱和的或部分不饱和的。含氟化合物通常包含最多 5 个碳原子(如最多 4 个、3 个或 2 个)。对于等离子体沉积而言,含氟化合物通常包含至少 2 个或 3 个碳原子。在一些实施例中,含氟化合物是全氟化的(即,所有 C-H 键都被 C-F 键取代)。在一些实施例中,含氟化合物选自全氟丙烷、四氟化碳、三氟甲烷、二氟甲烷、五氟乙烷、全氟丙烯、全氟丁烷和全氟丁烯以及它们的组合。

[0066] 在一些实施例中,等离子体处理分两步完成。例如,当制备经处理的多孔粒子的方法包括通过等离子体沉积在多孔粒子的至少一部分外表面上形成包含硅、氢和碳的层,以及通过等离子体沉积用含氟化合物处理包含硅、氢和碳的层的至少一部分时,第一步等离子体处理通常包括在真空下用气体(如上述有机硅化合物)处理多孔粒子 1,并点燃等离子体。尽管无意于受理论的束缚,但据信当气体为(例如)四甲基硅烷(TMS)时,经处理的多孔粒子的外表面被包含甲基的层覆盖,该甲基提供了疏水的外表面。当使用第二步等离子体处理时,通常包括在真空下用第二气体(如上述含氟化合物)处理所述经处理的多孔粒子 5,并点燃等离子体。尽管无意于受理论的束缚,但据信第二步将用氟取代多孔粒子表面上的一些氢(如 C-H 键),以在表面上生成 CF、CF₂ 或 CF₃ 基团。如果使用沉积含氟化合物等离子体(如,其中含氟化合物具有至少 2 个或 3 个碳原子),则据信包含碳氟化合物的层在表面上形成。所述两个处理步骤中的每一个的进行时间总共都可以为(例如)至少 5 分钟、10 分钟、20 分钟、30 分钟、45 分钟或 60 分钟或更长。通常,等离子体处理在最多约 1000、750、500、250、100 或 75 毫托(133、100、67、33、13 或 10Pa)的压力下进行。

[0067] 等离子体处理通常需要混合多孔粒子 1,以使暴露于等离子体的外表面面积的量最大化。当等离子体处理以实验室规模进行时,可手动进行混合。例如,在上述两步式工艺中,每一个步骤都可中断多次(如 2、3 或 4 次)以搅拌多孔粒子。然后再次引入气体,并且再次点燃等离子体。在较大规模处理中,可以使用(例如)混合桨叶进行混合,所述混合桨叶在处理期间可以连续旋转。

[0068] 使用等离子体制备根据本发明的经处理的多孔粒子的方法通常还包括提供具有电容耦合系统的反应室,该电容耦合系统包括至少一个接地电极和至少一个由射频源供电的电极;在反应室内生成包含反应物的等离子体,从而导致离子壳层在所述电极中的至少一个的周围形成;以及确定多个多孔粒子在离子壳层中的位置。在一些实施例中,所述方法还包括按以下方式搅拌所述多个多孔粒子:使它们的外表面暴露于等离子体中的反应物。

[0069] 在上述等离子体处理中,等离子体(如硅烷等离子体或氟等离子体)可包括其他气体组分,例如氮气或氨气,只要所述气体组分不抑制外表面变为疏水的即可。因此,在其中使用了气体的实施例中,术语“气体”是指单一化合物或两种或更多种化合物的混合物。

[0070] 等离子体处理可以形成具有独特结构的经处理的多孔粒子,因为它通常仅处理粒子的外表面。通常,对于本文所公开的经处理的多孔粒子,孔径在最多至数十纳米的范围内,而等离子体中反应物的平均自由程(即,物质在与另一种物质碰撞前行进的平均距离)为不小于 20 微米。另外,等离子体沉积法可在表面上形成疏水物质层。在上述任何实施例中描述的方法都可提供包括外表面和内部孔表面的经处理的硅胶粒子,其中如通过 X 射线光电子能谱所确定,外表面最多至 50 埃深度处具有最多 5(如 4、3、2.5、2 或 1)原子%的硅

原子。在这些实施例中的一些中,外表面不含硅原子。在一些实施例中,如通过 X 射线光电子能谱所确定,由等离子体处理而制备的经处理的多孔粒子在其外表面 50 埃深度处具有至少 10、20、30 或 40 原子%的氟原子。在一些实施例中,如通过 X 射线光电子能谱所确定,由等离子体处理而制备的经处理的多孔粒子在其外表面 50 埃深度处具有小于 20、15、10 或 5 原子%的氧原子。在任何这些实施例中,内部孔表面通常都为至少部分亲水的。

[0071] 在一些实施例中,制备根据上述经处理的多孔粒子的任何实施例的经处理的多孔粒子 5 的方法都包括将多孔粒子 1 暴露在水蒸气、甲醇蒸气或乙醇蒸气中的至少一者中,随后将多孔粒子暴露在包含反应性有机硅烷化合物的第二蒸气中。该方法在下文中称为“第二方法”。用反应性有机硅烷化合物处理二氧化硅表面在(例如)半导体和印刷行业中是已知的。在半导体行业中,硅片用二氯二甲基硅烷蒸气处理。在打印机硒鼓中,内部孔表面和外表面均用二氯二甲基硅烷经处理的硅胶粒子用作润滑剂。在无孔二氧化硅粒子的评估中已经证明,二氯二甲基硅烷和二氧化硅表面之间的反应由于表面水的存在而增强。在本文所公开方法的一些实施例中,已意外地发现蒸气相反应性有机硅烷化合物和多孔粒子 1 之间的反应优先地将疏水基团掺入多孔粒子的外表面上,而不影响粒子内部孔表面的干燥能力。

[0072] 在制备经处理的多孔粒子 5 的第二方法的第一步中,将多孔粒子 1 暴露在水蒸气、乙醇蒸气或甲醇蒸气中的至少一者中。该暴露可在环境压力(如,在例如 50%至 95%相对湿度的湿度箱中)或减压(如,使用图 3A 和图 3B 中示出的装置 300)下、以及环境温度或高温(如,在 25°C 至 40°C 或 25°C 至 35°C 的范围内)下进行。从不希望受到理论束缚的角度出发,据信在一些实施例中,水蒸气、甲醇蒸气或乙醇蒸气的至少一部分在多孔粒子的多个孔的至少一部分内凝结,从而至少部分地封闭内部孔表面。

[0073] 在制备经处理的多孔粒子 5 的第二方法的第二步中,将多孔粒子 1 暴露在包含反应性有机硅烷化合物的第二蒸气中。该暴露通常在减压(如,在 0.5 托至 150 托(67Pa 至 2×10^4 Pa)的范围内)下进行,并且可在环境温度或高温(如,在 25°C 至 40°C 或 25°C 至 35°C 的范围内)下进行。在一些实施例中,包含反应性有机硅烷化合物的蒸气在接触粒子时的压力为至少 400Pa、650Pa、1000Pa、1300Pa 或至少 10000Pa。已经意外地发现当包含反应性有机硅烷化合物的蒸气的压力为至少 1000Pa(如约 1300Pa)时,粒子作为干燥剂(如当暴露于含水液体时)的性能得到了改善。尽管无意于受理论的束缚,但据信至少 1000Pa 的压力将反应性有机硅烷化合物扩散到粒子的孔中的程度降至最低,以使得处理停留在外表面上。当反应性有机硅烷化合物的蒸气压为大于 10 托(1300Pa)时,可方便地使用 10 托(1300Pa)的工艺压力;通常,在粒子的孔内部的水蒸气、乙醇蒸气或甲醇蒸气不会在此压力下排出。

[0074] 在上述的第一步或第二步中,所述方法还可以包括按以下方式搅拌多个多孔粒子:使它们的外表面暴露于水蒸气或第二蒸气中的至少一者中。

[0075] 所述第一和第二步可使用(例如)图 3A 和图 3B 中示出的装置 300 进行。如图 3A 所示,可使用两个液体保持器组件 360(一个用于反应性有机硅烷化合物,一个用于水)将蒸气递送到与真空泵 350 连接的真空室 340 中。真空室通常为能够被抽空到最多为 10^{-6} 托(10^{-4} Pa)的背景压力的中空圆柱体。每一个液体保持器组件都可包括在一端处密封的真空兼容玻璃管 362、364,以及控制蒸气源开/关的连接阀 366。如果暴露于水蒸气在(例如)

如上述湿度箱中进行,则不需要使用两个液体保持器组件中的一个(其包括管 362)。真空室 340 的内部是具有蒸气入口端口 330 的粒子搅拌器 320。可(例如)使用质量流量控制器或针形阀对进入湿度箱 340 中的包含反应性有机硅烷化合物的第二蒸气进行计量。可使用常规技术监测消耗的反应性有机硅烷的质量。

[0076] 代表性的粒子搅拌器 320 在图 3B 中更详细地示出。粒子搅拌器 320 是具有矩形开口 328 的中空圆柱体。搅拌器 320 配有与其轴线对齐的轴 326,四个矩形桨片 322 用螺栓连接到该轴上,这就在搅拌器 320 中形成用于粒子的搅拌机构或桨轮。桨片 322 各自包含两个洞 44,以促进粒子体积之间的流通,该粒子体积包含在由桨片 322 与搅拌器圆柱体 320 形成的四个象限中的每一个中。该装置 300 的使用方式在下面的实例中有所描述。

[0077] 图 4A 至图 4D 示意性地示出了制备本文所公开的经处理的多孔粒子的第二方法的不同实施例,其中暴露于水蒸气进行不同长度的时间。粒子 420 在暴露于水蒸气前可使用常规干燥技术干燥。图 4A 至图 4D 中示出的实施例的粒子 401 具有由于暴露在水蒸气中不同长度的时间而获得的不同量的表面吸收水和不同量的表面羟基。图 4D 示出了最长的水蒸气暴露时间,图 4A 示出了最短的暴露时间,图 4B 和图 4C 示出了中间量暴露时间。在图 4A 至图 4D 中示出的实施例中的粒子 440 是由暴露于反应性有机硅烷化合物而得到,该化合物与粒子 401 中存在表面水和/或表面硅烷醇的区域发生反应。已将图 4A 至图 4D 中示出的经处理的多孔粒子 405 干燥,以除去剩余的表面吸收水。根据暴露于水蒸气(得到粒子 401)的时长,经处理的多孔粒子 405 可具有不同的覆盖程度。尽管短时间地暴露于水蒸气可导致不均匀的处理,但较长时间的暴露可得到更均匀的疏水基团覆盖,以及粒子更好、更一致的干燥剂性能(如当暴露于液态水时)。在一些实施例中,将多孔粒子暴露于水蒸气至少 15、20、25 或 30 分钟最多至约 1、2 或 3 小时。暴露于反应性有机硅烷化合物的时间也可影响表面上疏水基团的量。

[0078] 在一些实施例中,制备根据本发明的经处理的多孔粒子的方法包括在有机硅烷蒸气到达多孔粒子之前预反应或预聚合蒸气相的有机硅烷。该方法在下文中称为“第三方法”。通过预聚合蒸气相的有机硅烷而形成二聚物、三聚物和高级低聚物,所得的二聚物、三聚物和高级低聚物将达到的分子大小足以排除预聚合的有机硅烷渗入多孔粒子的孔中的可能性。例如,对于具有广泛粒度分布的多孔粒子而言,该方法可能是有利的。然而,因为 DDMS 的二聚物、三聚物和高级低聚物在环境条件下的蒸气压较低,并且往往会在真空室的内表面上凝结,所以可能有必要显著增加处理时间、或以其它方式优化处理条件(如温度、压力、有机硅烷和水、甲醇或乙醇的蒸气压等等)。

[0079] 在用于处理多孔粒子 5 的外表面的第三方法的一些实施例中,可以有利地使用将有机硅烷蒸气递送至真空室以及有待表面处理的粒子的表面的可供选择的方法。用于执行第三方法的一种示例性装置 301 的示意图在图 3C 中示意性地示出。如图 3C 所示,可使用两个液体保持器组件 360(一个用于反应性有机硅烷化合物,一个用于水、甲醇或乙醇)将蒸气递送至真空室 340。真空室 340 连接到能够将真空室 340 抽真空至约 10^{-6} 托(10^{-4} Pa)或更低的背景压力的真空泵 350。真空室 340 的内部是具有单个入口端口 382 的粒子搅拌器 320(可以如图 3B 中一般性地示出),该单个入口端口 382 用于组合的第一和第二蒸气流。

[0080] 如图 3C 所示,一个液体保持器组件可包括在一端处密封的真空兼容管 364,以及

用于打开或关闭包含反应性有机硅烷化合物的第一蒸气源的连接阀 366。第二蒸气源可通过以下方式形成：使来自源 376 的惰性气体（如氮气）通过流量计量装置（如质量流量控制器 374 和 / 或针形阀 372）、然后进入气体扩散管 370（所述气体扩散管 370 浸入装有液态水、甲醇或乙醇的气体起泡器 368 中），从而形成与水、甲醇或乙醇蒸气平衡的惰性气体气泡 378。

[0081] 包含水、甲醇或乙醇蒸气的惰性气体通过环形混合喷嘴 380，在此处所述惰性气体与有机硅烷化合物混合，然后通过出口管 382 进入粒子搅拌器 320 中，所述出口管 382 连接到粒子搅拌器 320 的入口管 330（参见图 3B）。连接阀 366 可以用于打开或关闭第一蒸气源和第二蒸气源。可使用常规质量平衡技术监测消耗的反应性有机硅烷的质量。

[0082] 在处理多孔粒子的第三方法中，工艺参数类似于第二方法中使用的那些参数；然而，第三方法旨在将有机硅烷与水、甲醇或乙醇蒸气的预混合混合物递送到真空室。通过让已知流速的氮气通过水 / 甲醇起泡器 368，在环形混合喷嘴 380 处产生预先确定量的水蒸气、甲醇蒸气、或乙醇蒸气或甲醇蒸气中的至少一者，快速聚合有机硅烷单体以形成较高分子量的低聚物是可以的。通过控制在环形混合喷嘴 380 处的水、甲醇或乙醇蒸气的量，可在反应产物沉积在多孔粒子上之前完成所需的二聚物、三聚物或高级低聚物的形成。

[0083] 在制备本文所公开的经处理的多孔粒子的第二方法或第三方法的一些实施例中，所述方法还包括将多孔粒子暴露于包含不与反应性有机硅烷反应的挥发性化合物的第三蒸气，再将所述多孔粒子暴露于水蒸气、甲醇蒸气、或乙醇蒸气和有机硅烷蒸气中的至少一者，其中挥发性化合物的至少一部分在多孔粒子的所述多个孔的至少一部分内凝结，从而至少部分地封闭内部孔表面。

[0084] 在这些实施例中的一些中，挥发性化合物选自分子态氮气、二氧化碳、甲烷、乙烷以及它们的组合。在某些此类示例性实施例中，所述方法还包括在将多孔粒子暴露于包含反应性有机硅烷化合物的第二蒸气之后，基本上从孔内除去凝结的挥发性化合物，可任选地，其中基本上从孔内除去凝结的挥发性有机化合物的步骤通过加热粒子、将粒子暴露于真空或它们的组合而实现。

[0085] 在一些实施例、包括如上所述第二方法或第三方法的上述任何实施例中，反应性有机硅烷化合物在 25°C 下的蒸气压都为 133Pa 至 26,600Pa。在一些实施例中，处理多孔粒子的外表面的步骤在总蒸气压为 1,330Pa 至 26,600Pa 的条件下进行。

[0086] 在一些实施例、包括如上所述第二方法或第三方法的上述任何实施例中，所述多个孔都显示具有的中值孔径为最多 4nm，并且将多孔粒子暴露于包含反应性有机硅烷化合物的蒸气的步骤在总蒸气压为 1,330Pa 至 19,950Pa 的条件下进行。在其他实施例中，所述多个孔显示具有的中值孔径为大于 4nm，并且将多孔粒子暴露于包含反应性有机硅烷化合物的蒸气的步骤在总蒸气压为 6,650Pa 至 26,600Pa 的条件下进行。例如，当使用第二方法来处理具有广泛孔径分布的多孔粒子时，后一个蒸气压范围是可用的。

[0087] 在一些实施例、包括如上所述第二方法或第三方法的上述任何实施例中，所述方法都还包括在将多孔粒子暴露于包含反应性有机硅烷化合物的第二蒸气之后，基本上从孔内除去凝结的水蒸气、甲醇蒸气或乙醇蒸气，可任选地，其中基本上从孔内除去凝结的水蒸气、甲醇蒸气或乙醇蒸气的步骤通过加热粒子、将粒子暴露于真空或它们的组合而实现。

[0088] 在一些实施例、包括本文所述方法的上述任何实施例中，所述方法都还包括将经

处理的多孔粒子暴露于乙酸。所得的粒子在其孔内可以包含乙酸,该粒子可以与(例如)用作气味控制剂的经处理的多孔粒子一起使用。

[0089] 在一些实施例、包括如上所述第二方法或第三方法的上述任何实施例中,反应性有机硅烷化合物都由式 R_xSiY_{4-x} 表示,其中每一个 Y 都独立地为可水解基团,该基团可选自卤素(即 -F、-Cl、-Br 或 -I)、烷氧基(如具有 1 至 6、1 至 4 或 1 至 2 个碳原子)、芳氧基(如苯氧基)或酰氧基(如具有 1 至 6、1 至 4 或 1 至 2 个碳原子),每一个 R 都独立地为烷基、烯基、芳基、芳基亚烷基或烷基亚芳基,它们中的每一个都可任选地被(如氰基或卤素)取代,并且 x 都为 1、2 或 3。在一些实施例中, x 为 1 或 2。在一些实施例中, Y 为卤素或烷氧基。通常, Y 为氯。在一些实施例中,每一个 R 为烷基(如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、新戊基、叔戊基、正己基、正庚基、正辛基、异辛基、2, 2, 4-三甲基戊基、正壬基、正癸基、正十二烷基、正十八烷基、环戊基、环己基、环庚基或甲基环己基)。在一些实施例中,每一个 R 都独立地为甲基、乙基或苯基。在一些实施例中,每一个 R 都为甲基。示例性烯基包括乙烯基、烯丙基和 5-己烯-1-基。示例性芳基包括苯基、萘基、蒽基和菲基。示例性烷基亚芳基包括邻甲苯基、间甲苯基、对甲苯基、二甲苯基和乙基苯基,并且示例性芳基亚烷基包括苄基以及 α -和 β -苯乙基。示例性氟代烷基包括 3, 3, 3-三氟正丙基、2, 2, 2, 2', 2', 2'-六氟异丙基、8-七氟异丙基。以式 R_xSiY_{4-x} 表示的多种反应性有机硅烷化合物可(如从 Huls America, Inc. (Cincinnati, OH) 和 Sigma-Aldrich) 商购获得;以式 R_xSiY_{4-x} 表示的其他有机硅烷化合物可根据已知的方法制备。在一些实施例中,反应性有机硅烷化合物选自二氯二甲基硅烷、二氯二乙基硅烷、三氯甲基硅烷、氯代三甲基硅烷以及它们的组合。

[0090] 尽管无意于受理论的束缚,但据信以化学式 R_xSiY_{4-x} 表示的反应性有机硅烷化合物将首先与预吸收的表面水发生水解反应,以形成硅烷醇。硅烷醇可与表面 -SiOH 基团和/或反应性有机硅烷化合物的其他分子发生缩合反应,以生成短聚硅氧烷单元。具有末端 -SiOH 基团的聚硅氧烷也可通过缩合反应与表面硅烷醇基团发生反应。所得的硅氧烷和聚硅氧烷上的由式 R_xSiY_{4-x} 表示的有机硅烷化合物的 R 基使得经处理的多孔粒子的表面为疏水的。

[0091] 吸收制品

[0092] 根据本发明的经处理的多孔粒子可用作(例如)掺入到吸收制品中的干燥剂。吸收制品通常具有吸收组分和根据吸收制品的穿戴或使用方式而特有的其他结构组分。示例性吸收制品卫生巾 500 在图 5 中示出,但也可设想其他吸收制品(如腋下衬垫、胸垫、汗垫、鞋垫、伤口敷料、尿布、床垫或衬垫、或失禁用内衣)。在一些实施例中,吸收制品是一次性的。

[0093] 根据本发明的吸收组分包括吸收材料和多个本文所述的经处理的多孔粒子。吸收材料通常是可吸收和保持液体(如含水液体)的天然、合成或改性的天然有机聚合物。在一些实施例中,聚合物是交联的。术语“交联”是指有效地使通常可溶于水的材料变为基本上不溶于水但具有溶胀性的材料的任何方式。此类方式的例子包括物理缠结、晶畴、共价键合、离子络合和缔合、亲水缔合例如氢键、以及疏水缔合或范得瓦力。此类吸收材料通常旨在迅速吸收液体并将其保持,并且通常不会释放。在此所用的术语“吸收材料”并不意味着将干燥剂粒子包括在内。在一些实施例中,吸收材料通常能够保持的液体为至少约 0.05

克/平方厘米,该值可通过以下方法测得:将吸收材料浸入蒸馏水中,将样品从水中移除,然后使样品滴水 30 秒。在一些实施例中,吸收材料在水中可吸收的液体为至少约其重量的 100% (如至少 150%、200%、250%、300%、350%或 400%),如通过以下实例部分中提供的测试方法所确定。

[0094] 吸收组分可以具有多个形状(如矩形、I 形或 T 形)中的任何者。吸收组分的尺寸和吸收容量应当与预期穿着者的尺码和由吸收制品的预期用途所赋予的液体载荷量一致。可将吸收材料分区并且选择其组成,以将液体从涌入的初始位置移动到更远的储存位置。此类设计可以更有效地利用吸收制品中的空间。在一些实施例中,吸收材料与所述多个经处理的多孔粒子直接接触。例如,经处理的多孔粒子可与要载入吸收制品中的 SAP 或木浆混合。在其他实施例中,经处理的多孔粒子可固定在要置于吸收制品中的网上。

[0095] 在根据本发明的吸收组分和/或根据本发明的包括吸收材料的多个粒子的一些实施例中,吸收材料是纤维素材料、SAP 或它们的混合物。在根据本发明的吸收组分的一些实施例中,吸收材料是丙烯酸系泡沫吸收剂(如美国专利 No. 5,817,704(Shiveley 等人)及其引用的参考文献中描述的泡沫,所述泡沫通过例如高内相比乳液的聚合反应进行制备)。在一些实施例中,吸收组分包括亲水纤维(如木浆绒毛、合成熔喷纤维或它们的组合)基质和 SAP 粒子。SAP 粒子可以与亲水纤维基本上均匀地混合、或可以与亲水纤维不均匀地混合。同样,吸收材料和根据本发明的经处理的多孔粒子可以是基本上均匀混合的或不均匀混合的。亲水纤维和超吸收粒子可以有选择地置于吸收组分的所需区域中,以更好地容纳和吸收身体分泌物。SAP 粒子的浓度也可以在吸收组分的整个厚度中变化。在一些实施例中,吸收组分包括纤维网和 SAP 的层合物或将超吸收材料保持在局部区域中的其他合适装置。

[0096] 在根据本发明的吸收组分和/或根据本发明的包括吸收材料的多个粒子的一些实施例中,经处理的多孔粒子和吸收材料的重量比为在 0.5:1 至 1:1.5 的范围内。在一些实施例中,经处理的多孔粒子和吸收材料的量大致相等(如在 0.9:1 至 1:1.1 的范围内)。然而,对于一些应用而言,吸收组分的组分比可以在此范围外。

[0097] 在一些实施例(如本文所公开的吸收组分或多个粒子的实施例)中,吸收材料为木浆。在这些实施例中的一些中,所述吸收组分或多个粒子基本上不含 SAP。在这些实施例中,通常,由于所观察对照物(无干燥剂)的相对湿度较高,所以根据本发明的经处理的多孔粒子提供的湿度降低的有益效果更为显著。由于木浆吸收的液体比 SAP 少并且吸收液体的速度不如 SAP 快,所以湿度的基线水平提高。

[0098] 在本文所公开的多个粒子的一些实施例中,吸收粒子或纤维包含 SAP。包括本文所公开的经处理的多孔粒子和 SAP 的多个粒子可用于(例如)包含其他吸收材料(如木浆)的吸收制品或吸收组分。SAP 与经处理的多孔粒子的比率可以为在(例如)99:1 至 1:99、95:5 至 5:95、90:10 至 10:90、85:15 至 15:85、80:20 至 20:80、75:25 至 25:75 或 70:30 至 30:70 的范围内。

[0099] SAP 材料的例子包括聚(丙烯酸)和聚(甲基丙烯酸)、聚(丙烯酰胺)、聚(乙烯基醚)、马来酸酐与乙烯基醚和 α -烯烃的共聚物、聚(乙烯基吡咯烷酮)、聚(乙烯基吗啉酮)、聚(乙烯醇)以及它们的混合物和共聚物的碱金属盐和铵盐。适用于吸收组分的另外的聚合物包括天然聚合物和改性的天然聚合物,例如水解的丙烯腈接枝淀粉、丙烯酸接枝

淀粉、甲基纤维素、羧甲基纤维素、羟丙基纤维素以及天然树胶（如海藻酸盐、黄多醣胶和刺槐豆胶）。也可使用天然吸收聚合物以及完全或部分合成的吸收聚合物的混合物。SAP 材料是本领域的技术人员所熟知的，并且可广泛地商购获得（如以商品名“DRYTECH2035”得自 Dow Chemical (Midland, Mich.) 或以商品名“FAVOR SXM880”得自 Stockhausen Corporation (Greensboro, N. C.))。

[0100] 吸收材料（如 SAP）可以为多种几何形状中的任何者。在一些实施例中，吸收材料为离散粒子的形式。然而，吸收材料也可以是纤维、薄片、棒、球体或针状物中的至少一者的形式。作为一般的规则，根据吸收主体的总重量，高吸收性材料在吸收主体 36 中存在的量为约 5 重量%至约 90 重量%。

[0101] 在一些实施例中，根据本发明的吸收制品包括液体可透过的顶片、液体不可透过的底片以及位于顶片和底片之间的上述任何实施例中所公开的吸收组分或多个经处理的多孔粒子。此类吸收制品通常包括卫生巾、尿布和其他失禁用制品。根据本发明的吸收制品的示例性实施例的分解示意图在图 5 中示出。

[0102] 参见图 5，沿吸收制品 500 的厚度方向，顶片 520 是靠在使用者皮肤上的层，因此是接触液体或使用者的其他渗出物的第一层。顶片 520 还起到将使用者的皮肤与吸收组分 560 中保持的液体隔离开的作用，并且通常是适形、柔软以及非刺激性的。

[0103] 可使用各种材料形成根据本发明的吸收制品中的顶片，所述材料包括开孔塑料薄膜、织造织物、非织造纤维网、多孔泡沫和蜂窝状泡沫。在一些实施例中，顶片是非织造材料。示例性非织造材料包括成纤聚合物长丝（如聚烯烃、聚酯或聚酰胺长丝）的纺粘或熔喷纤维网，以及天然聚合物（如人造丝或棉纤维）和 / 或合成聚合物（如聚丙烯或聚酯纤维）的粘接粗梳纤维网。非织造网可以用表面活性剂（如，用量为约 0.05 重量%和 0.5 重量%之间）进行表面处理或以其它方式处理，以赋予所需水平的润湿性和亲水性。如果使用了表面活性剂，则其可以是迁移到表面的内部添加剂或可通过任何常规方法（如喷雾、印刷、浸渍或刷涂）施加到网。

[0104] 底片 540 有时称为外侧覆盖件，并且是距离使用者最远的层。底片 540 通常由热塑性薄膜（如聚乙烯薄膜）形成，液体基本上不可透过该薄膜。底片 540 用来防止容纳在吸收组分 560 中的身体分泌物润湿或污染穿着者的衣服、被褥或接触尿布的其他材料。在一些实施例中，底片是初始厚度为约 0.5 密耳 (0.012 毫米) 至约 5.0 密耳 (0.12 毫米) 的聚乙烯薄膜。聚合物膜可以是压印的和 / 或经哑光处理的，从而得到更美观的外观。在一些实施例中，底片 540 包括织造或非织造纤维网，该网已经被构造或处理，以赋予所需水平的液体不可渗透性。在其他实施例中，底片 540 包括由织造或非织造织物和热塑性膜形成的层合物。在一些实施例中，底片 540 包含蒸气或气体可透过的微孔“可透气”材料，液体基本上不可透过该材料。例如，当底片 540 包括非织造织物时，底片也可起到用于机械紧固件的配合构件的作用。

[0105] 在一些实施例中，根据本发明的吸收制品还包括采集层 580，如图 5 所示。提供采集层，以迅速接受涌入物，并且吸收、保持、引导或以其它方式管理液体，使得液体不会渗漏到制品外部。采集层也可称为（例如）涌入层、吸入层、转移层或传送层。对于（例如）婴儿，采集层通常能够处理的涌入物为约 60 和 100 毫升 (mL) 之间、涌入体积流速为约 5 至 20 毫升 / 秒。

[0106] 采集层 580 通常置于顶片 520 和另一层（如吸收组分 560）之间。采集层 580 通常在顶片 520 的与使用者皮肤相对的表面下方。为了提高液体转移，将采集层 580 的上表面和 / 或下表面分别附连到顶片和吸收组分 560 可能是有利的。合适的常规附连技术包括粘结剂粘结（如使用水性、溶剂型或热活化粘结剂）、热粘结、超声粘结、针刺或穿刺成孔中的至少一者。如果（例如）采集层 580 以粘结方法粘合至顶片 520，则粘合剂附加量应当足够，从而得到所需的粘结水平，同时不会过度限制液体从顶片 520 流进采集层 580 中的流速。各种织造与非织造纤维网和泡沫可用于构造采集层 580。例如，采集层 580 可以由聚烯烃长丝的熔喷或纺粘网构成的非织造织物层。此类非织造织物层可以包含短纤维或其他长度纤维的组合纤维、双成分纤维和均聚物纤维，以及此类纤维与其他类型纤维的混合物。采集层 580 也可以是由天然和 / 或合成纤维构成的粘接粗梳纤维网或气流纤网。粘接粗梳纤维网可以是（例如）粉末粘接粗梳纤维网、红外粘接粗梳纤维网或通风粘接粗梳纤维网。涌入层材料的另外的例子可见于美国专利 No. 5, 490, 846 (Ellis 等人) 和美国专利 No. 5, 364, 382 (Latimer)。采集层 580 可以由基本上疏水的材料构成，并且该疏水材料可以任选地用表面活性剂处理或以其它方式处理，以赋予所需水平的润湿性和亲水性。在一些实施例中，采集层 580 可具有通常为均匀的厚度和横截面积。

[0107] 在根据本发明的吸收制品的一些实施例、包括图 5 中图示的实施例中，使用基本上亲水的面巾纸片 590 来帮助保持吸收组分 560 的气流成网纤维结构的完整性。可以使用一个或多个面巾纸片 590，或一个面巾纸片 590 可以环绕吸收组分的两侧。面巾纸片 590 通常设置在吸收组分 560 周围的该吸收组分 560 的至少两个主要面向表面上方，并且由吸收性纤维素材料（如纺纱填絮或高湿强度面巾）构成。在一些实施例中，面巾纸片 590 可被构造为提供芯吸层，所述芯吸层有助于使液体迅速分布于吸收组分 560 中的吸收材料上方。在这些实施例中，面巾纸片 590 可被视为分布层，其可将流体从初始沉积点移动至需要存储的位置（如吸收组分 560）。

[0108] 其他类型和 / 或额外的分布层可以存在于吸收制品中。这些分布层可以由（例如）织造织物和非织造网制成（如，使用上述用于顶片 520 和采集层 580 的材料）。

[0109] 在根据本发明的吸收制品的一些实施例中，所述多个经处理的多孔粒子 505 位于顶片和吸收材料之间（如，位于吸收组分中）。在这些实施例中的一些、包括图 5 的图示实施例中，所述多个经处理的多孔粒子 505 直接接触吸收材料（如，位于吸收组分 560 中）。在这些实施例中的其他中，所述多个经处理的粒子 505 可以设置在（例如）采集层 580 之上、或采集层 580 和面巾纸层 590 之间。在一些实施例中，所述多个经处理的粒子 505 可以设置在（例如）吸收组分 560 下方，在该处它们对降低使用者皮肤附近的相对湿度仍然有效。在一些实施例中，吸收制品具有细长形状、纵向中线、横向中线以及在纵向中线和横向中线相交处的中心区，其中所述多个粒子未置于中心区中，但置于纵向中线或横向中线中的至少一者的任一侧上。在一些实施例中，吸收制品具有细长形状、纵向中线、横向中线以及在纵向中线和横向中线相交处的中心区，其中所述多个粒子分散在中心区内。“分散”可意味着（例如）粒子之间存在空隙。

[0110] 在根据本发明的吸收制品、吸收组分和 / 或包括吸收材料的多个粒子的一些实施例中，当所述多个粒子的至少一部分暴露于含水液体时，与多个不包含疏水基团的对比粒子相比，所述多个粒子可在更大程度上（如，以至少大 5%、10%、15%、20%、25%、30%、

40%或50%的程度)降低相对湿度。多个不包含疏水基团的对比粒子是指与所述多个经处理的粒子相同的、但未经疏水处理的多个粒子。例如,在此类多个对比粒子被处理前,其尺寸和孔径分布与所述多个经处理的粒子相同,并且化学组成与经处理的多孔粒子相同。邻近使用者皮肤的吸收制品中的相对湿度可根据(例如)以下实例部分描述的和图2A和图2B中示出的用于测量相对湿度的测试方法进行测量。

[0111] 虽然未经处理的干燥剂粒子可用于降低邻近使用者皮肤的吸收制品中的相对湿度,但未经处理的干燥剂粒子通常将吸收涌入吸收制品的液体。干燥剂的外表面和内部孔表面因此不能用于吸收在吸收制品附近的水蒸气。相比之下,本文所公开的经处理的多孔粒子的外表面通常排斥含水液体。它们吸收的液体不像未经处理的粒子那样多,因此具有更多的内表面区域用于吸收水蒸气。

[0112] 在根据本发明的吸收制品的一些实施例中,所述多个经处理的粒子使引入吸收制品顶片的含水液体流转向。这样,所述多个经处理的粒子用作分布材料(如上所述),其将流体从初始沉积点移动至需要存储的位置。经处理的粒子使液流转向的程度可以取决于(例如)外表面上的疏水程度,该疏水程度通常与接触角相关。因此,可选择对经处理的多孔粒子进行疏水处理,以使给定吸收制品的液流转向所需的量。在一些实施例中,所述多个经处理的多孔粒子对水的接触角为在90至100度、95至110度或100至115度的范围内。

[0113] 根据本发明的经处理的多孔粒子和未经处理的多孔粒子的混合物可用于使给定吸收制品的液流转向所需的量。此类混合物既可利用(例如)由经处理的多孔粒子提供的流动转向和增强的湿度降低两者、又可利用由未经处理的多孔粒子提供的对液体的吸收。在一些实施例中,经处理的多孔粒子和未经处理的多孔粒子的重量比为在0.5:1至1:1.5的范围内。在一些实施例中,经处理的多孔粒子和未经处理的多孔粒子的量大致相等(如在0.9:1至1:1.1的范围内)。然而,对于一些应用而言,可使用在此范围之外的比率。在一些实施例中,经处理的多孔粒子和未经处理的多孔粒子均为硅胶粒子。

[0114] 在一些实施例中,当经处理的多孔粒子分散在吸收组分的区域中、或与吸收材料混合时,所述经处理的多孔粒子可用于将液流引导到吸收材料中。通常期望的是,经处理的多孔粒子之间存在足够的空间,以允许液体围绕经处理的粒子流动并流入吸收材料中。间距取决于(例如)粒子的粒度。

[0115] 干燥剂粒子在储存期间可吸收水分。根据本发明的经处理的多孔粒子可以保存在水分不可透过的小袋内,以用于储存和运输。已经发现,经处理的多孔粒子在用于吸收制品的标准包装中(如包装于阻隔膜中或具有有机硅衬片和三折构造)水分吸收率稳定。

[0116] 本发明的实施例

[0117] 在第一实施例中,本发明提供包括外表面和内部孔表面的经处理的多孔粒子,其中经处理的多孔粒子的外表面的至少大部分包含疏水基团,并且其中内部孔表面是基本上未经处理的。

[0118] 在第二实施例中,本发明提供根据第一实施例所述的经处理的多孔粒子,其中疏水基团包括烷基或芳基中的至少一者,其中烷基和芳基各自任选地被氟取代。

[0119] 在第三实施例中,本发明提供包括外表面和内部孔表面的经处理的多孔粒子,其中经处理的多孔粒子的外表面的至少一部分包含疏水基团,所述疏水基团包括烷基或芳基中的至少一者,其中所述烷基和芳基被氟取代,并且其中内部孔表面为至少部分亲水的。

[0120] 在第四实施例中,本发明提供根据第一、第二或第三任一实施例所述的经处理的多孔粒子,其中经处理的多孔粒子是经处理的硅胶粒子、经处理的蒙脱石粘土粒子、经处理的沸石粒子、经处理的分子筛或经处理的活性炭粒子。在这些实施例中的一些中,经处理的多孔粒子是经处理的硅胶粒子或经处理的活性炭粒子。

[0121] 在第五实施例中,本发明提供根据第一至第四任一实施例所述的经处理的多孔粒子,其中疏水基团包括具有烷基、芳基或它们的组合的硅氧烷。

[0122] 在第六实施例中,本发明提供根据第一至第五任一实施例所述的经处理的多孔粒子,其中经处理的多孔粒子是具有外表面的硅胶粒子,如通过 X 射线光电子能谱所确定,该硅胶粒子外表面最多至 50 埃深度处具有最多 5 原子%的硅原子。

[0123] 在第七实施例中,本发明提供包括根据第一至第六任一实施例所述的经处理的多孔粒子的多个粒子。

[0124] 在第八实施例中,本发明提供根据第七实施例的所述多个粒子,其中当所述多个粒子被喷洒在水面上以形成单层时,至少 75% 的所述多个粒子浮在水面上,并且其中所述多个粒子在 30°C 和 50% 的相对湿度下保持 24 小时之后吸收其重量至少 20% 的水蒸气。

[0125] 在第九实施例中,本发明提供根据第七或第八实施例的所述多个粒子,其中在 30°C 和 80% 的相对湿度下,所述多个粒子的水蒸气吸收率为不包含所述疏水基团的多个对比粒子的水蒸气吸收率的至少 60%。

[0126] 在第十实施例中,本发明提供根据第七至第九任一实施例所述的多个粒子,其中当所述多个粒子的至少一部分暴露于含水液体时,与不包含疏水基团的多个对比粒子相比,所述多个粒子会更大程度地降低相对湿度。

[0127] 在第十一实施例中,本发明提供根据第七至第十任一实施例所述的多个粒子,其中所述多个粒子基本上不含其中外表面和内部孔表面均用疏水基团处理的粒子。

[0128] 在第十二实施例中,本发明提供根据第七至第十一任一实施例所述的多个粒子,所述多个粒子还包括未经处理的干燥剂粒子。

[0129] 在第十三实施例中,本发明提供根据第七至第十二任一实施例所述的多个粒子,所述多个粒子还包含变色指示剂。

[0130] 在第十四实施例中,本发明提供根据第七至第十三任一实施例所述的多个粒子,所述多个粒子还包括吸收粒子或纤维,所述吸收粒子或纤维包含超吸收聚合物、亲水性非织造布或木浆中的至少一者。

[0131] 在第十五实施例中,本发明提供制备根据第一至第六任一实施例所述的经处理的多孔粒子或根据第七至第十一任一实施例所述的多个粒子的方法,该方法包括在使多孔粒子的内部孔表面保持基本上未经处理的同时,用疏水剂处理多孔粒子的外表面。

[0132] 在第十六实施例中,本发明提供根据第十五实施例的方法,其中只有多孔粒子的外表面才用疏水剂处理。

[0133] 在第十七实施例中,本发明提供根据第十五或第十六实施例的方法,其中处理多孔粒子的外表面的步骤包括:通过等离子体沉积在多孔粒子的至少一部分外表面上形成包含硅、氢和碳的层。

[0134] 在第十八实施例中,本发明提供根据第十七实施例的方法,其中形成包含硅、氢和碳的层的步骤包括:电离包含有机硅化合物的气体,所述有机硅化合物选自烷基硅烷、烷氧

基硅烷、亚烷基聚硅烷、烷基聚硅烷、烯基硅烷、芳基硅烷以及它们的组合。

[0135] 在第十九实施例中,本发明提供根据第十七或第十八实施例的方法,所述方法还包括用含氟化合物处理包含硅、氢和碳的层的至少一部分。

[0136] 在第二十实施例中,本发明提供根据第十九实施例的方法,其中含氟化合物选自全氟丙烷、四氟化碳、三氟甲烷、二氟甲烷、五氟乙烷、全氟丙烯和全氟丁烯以及它们的组合。

[0137] 在第二十一实施例中,本发明提供根据第十九或第二十实施例的方法,其中用含氟化合物处理包含硅、氢和碳的层的至少一部分的步骤包括:通过等离子体沉积在包含硅、烃类和碳的层的至少一部分上形成包含氟和碳的层。

[0138] 在第二十二实施例中,本发明提供根据第十五或第十六实施例的方法,其中处理多孔粒子的外表面的步骤包括:

[0139] 将多孔粒子暴露于水蒸气;随后

[0140] 将多孔粒子暴露于包含反应性有机硅烷化合物的第二蒸气。

[0141] 在第二十三实施例中,本发明提供根据第二十二实施例的方法,其中反应性有机硅烷化合物选自二氯二甲基硅烷、三氯甲基硅烷、氯代三甲基硅烷以及它们的组合。

[0142] 在第二十四实施例中,本发明提供根据第二十二或第二十三实施例的方法,其中包含反应性有机硅烷化合物的蒸气的温度为最高 30°C。

[0143] 在第二十五实施例中,本发明提供根据第二十二至第二十四任一实施例的方法,其中包含反应性有机硅烷化合物的蒸气的压力为至少 400Pa。

[0144] 在第二十六实施例中,本发明提供包含吸收材料与根据第七至第十三任一实施例所述的多个粒子的结合的吸收组分。

[0145] 在第二十七实施例中,本发明提供根据第二十六实施例的吸收组分,其中吸收材料为木浆、超吸收聚合物或丙烯酸系泡沫中的至少一者。

[0146] 在第二十八实施例中,本发明提供吸收制品,该吸收制品包括液体可透过的顶片、液体不可透过的底片以及位于顶片和底片之间的根据第二十六或第二十七实施例的吸收组分。

[0147] 在第二十九实施例中,本发明提供吸收制品,该吸收制品包括液体可透过的顶片、液体不可透过的底片以及位于顶片和底片之间的根据第十四实施例的所述多个粒子。

[0148] 在第三十实施例中,本发明提供根据第二十八或第二十九实施例的吸收制品,其中所述多个粒子位于顶片和吸收材料之间。

[0149] 在第三十一实施例中,本发明提供根据第二十八至第三十任一实施例所述的吸收制品,其中吸收制品具有细长形状、纵向中线、横向中线以及在纵向中线和横向中线相交处的中心区,并且其中所述多个粒子未置于中心区中,但置于纵向中线或横向中线中的至少一者的任一侧上。

[0150] 在第三十二实施例中,本发明提供根据第二十八至第三十任一实施例所述的吸收制品,其中吸收制品具有细长形状、纵向中线、横向中线以及在纵向中线和横向中线相交处的中心区,并且其中所述多个粒子分散在中心区内。

[0151] 在第三十三实施例中,本发明提供根据第二十八至第三十二任一实施例所述的吸收制品,其中所述多个粒子使引入吸收制品顶片的含水液体流转向。

[0152] 在第三十四实施例中,本发明提供以下粒子作为干燥剂的用途:根据第一至第六任一实施例所述的经处理的多孔粒子;或根据第七至第十四任一实施例所述的多个粒子。

[0153] 在第三十五实施例中,本发明提供根据第三十四实施例所述的经处理的多孔粒子的用途,其中干燥剂暴露于含水液体。

[0154] 在第三十六实施例中,本发明提供以下粒子作为气味控制剂的用途:根据第一至第六任一实施例所述的经处理的多孔粒子;或根据第七至第十四任一实施例所述的多个粒子。

[0155] 在第三十七实施例中,本发明提供根据第三十五实施例所述的经处理的多孔粒子的用途,其中气味控制剂暴露于含水液体。

[0156] 以下非限制性实例进一步说明了本发明的实施例,但是这些实例中所提到的具体材料及其含量以及其他条件和细节均不应被解释为对本发明的不当限制。

[0157] 实例

[0158] 测试方法

[0159] 漂浮测试

[0160] 将去离子水(约 10mL)添加到 20mL 的玻璃小瓶中,然后使用匙形刮刀将粒子小心地喷洒在水面上,其喷洒量为足以形成单层的经处理的粒子。对于粒子实例 1 至 18、说明例 1 至 8 和比较例 1,经处理的粒子的量为约 1 克。目视检查经处理的粒子,并且估计漂浮的经处理的粒子的百分比。当至少约 75%的经处理的粒子漂浮在水面上时,则认为经处理的粒子通过了漂浮测试。

[0161] 当直径粒度为 0.5mm 至 1.0mm 的未经处理的硅胶(可购自 AGM Container Controls, Inc. (Tucson, AZ) 的 A 型硅胶,产品编号:920014)接受该测试时,粒子沉到小瓶底部并通常伴随有“噼啪”声。

[0162] 经处理的粒子的表面分析

[0163] 使用以下步骤对粒子进行电子能谱化学分析(ESCA)。使用以商品名“AXIS ULTRA”购自 Kratos Analytical (Chestnut Ridge, New York) 的 X 射线光电子能谱仪对样品的表面进行三次重复分析,该仪器使用单色 Al X 射线源激发光电子。在相对于样品表面的 90° 飞离角处检测发射的光电子。通过对主峰面积进行积分并应用恰当的灵敏度因数,从获得的光谱来确定表面组成。ESCA 是为定量分析,并且代表 5Å 和 50Å 之间的采样深度,该深度取决于研究的材料以及该材料中发射的原子芯级电子的电子动能。

[0164] 水蒸气吸收率

[0165] 测量经处理的粒子、未经处理的粒子、木浆(纸浆)和超吸收聚合物(SAP)的水蒸气吸收。称量两克样品置于小瓶中,然后将小瓶置于玻璃广口瓶中,使样品暴露在 30℃ 和 50% 的相对湿度下。将小瓶移出广口瓶,加盖,并称量。在下表指示时间点测量重量的改变,并且记录。

[0166] 液态水吸收率

[0167] 将多孔玻璃料过滤器装配到带侧臂的锥形烧瓶上。侧臂连接到室内真空系统。将玻璃料用水润湿,并且施加真空使其干燥。将粒子(2 克)置于玻璃料上,然后沿着玻璃壁注入 10mL 去离子水。让水保持接触粒子 3 分钟。在 3 分钟后通过侧臂吸真空,称量排入烧瓶中的水。然后计算水吸收率值。对每一种类型的粒子都重复此步骤三次。

[0168] 粒子实例 1 至 4

[0169] 将商业化的平行板电容耦合式活性离子蚀刻器 (2480 型, 从 PlasmaTherm(St. Petersburg, Florida) 商购获得) 用于对粒子进行等离子体处理。在样品位于接近电极的离子壳层中的情况下进行等离子体处理。该反应器包括接地室电极和驱动电极。该腔室为圆柱形, 内径为 762mm(30 英寸)、高为 150mm(6 英寸)。在腔室内部设有一个直径为 686mm(27 英寸) 的圆形电极, 并连接有匹配网络和 13.56MHz 频率下操作的 3kW 射频电源。用由机械泵带动的罗茨鼓风机对腔室内部抽真空。除非特别指出, 否则腔室内的基础压力为 0.67Pa(5 毫托)。通过质量流量控制器或针形阀对进入腔室的工艺气体进行计量。通过将样品置于等离子体反应器驱动电极上的玻璃培养皿中而完成所有等离子体处理。

[0170] 硅胶的等离子体处理分两个单独的步骤完成。在第一步骤中, 在四甲基硅烷 (TMS) 等离子体中处理粒子, 以将具有连接甲基的有机硅层沉积在粒子的外表面上。在第二步骤中, 使用全氟丙烷等离子体在表面上生成 CF_3 、 CF_2 和 CF 基团。

[0171] 将硅胶粒子 (A 型硅胶, 据报道其平均孔径为在约 2 至 3nm 的范围内, 可购自 AGM Container Controls, Inc., 产品编号: 920014) 置于深度为约 0.125 至 0.25 英寸的玻璃培养皿中, 然后将玻璃培养皿置于 PlasmaTherm 反应系统的驱动电极上。所述腔室被抽空到 10 毫托 (1.3Pa) 的压力, 将四甲基硅烷以 150 标准立方厘米 / 分钟 (sccm) 的流速引入, 在 1000 瓦的功率下产生等离子体。操作在室温下进行, 并且操作压力为 50 毫托 (6.7Pa)。在第一步骤期间等离子体打开的持续时间为 10 分钟, 此后关闭气体, 排空腔室, 并且手动混合培养皿中的粒子。再次对腔室抽气, 使压力降回小于 10 毫托 (1.3Pa)。随后将四甲基硅烷蒸气以 150sccm 的流速重新引入, 点燃等离子体并且在 1000 瓦的功率下再维持 10 分钟时间。此后, 再次排空腔室, 手动混合干燥剂粒子, 将腔室抽气降压, 重新引入四甲基硅烷蒸气, 并且将等离子体维持最后 10 分钟时间。用四甲基硅烷蒸气进行等离子体处理的总时间为 30 分钟。在用四甲基硅烷蒸气进行的第三次等离子体处理结束后, 将全氟丙烷 (C_3F_8) 气体以 150sccm 的流速引入腔室中, 重新点燃等离子体, 并且在 1000 瓦下维持 10 分钟。操作压力为 50 毫托 (6.7Pa)。此后, 关闭气体, 并且将腔室排空到大气环境。再重复 C_3F_8 等离子体处理两次, 并且在这两次 10 分钟的 C_3F_8 等离子体处理步骤之间手动搅拌培养皿中的粒子。因此, C_3F_8 等离子体处理的总时间也为 30 分钟。

[0172] 实例 2 至 4 各自根据实例 1 的方法制备, 不同的是使用下表 1 中指示的等离子体处理总时间。对于实例 2 至 4 中的每一个, 相同的是都再次点燃等离子体三次, 但改变维持等离子体的时间, 以得到表中示出的处理总时间。实例 1 至 4 中的每一个都保存在玻璃广口瓶中, 以避免在测试前吸收水分。实例 1 至 4 中的每一个都通过了上述测试方法部分中所描述的漂浮测试, 漂浮粒子的百分比在下表 1 中提供。

[0173] 表 1

[0174]

实例	TMS 时间（分钟）	C ₃ F ₈ 时间（分钟）	漂浮粒子百分比
1	30	30	98-99%
2	15	15	98-99%
3	15	6	98-99%
4	45	无	98-99%

[0175] 使用根据上述测试方法的 ESCA 评价实例 1 至 4。结果在下表 2 中示出。

[0176] 表 2

[0177]

	原子百分比(%)				
	未经处理	实例 1	实例 2	实例 3	实例 4
C	7.8	45.7	47.0	63.7	64.3
O	61.7	3.6	10.4	15.0	10.0
Si	30.7				
F		49.3	37.0	13.0	
Ba	0.1				

[0178]

N		0.5	0.6	0.5	
---	--	-----	-----	-----	--

[0179] 使用上述测试方法评价实例 1 至 3、未经处理的硅胶、SAP（可以商品名“AQUA KEEP SA60S”购自 Sumitomo Seika(Osaka, Japan)）以及从可以商品名“BODYFIT”购自 Unicharm Corp. 的卫生巾中取出的木浆的水蒸气吸收率。结果在下表 3 中示出。

[0180] 表 3

[0181]

时间（小时）	重量增加（克）					
	未经处理	实例 1	实例 2	实例 3	SAP	木浆
0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
1.13	0.23	0.11	0.16	0.15	0.05	0.05
2.22	0.31	0.23	0.27	0.27	0.07	0.06
3.30	0.41	0.31	0.36	0.34	0.10	0.07
4.50	0.47	0.40	0.43	0.42	0.12	0.08
5.67	0.51	0.46	0.44	0.44	0.14	0.08
6.80	0.54	0.48	0.45	0.47	0.16	0.08
20.60	0.59	0.51	0.44	0.50	0.21	0.19
24.00	0.59	0.50	0.44	0.50	0.22	0.19

[0182] a 测量 SAP 和木浆的时间为 0、1.03、2.07、3.13、4.17、5.33、6.42、22.6 和 23.63 小时。

[0183] 粒子实例 5 和 6

[0184] 对于实例 5 和 6, 硅胶粒子 (可购自 AGM Container Controls, Inc., 产品编号: 920014) 使用以下等离子体处理方法处理, 所述方法允许在等离子体处理期间进行混合。腔室由不锈钢构造, 并且包括水平混合桨叶, 该桨叶以 6 转 / 分的速度连续旋转。腔室连接到由干燥机械泵 (Edwards, 型号 DP40) 通过旋风分离器和粒子过滤器带动的罗茨鼓风机 (Leybold, 型号 WSU150)。将 8.5 英寸 (21.6cm) × 15 英寸 (38.1cm) 的矩形电极定位在硅胶粒子床之上, 并且连接到 40kHz 发生器 (Advanced Energy, 型号 PE5000) 以生成等离子体。将大约 1 立方英尺 (5kg) 的粒子装入腔室中, 然后将腔室抽气降压至低于 200 毫托 (26.7Pa) 的基础压力。等离子体处理分两步进行, 其中四甲基硅烷和全氟丙烷等离子体的操作顺序如实例 1, 不同的是粒子的混合在等离子体处理步骤期间连续进行。首先, 将四甲基硅烷蒸气以 300sccm 的流速引入腔室中, 点燃等离子体并在 500 瓦的功率下维持 4 小时。此后, 停止四甲基硅烷蒸气流, 然后通入 300sccm 的全氟丙烷流。再次点燃等离子体, 并且在 500 瓦的功率下用全氟丙烷气体再维持两小时。对于四甲基硅烷和全氟丙烷两者, 等离子体处理期间的压力为大约 500 至 1000 毫托 (66.7 至 133Pa)。实例 5 和 6 中的每一个都通过了上述测试方法部分中所描述的漂浮测试, 漂浮粒子的目视估计量为 90%。

[0185] 使用上述测试方法评价实例 1 至 3 和 5、未经处理的硅胶、SAP (可以商品名“AQUA KEEP SA60S”购自 Sumitomo Seika) 以及从可以商品名“BODYFIT”购自 Unicharm Corp. 的卫生巾中取出的木浆的水吸收率。结果示于下表 4 中。

[0186] 表 4

[0187] 水吸收率 (克)

[0188]

SAP	木浆	未经处理	实例 1	实例 2	实例 3	实例 5
9.97	9.80	1.10	0.37	0.60	0.70	0.62

[0189] 粒子实例 7

[0190] 如实例 5 和 6 中所述制备实例 7, 不同的是将四甲基硅烷蒸气以 360sccm 的流速引入腔室中, 点燃等离子体并在 500 瓦的功率下维持 60 分钟。未引入全氟丙烷气体。实例 7 通过了上述测试方法部分中所描述的漂浮测试, 有 90% 的粒子漂浮。

[0191] 说明例 1 和粒子实例 8 至 10

[0192] 用图 3A 和图 3B 中所示的装置 300 处理硅胶粒子 (可购自 AGM Container Controls, Inc., 产品编号: 920014)。粒子搅拌器 320 为 200cc 的中空圆柱体 (6cm 长 × 5.5cm 水平直径), 在顶部处具有矩形开口 328 (4.5cm × 3.5cm)。搅拌器 320 配有与其轴线对准的轴 326。轴具有矩形横截面 (1cm × 1cm), 四个矩形的桨片 322 用螺栓连接到该轴上, 这就形成用于使粒子翻滚的桨轮。桨片各自包含两个洞 324, 以促进粒子体积之间的流通, 该粒子体积包含在由桨片和搅拌器圆柱体形成的四个象限中的每一个中。选择桨片的尺寸, 以使其与搅拌器壁之间的侧部间距和端部间距为 4mm。粒子搅拌器在圆柱体底部处具有气体入口端口 330。将粒子搅拌器 320 置于连接到机械泵 350 (可以商品名“WELCH1374 机械真空泵” (WELCH1374 Mechanical Vacuum Pump) 购自 Welch Vacuum Technology (Niles, IL)) 的真空室 340 中。

[0193] 用两个液体保持器组件 360 将蒸气从液体源递送至真空室,一个组件用于二氯二甲基硅烷 (DDMS),另一个组件用于去离子 (DI) 水。每一个液体保持器组件都由在一端处密封的真空兼容玻璃管 362、364 (可购自 MDC Vacuum Products (Hayward, CA)) 和用于控制蒸气源开/关的连接阀 366 (可购自 Swagelok 公司 (Solon, OH)) 构成。

[0194] 将硅胶粒子置于温度设为 155 °F (68°C) 的烘箱中干燥过夜 (即,12 小时以上)。将 100 克经烘箱干燥的硅胶粒子置于粒子搅拌器中,用泵 350 对腔室抽气降压至 500 毫托 (66.7Pa) 或更小。用安装在腔室上的对流测偏仪压力计测量压力。通过关闭腔室阀使腔室与真空泵断开。打开连接到 DI 水源的阀门,以让水蒸气进入腔室的内部。在室压达到 4 至 5 托 (533-667Pa) 后,关闭阀门。粒子搅拌器轴以约 2rpm 的速度旋转。将硅胶粒子暴露于水蒸气 20 分钟。在暴露于水蒸气 20 分钟后,将腔室抽气降压至 1 托 (133Pa) 或更小,同时进行粒子搅拌。然后打开 DDMS 阀。DDMS 在 25°C 下具有 135 托 (1.8×10^4 Pa) 的蒸气压,所以液体源不需要任何外部加热。在 30 秒后,室压达到 3 托 (400Pa),关闭 DDMS 阀。通过等速旋转搅拌器轴,使硅胶粒子在腔室内暴露于 DDMS 蒸气不同量的时间。在所需的处理时间之后,将腔室抽空,然后再暴露于水蒸气 2 分钟,以去除任何剩余的 DDMS 蒸气。搅拌过程停止后,再将腔室抽空并排放到环境条件。

[0195] 对于说明例 1 和粒子实例 8、9 和 10 而言,暴露于 DDMS 蒸气的时间分别为 5、10、15 和 20 分钟。说明例 1 和粒子实例 8 至 10 中的每一个都在烘箱中于 155 °F (68°C) 下干燥过夜,并保存在玻璃广口瓶中,以避免在评价前吸收水分。

[0196] 采用上述测试方法部分中所述的漂浮测试评价说明例 1 和粒子实例 8 至 10。对于说明例 1 而言,有 40 至 50% 的经处理的粒子漂浮。对于粒子实例 8 和 9 而言,有 70 至 80% 的经处理的粒子漂浮,并且对于粒子实例 10 而言,有 90% 的经处理的粒子漂浮。

[0197] 使用根据上文所述测试方法的 ESCA 评价说明例 1 和粒子实例 8 至 10。结果示于下表 5 中。

[0198] 表 5

	原子百分比(%)				
	未经处理	说明例 1	实例 8	实例 9	实例 10
C	7.8	12.0	23.3	17.0	16.7
O	61.7	54.0	44.3	48.3	49.3
Si	30.7	33.0	31.3	34.3	33.0
F			0.4		
Ba	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Cl		0.3	0.5	0.5	0.6

[0200] 说明例 2 和 3 以及粒子实例 11 和 12

[0201] 说明例 2 和 3 以及实例 11 和 12 使用说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的一般方法制备,但具有以下修改。将单层的经烘箱干燥的硅胶 (40 克) 置于铝托盘中,将托盘置于 30°C 和 80% 相对湿度的湿度箱中保持下表 6 所示的不同时间,然后进行 5 分钟的 DDMS 蒸气处理。在粒子搅拌和处理过程中未使用水蒸气。以下表 6 中示出了湿气暴露时间以及硅胶在湿气暴露操作之前和之后的重量。

[0202] 表 6

[0203]

粒子实例	说明例 2	说明例 3	11	12
DDMS 处理之前的湿气暴露时间 (分钟)	5	10	15	30
湿气暴露之前的粒子重量 (克)	40.7	38.6	41.5	42.0
湿气暴露之后的粒子重量 (克)	43.6	44.0	48.3	53.5
DDMS 处理之前的水分增加 (克)	3.0	5.4	6.9	11.6
DDMS 处理之前的水分增加 (%)	7.3	13.9	16.6	27.6

[0204] 说明例 2 和 3 以及粒子实例 11 和 12 中的每一个都在烘箱中于 155 °F (68°C) 下干燥过夜,并保存在玻璃广口瓶中,以避免在评价前吸收水分。采用上文所述测试方法中的漂浮测试对说明例 2 和 3 以及粒子实例 11 和 12 进行评价。对于说明例 2 而言,有 30 至 40%的经处理的粒子漂浮。对于说明例 3 而言,有 50 至 60%的经处理的粒子漂浮。对于粒子实例 11 而言,有 80%的经处理的粒子漂浮,并且对于粒子实例 12 而言,有 90%的经处理的粒子漂浮。

[0205] 说明例 2 和 3、粒子实例 11 和 12 以及未经处理的硅胶用上述测试方法评价水蒸气吸收率,不同的是在 30°C 和 80%的相对湿度下进行该评价。结果示于下表 7 中。

[0206] 表 7

时间 (小时)	水分增加 (克)				
	未经处理	说明例 2	说明例 3	实例 11	实例 12
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
1	0.75	0.67	0.65	0.62	0.62
2	0.77	0.70	0.67	0.63	0.63
3	0.78	0.70	0.67	0.63	0.63

[0208] 使用上述测试方法评价说明例 2 和 3、实例 11 和 12、未经处理的硅胶、SAP (可以商品名“AQUA KEEP SA60S”购自 Sumitomo Seika) 以及从可以商品名“BODYFIT”购自 Unicharm Corp. 的卫生巾中取出的木浆的水吸收率。结果示于下表 8 中。

[0209] 表 8

[0210] 水吸收率 (克)

[0211]

SAP	木浆	未经处理	说明例 2	说明例 3	实例 11	实例 12
9.97	9.80	1.10	0.74	0.66	0.61	0.49

[0212] 说明例 4 和粒子实例 13 至 15

[0213] 说明例 4 和粒子实例 13 至 15 使用说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的一般方法制备,

但具有以下修改。将单层的经烘箱干燥的硅胶（50 克）置于铝托盘中，然后将托盘暴露于 30℃ 和 80% 的相对湿度保持下表 9 中所示的不同时间，再进行 15 分钟的 DDMS 蒸气处理。在粒子搅拌和处理过程中未使用水蒸气。下表 9 中示出了湿气暴露时间以及硅胶在湿气暴露操作之前和之后的重量。

[0214] 表 9

[0215]

实例	说明例 4	实例 13	实例 14	实例 15
DDMS 处理之前的湿气暴露时间（分钟）	5	10	15	30
湿气暴露之前的干燥剂重量（克）	49.4	50.2	49.9	49.7
湿气暴露之后的干燥剂重量（克）	52.2	56.0	57.9	62.6
DDMS 处理之前的水分增加（克）	2.9	5.7	8.1	12.9
DDMS 处理之前的水分增加（%）	5.8	11.4	16.2	25.9

[0216] 说明例 4 和粒子实例 13 至 15 中的每一个都在烘箱中于 155 °F (68℃) 下干燥过夜，并保存在玻璃广口瓶中，以避免在评价前吸收水分。

[0217] 采用上述测试方法中的漂浮测试对说明例 4 和粒子实例 13 至 15 进行评价。对于说明例 4 而言，有 30 至 40% 的经处理的粒子漂浮。对于粒子实例 13 和 15 而言，有 95% 的经处理的粒子漂浮，并且对于粒子实例 14 而言，有 90% 的经处理的粒子漂浮。

[0218] 说明例 4 和粒子实例 13 至 15 以及未经处理的硅胶用上述测试方法评价水蒸气吸收率，不同的是在 30℃ 和 80% 的相对湿度下进行该评价。结果示于下表 10 中。

[0219] 表 10

时间 (小时)	水分增加（克）				
	未经处理	说明例 4	实例 13	实例 14	实例 15
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
1.25	0.77	0.71	0.70	0.69	0.65
2	0.77	0.71	0.70	0.69	0.65
3	0.77	0.71	0.70	0.69	0.65

[0221] 使用上述测试方法评价说明例 4 和粒子实例 13 至 15、未经处理的硅胶、SAP（可以商品名“AQUA KEEP SA60S”购自 Sumitomo Seika）以及从可以商品名“BODYFIT”购自 Unicharm Corp. 的卫生巾中取出的木浆的水吸收率。结果示于下表 11 中。

[0222] 表 11

[0223] 水吸收率（克）

[0224]

SAP	木浆	未经处理	说明例 4	实例 13	实例 14	实例 15
-----	----	------	-------	-------	-------	-------

9.97	9.80	1.10	0.93	0.61	0.64	0.60
------	------	------	------	------	------	------

[0225] 粒子实例 16

[0226] 实例 16 根据说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的方法制备,不同的是具有以下修改。将可直接使用的硅胶粒子暴露于 90 °F 和 90% 的相对湿度下 1 小时。重量增加了 4.9%。将潮湿的粒子(100 克)装入粒子搅拌器中,并将真空室从环境压力 760 托 ($1.0 \times 10^5 \text{Pa}$) 抽气降压至 10 托 ($1.3 \times 10^3 \text{Pa}$)。在室压达到 10 托 ($1.3 \times 10^3 \text{Pa}$) 后,通过关闭粗抽阀使其与真空泵断开。启动粒子翻滚工艺,然后向搅拌器打开 DDMS 蒸气阀。5 分钟后,关闭 DDMS 阀。通过打开粗抽阀将腔室抽空 2 分钟,以去除 HCl 蒸气和任何未经处理的硅烷蒸气。最后,向腔室中排放空气,并取出经处理的样品。实例 16 通过了上述测试方法部分中所述的漂浮测试,有 99% 的经处理的粒子漂浮。

[0227] 说明例 5

[0228] 说明例 5 根据说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的方法制备,不同的是具有以下修改。将约 100 克可直接使用的硅胶装入位于真空室的内部的粒子搅拌器中。通过打开慢速粗抽阀对腔室进行抽气降压。一旦室压达到 10 托 ($1.3 \times 10^3 \text{Pa}$),就通过关闭粗抽阀使腔室断开。打开搅拌器,并使 DDMS 阀对粒子开放,以用于蒸气处理。处理 5 分钟之后,将腔室抽空 2 分钟并排放至环境条件。取出经处理的粒子。当根据上述漂浮测试方法进行评价时,无说明例 5 的经处理的粒子漂浮。

[0229] 说明例 6

[0230] 说明例 6 根据说明例 5 的方法制备,不同的是将腔室抽气降压至 100 托 ($1.3 \times 10^4 \text{Pa}$),并且 DDMS 处理在 100 托 ($1.3 \times 10^4 \text{Pa}$) 下进行 5 分钟。当根据上述漂浮测试方法进行评价时,有 3% 的说明例 6 的经处理的粒子漂浮。

[0231] 说明例 7

[0232] 说明例 7 根据说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的方法制备,不同的是具有以下修改。将 100 克可直接使用的硅胶装入粒子搅拌器中并置于真空室中。将腔室抽气降压至 120 毫托 (16Pa)。此时,将腔室与真空抽气系统分离。从液态水源产生水蒸气。打开粒子搅拌器,使粒子床翻滚。通过填充水蒸气使室压从 120 毫托 (16Pa) 升至 2.50 托 (333Pa)。通过暴露于水蒸气让粒子在该压力下翻滚 10 分钟。10 分钟后,让空气进入腔室内,使压力升至 10 托 ($1.3 \times 10^3 \text{Pa}$)。在室压达到 10 托 ($1.3 \times 10^3 \text{Pa}$) 后,关闭排放阀,并将 DDMS 蒸气阀打开 5 分钟以处理粒子。5 分钟后,将腔室抽气降压 2 分钟,并排放至环境条件。当根据上述漂浮测试方法进行评价时,有 50% 的说明例 7 的经处理的粒子漂浮。

[0233] 说明例 8

[0234] 说明例 8 根据说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的方法制备,不同的是具有以下修改。将 100 克可直接使用的硅胶装入粒子搅拌器中并置于真空室中。将腔室抽气降压至 500 毫托 (67Pa)。开始粒子搅拌,并让水蒸气进入室内。用外部加热夹套加热液态水承载组件,以提高向室内递送水蒸气的速度。当水沸腾时,室压立即升至 11 托 ($1.5 \times 10^3 \text{Pa}$)。此时,向腔室打开 DDMS 阀,以进行处理。5 分钟后,将腔室抽空 2 分钟,并排入空气。当根据上述漂浮测试方法进行评价时,有 35% 的说明例 7 的经处理的粒子漂浮。

[0235] 粒子实例 17

[0236] 粒子实例 17 根据说明例 8 的方法制备,不同的是具有以下修改。让水蒸气进入室内,直到室压达到 25 托 ($3.3 \times 10^3 \text{Pa}$)。使硅胶粒子暴露于水蒸气 15 分钟后,将腔室抽气降压至 10 托 ($1.3 \times 10^3 \text{Pa}$),并在 10 托 ($1.3 \times 10^3 \text{Pa}$) 的压力下进行 5 分钟的 DDMS 处理。处理之后,将腔室抽空 2 分钟,并排入空气。实例 17 通过了上述测试方法部分中所述的漂浮测试,有 90%的经处理的粒子漂浮。

[0237] 用上述测试方法评价说明例 5 至 8、粒子实例 17 和未经处理的硅胶的水蒸气吸收率,不同的是在 30℃和 80%的相对湿度下进行该评价。结果示于下表 12 中。

[0238] 表 12

[0239]

时间 (小时)	水分增加(克)					
	未经处理	说明例 5	说明例 6	说明例 7	说明例 8	实例 17
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
0.5	0.59	0.52	0.56	0.50	0.56	0.52
1	0.75	0.65	0.70	0.64	0.68	0.66
2	0.76	0.67	0.73	0.68	0.70	0.69
3	0.77	0.67	0.73	0.68	0.70	0.70

[0240] 用上述测试方法评价说明例 5 至 8、粒子实例 16 和 17 以及未经处理的硅胶的水吸收率,但具有以下修改。未测量排入烧瓶中的水的重量,相反,测量了粒子在暴露于水之前和之后的重量。下表 13 中示出了粒子在暴露于水之前和之后的重量的差值。

[0241] 表 13

[0242] 水吸收率(克)

[0243]

未经处理	说明例 5	说明例 6	说明例 7	说明例 8	实例 17	实例 16
0.81	0.74	0.77	0.74	0.73	0.71	0.69

[0244] 粒子实例 18 和比较例 1

[0245] 粒子实例 18 和比较例 1 根据说明例 1 和粒子实例 8-10 的方法制备,不同的是具有以下修改。在进行 DDMS 蒸气处理之前将可直接使用的粒子暴露于湿气(30℃和 80%的相对湿度)。在湿气暴露期间,每 10 至 20 分钟检查粒子的一部分的水分增加,直到实例 18 达到 13.0 重量%,比较例 1 达到 5.9 重量%。将约 1000 克湿气暴露硅胶装入位于真空室的内部的粒子搅拌器中。该粒子搅拌器比粒子实例 1 至 17 和说明例 1 至 8 所用的粒子搅拌器大,其圆柱体长度为 12 英寸(30.5cm),直径为 7 英寸(17.8cm)。圆柱体顶部中的矩形开口尺寸为 11.25 英寸×6.5 英寸(28.6cm×16.5cm)。每一个桨片 322 都为具有洞的矩形,该矩形尺寸为 11.75 英寸×3.5 英寸(29.8cm×8.9cm)。将腔室抽气降压至 10 托 ($1.3 \times 10^3 \text{Pa}$)。然后打开搅拌器,以 4 转/分钟(rpm)的速度搅拌,向粒子打开 DDMS 阀,以用于 5 分钟的蒸气处理。在 5 分钟的蒸气处理之后,关闭 DDMS 阀,让粒子在腔室中与 DDMS 再反应 5 分钟。总共处理 10 分钟后,将腔室抽空 2 分钟并排放至环境条件。取出经处理的粒子并在 180℃下进行 2 小时的后干燥,以除去粒子中吸附的未反应的水分。粒子实例 18 和比较例 1 均通

过了上述测试方法部分中所述的漂浮测试,有大于 95%的经处理的粒子漂浮。

[0246] 用上述测试方法评价粒子实例 18、比较例 1 和未经处理的硅胶的水蒸气吸收率和水吸收率。进行水吸收率评价时具有以下修改:未测量排入烧瓶中的水的重量,相反,测量了粒子在暴露于水之前和之后的重量。进行水吸收率评价时,对于未经处理的硅胶而言,粒子在暴露于水之前和之后的重量差值为 0.81g,对于粒子实例 18 而言该差值为 0.70g,对于比较例 1 而言差值为 0.61g。进行水蒸气吸收率评价时具有以下修改:在 30℃和 80%的相对湿度下进行该评价。下表 14 中示出了水蒸气吸收率的结果。

[0247] 表 14

时间 (小时)	水分增加(克)		
	未经处理	实例 18	比较例 1
0	0.00	0.00	0.00
0.5	0.59	0.60	0.55
1	0.75	0.70	0.71
2	0.76	0.73	0.73
3	0.77	0.73	0.73

[0249] 使用可以商品名“TOF. SIMS. 5”购自 ION-TOF GmbH(Münster, Germany) 的仪器、通过飞行时间次级离子质谱(TOF-SIMS)对粒子实例 18(与粒子实例 1 类似的粒子)和未经处理的硅胶进行分析。使用针对粒子实例 1 所述的方法制备与粒子实例 1 类似的粒子,不同的是,用 TMS 等离子体处理 60 分钟,用全氟丙烷等离子体处理 40 分钟。用脉冲的 25keV Bi⁺ 一次离子束进行高质量分辨率正负离子分析,其中束直径为约 3 微米(μm),分析面积为 $500 \times 500 \mu\text{m}$ 。SIMS 具有单层灵敏度,分析深度为在 10 至 20 埃($\text{\AA}$)范围内。

[0250] 通过将每一个实例的粒子或未经处理的硅胶的粒子都安放到双面胶带上而分析粒子的外表面。通过将各个粒子置于光学显微镜下并用干净的剃刀刀片将它们劈开,制备粒子横截面。该步骤导致粒子随机裂开,并足以暴露内部。将横截面安放到双面胶带上,使暴露的内部面向上搁置,以用于分析。

[0251] 未经处理的硅胶粒子的外表面显示特有的 SIMS 二氧化硅离子:Si⁺、SiOH⁺、SiO₂⁻、SiO₂H⁻、SiO₃⁻、SiO₃H⁻、Si₂O₅H⁻,以及其他 Si_xO_yH_z⁻ 型小离子。表面上还存在微量的 Na、Fe、Ba、烃、S 和 Cl。观察到极少的氟或硅烷或硅氧烷离子。

[0252] 与粒子实例 1 类似的粒子的外表面显示具有许多碳氟化合物离子,包括 CF⁺、CF₂H⁺、CF₃⁺、C₃F₃⁺、C₂F₅⁺、C₃F₅⁺、C₃F₇⁺、F⁻、F₂⁻、F₂H⁻、CF₃⁻、CF₃O⁻、C₃F₃⁻、C₄F₉⁻,和其他 C_xF_y⁺ 和 C_xF_y⁻ 型小离子。表面上的二氧化硅离子含量极低。

[0253] 粒子实例 18 的外表面显示的特有的二氧化硅离子与在未经处理的硅胶粒子上检测到的相同,但另外还有表征硅烷处理的离子:CH₃Si⁺、(CH₃)₃Si⁺、CH₃SiO⁻、CH₃SiO₂⁻,和聚二甲基硅氧烷离子(117⁺、133⁺、147⁺、207⁺、221⁺、281⁺、325⁺、149⁻、223⁻)。氯含量是未经处理的硅胶外表面上的大约 3 倍高。

[0254] 类似于粒子实例 1 的粒子和粒子实例 18 两者的横截面显示的特有的二氧化硅离子与在未经处理的硅胶外表面上检测到的相同,只有极少或没有氟或硅烷。实例 5 内部上仅

有的离子为 m/z 19 的 F^- ，与未经处理的硅胶粒子相比，该离子略有增加。内部上没有可检测到的碳氟化合物离子。

[0255] 为了以半定量方式比较经处理的粒子，可以用代表所关注物质的各种离子的计数与代表二氧化硅背景的离子相比求比率。对于类似于粒子实例 1 的粒子而言，选择比率 $CF_2^+/^{29}Si^+$ 、 F^-/SiO_2^- 和 F_2^-/SiO_2^- 。正离子的离子计数结果显示，从表面到内部 F^- 信号降低到大约 1000 分之一。对于粒子实例 18 而言，选择比率 $CH_3Si^+/SiOH^+$ 、 $[CH_3SiO^++CH_3SiO_2^-]/[SiO_2H^++SiO_3^++SiO_3H^-]$ 和 Cl^-/SiO_2^- 。正离子的离子计数结果显示从表面到内部降低到大约 200 分之一。在 SIMS 中的每个质量处总是存在一些背景信号，这可限制动态范围。对负离子的离子计数也观察到类似的结果。

[0256] 粒子实例 19

[0257] 实例 19 根据说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的方法制备，不同的是具有以下修改。硅胶粒子为粒度在 0.08mm 至 0.6mm 范围内的不规则形状的粒子（可购自 AGM Container Controls, Inc.，产品编号：920010）。粒子是白色的，具有 2.5% 的蓝色指示剂。在 DDMS 蒸气处理之前，将可直接使用的粒子暴露于湿气（30 °F 和 80% 的相对湿度）。在湿气暴露期间，每 10 至 20 分钟检查粒子的一部分的水分增加，直到达到 5.8 重量%。将约 940 克湿气暴露的硅胶装入真空室的内部的粒子实例 18 中所述的较大粒子搅拌器中。将腔室抽气降压至 10 托（ $1.3 \times 10^3 Pa$ ）。然后开启搅拌器，以 6rpm 的速度搅拌，并向粒子打开 DDMS 阀，以用于蒸气处理。在第一个 10 分钟内，室压达到 11 托（ $1.5 \times 10^3 Pa$ ），消耗掉 20.8 克 DDMS。然后关闭 DDMS 阀，将腔室抽空 2 分钟并排放至环境条件。然后取出粒子样品并用漂浮测试进行评价，有 20% 的粒子漂浮。再将腔室抽气降压至 10 托（ $1.3 \times 10^3 Pa$ ）。然后开启搅拌器，以 6rpm 的速度搅拌，并向粒子打开 DDMS 阀 10 分钟，以用于蒸气处理。室压达到 12.5 托（ $1.7 \times 10^3 Pa$ ），消耗掉 19.3 克 DDMS。然后关闭 DDMS 阀，将腔室抽空 2 分钟并排放至环境条件。取出粒子样品并用漂浮测试进行评价，有 50% 的粒子漂浮。再将腔室抽气降压至 10.5 托（ $1.4 \times 10^3 Pa$ ）。然后开启搅拌器，以 6rpm 的速度搅拌，并向粒子打开 DDMS 阀 10 分钟，以用于蒸气处理。室压达到 15.6 托（ $2.0 \times 10^3 Pa$ ），消耗掉 17.2 克 DDMS。然后关闭 DDMS 阀，将腔室抽空 2 分钟并排放至环境条件。取出粒子样品并用漂浮测试进行评价，有 95% 的粒子漂浮。总共暴露 30 分钟后停止处理，消耗掉 57.3 克 DDMS。取出经处理的粒子，过筛，并在 150°C 下进行 8 小时的后干燥，以除去粒子中吸附的未反应的水分。

[0258] 粒子实例 20

[0259] 粒子实例 20 根据说明例 1 和粒子实例 8-10 的方法制备，不同的是具有以下修改。硅胶粒子为粒度在 0.2mm 至 1.0mm 范围内的白色不规则形状粒子（可购自 International Silica Gel Co. LTD (Shandong, China)）。在 DDMS 蒸气处理之前，将可直接使用的粒子暴露于湿气（30 °F 和 80% 的相对湿度）。在湿气暴露期间，每 10 至 20 分钟检查粒子的一部分的水分增加，直到达到 6.0 重量%。将约 1060 克湿气暴露的硅胶装入真空室的内部的粒子实例 18 中所述的粒子搅拌器中。将腔室抽气降压至 10 托（ $1.3 \times 10^3 Pa$ ）。然后开启搅拌器，以 12rpm 的速度搅拌，将设置为 0.7 的质量流量控制器用作 DDMS 阀。向粒子打开 DDMS 阀 32 分钟，以用于蒸气处理。室压达到 12.5 托（ $1.7 \times 10^3 Pa$ ），消耗掉 32.6 克 DDMS。然后关闭 DDMS 阀，将腔室抽空 2 分钟并排放至环境条件。取出经处理的粒子，在 150°C 下进行 8 小时的后干燥，以除去粒子中吸附的未反应的水分。粒子实例 20 通过了上述测试方法部分

中所述的漂浮测试,有 100%的经处理的粒子漂浮在表面上。

[0260] 比较例 2

[0261] 将约 2 千克硅胶(可购自 AGM Container Controls, Inc. (Tucson, AZ), 产品编号: 920014) 用 1 升 / 分钟的 NF_3 气体在 1 至 1.5 托 (130 至 200Pa) 之间的压力下进行处理。用远程等离子体源(可购自 MKS Instruments (Wilmington, MA), 型号 Astex-Astron eX) 产生等离子体。在引入气体之前,室内的基础压力低于 0.1 托 (13Pa)。将硅胶粒子处理 30 分钟。让比较例 2 经受上述测试方法部分中所述的漂浮测试,不同的是将少量粒子喷洒到装有水的小瓶中。所有粒子都沉入水中,并反应发出“噼啪”声。

[0262] 相对湿度的测量

[0263] 构建如图 2A 和图 2B 中所示的装置 200,以模拟吸收制品的实际穿着条件。该装置由两个尺寸为 4 英寸 (10cm) × 8 英寸 (20cm) 的聚碳酸酯框架 202 制成。将附接到内裤 204(可以商品名“NaturalFIT”购自 Unicharm Corp., 中号, 87% 棉, 13% 聚酯) 的卫生巾 206(可以商品名“HADAOMOI”购自 Unicharm Corp. (Minato-Ku, Tokyo, Japan)) 置于框架 202 之间,使卫生巾 206 暴露。将可追踪式液体比重计 / 温度计(温度 / 湿度探针 216)(可购自 Traceable Calibration Control 公司 (Carrollton, TX), S/N80174650) 置于卫生巾 206 上,以测量环境中的湿度。顶部框架 202 用卫生巾(可以商品名“BODYFIT”购自 Unicharm Corp.) 的尿布底片微孔薄膜 208 的一部分密封。将潮湿的毛巾 210 置于膜上,以模拟皮肤出汗。然后用聚乙烯薄膜 212 覆盖整个装置。将热敷垫 214 置于装置的顶部上,开启并调节,从而得到 36°C 的温度。然后打开装置,将 2 克粒子 205 置于卫生巾 206 的中部。合上装置,立即记录湿度,从而得到 0 分钟时的湿度。30 分钟后,用注射器将 1.5mL 液体 218(羊血或盐水溶液)注射到远离探针 216 的距离为 35mm 的点处。羊血为 40 体积%的羊血与 60 体积%的 BHI 细菌生长介质的混合物,两者均得自 Biomerieux, Inc. (Durham, NC)。每 30 分钟重复注射 1.5mL 羊血或盐水溶液,评价持续时间示于下表中。将探针 216 连接到具有串行电缆的个人计算机,然后用软件(可以商品名“数据采集系统”(DATAACQUISITION SYSTEM) 购自 Traceable Calibration Control 公司) 每 30 秒监测一次相对湿度。评价结束时取出卫生巾 206,以用于目视检测。

[0264] 吸收制品实例 1 至 4 和比较例 A

[0265] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 1 至 4 的粒子、未经处理的硅胶和没有粒子的对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 15 中。

[0266] 表 15

[0267]

	相对湿度(%)						
	吸收制品实例		比较例 A	实例 1	实例 2	实例 3	实例 4
时间 (min)	粒子	无	未经处理	实例 1	实例 2	实例 3	实例 4
0	52.6		57.6	59.6	57.6	42.5	42.2
30	64.1		29.0	20.1	21.7	25.9	24.0
60	73.2		42.8	29.5	33.7	33.5	43.8
90	79.9		53.9	39.9	45.3	47.9	58.2
120	80.3		71.2	47.7	55.1	58.7	68.3
150	92.1		82.1	57.1	62.4	65.2	78.2

[0268] 吸收制品实例 5 至 8 和比较例 B

[0269] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 1 至 3 的粒子、未经处理的硅胶和没有粒子的对照物,不同的是使用以商品名“BODYFIT”购自 Unicharm Corp. 的卫生巾,而不是“HADAOMOI”卫生巾。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。这些卫生巾都不含 SAP。评价 3 克粒子实例 1 的粒子,而不是 2 克。羊血为注射的流体。结果示于下表 16 中。

[0270] 表 16

[0271]

	相对湿度(%)						
	吸收制品实例		比较例 B	实例 5	实例 6	实例 7	实例 8
时间 (min)	粒子	无	未经处理	实例 3	实例 2	实例 1 (2g)	实例 1 (3g)
0	67.4		69.8	68.9	35.3	63.9	51.5
30	72.2		30.1	26.0	30.7	22.9	18.7
60	84.1		50.7	40.6	44.0	38.2	30.0
90	91.7		61.1	55.2	56.5	51.3	43.9
120	97.7		71.7	65.4	68.1	63.5	52.8
150	100.0		81.7	72.5	80.1	73.2	60.9

[0272] 吸收制品实例 9 和比较例 C

[0273] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 1 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。评价时间比如上所示的吸收制品实例 1 至 8 的评价时间长。结果示于下表 17 中。在该表中,“n. d.”表示未测定。

[0274] 表 17

[0275]

时间 (min)	相对湿度(%)			
	吸收制品实例		比较例 C	实例 9
	粒子	无	未经处理	实例 1
0	63.7		62.5	67.7
30	62.0		28.7	24.4
60	72.5		42.5	33.5
90	81.6		53.6	42.2
120	94.1		70.9	47.5
150	100.0		82.1	53.8
180	100.0		未测定	65.0
210	100.0		未测定	79.4
240	100.0		未测定	89.2
260	100.0		未测定	92.3

[0276] 吸收制品实例 10 至 12

[0277] 用上述相对湿度测试方法评价不同量的粒子实例 1 粒子。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。用下表 18 中所示的实例 1 粒子的量进行评价。将盐水溶液、0.9 重量%的氯化钠去离子水溶液用作注射的流体。结果示于下表 18 中。

[0278] 表 18

[0279]

时间 (min)	相对湿度(%)				
	吸收制品实例		实例 10	实例 11	实例 12
	粒子	无	0.5g	1g	2g
0	55.6		60.4	64.0	49.7
30	60.6		49.8	35.7	25.1
60	65.4		58.4	48.2	33.0
90	70.9		69.9	62.6	41.7
120	78.9		78.9	71.8	52.3
150	86.2		86.9	80.7	62.6

[0280] 吸收制品实例 13 至 15

[0281] 用上述相对湿度测试方法评价卫生巾中多个位置处的粒子实例 1 粒子。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。所述位置为纸浆正下方、刚好在纸浆上方和刚好在顶片下方。将盐水溶液、0.9 重量%的氯化钠去离子水溶液用作注射的流体。结果示于下表 19 中。

[0282] 表 19

时间 (min)	相对湿度(%)				
	吸收制品实例		实例 13	实例 14	实例 15
	粒子	无	纸浆正下方	纸浆上方	顶片下方
0	55.6		44.8	59.0	49.7
30	60.6		28.3	23.0	25.1
60	65.4		42.8	34.5	33.0
90	70.9		54.0	47.3	41.7
120	78.9		62.6	57.2	52.3
150	86.2		69.3	63.8	62.6

[0284] 吸收制品实例 16 至 18 和比较例 D

[0285] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 1、5 和 6 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 20 中。

[0286] 表 20

时间 (min)	相对湿度(%)					
	吸收制品实例		比较例 D	实例 16	实例 17	实例 18
	粒子	无	未经处理	实例 1	实例 5	实例 6
0	63.1		60.0	53.0	40.4	40.1
30	70.8		41.9	39.3	21.3	33.8
60	82.4		61.1	51.6	34.8	46.1
90	93.3		72.1	60.5	47.7	55.5
120	99.2		81.8	68.1	56.3	63.1
150	100.0		89.4	75.5	66.6	72.7

[0288] 吸收制品实例 19 至 22 和比较例 E

[0289] 用上述相对湿度测试方法评价说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 21 中。

[0290] 表 21

[0291]

		相对湿度(%)					
时间	吸收制品实例	实例 19	实例 20	实例 21	实例 22	对照物	比较例 E
(min)	粒子	说明例 1	实例 8	实例 9	实例 10	无	未经处理
0		57.3	76.6	78.1	75.5	66.2	51.2
30		56.3	58.7	50.1	45.9	76.7	53.2
60		68.6	67.4	62.0	57.8	100.0	66.4
90		82.2	76.7	76.7	68.2	100.0	75.3
120		100.0	97.5	100.0	77.7	100.0	84.2
150		100.0	100.0	100.0	95.2	100.0	100.0

[0292] 吸收制品实例 23 至 25 和比较例 F

[0293] 用上述相对湿度测试方法评价说明例 2 和粒子实例 11 及 12 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 22 中。

[0294] 表 22

[0295]

		相对湿度(%)				
时间	吸收制品实例	实例 23	实例 24	实例 25	对照物	比较例 F
(min)	粒子	说明例 2	实例 11	实例 12	无	未经处理
0		69.3	70.7	65.5	66.2	51.2
30		43.7	43.1	39.3	76.7	53.2
60		53.8	52.8	49.7	100.0	66.4
90		58.8	62.8	56.9	100.0	75.3
120		66.0	71.7	64.7	100.0	84.2
150		86.3	90.4	71.8	100.0	100.0

[0296] 吸收制品实例 26 至 29 和比较例 G

[0297] 用上述相对湿度测试方法评价说明例 4 和粒子实例 13 至 15 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 23 中。

[0298] 表 23

[0299]

		相对湿度(%)					
时间 (min)	吸收制品实例	实例 26	实例 27	实例 28	实例 29	对照物	比较例 G
	粒子	说明例 4	实例 13	实例 14	实例 15	无	未经处理
0		74.6	67.7	75.3	67.3	66.2	51.2
30		49.9	47.6	51.4	46.2	76.7	53.2
60		62.3	62.8	64.6	59.0	100.0	66.4
90		70.9	72.6	73.9	66.5	100.0	75.3
120		83.8	82.1	99.3	73.0	100.0	84.2
150		100.0	95.9	100.0	81.0	100.0	100.0

[0300] 吸收制品实例 30 至 32 和比较例 H

[0301] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 12、15 和 7 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 24 中。

[0302] 表 24

		相对湿度(%)				
时间 (min)	吸收制品实例	实例 30	实例 31	对照物	比较例 H	实例 32
	粒子	实例 12	实例 15	无	未经处理	实例 7
0		65.5	67.3	66.2	51.2	80.7
[0303] 30		39.3	46.2	76.7	53.2	44.8
60		49.7	59.0	100.0	66.4	57.9
90		56.9	66.5	100.0	75.3	67.8
120		64.7	73.0	100.0	84.2	76.7
150		71.8	81.0	100.0	100.0	94.7

[0304] 吸收制品实例 33 和 34 以及比较例 I

[0305] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 7 和 16 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 25 中。

[0306] 表 25

时间 (min)	吸收制品实例 粒子	相对湿度(%)			
		对照物	比较例 I	实例 33	实例 34
		无	未经处理	实例 7	实例 16
0		71.2	51.2	66.2	61.9
30		89.7	53.2	45.4	37.6
60		100.0	66.4	58.1	48.1
90		100.0	75.3	68.1	57.0
120		100.0	84.2	77.0	63.3
150		100.0	100.0	95.2	68.4

[0307] [0308] 吸收制品实例 35 至 40 和比较例 J

[0309] 用上述相对湿度测试方法评价说明例 5 至 8 以及粒子实例 16 和 17 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 26 中。

[0310] 表 26

[0311]

时间 (min)	吸收制 品实例 粒子	相对湿度(%)							
		实例 35	实例 36	实例 37	实例 38	实例 39	比较 例 J	对照物	实例 40
		实例 17	说明例 8	说明例 7	说明例 6	说明例 5	未经 处理	无	实例 16
0		36.9	31.9	35.1	35.7	37.4	41.2	64.2	61.9
30		29.6		40.1	36.1	27.8	32.8	68.8	37.6
60		40.1	50.3	55.7	50.1	38.4	48.3	84.3	48.1
90		48.2	60.1	64.4	59.4	54.8	61.2	100.0	57.0
120		58.2	69.8	70.3	69.7	65.1	76.9		63.3
150		63.1	94.5	97.9	86.5	77.3	100.0		68.4

[0312] 吸收制品实例 41 和 42 以及比较例 K

[0313] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 18 和比较例 1 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。使用以商品名“BODYFIT”购自 Unicharm Corp. (Minato-Ku, Tokyo, Japan) 的卫生巾, 而不是“HADAOMOI”卫生巾。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 27 中。

[0314] 表 27

时间 (min)	吸收制品实例 粒子	相对湿度(%)			
		实例 41	实例 42	比较例 K	对照物
		实例 18	比较例 1	未经处理	无
0		28.8	29.0	40.8	68.7
30		40.0	39.3	59.7	83.6
60		55.7	66.5	76.0	89.5
90		65.6	82.3	82.0	90.3
120		76.3	92.6	91.4	95.2
150		82.6	97.0	92.1	99.5

[0316] 吸收制品实例 43 和 44 以及比较例 L 和 M

[0317] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 19 和 20 的粒子、未经处理的硅胶和对照物。使用以商品名“BODYFIT”购自 Unicharm Corp. (Minato-Ku, Tokyo, Japan) 的卫生巾, 而不是“HADAOMOI”卫生巾。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。对于比较例 L, 未经处理的硅胶为用于制备粒子实例 19 的硅胶。对于比较例 M, 未经处理的硅胶为用于制备粒子实例 20 的硅胶。羊血为注射的流体。结果示于下表 28 中。

[0318] 表 28

时间 (min)	吸收制品实例 粒子	相对湿度(%)				
		实例 43	实例 44	比较例 L	比较例 M	对照物
		实例 19	实例 20	未经处理	未经处理	无
0		29.2	19.4	21.7	24.9	68.7
30		41.9	29.5	42.1	37.6	83.6
60		56.1	42.5	62.6	69.7	89.5
90		63.2	57.3	75.8	81.4	90.3
120		75.6	71.8	87.1	90.5	95.2
150		83.1	80.8	94.0	97.9	99.5

[0320] 吸收制品实例 45 和比较例 N

[0321] 用上述相对湿度测试方法评价粒子实例 20 的粒子、用于制备粒子实例 20 的未经处理的硅胶和对照物。使用以商品名“LAURIER F”购自 Kao Corp. (Chuo-ku, Tokyo, Japan)、纸浆芯区域包含大量 SAP 的卫生巾, 而不是以商品名“HADAOMOI”购自 Unicharm Corp. 的卫生巾。将其上没有设置硅胶粒子的卫生巾用作对照物。羊血为注射的流体。结果示于下表 29 中。

[0322] 表 29

时间 (min)	吸收制品实例 粒子	相对湿度(%)		
		实例 45	比较例 N	无
0		28.2	29.7	64.1
30		39.2	46.6	65.9
60		51.7	59.2	76.3
90		58.6	69.7	79.3
120		67.8	75.5	82.9
150		71.2	82.4	86.6

[0323] 茶袋水吸收率

[0325] 用该测试方法评价用于以下实例中的某些的经处理的多孔粒子的水吸收能力。茶袋由尼龙织物制成,该尼龙织物的筛孔为 57 微米 (255 目),从其切下 2 英寸 (5.1cm) 宽 × 6 英寸 (15.2cm) 长的一部分并折叠成 2 英寸 (5.1cm) 宽 × 3 英寸 (7.6cm) 长的茶袋。将茶袋的侧面热密封。内部尺寸为 3 英寸 (7.6cm) 长 × 1.5 英寸 (3.8cm) 宽。使用以下工序。在室温 (75 °F, 24°C) 下将去离子水 (400mL) 置于杯中。将 2 克粒子置于茶袋中。将茶袋浸入去离子水杯,并保持 3 分钟。取出茶袋并排水 1 分钟。测定内部具有粒子的茶袋的湿重。用未装粒子的茶袋重复该工序,得到茶袋的湿重。在两张四折纸巾中挤压装有粒子的茶袋和空茶袋,然后称重,得到“擦拭后的”重量。每一个样品都使用三个平行样。用以下公式确定水吸收能力:

[0326] 水吸收能力 (g/g) = (装有粒子的茶袋的擦拭后重量 - 没有粒子的茶袋的擦拭后重量 - 干燥粒子重量) / 干燥粒子重量。

[0327] 氨味评价

[0328] 对以下实例中的某些实例进行氨味评价。首先将 1 克经处理的或未经处理的活性炭或硅胶置于塑料盖 (直径为 2 英寸) 中。然后将装有粒子的盖子置于 8 盎司的玻璃广口瓶中。用移液管将 5 毫升 0.1 重量%的氢氧化铵溶液紧靠内壁加入玻璃广口瓶中,以确保溶液不会接触粒子。让粒子吸收气味 30 分钟后,用德尔格管进行氨味测试。分别测试干样品和湿样品。按如下方式制备湿样品。将 1 克干燥粒子置于上述茶袋中。然后将装有粒子的茶袋浸入 0.9 重量%的盐水溶液中 3 分钟。然后拉出茶袋并排水 1 分钟,通过在纸巾之间挤压茶袋中的粒子而拭去沾在粒子之间的水分。收集擦拭后的样品,将其作为湿样品用于氨味测试。

[0329] 粒子实例 21 和 22

[0330] 粒子实例 21 和 22 根据说明例 1 和粒子实例 8-10 的方法制备,不同的是具有以下修改。实例 21 的硅胶粒子为粒度在 1mm 至 3mm 范围内的 B 型硅胶粒子 (可购自 Toyota Kako Co.Ltd.,CAS 号 :7631-86-9),实例 22 的硅胶粒子为粒度在 0.5mm 至 1.5mm 范围内的 B 型硅胶粒子 (可购自 International Silica Gel Co.Ltd)。

[0331] 不是用玻璃管,而是用电解抛光的不锈钢起泡器将来自液体源的蒸气递送至真空室。起泡器为高圆柱形密封容器,其顶部具有装料口、蒸气空间口和浸料管口。通过装料口

填充 DDMS,并用金属密封塞密封装料口。还用金属密封塞密封连接到浸料口的阀门。在起泡器中填充 DDMS 之后,关闭到浸料管的阀门和装料口。只用蒸气空间阀将 DDMS 蒸气递送到真空室,以用于反应。连接另外的阀门,以控制蒸气源的开/关。起泡器保持在环境温度(即 22-24℃)。

[0332] 将用于粒子实例 21 和 22(重量示出于表 30 中)中的每一者的硅胶粒子都暴露于湿度炉中的水蒸气,直到它们分别吸收 6 重量%和 5 重量%的水分。然后将粒子装入粒子搅拌器中并置于真空室中。用旋转式泵将腔室抽气降压至指示压力,然后通过关闭室阀使腔室与真空泵断开。记录 DDMS 容器的初始重量,然后打开 DDMS 阀,以处理粒子。在所需的处理时间之后,记录 DDMS 容器的最终重量,并记录在下表 30 中。将初始与最终重量的差值记为用于处理粒子所消耗的 DDMS 量。在评价之前,将经处理的粒子置于烘箱中于 150℃下干燥。

[0333] 表 30

	样品编号	样品重量(g)	预先的湿度(重量%)	DDMS 处理 处理压力, 托(Pa)	消耗的 DDMS 的重 量(g)	DDMS 涂层的量 (重量%)	粒度 (mm)
[0334]	实例 21	24.96	6%	10 (1300)	2.1	9%	1-3
	实例 22	200.32	5%	100 (13000)	19.2	9.5%	0.5-1.5

[0335] 用上述漂浮测试、液态水吸收率评价和茶袋水吸收率评价方法,评价通过暴露于湿气使重量分别增加 0.38 重量%和 2 重量%的粒子实例 21 和 22 以及用作粒子实例 21 和 22 的原料的未经处理的硅胶,不同的是茶袋水吸收率评价中仅使用一个平行样。结果汇总在下表 31 中。

[0336] 表 31

[0337]

样品编号	漂浮率(%)	水吸收率(g/2g)	茶袋吸收率(g/g)
实例 21	>90%	0.39	0.23
实例 22	>90%	1.10	0.64
用于实例 21 的未经处理的对照物	0%	1.60	0.90
用于实例 22 的未经处理的对照物	0%	1.58	0.81

[0338] 用上述水蒸气吸收工序评价粒子实例 21 和 22 以及用作粒子实例 21 的原料的未经处理的硅胶,不同的是在 30℃和 90%的相对湿度下测量水蒸气吸收率。结果示于下表 32 中。

[0339] 表 32

[0340]

样品编号	0.5 小时	1.0 小时	1.5 小时	2.0 小时	2.5 小时	3.0 小时
实例 21	0.26	0.36	0.44	0.56	0.66	0.72
实例 22	0.36	0.50	0.60	0.70	0.74	0.78
用于实例 21 的未经处理的对照物	0.52	0.76	0.96	1.16	1.32	1.48

[0341] 用上述方法对实例 22 的经处理的粒子进行 ESCA。深度剖面结果显示,外部粒子表面上具有 45nm 厚的疏水性涂层,而孔的内部表面基本上是未经处理的和亲水性的。

[0342] 粒子实例 23 至 24

[0343] 实例 23 和 24 中处理的硅胶粒子为粒度在 0.5mm 至 1.5mm 范围内的 B 型硅胶(可购自 International Silica Gel Co., Ltd.)。实施实例 21 和 22 中所述的工序,不同的是使用如图 3C 中大致描述的装置。DDMS 蒸气输送管配有喷嘴 380。喷嘴 380 的外径为 0.5 英寸(1.3cm), DDMS 蒸气输送管的外径为 0.25 英寸(0.64cm)。在喷嘴 380 的内部终止的内管保持打开状态,最后喷嘴 380 通过 0.25 英寸(0.64cm)的聚乙烯管 382 连接至粒子搅拌器的底部。通过另一个口将喷嘴 380 连接到真空室外部的水蒸气递送源。通过水起泡器 368 使表 33 所示流速的氮气起泡,以在喷嘴 380 中产生水蒸气源。下表 33 中还示出了其他工艺参数。

[0344] 表 33

样品编号	样品重量(g)	预先的湿度(重量%)	通过水起泡器的氮气流速	水流速(g/min)	消耗的 DDMS 的重量(g)	DDMS 涂层的重量%
实例 23	85.30	7%	0.5 升/分钟	0.02	6.1	8%
实例 24	85.33	7%	1 升/分钟	0.035	8.0	10%
实例 25	85.36	7%	0	0	8	10%

[0346] 粒子实例 25

[0347] 如粒子实例 22 所述制备粒子实例 25,不同的是使用表 33 中所示的工艺细节。

[0348] 用上述漂浮测试、液态水吸收率评价和茶袋水吸收率评价方法,评价通过暴露于湿气使重量增加 1.4 重量%的粒子实例 23-25 以及用作粒子实例 23-25 的原料的未经处理的硅胶。结果汇总在下表 34 中。

[0349] 表 34

[0350]

样品编号	漂浮率(%)	水吸收率(g/2g)	茶袋吸收率(g)
实例 23	>90%	1.03	0.48
实例 24	>90%	0.72	0.22

实例 25	>90%	1.15	0.52
未经处理的对照物	0%	1.8	0.9

[0351] 用上述水蒸气吸收工序评价粒子实例 23-25 以及用作粒子实例 23-25 的原料的未经处理的硅胶,不同的是在 30℃和 90%的相对湿度下测量水蒸气吸收率。结果示于下表 35 中。

[0352] 表 35

[0353]

样品编号	0.5 小时	1.0 小时	1.5 小时	2.0 小时	2.5 小时	3.0 小时
实例 23	0.30	0.46	0.60	0.72	0.80	0.86
实例 24	0.24	0.42	0.54	0.62	0.72	0.80
实例 25	0.24	0.42	0.56	0.66	0.76	0.82
未经处理的对照物	0.28	0.48	0.66	0.80	0.94	1.04

[0354] 用上述氨味评价步骤评价粒子实例 23 和用作粒子实例 23-25 的原料的未经处理的硅胶。使用评价湿样品的步骤。结果示于下表 36 中。

[0355] 表 36

[0356]

样品	干重, g	湿重, g	德尔格管读数 /ppm	%减重
实例 23	1.0123	2.9456	22	78
未经处理的对照物	1.0133	2.1303	22	78

[0357] 粒子实例 26

[0358] 粒子实例 26 中处理的硅胶粒子为粒度在 0.5mm 至 1.5mm 范围内的 B 型硅胶 (可购自 International Silica Gel Co., Ltd.)。将 50 克可直接使用的硅胶装入用于说明例 1 和粒子实例 8 至 10 的 200cc 搅拌器中,并将腔室抽气降压至 100 托 (1.3×10^4 Pa)。让乙醇蒸气通过在搅拌器底部处的蒸气口进入腔室中。10 分钟后,从搅拌器中取出样品,并用水平衡测量吸收的乙醇含量。乙醇含量为 8.19%。将 55.2 克预先吸收了乙醇的硅胶装入 200cc 搅拌器中,并再次将腔室抽气降压至 100 托 (1.3×10^4 Pa)。用上述粒子实例 23 和 24 所述的方法进行 DDMS 处理,不同的是使用 0.1 升 / 分钟的氮气流速。处理后消耗掉的 DDMS 重量为 5.6 克。卸出经处理的样品,并在 150℃下干燥 10 分钟。用上述漂浮测试、液态水吸收率评价和茶袋水吸收率评价方法评价粒子实例 26。在漂浮测试中,样品中 100% 的粒子漂浮。在液态水吸收率评价中,计算的水吸收率为 0.92g/2g。在茶袋水吸收率评价中,计算的水吸收率为 0.37g/g。

[0359] 用上述水蒸气吸收工序评价粒子实例 26,不同的是在 30℃和 90%的相对湿度下测量水蒸气吸收率。结果示于下表 37 中。

[0360] 表 37

[0361]

样品编号	0.5 小时	1.0 小时	1.5 小时	2.0 小时	2.5 小时	3.0 小时
实例 26	0.21	0.31	0.38	0.49	0.59	0.68

[0362] 粒子实例 27 和 28

[0363] 对于粒子实例 27 和 28 而言,使用两种不同的活性炭样品。对于粒子实例 27 而言,活性炭具有 12×20 目 (1.68mm×0.85mm) 的较大粒度分布,对于粒子实例 28 而言,活性炭具有 30×70 目 (0.60mm×0.21mm) 的较小粒度分布。两种炭粒子均购自 Kuraray Chemical Co. Ltd. (Japan)。根据粒子实例 23 和 24 的步骤制备粒子实例 27 和 28,其中工艺参数示于下表 38 中。

[0364] 表 38

[0365]

样品编号	样品重量 (g)	预先的湿度 (重量 %)	DDMS 处理处理压力, 托(Pa)	氮气流速	水流速 (g/min)	消耗的 DDMS 的重量(g)
实例 27	111.11	10%	10(1300)	0.1 升/分钟	0.001	10.3
实例 28	102.21	10%	10(1300)	0.1 升/分钟	0.001	8.1

[0366] 用上述液态水吸收率评价和茶袋水吸收率评价方法,评价粒子实例 27 和 28 以及用作粒子实例 27 和 28 的原料的未经处理的活性炭,不同的是茶袋水吸收率评价仅使用一个平行样来完成。结果汇总在下表 39 中。

[0367] 表 39

[0368]

样品编号	水吸收率 (g/2g)	茶袋测试 (g/g)
用于实例 27 的未经处理的对照物	0.77	0.82
实例 27	0.64	0.65
用于实例 28 的未经处理的对照物	0.84	0.90
实例 28	0.70	0.49

[0369] 用上述水蒸气吸收工序评价粒子实例 27 和 28 以及用作粒子实例 27 和 28 的原料的未经处理的活性炭,不同的是在 35℃ 和 80% 的相对湿度下测量水蒸气吸收率。结果示于下表 40 中。

[0370] 表 40

[0371]

样品编号	0.5 小时	1.0 小时	1.5 小时	2.0 小时	2.5 小时	3.0 小时

用于实例 27 的未经处理的对照物	0.31	0.58	0.72	0.86	0.95	0.97
实例 27	0.30	0.52	0.63	0.73	0.78	0.80
用于实例 28 的未经处理的对照物	0.36	0.57	0.74	0.84	0.88	0.87
实例 28	0.42	0.67	0.76	0.78	0.78	0.77

[0372] 用上述氨味评价步骤评价粒子实例 28 和用作粒子实例 28 的原料的未经处理的活性炭。使用评价干样品和湿样品两者的步骤。结果示于下表 41 中。

[0373] 表 41

[0374]

样品编号	实例 28	实例 28	未经处理的对照物	未经处理的对照物	空白
样品重量, 克	1.0	1.0	1.0	1.0	
湿/干	湿	干	湿	干	
NH ₃ 浓度[ppm]	20	18	26	14	93
比对照物降低, %	78%	81%	72%	85%	0%
德尔格管刻度	2-30ppm	2-30ppm	5-100ppm	2-30ppm	5-100ppm

[0375] 本文提及的所有专利和出版物据此全文都以引用方式并入。在不脱离本公开的范围和精神的前提下, 本领域技术人员可对本公开进行各种修改和变更, 并且应当理解, 本公开不应当不当地受限于本文所述的示例性实施例。

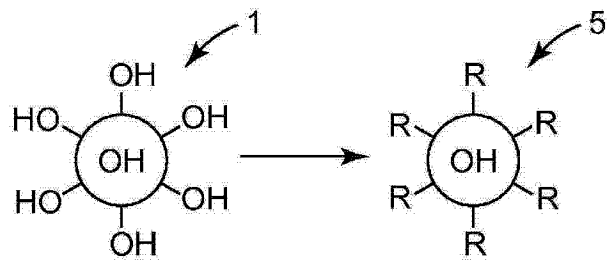


图 1

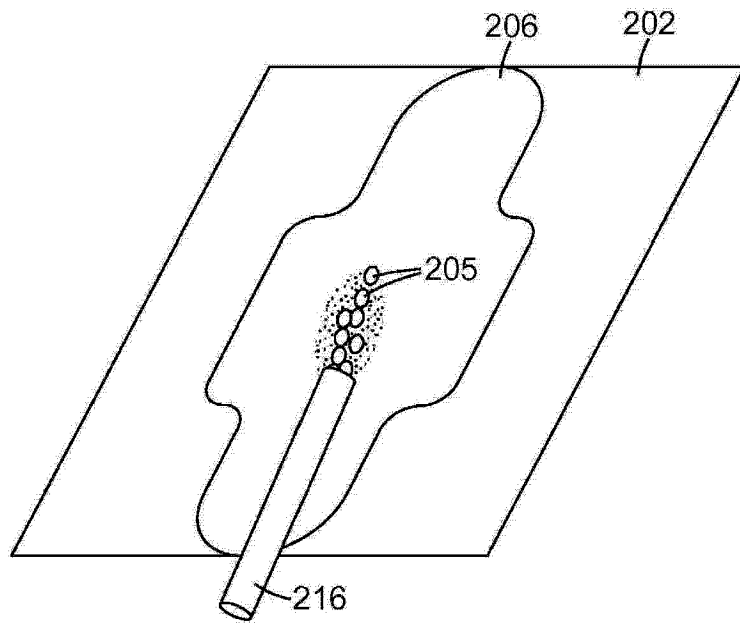


图 2A

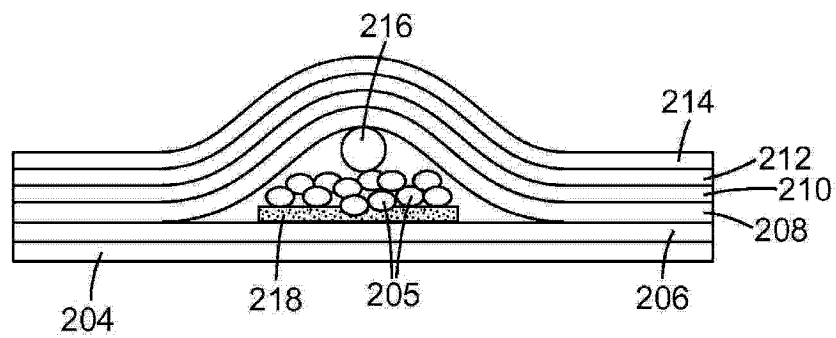


图 2B

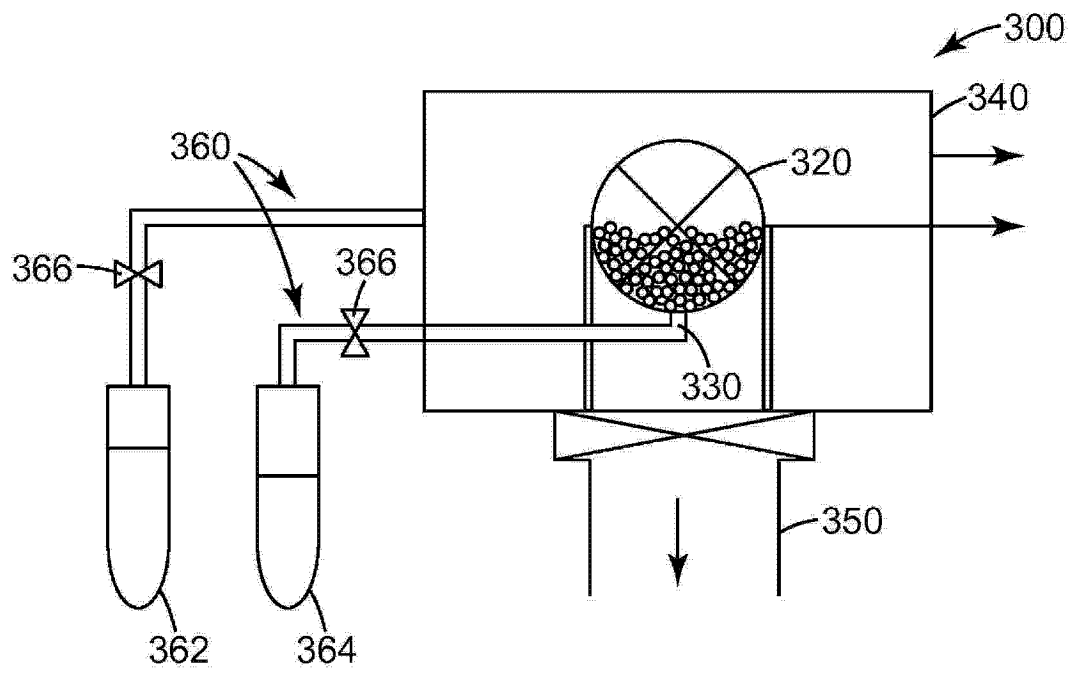


图 3A

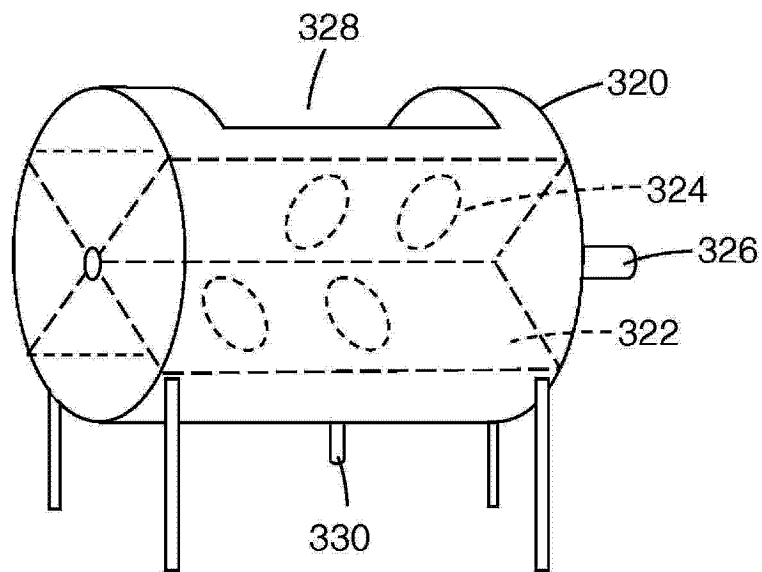


图 3B

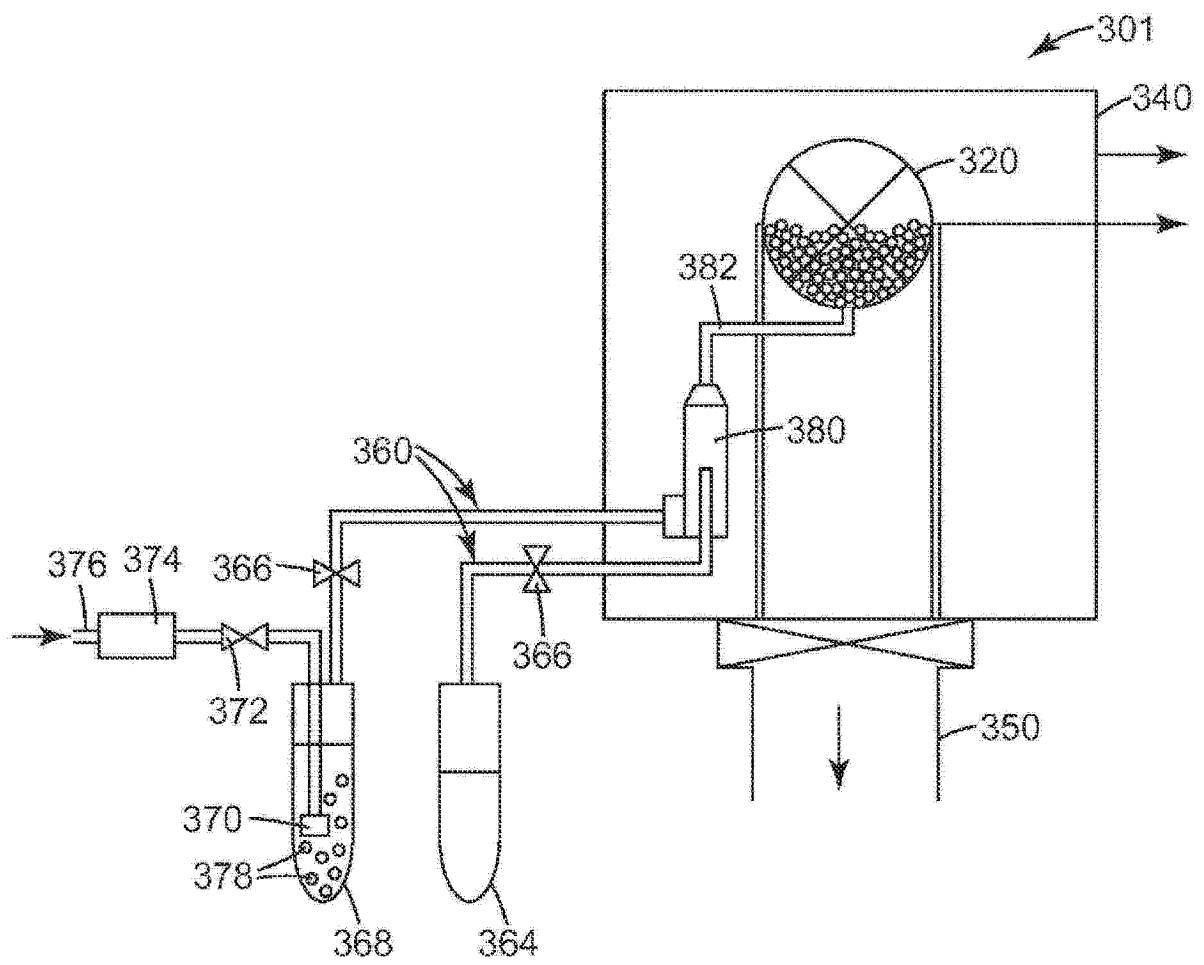


图 3C

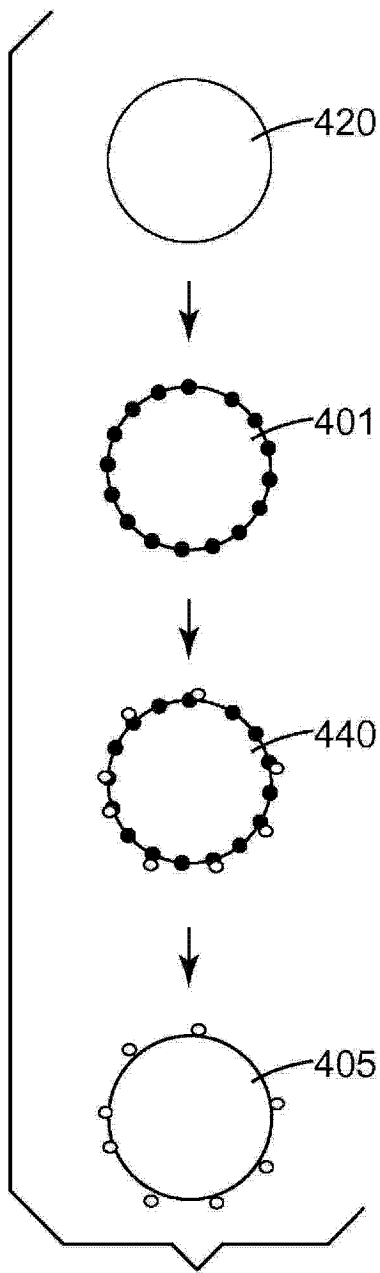


图 4A

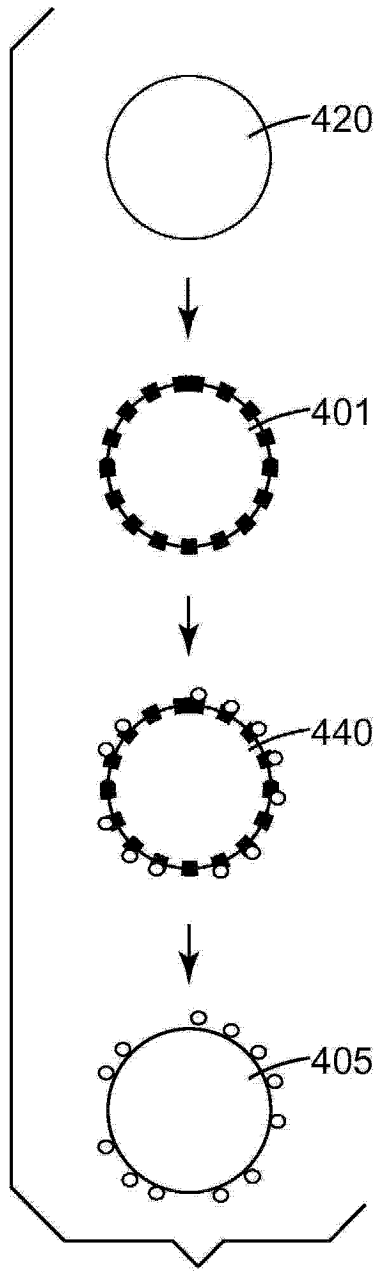


图 4B

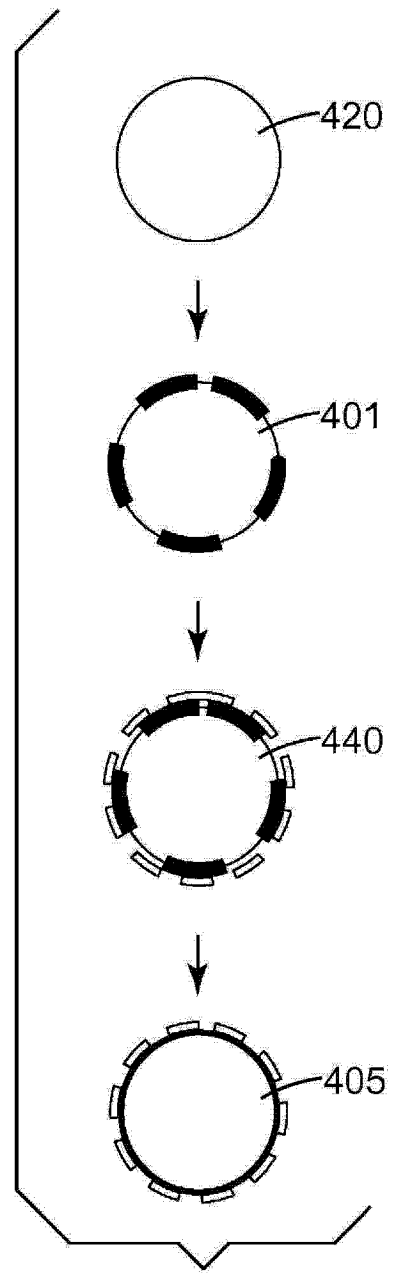


图 4C

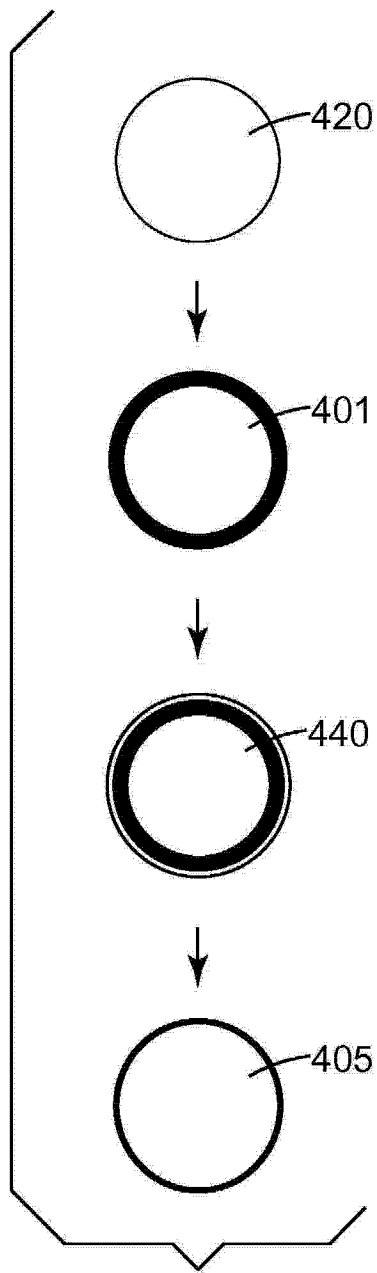


图 4D

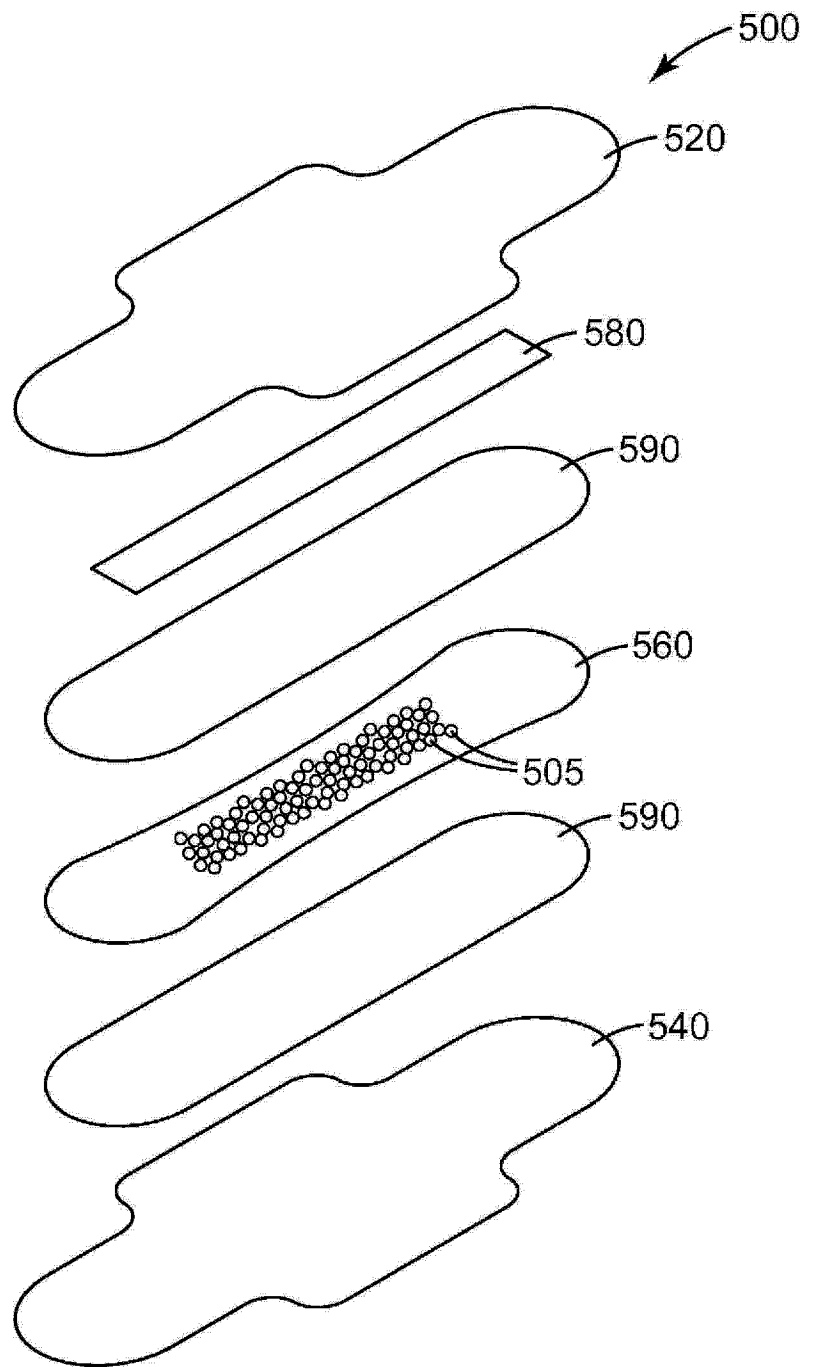


图 5