(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
2020年10月29日(29.10.2020)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2020/218160 A1

(51) 国際特許分類:
C08J 3/12 (2006.01)
A61F 13/53 (2006.01)
B01J 20/26 (2006.01)
C08F 8/00 (2006.01)
C08F 20/06 (2006.01)
C08L 33/02 (2006.01)
C08J 3/24 (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2020/016747

(22) 国際出願日： 2020年4月16日(16.04.2020)

(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 2019-082031 2019年4月23日(23.04.2019) 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:河原 徹(**KAWAHARA Toru**); 〒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).

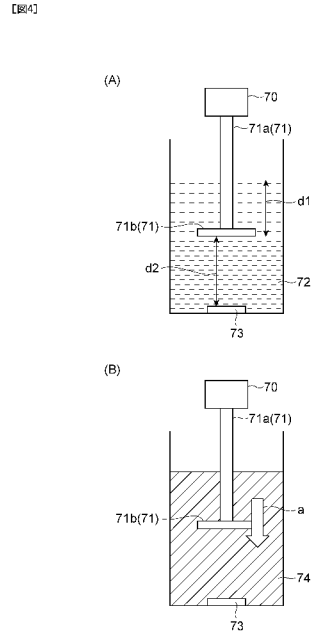
(74) 代理人:長谷川 芳樹, 外(**HASEGAWA Yoshiki** et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目1番1号丸の内 MY PLAZA (明治安田生命ビル) 9階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).

(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, IR, IS, 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, 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,

(54) **Title:** WATER-ABSORBING RESIN PARTICLES, ABSORBENT, AND ABSORBENT ARTICLE

(54) 発明の名称： 吸水性樹脂粒子、吸収体及び吸収性物品



(57) **Abstract:** Water-absorbing resin particles having a gel-layer internal strength, as determined by the following procedure, of 0.8-2.0 N. (1) Prepared is a jig comprising a disk part having front and back flat surfaces with a diameter of 2 cm and having a thickness of 5 mm and a rod part, an end of which has been connected to the center of a first surface of the disk part, which is one of the flat surfaces, the rod part having a circular cross-section with a diameter of 5 mm. Also prepared is a cylindrical vessel containing 176 g of physiological saline and having an inner bottom-surface diameter of 5.7 cm. The jig and the cylindrical vessel are disposed so that the height-direction axis of the cylindrical vessel passes through the center of the disk part. (2) The jig is immersed in the physiological saline so that the second surface of the disk part, which is the flat surface on the reverse side from the first surface, lies below 32 mm from the surface of the physiological saline, and 4.0 g of the water-absorbing resin particles are put into the cylindrical vessel in that state, thereby forming a swollen gel in which the jig has been partly embedded. (3) The jig is pushed down vertically at a speed of 10 cm/min, and a load imposed on the jig at the time when the jig has been pushed down by 6 mm is obtained as the gel-layer internal strength.

WO 2020/218160 A1

[続葉有]

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：

一　国際調査報告（条約第21条(3)）

(57) 要約：下記の手順により測定されるゲル層内部強度が０．８～２．０Ｎである、吸水性樹脂粒子。（１）直径２ｃｍの平坦面を表裏に有する厚さ５ｍｍの円板部、及び、該円板部の一方の平坦面である第１の面の中央に一端が接続され、横断面が直径５ｍｍの円形である棒状部を備える治具と、生理食塩水１７６ｇを入れた底面内径５．７ｃｍの円筒形容器と、を用意し、前記円筒形容器の高さ方向の中心軸が前記円板部の中央に位置するように前記治具及び前記円筒形容器を配置する。（２）前記円板部の前記第１の面とは反対側の平坦面である第２の面が前記生理食塩水の水面から鉛直下方３２ｍｍとなる位置に前記治具を浸した状態で、前記円筒形容器内に吸水性樹脂粒子４．０ｇを入れて、前記治具が埋設された膨潤ゲルを形成させる。（３）前記治具を鉛直下方に速度１０ｃｍ／分で６ｍｍ押し込んだときに、前記治具に負荷される荷重をゲル層内部強度として得る。

明　細　書

発明の名称 ： 吸水性樹脂粒子、吸収体及び吸収性物品

技術分野

[0001] 本発明は、吸水性樹脂粒子、吸収体及び吸収性物品に関する。

背景技術

[0002] 従来、水を主成分とする液体（例えば尿）を吸収するための吸収性物品には、吸水性樹脂粒子を含有する吸収体が用いられている。例えば、下記特許文献１には、おむつ等の吸収性物品に好適に用いられる粒子径を有する吸水性樹脂粒子が開示されている。また、特許文献２には、尿のような体液を収容するのに効果的な吸収性部材として、特定の食塩水流れ誘導性、圧力下性能等を有するヒドロゲル吸収性重合体を使用する方法が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開平０６－３４５８１９号公報

特許文献2：特表平０９－５１０８８９号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 吸収性物品は、使用時において液だまりが生じ得る。液だまりは、着用時の不快感等の原因となりうることから、液だまり吸収時間が改善された吸収性物品が望まれている。

[0005] 本発明の一側面は、液だまり吸収時間が改善された吸収性物品を得ることが可能な吸水性樹脂粒子を提供することを目的とする。また、本発明の他の一側面は、当該吸水性樹脂粒子を用いた吸収体及び吸収性物品を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明の一側面は、下記の手順により測定されるゲル層内部強度が０．８～２．０Ｎである、吸水性樹脂粒子に関する。

（１）直径２ｃｍの平坦面を表裏に有する厚さ５ｍｍの円板部、及び、該円板部の一方の平坦面である第１の面の中央に一端が接続され、横断面が直径５ｍｍの円形である棒状部を備える治具と、生理食塩水１７６ｇを入れた底面内径５．７ｃｍの円筒形容器と、を用意し、前記円筒形容器の高さ方向の中心軸が前記円板部の中央に位置するように前記治具及び前記円筒形容器を配置する。

（２）前記円板部の前記第１の面とは反対側の平坦面である第２の面が前記生理食塩水の水面から鉛直下方３２ｍｍとなる位置に前記治具を浸した状態で、前記円筒形容器内に吸水性樹脂粒子４．０ｇを入れて、前記治具が埋設された膨潤ゲルを形成させる。

（３）前記治具を鉛直下方に速度１０ｃｍ／分で６ｍｍ押し込んだときに、前記治具に負荷される荷重をゲル層内部強度として得る。

[0007] 上述の吸水性樹脂粒子によれば、液だまり吸収時間が改善された吸収性物品を得ることができる。

[0008] 本発明の他の一側面は、上述の吸水性樹脂粒子を含有する、吸収体を提供する。本発明の他の一側面は、上述の吸収体を備える、吸収性物品を提供する。

発明の効果

[0009] 本発明の一側面によれば、液だまり吸収時間が改善された吸収性物品を得ることが可能な吸水性樹脂粒子及びその製造方法を提供することができる。また、本発明の他の一側面によれば、当該吸水性樹脂粒子を用いた吸収体及び吸収性物品を提供することができる。本発明の他の一側面によれば、吸液への樹脂粒子、吸収体及び吸収性物品の応用を提供することができる。本発明の他の一側面によれば、吸収性物品における液だまり吸収時間の調整への吸水性樹脂粒子、吸収体及び吸収性物品の応用を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]吸収性物品の一実施形態を示す断面図である。

[図2]実施例で使用した撹拌翼の概形を示す平面図である。

[図3]吸水性樹脂粒子の荷重下の吸水量の測定装置を示す概略図である。

[図4]ゲル層内部強度の測定方法の一例を示す模式図である。

[図5]ゲル層内部強度の測定結果の一例を示すグラフである。

[図6]液だまり吸収時間の測定方法の一例を示す模式図である。

発明を実施するための形態

[0011] 以下、本発明のいくつかの実施形態について詳細に説明する。ただし、本発明は以下の実施形態に限定されるものではない。

[0012] 本明細書において、「アクリル」及び「メタクリル」を合わせて「（メタ）アクリル」と表記する。「アクリレート」及び「メタクリレート」も同様に「（メタ）アクリレート」と表記する。「（ポリ）」とは、「ポリ」の接頭語がある場合及びない場合の双方を意味するものとする。本明細書に段階的に記載されている数値範囲において、ある段階の数値範囲の上限値又は下限値は、他の段階の数値範囲の上限値又は下限値と任意に組み合わせることができる。本明細書に記載されている数値範囲において、その数値範囲の上限値又は下限値は、実施例に示されている値に置き換えてもよい。「Ａ又はＢ」とは、Ａ及びＢのどちらか一方を含んでいればよく、両方とも含んでいてもよい。「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いう。本明細書に例示する材料は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。組成物中の各成分の含有量は、組成物中に各成分に該当する物質が複数存在する場合、特に断らない限り、組成物中に存在する当該複数の物質の合計量を意味する。

[0013] 一実施形態に係る吸水性樹脂粒子の下記の手順により測定されるゲル層内部強度は、０．８～２．０Ｎである。

（１）直径２ｃｍの平坦面を表裏に有する厚さ５ｍｍの円板部、及び、円板部の一方の平坦面である第１の面の中央に一端が接続され、横断面が直径５ｍｍの円形である棒状部を備える治具と、生理食塩水１７６ｇを入れた底面内径５．７ｃｍの円筒形容器と、を用意し、円筒形容器の高さ方向の中心軸が円板部の中央に位置するように治具及び円筒形容器を配置する。

（２）円板部の第１の面とは反対側の平坦面である第２の面が生理食塩水の水面から鉛直下方３２ｍｍとなる位置に前記治具を浸した状態で、円筒形容器内に吸水性樹脂粒子４．０ｇを入れて、治具が埋設された膨潤ゲルを形成させる。

（３）治具を鉛直下方に速度１０ｃｍ／分で６ｍｍ押し込んだときに、治具に負荷される荷重をゲル層内部強度として得る。

[0014] ゲル層内部強度が上述した範囲内にある吸水性樹脂粒子によれば、液だまり吸収時間が改善された吸収性物品を得ることができる。

[0015] ゲル層内部強度は、液だまり吸収時間がより一層改善される観点から、０．８Ｎ以上、０．９Ｎ以上、１．０Ｎ以上、１．１Ｎ以上、１．２Ｎ以上、又は、１．３Ｎ以上であってよく、２．０Ｎ以下、１．９Ｎ以下、１．８Ｎ以下、１．７Ｎ以下、１．６Ｎ以下、又は、１．５Ｎ以下であってよい。ゲル層内部強度は、例えば、１．０～１．８Ｎ、又は、１．２～１．６Ｎであってよい。ゲル層内部強度が大きくなると、吸収体におけるゲルブロッキングが起きにくくなり、液だまり吸収時間がより短くなる傾向がある。ゲル層内部強度としては、室温（２５±２℃）におけるゲル層内部強度を用いることができる。

[0016] ０．８～２．０Ｎのゲル層内部強度を示す吸水性樹脂粒子は、例えば、吸水性樹脂粒子の内部及び／又は表層における架橋密度を調整すること（例えば、均一な架橋構造を形成させること）等により、得ることができる。

[0017] 上述した（１）～（３）の手順により測定されるゲル層内部強度は、具体的には後述する実施例に記載の方法によって測定することができる。

[0018] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、水を保水可能であればよく、吸液対象の液は水を含むことができる。本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、尿、汗、血液（例えば経血）等の体液の吸収性に優れている。本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、本実施形態に係る吸収体の構成成分として用いることができる。

[0019] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子の生理食塩水の保水量は、１０ｇ／ｇ以

上、１５ｇ／ｇ以上、２０ｇ／ｇ以上、２５ｇ／ｇ以上、３０ｇ／ｇ以上、３２ｇ／ｇ以上、又は、３４ｇ／ｇ以上であってよい。本実施形態に係る吸水性樹脂粒子の生理食塩水の保水量は、８０ｇ／ｇ以下、７０ｇ／ｇ以下、６０ｇ／ｇ以下、５５ｇ／ｇ以下、５２ｇ／ｇ以下、５０ｇ／ｇ以下、４８ｇ／ｇ以下、４５ｇ／ｇ以下、４２ｇ／ｇ以下、又は、４０ｇ／ｇ以下であってよい。本実施形態に係る吸水性樹脂粒子の生理食塩水の保水量は、例えば、１０～８０ｇ／ｇ、２０～６０ｇ／ｇ、又は、３０～４０ｇ／ｇであってよい。保水量としては、室温（２５±２℃）における保水量を用いることができる。保水量は、後述する実施例に記載の方法によって測定できる。

[0020] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子の荷重４．１４ｋＰａ下における生理食塩水の吸水量は、下記の範囲であってよい。前記吸水量は、２ｍＬ／ｇ以上、５ｍＬ／ｇ以上、１０ｍＬ／ｇ以上、１２ｍＬ／ｇ以上、１５ｍＬ／ｇ以上、１８ｍＬ／ｇ以上、２０ｍＬ／ｇ以上、２２ｍＬ／ｇ以上、又は、２５ｍＬ／ｇ以上であってよい。前記吸水量は、４０ｍＬ／ｇ以下、３５ｍＬ／ｇ以下、３０ｍＬ／ｇ以下、２８ｍＬ／ｇ以下、２６ｍＬ／ｇ以下、又は、２４ｍＬ／ｇ以下であってよい。前記吸水量は、例えば、２～４０ｍＬ／ｇ、５～４０ｍＬ／ｇ、１０～３５ｍＬ／ｇ、１２～３５ｍＬ／ｇ、又は、１５～３０ｍＬ／ｇであってよい。吸水量としては、室温（２５±２℃）における吸水量を用いることができる。吸水量は、後述する実施例に記載の方法によって測定できる。

[0021] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子の形状としては、略球状、破砕状、顆粒状等が挙げられる。また、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、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。本実施形態に係る吸水性樹脂粒子（吸水前の吸水性樹脂粒子）の中位粒子径は、下記の範囲が好ましい。中位粒子径は、例えば１００μｍ以上、１４０μｍ以上、２００μｍ以上、２５０μｍ以上、３００μｍ以上、３３０μｍ以上、又は、３５０μｍ以上であってよい。中位粒子径は、例えば、６００μｍ以下、５５０μｍ以下、５００μｍ以下、４

５０μｍ以下、４００μｍ以下、又は、３８０μｍ以下であってよい。中位粒子径は、例えば、２５０～６００μｍであってよい。本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、後述する製造方法により得られた時点で所望の粒度分布を有していてよいが、篩による分級を用いた粒度調整等の操作を行うことにより粒度分布を調整してもよい。

[0022] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、例えば、重合体粒子として、エチレン性不飽和単量体を含有する単量体を重合させて得られる架橋重合体（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）を含むことができる。すなわち、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、エチレン性不飽和単量体に由来する構造単位を有する重合体を含むことが可能であり、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を含む重合体粒子を含むことができる。エチレン性不飽和単量体としては、水溶性エチレン性不飽和単量体を用いることができる。重合方法としては、逆相懸濁重合法、水溶液重合法、バルク重合法、沈殿重合法等が挙げられる。これらの中では、得られる吸水性樹脂粒子の良好な吸水特性（保水量等）の確保、及び、重合反応の制御が容易である観点から、逆相懸濁重合法又は水溶液重合法が好ましい。以下においては、エチレン性不飽和単量体を重合させる方法として、逆相懸濁重合法を例にとって説明する。

[0023] エチレン性不飽和単量体は水溶性であることが好ましく、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、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）アクリルアミド等が挙げられる。エチレン性不飽和単量体がアミノ基を有する場合、当該アミノ基は４級化されていてもよい。エチレン性不飽和単量体は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられて

もよい。上述の単量体のカルボキシル基、アミノ基等の官能基は、後述する表面架橋工程において架橋が可能な官能基として機能し得る。

[0024] これらの中でも、工業的に入手が容易である観点から、エチレン性不飽和単量体は、（メタ）アクリル酸及びその塩、アクリルアミド、メタクリルアミド、並びに、Ｎ，Ｎ－ジメチルアクリルアミドからなる群より選ばれる少なくとも一種の化合物を含むことが好ましく、（メタ）アクリル酸及びその塩、並びに、アクリルアミドからなる群より選ばれる少なくとも一種の化合物を含むことがより好ましい。吸水特性（保水量等）を更に高める観点から、エチレン性不飽和単量体は、（メタ）アクリル酸及びその塩からなる群より選ばれる少なくとも一種の化合物を含むことが更に好ましい。すなわち、吸水性樹脂粒子は、（メタ）アクリル酸に由来する構造単位及び（メタ）アクリル酸の塩に由来する構造単位からなる群より選ばれる少なくとも一種の構造単位を有する重合体を含むことが好ましい。

[0025] 吸水性樹脂粒子を得るための単量体としては、上述のエチレン性不飽和単量体以外の単量体が使用されてもよい。このような単量体は、例えば、上述のエチレン性不飽和単量体を含む水溶液に混合して用いることができる。エチレン性不飽和単量体の使用量は、単量体全量（吸水性樹脂粒子を得るための単量体全量。例えば、架橋重合体の構造単位を与える単量体の全量。以下同様）に対して７０～１００モル％であることが好ましい。中でも、（メタ）アクリル酸及びその塩の割合が単量体全量に対して７０～１００モル％であることがより好ましい。「（メタ）アクリル酸及びその塩の割合」は、（メタ）アクリル酸及びその塩の合計量の割合を意味する。

[0026] 本実施形態によれば、吸水性樹脂粒子の一例として、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を含む吸水性樹脂粒子であって、前記エチレン性不飽和単量体が、（メタ）アクリル酸及びその塩からなる群より選ばれる少なくとも１種の化合物を含み、前記（メタ）アクリル酸及びその塩の割合が、前記吸水性樹脂粒子を得るための単量体全量（例えば、前記架橋重合体の構造単位を与える単量体の全量）に対して７０～１００モ

ル％である、吸水性樹脂粒子を提供することができる。

[0027] エチレン性不飽和単量体は、通常、水溶液として用いることが好適である。エチレン性不飽和単量体を含む水溶液（以下、単に「単量体水溶液」という）におけるエチレン性不飽和単量体の濃度は、２０質量％以上飽和濃度以下が好ましく、２５～７０質量％がより好ましく、３０～５５質量％が更に好ましい。水溶液において使用される水としては、水道水、蒸留水、イオン交換水等が挙げられる。

[0028] 単量体水溶液は、エチレン性不飽和単量体が酸基を有する場合、その酸基をアルカリ性中和剤によって中和して用いてもよい。エチレン性不飽和単量体における、アルカリ性中和剤による中和度は、得られる吸水性樹脂粒子の浸透圧を高くし、吸水特性（保水量等）を更に高める観点から、エチレン性不飽和単量体中の酸性基の１０～１００モル％であることが好ましく、５０～９０モル％であることがより好ましく、６０～８０モル％であることが更に好ましい。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；アンモニアなどが挙げられる。アルカリ性中和剤は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。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で用いられてもよい。エチレン性不飽和単量体の酸基の中和は、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の水溶液を上述の単量体水溶液に滴下して混合することにより行うことができる。

[0029] 逆相懸濁重合法においては、界面活性剤の存在下、炭化水素分散媒中で単量体水溶液を分散し、ラジカル重合開始剤等を用いてエチレン性不飽和単量体の重合を行うことができる。ラジカル重合開始剤としては、水溶性ラジカル重合開始剤を用いることができる。

[0030] 界面活性剤としては、ノニオン系界面活性剤、アニオン系界面活性剤等が挙げられる。ノニオン系界面活性剤としては、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、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等が挙げられる。アニオン系界面活性剤としては、脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルメチルタウリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルスルホン酸塩、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が挙げられる。界面活性剤は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。

[0031] W／O型逆相懸濁の状態が良好であり、好適な粒子径を有する吸水性樹脂粒子が得られやすく、工業的に入手が容易である観点から、界面活性剤は、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及びショ糖脂肪酸エステルからなる群より選ばれる少なくとも一種の化合物を含むことが好ましい。吸水性樹脂粒子の適切な粒度分布が得られやすい観点、並びに、吸水性樹脂粒子の吸水特性（保水量等）及びそれを用いた吸収性物品の性能が向上しやすい観点から、界面活性剤は、ショ糖脂肪酸エステルを含むことが好ましく、ショ糖ステアリン酸エステルがより好ましい。

[0032] 界面活性剤の使用量は、使用量に対する効果が充分に得られる観点、及び、経済的である観点から、単量体水溶液１００質量部に対して、０．０５～１０質量部が好ましく、０．０８～５質量部がより好ましく、０．１～３質量部が更に好ましい。

[0033] 逆相懸濁重合では、上述の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。高分子系分散剤としては、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。高分子系分散剤は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。高分子系分散剤としては、単量体の分散安定性に優れる観点から、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、及び、酸化型エチレン・プロピレン共重合体からなる群より選ばれる少なくとも一種が好ましい。

[0034] 高分子系分散剤の使用量は、使用量に対する効果が充分に得られる観点、及び、経済的である観点から、単量体水溶液１００質量部に対して、０．０５～１０質量部が好ましく、０．０８～５質量部がより好ましく、０．１～３質量部が更に好ましい。

[0035] 炭化水素分散媒は、炭素数６～８の鎖状脂肪族炭化水素、及び、炭素数６～８の脂環式炭化水素からなる群より選ばれる少なくとも一種の化合物を含んでいてもよい。炭化水素分散媒としては、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－オクタン等の鎖状脂肪族炭化水素；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式炭化水素；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素などが挙げられる。炭化水素分散媒は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。

[0036] 炭化水素分散媒は、工業的に入手が容易であり、かつ、品質が安定している観点から、ｎ－ヘプタン及びシクロヘキサンからなる群より選ばれる少なくとも一種を含んでいてもよい。また、同様の観点から、上述の炭化水素分散媒の混合物としては、例えば、市販されているエクソールヘプタン（エクソンモービル社製：ｎ－ヘプタン及び異性体の炭化水素７５～８５％含有）を用いてもよい。

[0037] 炭化水素分散媒の使用量は、重合熱を適度に除去し、重合温度を制御しやすい観点から、単量体水溶液１００質量部に対して、３０～１０００質量部が好ましく、４０～５００質量部がより好ましく、５０～４００質量部が更に好ましい。炭化水素分散媒の使用量が３０質量部以上であることにより、重合温度の制御が容易である傾向がある。炭化水素分散媒の使用量が１０００質量部以下であることにより、重合の生産性が向上する傾向があり、経済的である。

[0038] ラジカル重合開始剤は水溶性であることが好ましく、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；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；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－（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－［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）等のアゾ化合物などが挙げられる。ラジカル重合開始剤は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。ラジカル重合開始剤としては、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、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－（２－イミダゾリン－２－イル）プロパン］２塩酸塩、及び、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塩酸塩からなる群より選ばれる少なくとも一種が好ましく、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、及び、過硫酸ナトリウムからなる群より選ばれる少なくとも一種がより好ましい。

[0039] ラジカル重合開始剤の使用量は、エチレン性不飽和単量体１モルに対して０．０５～１０ミリモルであってよい。ラジカル重合開始剤の使用量が０．０５ミリモル以上であると、重合反応に長時間を要さず、効率的である。ラジカル重合開始剤の使用量が１０ミリモル以下であると、急激な重合反応が起こることを抑制しやすい。

[0040] 上述の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、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。

[0041] 重合反応の際、重合に用いる単量体水溶液は、連鎖移動剤を含んでいてもよい。連鎖移動剤としては、次亜リン酸塩類、チオール類、チオール酸類、第２級アルコール類、アミン類等が挙げられる。

[0042] 吸水性樹脂粒子の粒子径を制御するために、重合に用いる単量体水溶液は、増粘剤を含んでいてもよい。増粘剤としては、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が挙げられる。なお、重合時の撹拌速度が同じであれば、単量体水溶液の粘度が高いほど、得られる粒子の中位粒子径は大きくなる傾向にある。

[0043] 重合の際に自己架橋による架橋が生じ得るが、内部架橋剤を用いることで架橋を施してもよい。内部架橋剤を用いると、吸水性樹脂粒子の吸水特性（保水量等）を制御しやすい。内部架橋剤は、通常、重合反応の際に反応液に添加される。内部架橋剤としては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、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のジ又はトリ（メタ）アクリル酸エステル類；上述のポリオール類と不飽和酸（マレイン酸、フマール酸等）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（メタ）アクリルアミド等のビス（メタ）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又はトリ（メタ）アクリル酸エステル類；ポリイソシアネート（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）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、（ポリ）グリセリ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；エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、α－メチルエピクロロヒドリン等のハロエポキシ化合物；イソシアネート化合物（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）などの、反応性官能基を２個以上有する化合物などが挙げられる。内部架橋剤は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。内部架橋剤として

は、ポリグリシジル化合物が好ましく、ジグリシジルエーテル化合物がより好ましく、（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、及び、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテルからなる群より選ばれる少なくとも一種が更に好ましい。

[0044] 内部架橋剤の使用量は、得られる重合体が適度に架橋されることにより水溶性の性質が抑制され、充分な吸水量が得られやすい観点から、エチレン性不飽和単量体１モル当たり、３０ミリモル以下が好ましく、０．０１～１０ミリモルがより好ましく、０．０１２～５ミリモルが更に好ましく、０．０１５～１ミリモルが特に好ましく、０．０２～０．１ミリモルが極めて好ましく、０．０２５～０．０６ミリモルが非常に好ましい。

[0045] エチレン性不飽和単量体、ラジカル重合開始剤、界面活性剤、高分子系分散剤、炭化水素分散媒等（必要に応じて更に内部架橋剤）を混合した状態において撹拌下で加熱し、油中水系において逆相懸濁重合を行うことができる。

[0046] 逆相懸濁重合を行う際には、界面活性剤（必要に応じて更に高分子系分散剤）の存在下で、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、界面活性剤、高分子系分散剤等の添加時期は、単量体水溶液の添加の前後どちらであってもよい。

[0047] 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の量を低減しやすい観点から、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界面活性剤を更に分散させてから重合を行うことが好ましい。

[0048] 逆相懸濁重合は、１段、又は、２段以上の多段で行うことができる。逆相懸濁重合は、生産性を高める観点から、２～３段で行うことが好ましい。

[0049] 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、エチレン性不飽和単量体の他に、上述のラジカル重合開始剤及び／又は内部架橋剤を、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エチレン性不飽和単量体の量を基準として、上述の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好ましい。なお、２段目以降の各段における逆相懸濁重合では、必要に応じて内部架橋剤を用いてもよい。内部架橋剤を用いる場合は、各段に供するエチレン性不飽和単量体の量を基準として、上述の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好ましい。

[0050] 重合反応の温度は、使用するラジカル重合開始剤によって異なるが、重合を迅速に進行させ、重合時間を短くすることにより、経済性を高めると共に、容易に重合熱を除去して円滑に反応を行う観点から、２０～１５０℃が好ましく、４０～１２０℃がより好ましい。反応時間は、通常、０．５～４時間である。重合反応の終了は、例えば、反応系内の温度上昇の停止により確認することができる。これにより、エチレン性不飽和単量体の重合体は、通常、含水ゲルの状態で得られる。

[0051] 重合後、得られた含水ゲル状重合体に重合後架橋剤を添加して加熱することで架橋を施してもよい。重合後に架橋を行うことで含水ゲル状重合体の架橋度を高めて吸水特性（保水量等）を更に向上させることができる。

[0052] 重合後架橋剤としては、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；（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、２個以上のエポキシ基を有する化合物；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、２個以上のイソシアネート基を有する化合物；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などが挙げられる。これらの中でも、（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、（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。架橋剤は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。

[0053] 重合後架橋剤の量は、得られる含水ゲル状重合体が適度に架橋されることにより、好適な吸水特性（保水量等）が得られやすい観点から、エチレン性不飽和単量体１モル当たり、３０ミリモル以下が好ましく、１０ミリモル以下がより好ましく、０．０１～５ミリモルが更に好ましく、０．０１２～１ミリモルが特に好ましく、０．０１５～０．１ミリモルが極めて好ましく、０．０２～０．０５ミリモルが非常に好ましい。

[0054] 重合後架橋剤の添加時期としては、重合に用いられるエチレン性不飽和単量体の重合後であればよく、多段重合の場合は、多段重合後に添加されることが好ましい。なお、重合時及び重合後の発熱、工程遅延による滞留、架橋剤添加時の系の開放、及び架橋剤添加に伴う水の添加等による水分の変動を考慮して、重合後架橋剤は、含水率（後述）の観点から、［重合直後の含水率±３質量％］の領域で添加することが好ましい。

[0055] 引き続き、得られた含水ゲル状重合体から水分を除去するために乾燥を行うことにより重合体粒子（例えば、エチレン性不飽和単量体に由来する構造単位を有する重合体を含む重合体粒子）が得られる。乾燥方法としては、例えば、（ａ）含水ゲル状重合体が炭化水素分散媒に分散した状態で、外部から加熱することにより共沸蒸留を行い、炭化水素分散媒を還流させて水分を除去する方法、（ｂ）デカンテーションにより含水ゲル状重合体を取り出し、減圧乾燥する方法、（ｃ）フィルターにより含水ゲル状重合体をろ別し、減圧乾燥する方法等が挙げられる。中でも、製造工程における簡便さから、

（ａ）の方法を用いることが好ましい。

[0056] 重合反応時の撹拌機の回転数を調整することによって、あるいは、重合反応後又は乾燥の初期において凝集剤を系内に添加することによって吸水性樹脂粒子の粒子径を調整することができる。凝集剤を添加することにより、得られる吸水性樹脂粒子の粒子径を大きくすることができる。凝集剤としては、無機凝集剤を用いることができる。無機凝集剤（例えば粉末状無機凝集剤）としては、シリカ、ゼオライト、ベントナイト、酸化アルミニウム、タルク、二酸化チタン、カオリン、クレイ、ハイドロタルサイト等が挙げられる。凝集効果に優れる観点から、凝集剤としては、シリカ、酸化アルミニウム、タルク及びカオリンからなる群より選ばれる少なくとも一種が好ましい。

[0057] 逆相懸濁重合において、凝集剤を添加する方法としては、重合で用いられるものと同種の炭化水素分散媒又は水に凝集剤を予め分散させてから、撹拌下で、含水ゲル状重合体を含む炭化水素分散媒中に混合する方法が好ましい。

[0058] 凝集剤の添加量は、重合に使用するエチレン性不飽和単量体１００質量部に対して、０．００１～１質量部が好ましく、０．００５～０．５質量部がより好ましく、０．０１～０．２質量部が更に好ましい。凝集剤の添加量が上述の範囲内であることによって、目的とする粒度分布を有する吸水性樹脂粒子が得られやすい。

[0059] 吸水性樹脂粒子の製造においては、乾燥工程（水分除去工程）又はそれ以降の工程において、表面架橋剤を用いて含水ゲル状重合体の表面部分（表面及び表面近傍）の表面架橋が行われることが好ましい。表面架橋を行うことで、吸水性樹脂粒子の吸水特性（保水量等）などを制御しやすい。表面架橋は、含水ゲル状重合体が特定の含水率であるタイミングで行われることが好ましい。表面架橋の時期は、含水ゲル状重合体の含水率が５～５０質量％である時点が好ましく、１０～４０質量％である時点がより好ましく、１５～３５質量％である時点が更に好ましい。なお、含水ゲル状重合体の含水率（質量％）は、次の式で算出される。

含水率＝［Ｗｗ／（Ｗｗ＋Ｗｓ）］×１００

Ｗｗ：全重合工程の重合前の単量体水溶液に含まれる水分量から、乾燥工程により系外部に排出された水分量を差し引いた量に、凝集剤、表面架橋剤等を混合する際に必要に応じて用いられる水分量を加えた含水ゲル状重合体の水分量。

Ｗｓ：含水ゲル状重合体を構成するエチレン性不飽和単量体、架橋剤、開始剤等の材料の仕込量から算出される固形分量。

[0060] 表面架橋剤としては、例えば、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。表面架橋剤としては、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；エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、α－メチルエピクロロ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などが挙げられる。表面架橋剤は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。表面架橋剤としては、ポリグリシジル化合物が好ましく、（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）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、（ポリ）プロピレングリコールポリグリシジルエーテル、及び、ポリグリセロールポリグリシジルエーテルからなる群より選ばれる少なくとも一種がより好ましい。

[0061] 表面架橋剤の使用量は、好適な吸水特性（保水量等）が得られやすい観点から、重合に使用するエチレン性不飽和単量体１モルに対して、０．０１～２０ミリモルが好ましく、０．０５～１０ミリモルがより好ましく、０．１～５ミリモルが更に好ましく、０．１５～１ミリモルが特に好ましく、０．２～０．５ミリモルが極めて好ましい。

[0062] 表面架橋後において、公知の方法で水及び炭化水素分散媒を留去すること、加熱減圧下で乾燥すること等により、表面架橋された乾燥品である重合体粒子を得ることができる。

[0063] 重合反応は、撹拌翼を有する各種撹拌機を用いて行うことができる。撹拌翼としては、平板翼、格子翼、パドル翼、プロペラ翼、アンカー翼、タービン翼、ファウドラー翼、リボン翼、フルゾーン翼、マックスブレンド翼等を用いることができる。平板翼は、軸（撹拌軸）と、軸の周囲に配置された平板部（撹拌部）とを有している。平板部は、スリット等を有していてもよい。撹拌翼として平板翼を用いた場合には、重合体粒子における架橋反応を均一に行いやすく、保水量等の吸水特性を維持しながらゲル層内部強度を好適な範囲に調整しやすい。

[0064] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、重合体粒子に加えて、例えば、ゲル安定剤、金属キレート剤（エチレンジアミン４酢酸及びその塩、ジエチレントリアミン５酢酸及びその塩、例えばジエチレントリアミン５酢酸５ナトリウム等）、流動性向上剤（滑剤）等の追加成分を更に含むことができる。追加成分は、重合体粒子の内部、重合体粒子の表面上、又は、これらの両方に配置され得る。

[0065] 吸水性樹脂粒子は、重合体粒子の表面上に配置された複数の無機粒子を含んでいてもよい。例えば、重合体粒子と無機粒子とを混合することにより、

重合体粒子の表面上に無機粒子を配置することができる。この無機粒子は、非晶質シリカ等のシリカ粒子であってもよい。

[0066] 吸水性樹脂粒子が、重合体粒子の表面上に配置された無機粒子を含む場合、無機粒子の含有量は、重合体粒子の全質量を基準として下記の範囲であってよい。無機粒子の含有量は、０．０５質量％以上、０．１質量％以上、０．１５質量％以上、又は、０．２質量％以上であってよい。無機粒子の含有量は、５．０質量％以下、３．０質量％以下、１．０質量％以下、又は、０．５質量％以下であってよい。

[0067] ここでの無機粒子は、通常、重合体粒子の大きさと比較して微小な大きさを有する。例えば、無機粒子の平均粒子径は、０．１～５０μｍ、０．５～３０μｍ、又は、１～２０μｍであってよい。平均粒子径は、粒子の特性に応じて、細孔電気抵抗法又はレーザー回折・散乱法によって測定できる。

[0068] 本実施形態に係る吸収体は、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子を含有する。本実施形態に係る吸収体は、繊維状物を含有していてもよく、例えば、吸水性樹脂粒子及び繊維状物を含む混合物である。吸収体の構成としては、例えば、吸水性樹脂粒子及び繊維状物が均一混合された構成であってよく、シート状又は層状に形成された繊維状物の間に吸水性樹脂粒子が挟まれた構成であってもよく、その他の構成であってもよい。

[0069] 繊維状物としては、微粉砕された木材パルプ；コットン；コットンリンター；レーヨン；セルロースアセテート等のセルロース系繊維；ポリアミド、ポリエステル、ポリオレフィン等の合成繊維；これらの繊維の混合物などが挙げられる。繊維状物の平均繊維長は、通常０．１～１０ｍｍであり、０．５～５ｍｍであってもよい。繊維状物は、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。繊維状物としては、親水性繊維を用いることができる。

[0070] 吸収体の使用前及び使用中における形態保持性を高めるために、繊維状物に接着性バインダーを添加することによって繊維同士を接着させてもよい。接着性バインダーとしては、熱融着性合成繊維、ホットメルト接着剤、接着

性エマルジョン等が挙げられる。接着性バインダーは、単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。

[0071] 熱融着性合成繊維としては、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等の全融型バインダー；ポリプロピレンとポリエチレンとのサイドバイサイド又は芯鞘構造からなる非全融型バインダーなどが挙げられる。上述の非全融型バインダーにおいては、ポリエチレン部分のみ熱融着することができる。

[0072] ホットメルト接着剤としては、例えば、エチレン－酢酸ビニルコポリマー、スチレン－イソプレン－スチレンブロックコポリマー、スチレン－ブタジエン－スチレンブロックコポリマー、スチレン－エチレン－ブチレン－スチレンブロックコポリマー、スチレン－エチレン－プロピレン－スチレンブロックコポリマー、アモルファスポリプロピレン等のベースポリマーと、粘着付与剤、可塑剤、酸化防止剤等との混合物が挙げられる。

[0073] 接着性エマルジョンとしては、例えば、メチルメタクリレート、スチレン、アクリロニトリル、２－エチルヘキシルアクリレート、ブチルアクリレート、ブタジエン、エチレン、及び、酢酸ビニルからなる群より選ばれる少なくとも一種の単量体の重合物が挙げられる。

[0074] 本実施形態に係る吸収体は、無機粉末（例えば非晶質シリカ）、消臭剤、抗菌剤、顔料、染料、香料、粘着剤等を含有してもよい。吸水性樹脂粒子が無機粒子を含む場合、吸収体は、吸水性樹脂粒子中の無機粒子とは別に無機粉末を含有してよい。

[0075] 本実施形態に係る吸収体の形状は、例えばシート状であってよい。吸収体の厚さ（例えば、シート状の吸収体の厚さ）は、０．１～２０ｍｍ又は０．３～１５ｍｍであってよい。

[0076] 吸収体における吸水性樹脂粒子の含有量は、充分な吸収特性を得やすい観点から、吸水性樹脂粒子及び繊維状物の合計に対して、２～１００質量％、１０～８０質量％又は２０～６０質量％であってよい。

[0077] 吸収体における吸水性樹脂粒子の含有量は、充分な吸収特性を得やすい観

点から、吸収体１ｍ^{2}当たり、１００～１０００ｇが好ましく、１５０～８００ｇがより好ましく、２００～７００ｇが更に好ましい。吸収体における繊維状物の含有量は、充分な吸収特性を得やすい観点から、吸収体１ｍ^{2}あたり、５０～８００ｇが好ましく、１００～６００ｇがより好ましく、１５０～５００ｇが更に好ましい。

[0078] 本実施形態に係る吸収性物品は、本実施形態に係る吸収体を備える。本実施形態に係る吸収性物品の他の構成部材としては、吸収体を保形すると共に吸収体の構成部材の脱落や流動を防止するコアラップ；吸液対象の液が浸入する側の最外部に配置される液体透過性シート；吸液対象の液が浸入する側とは反対側の最外部に配置される液体不透過性シート等が挙げられる。吸収性物品としては、おむつ（例えば紙おむつ）、トイレトレーニングパンツ、失禁パッド、衛生材料（生理用ナプキン、タンポン等）、汗取りパッド、ペットシート、簡易トイレ用部材、動物排泄物処理材などが挙げられる。

[0079] 図１は、吸収性物品の一例を示す断面図である。図１に示す吸収性物品１００は、吸収体１０と、コアラップ２０ａ，２０ｂと、液体透過性シート３０と、液体不透過性シート４０と、を備える。吸収性物品１００において、液体不透過性シート４０、コアラップ２０ｂ、吸収体１０、コアラップ２０ａ、及び、液体透過性シート３０がこの順に積層している。図１において、部材間に間隙があるように図示されている部分があるが、当該間隙が存在することなく部材間が密着していてよい。

[0080] 吸収体１０は、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子１０ａと、繊維状物を含む繊維層１０ｂと、を有する。吸水性樹脂粒子１０ａは、繊維層１０ｂ内に分散している。

[0081] コアラップ２０ａは、吸収体１０に接した状態で吸収体１０の一方面側（図１中、吸収体１０の上側）に配置されている。コアラップ２０ｂは、吸収体１０に接した状態で吸収体１０の他方面側（図１中、吸収体１０の下側）に配置されている。吸収体１０は、コアラップ２０ａとコアラップ２０ｂとの間に配置されている。コアラップ２０ａ，２０ｂとしては、ティッシュ、

不織布、織布、液体透過孔を有する合成樹脂フィルム、網目を有するネット状シート等が挙げられる。コアラップ２０ａ及びコアラップ２０ｂは、例えば、吸収体１０と同等の大きさの主面を有している。

[0082] 液体透過性シート３０は、吸収対象の液が浸入する側の最外部に配置されている。液体透過性シート３０は、コアラップ２０ａに接した状態でコアラップ２０ａ上に配置されている。液体透過性シート３０としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミド等の合成樹脂からなる不織布、多孔質シートなどが挙げられる。液体不透過性シート４０は、吸収性物品１００において液体透過性シート３０とは反対側の最外部に配置されている。液体不透過性シート４０は、コアラップ２０ｂに接した状態でコアラップ２０ｂの下側に配置されている。液体不透過性シート４０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、これらの合成樹脂と不織布との複合材料からなるシートなどが挙げられる。液体透過性シート３０及び液体不透過性シート４０は、例えば、吸収体１０の主面よりも広い主面を有しており、液体透過性シート３０及び液体不透過性シート４０の外縁部は、吸収体１０及びコアラップ２０ａ，２０ｂの周囲に延在している。

[0083] 吸収体１０、コアラップ２０ａ，２０ｂ、液体透過性シート３０、及び、液体不透過性シート４０の大小関係は、特に限定されず、吸収性物品の用途等に応じて適宜調整される。また、コアラップ２０ａ，２０ｂを用いて吸収体１０を保形する方法は、特に限定されず、図１に示すように複数のコアラップにより吸収体を包んでよく、１枚のコアラップにより吸収体を包んでもよい。

[0084] 吸収体は、トップシートに接着されていてもよい。吸収体がコアラップにより挟持又は被覆されている場合、少なくともコアラップとトップシートとが接着されていることが好ましく、コアラップとトップシートとが接着されていると共にコアラップと吸収体とが接着されていることがより好ましい。吸収体の接着方法としては、ホットメルト接着剤をトップシートに対して所

定間隔で幅方向にストライプ状、スパイラル状等に塗布して接着する方法；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、その他の水溶性高分子等の水溶性バインダーを用いて接着する方法などが挙げられる。また、吸収体が熱融着性合成繊維を含む場合、熱融着性合成繊維の熱融着によって接着する方法を採用してもよい。

[0085] 本実施形態によれば、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子、吸収体又は吸収性物品を用いた吸液方法を提供することができる。本実施形態に係る吸液方法は、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子、吸収体又は吸収性物品に吸液対象の液を接触させる工程を備える。

[0086] 本実施形態によれば、吸収性物品における液だまり吸収時間の調整方法であって、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子、吸収体又は吸収性物品を用いた液だまり吸収時間の調整方法（例えば、液だまり吸収時間の改善方法）を提供することができる。本実施形態に係る液だまり吸収時間の調整方法は、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子に関して上述した（１）～（３）の手順により測定されるゲル層内部強度を調整する調整工程を備える。調整工程では、ゲル層内部強度を上述の各範囲（例えば０．８～２．０Ｎ）に調整することができる。

[0087] 本実施形態によれば、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子に関して上述した（１）～（３）の手順により測定されるゲル層内部強度に基づき吸水性樹脂粒子を選定する選定工程を備える、吸水性樹脂粒子の製造方法を提供することができる。選定工程では、ゲル層内部強度を上述の各範囲（例えば０．８～２．０Ｎ）に調整することができる。

[0088] 本実施形態によれば、上述の吸水性樹脂粒子の製造方法により得られた吸水性樹脂粒子を用いた、吸収体の製造方法を提供することができる。本実施形態に係る吸収体の製造方法は、上述の吸水性樹脂粒子の製造方法により吸水性樹脂粒子を得る粒子製造工程を備える。本実施形態に係る吸収体の製造方法は、粒子製造工程の後に、吸水性樹脂粒子と繊維状物とを混合する工程を備えてよい。本実施形態によれば、上述の吸収体の製造方法により得られ

た吸収体を用いた、吸収性物品の製造方法を提供することができる。本実施形態に係る吸収性物品の製造方法は、上述の吸収体の製造方法により吸収体を得る吸収体製造工程を備える。本実施形態に係る吸収性物品の製造方法は、吸収体製造工程の後に、吸収体と吸収性物品の他の構成部材とを用いて吸収性物品を得る工程を備えてよく、当該工程では、例えば、吸収体と吸収性物品の他の構成部材とを互いに積層することにより吸収性物品を得る。

実施例

[0089] 以下、実施例を挙げて本発明についてさらに具体的に説明する。ただし、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

[0090] １．吸水性樹脂粒子の作製

実施例１

還流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管、及び、撹拌機を備えた内径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。撹拌機には、図２に概形を示す撹拌翼２００を取り付けた。撹拌翼２００は、軸２００ａ及び平板部２００ｂを備えている。平板部２００ｂは、軸２００ａに溶接されると共に、湾曲した先端を有している。平板部２００ｂには、軸２００ａの軸方向に沿って延びる４つのスリットＳが形成されている。４つのスリットＳは平板部２００ｂの幅方向に配列されており、内側の二つのスリットＳの幅は１ｃｍであり、外側二つのスリットＳの幅は０．５ｃｍである。平板部２００ｂの長さは約１０ｃｍであり、平板部２００ｂの幅は約６ｃｍである。準備したセパラブルフラスコ内でｎ－ヘプタン２９３ｇ、及び分散剤（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を混合した。セパラブルフラスコ内の混合物を、撹拌機で撹拌しつつ、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。

[0091] 一方、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）をとり、外部より冷却しつつ、２０．９質量％の水酸化ナトリウム水溶液１４７．

７ｇを滴下して７５モル％の中和を行った後、増粘剤としてヒドロキシルエチルセルロース０．０９２ｇ（住友精化株式会社、ＨＥＣＡＷ－１５Ｆ）、水溶性ラジカル重合開始剤として過硫酸ナトリウム０．０６４８ｇ（０．２７２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０．０１０ｇ（０．０５７ミリモル）を加えて溶解し、第１段目の水性液を調製した。

[0092] そして、上記にて調製した水性液をセパラブルフラスコに添加して、１０分間撹拌した後、ｎ－ヘプタン６．６２ｇに界面活性剤としてＨＬＢ３のショ糖ステアリン酸エステル（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、さらに添加して、撹拌機の回転数を３５０ｒｐｍとして撹拌しながら系内を窒素で充分に置換した後、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。

[0093] 一方、別の内容積５００ｍＬ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１２８．８ｇ（１．４４モル）をとり、外部より冷却しつつ、２７質量％の水酸化ナトリウム水溶液１５９．０ｇを滴下して７５モル％の中和を行った後、水溶性ラジカル重合開始剤として過硫酸ナトリウム０．０９０７ｇ（０．３８１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０．０１１６ｇ（０．０６７ミリモル）を加えて溶解し、第２段目の水性液を調製した。

[0094] 撹拌機の回転数を６５０ｒｐｍとして撹拌しながら、上記のセパラブルフラスコ系内を２５℃に冷却した後、上記第２段目の水性液の全量を、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分間行って、含水ゲル状重合体を得た。

[0095] 第２段目の重合後の含水ゲル状重合体に、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０．５８９ｇを撹拌下で添加した。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、ｎ－ヘプタンを還流しながら、２３８．６ｇの水を系外へ抜き出した。その後、フラスコに表面架橋剤として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４．４２ｇ（０．５０７ミリモル）を添加し、８３℃で２時間保持した。

[0096] その後、ｎ－ヘプタンを１２５℃にて蒸発させて乾燥させることによって、重合体粒子（乾燥品）を得た。この重合体粒子を目開き８５０μｍの篩に通過させ、重合体粒子の質量に対して０．５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）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を２２６．４ｇ得た。該吸水性樹脂粒子の中位粒子径は３７８μｍであった。

[0097] 実施例２

ｎ－ヘプタンと水との共沸蒸留により抜き出す水の量を２５７．２ｇに変更したこと以外は、実施例１と同様にして、吸水性樹脂粒子を２３１．２ｇ得た。該吸水性樹脂粒子の中位粒子径は３５９μｍであった。

[0098] 実施例３

第１段目の重合スラリー液を得る際の撹拌機の回転数を４２５ｒｐｍに変更したこと、ｎ－ヘプタンと水との共沸蒸留により抜き出す水の量を２７１．０ｇに変更したこと、重合体粒子の質量に対して０．２質量％の非晶質シリカを重合体粒子と混合したこと以外は、実施例１と同様にして、吸水性樹脂粒子を２２９．０ｇ得た。該吸水性樹脂粒子の中位粒子径は３６０μｍであった。

[0099] 実施例４

第１段目の重合スラリー液を得る際の撹拌機の回転数を４２５ｒｐｍに変更したこと、含水ゲル状重合体を得る際に、セパラブルフラスコ系内を３１℃に冷却した後、第２段目の水性液の全量を、第１段目の重合スラリー液に添加したこと、ｎ－ヘプタンと水との共沸蒸留により抜き出す水の量を２７５．８ｇに変更したこと、重合体粒子の質量に対して０．２質量％の非晶質シリカを重合体粒子と混合したこと以外は、実施例１と同様にして、吸水性

樹脂粒子を２３２．０ｇ得た。該吸水性樹脂粒子の中位粒子径は１４８μｍであった。

[0100] 比較例１

撹拌翼として、翼径５ｃｍの４枚傾斜パドル翼を２段有する撹拌翼を用いたこと、第１段目の水性液の調製において、水溶性ラジカル重合開始剤として２，２’－アゾビス（２－アミジノプロパン）２塩酸塩０．０９２ｇ（０．３３９ミリモル）、および過硫酸カリウム０．０１８ｇ（０．０６８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０．００４６ｇ（０．０２６ミリモル）を加えたこと、第１段目の重合スラリー液を得る際の撹拌機の回転数を５５０ｒｐｍに変更したこと、水溶性ラジカル重合開始剤として２，２’－アゾビス（２－アミジノプロパン）２塩酸塩０．１２９ｇ（０．４７５ミリモル）、および過硫酸カリウム０．０２６ｇ（０．０９５ミリモル）を加えたこと、含水ゲル状重合体を得る際の撹拌機の回転数を１０００ｒｐｍに変更したこと、ｎ－ヘプタンと水との共沸蒸留により抜き出す水の量を２０７．９ｇとしたこと、重合体粒子の質量に対して０．２質量％の非晶質シリカを重合体粒子と混合したこと以外は、実施例１と同様にして、吸水性樹脂粒子を２３２．５ｇ得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は３６０μｍであった。

[0101] 比較例２

撹拌翼として、翼径５ｃｍの４枚傾斜パドル翼を２段有する撹拌翼を用いたこと、第１段目の水性液の調製において、水溶性ラジカル重合開始剤として２，２’－アゾビス（２－アミジノプロパン）２塩酸塩０．０９２ｇ（０．３３９ミリモル）、および過硫酸カリウム０．０１８ｇ（０．０６８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０．００４６ｇ（０．０２６ミリモル）を加えたこと、第１段目の重合スラリー液を得る際の撹拌機の回転数を５５０ｒｐｍに変更したこと、第２段目の水性液の調製において、水溶性ラジカル重合開始剤として２，２’－アゾビス（２－アミジノプロパン）２塩酸塩０．１２９ｇ（０．４７５ミリモル）、お

よび過硫酸カリウム０．０２６ｇ（０．０９５ミリモル）を加えたこと、含水ゲル状重合体を得る際の撹拌機の回転数を１０００ｒｐｍに変更したこと、ｎ－ヘプタンと水との共沸蒸留により抜き出す水の量を２１６．７ｇとしたこと、重合体粒子の質量に対して０．２質量％の非晶質シリカを重合体粒子と混合したこと以外は、実施例１と同様にして、吸水性樹脂粒子を２２９．０ｇ得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は３４８μｍであった。

[0102] 比較例３

撹拌翼として、翼径５ｃｍの４枚傾斜パドル翼を２段有する撹拌翼を用いたこと、第１段目の水性液の調製において、水溶性ラジカル重合開始剤として水溶性ラジカル重合開始剤として２，２’－アゾビス（２－アミジノプロパン）２塩酸塩０．０９２ｇ（０．３３９ミリモル）、および過硫酸カリウム０．０１８ｇ（０．０６８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０．００４６ｇ（０．０２６ミリモル）を加えたこと、第１段目の重合スラリー液を得る際の撹拌機の回転数を５５０ｒｐｍに変更したこと、第２段目の水性液の調製において、水溶性ラジカル重合開始剤として２，２’－アゾビス（２－アミジノプロパン）２塩酸塩０．１２９ｇ（０．４７５ミリモル）、および過硫酸カリウム０．０２６ｇ（０．０９５ミリモル）を加えたこと、含水ゲル状重合体を得る際の撹拌機の回転数を１０００ｒｐｍに変更したこと、ｎ－ヘプタンと水との共沸蒸留により抜き出す水の量を２３２．０ｇとしたこと、重合体粒子の質量に対して０．２質量％の非晶質シリカを重合体粒子と混合したこと以外は、実施例１と同様にして、吸水性樹脂粒子を２２８．５ｇ得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は３５４μｍであった。

[0103] ２．評価

＜生理食塩水保水量＞

吸水性樹脂粒子の生理食塩水の保水量（室温、２５℃±２℃）を下記手順で測定した。まず、吸水性樹脂粒子２．０ｇを量り取った綿袋（メンブロード６０番、横１００ｍｍ×縦２００ｍｍ）を５００ｍＬ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）５００ｇ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１６７Ｇ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Ｗａ（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Ｗｂ（ｇ）を測定し、以下の式から生理食塩水保水量を算出した。

生理食塩水保水量（ｇ／ｇ）＝［Ｗａ－Ｗｂ］／２．０

[0104] ＜荷重下の吸水量＞

吸水性樹脂粒子の荷重下（加圧下）の生理食塩水の吸水量（室温、２５℃±２℃）を、図３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６１ｅとを有している。導管６２は、ビュレット部６１と測定台６３との間に取り付けられている。導管６２の内径は６ｍｍである。測定台６３の中央部には、直径２ｍｍの穴があいており、導管６２が連結されている。測定部６４は、円筒６４ａ（アクリル樹脂（プレキシグラス）製）と、円筒６４ａの底部に接着されたナイロンメッシュ６４ｂと、重り６４ｃとを有している。円筒６４ａの内径は２０ｍｍである。ナイロンメッシュ６４ｂの目開きは７５μｍ（２００メッシュ）である。そして、測定時にはナイロンメッシュ６４ｂ上に測定対象の吸水性樹脂粒子６５が均一に撒布される。重り６４ｃの直径は１９ｍｍであり、重り６４ｃの質量は１１９．６ｇである。重り６４ｃは、吸水性樹脂粒子６５上に置かれ、吸水性樹脂粒子６５に対して４．１４ｋＰａの荷重を加えることができる。

[0105] 測定装置Ｙの円筒６４ａの中に０．１００ｇの吸水性樹脂粒子６５を入れた後、重り６４ｃを載せて測定を開始した。吸水性樹脂粒子６５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６１ａの内部に供給されるため、ビュレット６１ａの内部の生理食塩水の水位の減量が、吸水性樹脂粒子６５が吸水した生理食塩水量となる。ビュレット６１ａの目盛は、上から下方向に０ｍＬから０．５ｍＬ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６１ａの目盛りＶａと、吸水開始から６０分後のビュレット６１ａの目盛りＶｂとを読み取り、下記式より荷重下の吸水量を算出した。結果を表１に示す。

荷重下の吸水量［ｍＬ／ｇ］＝（Ｖｂ－Ｖａ）／０．１

[0106] ＜中位粒子径＞

吸水性樹脂粒子５０ｇを中位粒子径測定用に用いた。測定は温度２５±２℃、湿度５０±１０％の環境下で行った。

[0107] ＪＩＳ標準篩を上から、目開き８５０μｍの篩、目開き５００μｍの篩、目開き４２５μｍの篩、目開き３００μｍの篩、目開き２５０μｍの篩、目開き１８０μｍの篩、目開き１５０μｍの篩、及び受け皿の順に組み合わせた。

[0108] 組み合わせた最上の篩に、吸水性樹脂粒子を入れ、ロータップ式振とう器（株式会社飯田製作所製）を用いてＪＩＳ　Ｚ　８８１５（１９９４）に準じて分級した。分級後、各篩上に残った吸水性樹脂粒子の質量を全量に対する質量百分率として算出し粒度分布を求めた。この粒度分布に関して粒子径の大きい方から順に篩上を積算することにより、篩の目開きと篩上に残った吸水性樹脂粒子の質量百分率の積算値との関係を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中位粒子径とした。

[0109] ＜カードメータによるゲル強度＞

容量１００ｍＬのガラスビーカーに、生理食塩水４９．０ｇを量り取り、マグネチックスターラーバー（８ｍｍφ×３０ｍｍのリング無し）を投入し

、マグネチックスターラー（小池精密機器製作所製：Ｍ－２０Ｇ）の上に配置した。引き続き、マグネチックスターラーバーを６００回転／分で回転するように調整した。

[0110] 次に、吸水性樹脂粒子１．０ｇを撹拌中のビーカー内に投入し、回転渦が消えて液面が水平になるまで撹拌を続け、ゲルを調製した。このゲルを、恒温恒湿槽にて２５℃、６０％ＲＨの条件下で１時間保管し、測定試料とした。

[0111] この測定試料のゲル強度（室温、温度２５±２℃）を、カードメータ（株式会社アイテクノエンジニアリング社製：カードメータ・ミニＭＥ－６００）を用いて測定した。なお、カードメータの条件は以下の通りである。

・感圧軸：１６ｍｍφ

・スプリング：４００ｇ用

・荷重：４００ｇ

・上昇速度：１ｉｎｃｈ／２１ｓｅｃ

・試験モード：粘調

[0112] ＜ゲル層内部強度＞

（ＥＺｔｅｓｔの準備）

ＥＺｔｅｓｔ（株式会社島津製作所、製品名：ＥＺｔｅｓｔ、型番：ＥＺ－ＳＸ）の測定台上に小型スターラー（製品名：マルチスターラー　ＭＳ－１０１　製造会社：株式会社サイニクス）を配置した。次いで、小型スターラー上に、生理食塩水１７６ｇが入った容量２００ｍＬの容器（メーカー：ハリオ　製品名：トールビーカー　２００ｍＬ　品番：ＴＢ－２００　ＳＣＩ）を載置した。容器は、内径５．７ｃｍ、高さ１１．１ｃｍの円筒形状のガラスビーカーである。次に、生理食塩水が入った容器内に、スターラーチップ（長さ４０ｍｍ、直径８ｍｍ、リングなし）を投入した。スターラーのコントローラーは「製品名：マルチスターラー専用コントローラー　ＭＣ－３０３　製造会社：株式会社サイニクス」を使用した。

[0113] 図４（Ａ）及び（Ｂ）にゲル最大抵抗力の測定に用いた測定装置の概略図

を示す。図４（Ａ）及び（Ｂ）は、それぞれ膨潤ゲル形成前後の測定装置を示す。図４（Ａ）及び（Ｂ）に示すように、ＥＺｔｅｓｔのロードセル７０に治具７１が装着されている。治具７１は、円板部７１ｂと棒状部７１ａとを備えている。円板部７１ｂは、円板状であり、直径２ｃｍの平坦面を表裏に有し、厚さは５ｍｍである。棒状部７１ａにおいて、横断面は直径５ｍｍの円形であり、棒状部７１ａの長さは５．５ｃｍである。棒状部７１ａの一端は円板部７１ｂの一方の平坦面である第１の面の中央に接続されており、棒状部７１ａの他端はロードセル７０に接続されている。治具７１は、容器の高さ方向の中心軸が治具７１の円板部７１ｂの中央に位置するように配置されている。

[0114] 治具７１を下げ、治具７１の円板部７１ｂの第１の面とは反対側の平坦面である第２の面（下方の面）を、液面に接触させた。治具７１の円板部７１ｂの下方の面と液面との接触は目視により確認した。その後、接触した位置から治具７１を３２ｍｍ下降させ、その位置を測定開始位置とした。３２ｍｍ下降させることで、液面と治具７１の円板部７１ｂの下方の面までの距離ｄ１、及び、治具７１の円板部７１ｂの下方の面とスターラーチップ７３までの距離ｄ２は、約３２ｍｍとなる。図４（Ａ）に示すように、測定開始位置において、治具７１を生理食塩水７２に浸した状態で、６００ｒｐｍの撹拌下で、容器内に吸水性樹脂粒子４．０ｇを入れた。吸水性樹脂粒子が膨潤し、液表面の渦が収束したことを確認した後、撹拌を止めた。その後１０分間静置し、４５倍膨潤ゲルを得た。図４（Ｂ）に示すように、ロードセル７０に接続された治具７１は膨潤ゲル７４に埋設されている。

[0115] （ＥＺｔｅｓｔによる測定）

ゲル層内部強度の測定は、島津オートグラフ用ソフトウェア　トラペジウムＸ（製造会社：株式会社島津製作所）によりＥＺｔｅｓｔに装着した治具を操作することで行った。測定は温度２５±２℃、湿度５０±１０％の環境下で行った。

[0116] 撹拌を止めてから１０分後に、膨潤ゲルに埋設された治具を１０ｃｍ／分

の速度で鉛直下方（図４（Ｂ）に示すａ方向）に押し込んだ。治具を押し込んだときに治具に負荷される荷重を試験力として測定した。試験力の測定は、室温（温度２５±２℃）において、実施した。ゲル層内部強度は、治具を押し込んでから６ｍｍの位置に到達したときに観測した試験力とした。治具は測定開始地点から１０ｍｍ押し込んだ位置に到達した時点で停止させた。試験力は、トラペジウムＸにより自動で検出される値である。図５は、ゲル層内部強度の測定試験結果の一例を示すグラフである。図５中の横軸は、治具の鉛直方向の移動距離（変位、単位：ｍｍ）であり、縦軸は試験力（単位：Ｎ）を示す。図５に示すように、測定開始位置から治具が鉛直方向に移動するにつれて試験力は上昇した。変位が６ｍｍであるときの試験力をゲル層内部強度として得た。

[0117] ＜吸収性物品の評価＞

（液だまり吸収時間試験）

（１）人工尿の調製

塩化ナトリウム、塩化カルシウム及び硫酸マグネシウムを下記の濃度でイオン交換水に溶解させた。得られた溶液に少量の青色１号加えて、青色に着色した人工尿を得た。下記の濃度は、人工尿の全質量を基準とする濃度である。

人工尿組成

ＮａＣｌ：０．７８０質量％

$CaCl_2$：０．０２２質量％

$MgSO_4$：０．０３８質量％

青色一号：０．００２質量％

[0118] （２）吸収性物品の液だまり吸収時間試験

図６に示す装置を用いて、温度２５±２℃、湿度５０±１０％の環境下において、吸収性物品の液だまり吸収時間試験を行った。概略としては、アクリル樹脂製の測定容器内の傾斜板上に載置した試験用の吸収性物品の鉛直上方から送液ポンプ（ＩＮＴＥＧＲＡ社製　ＤＯＳＥＩＴ　Ｐ９１０　投入口

径０．５ｃｍφ）で人工尿を投入し、人工尿が流れ下るまでの間に吸収する能力と、吸収し切れずに測定容器内の底部に溜まった人工尿を吸い上げていく能力の二つのバランスを評価する機構である。以下に詳細な仕様を示す。

[0119] 液だまり吸収時間試験では、水平面に対して４５度傾斜した傾斜面S_0を有する長方形状の傾斜板と、側板８０とから構成されるアクリル樹脂製の測定容器を用いる。傾斜板の長手方向の長さ（長辺の長さ）が２０ｃｍであり、傾斜板の短手方向の長さ（短辺の長さ）が１１ｃｍであり、短辺が水平面に位置する。傾斜面S_0上には、長方形状の吸収性物品１０２が配置される。吸収性物品１０２は、下方の短辺が水平面に位置し、長辺が水平面に対して傾斜する方向に沿う向きで配置される。傾斜面S_0は滑らかであり、板に液体が滞留したり吸収されたりすることはなかった。

[0120] 吸収性物品の液だまり吸収速度試験は、以下のｉ）、ｉｉ）及びｉｉｉ）の順で行った。

ｉ）吸水性樹脂粒子４．２ｇ及び粉砕パルプ３．９ｇを空気抄造によって均一混合することにより、１０ｃｍ×１５ｃｍの大きさのシート状の吸収体を作製した。吸収体をティッシュペーパー（吸収体と同じ大きさで坪量１６ｇ／m^2）に載せ、吸収体の上にティッシュペーパー（吸収体と同じ大きさで坪量１６ｇ／m^2）を載せた。ティッシュペーパーによって挟まれた吸収体に対して、５８８ｋＰａの荷重を３０秒間加えた。その上に、吸収体と同じ大きさで、坪量２２ｇ／m^2のポリエチレン－ポリプロピレン製エアスルー型多孔質液体透過性シートを配置した。更に、１０ｃｍ×１５ｃｍの大きさのポリエチレン製液体不透過性シートを液体透過性シートとは反対側の面に貼り付けて、試験用の吸収性物品を得た。

ｉｉ）上記試験用の吸収性物品を、液体透過性シートを貼り付けた面を上側として、吸収性物品の長手方向が縦方向（傾斜板の長手方向）に沿うようにして、アクリル樹脂製の測定容器内の４５度の傾斜面に貼り付けた。

ｉｉｉ）サンプル上部から７．０ｃｍの位置を投入点とし、送液ポンプ８１を用いて、液温２５±１℃に調整した人工尿４０．０ｍＬを流量４ｍＬ／

秒で鉛直上方１ｃｍの位置から１分おきに注入した。人工尿注入後に、吸収し切れずに測定容器内の底部に溜まった人工尿が完全に吸いきられるまでの時間（秒）を測定し、吸収性物品の液だまり吸収時間（秒）とした。液だまり吸収時間は短い方が好ましく、６０秒以内に吸収し終わることができなくなるまでの投入回数を優劣の判断基準とした。

[0121] [表1]

	吸水性樹脂粒子				吸収性物品					
	保水量 [g/g]	荷重下吸水量 [mL/g]	ｶｰﾄﾞﾒｰﾀｹﾞﾙ強度 [N]	ｹﾞﾙ層内部強度 [N]	液だまり吸収時間 [s]					
					投入1回目	投入2回目	投入3回目	投入4回目	投入5回目	投入6回目
実施例1	32	26	0.26	1.36	0	14	15	22	39	61
実施例2	41	18	0.28	1.33	0	17	18	25	43	61
実施例3	52	9	0.30	1.44	0	19	21	27	46	60
実施例4	53	2	0.28	1.21	0	16	20	30	45	66
比較例1	34	26	0.27	0.56	0	19	31	68	－	－
比較例2	40	28	0.27	0.69	0	20	33	68	－	－
比較例3	51	18	0.27	0.56	0	22	35	67	－	－

[0122] 表１によれば、ゲル層内部強度を調整することが、液だまり吸収時間が改善された吸収性物品を得ることに有効であることが確認される。

符号の説明

[0123] １０…吸収体、１０ａ，６５…吸水性樹脂粒子、１０ｂ…繊維層、２０ａ，２０ｂ…コアラップ、３０…液体透過性シート、４０…液体不透過性シート、６１…ビュレット部、６１ａ…ビュレット、６１ｂ…ゴム栓、６１ｃ…コック、６１ｄ…空気導入管、６１ｅ…コック、６２…導管、６３…測定台、６４…測定部、６４ａ…円筒、６４ｂ…ナイロンメッシュ、６４ｃ…重り、７０…ロードセル、７１…治具、７２…生理食塩水、７３…スターラーチップ、７４…膨潤ゲル、８０…側板、８１…送液ポンプ、１００，１０２…吸収性物品、２００…撹拌翼、２００ａ…軸、２００ｂ…平板部、Ｓ…スリ

ット、S_0…傾斜面、Ｙ…測定装置。

請求の範囲

[請求項1] 下記の手順により測定されるゲル層内部強度が０．８～２．０Ｎである、吸水性樹脂粒子。

（１）直径２ｃｍの平坦面を表裏に有する厚さ５ｍｍの円板部、及び、該円板部の一方の平坦面である第１の面の中央に一端が接続され、横断面が直径５ｍｍの円形である棒状部を備える治具と、生理食塩水１７６ｇを入れた底面内径５．７ｃｍの円筒形容器と、を用意し、前記円筒形容器の高さ方向の中心軸が前記円板部の中央に位置するように前記治具及び前記円筒形容器を配置する。

（２）前記円板部の前記第１の面とは反対側の平坦面である第２の面が前記生理食塩水の水面から鉛直下方３２ｍｍとなる位置に前記治具を浸した状態で、前記円筒形容器内に吸水性樹脂粒子４．０ｇを入れて、前記治具が埋設された膨潤ゲルを形成させる。

（３）前記治具を鉛直下方に速度１０ｃｍ／分で６ｍｍ押し込んだときに、前記治具に負荷される荷重をゲル層内部強度として得る。

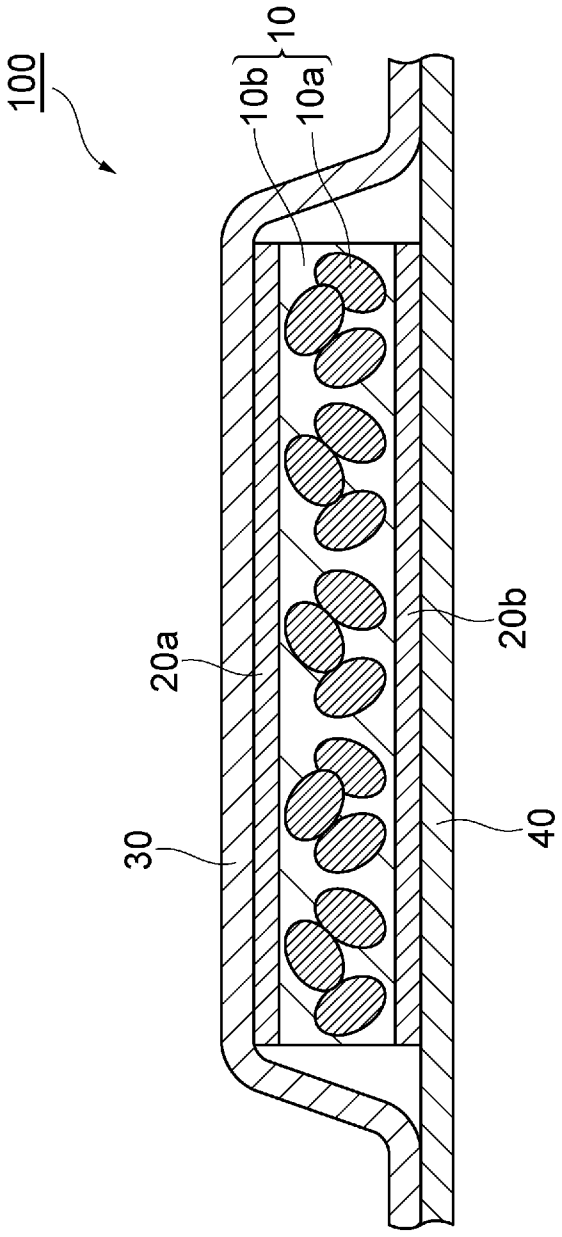
[請求項2] （メタ）アクリル酸に由来する構造単位及び（メタ）アクリル酸の塩に由来する構造単位からなる群より選ばれる少なくとも一種の構造単位を有する重合体を含む、請求項１に記載の吸水性樹脂粒子。

[請求項3] 請求項１又は２に記載の吸水性樹脂粒子を含有する、吸収体。

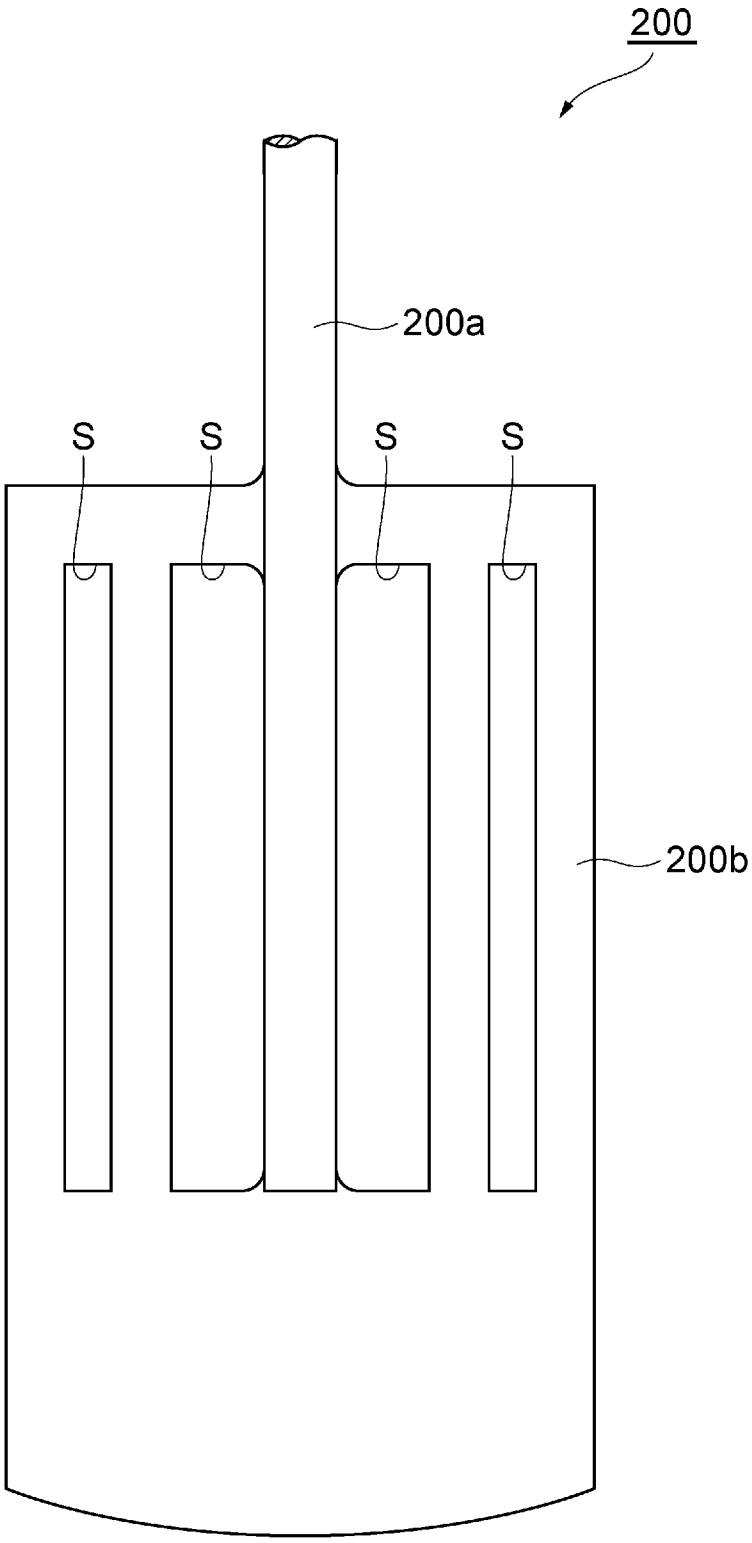
[請求項4] 請求項３に記載の吸収体を備える、吸収性物品。

[請求項5] おむつである、請求項４に記載の吸収性物品。

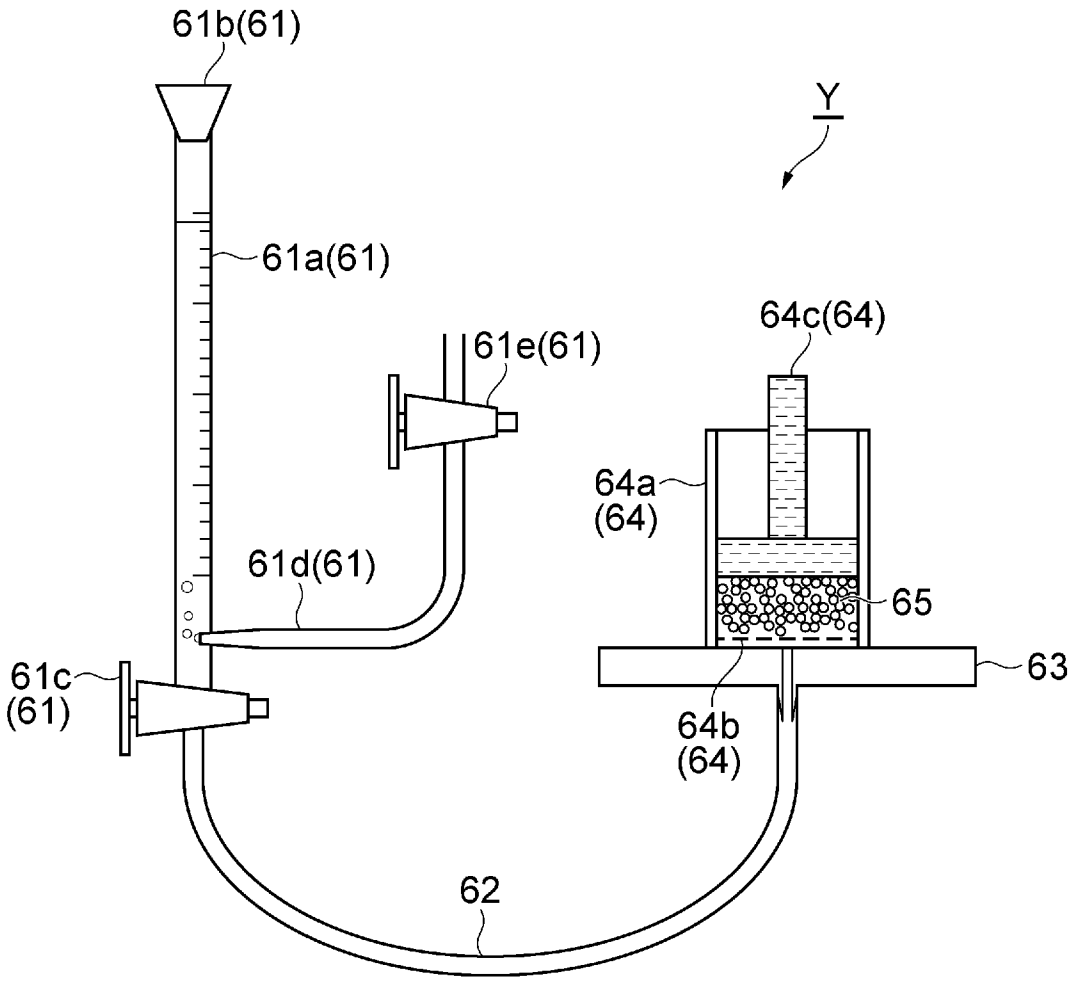
[図1]



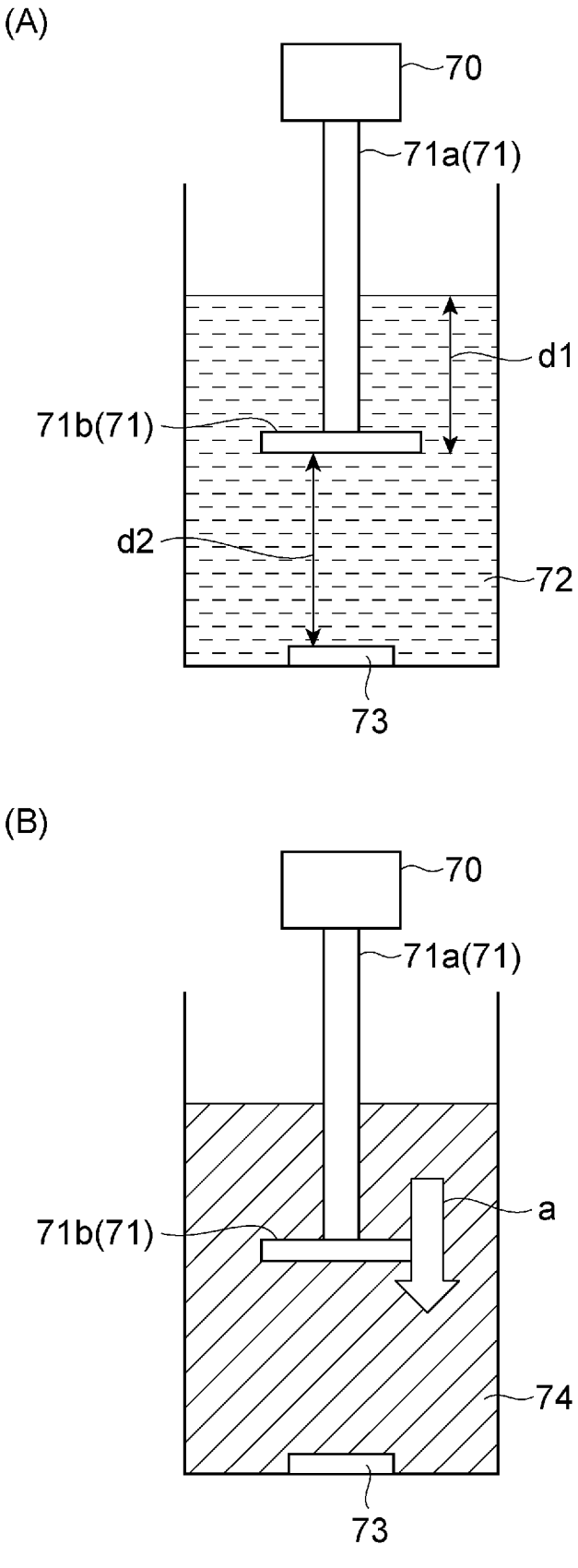
[図2]



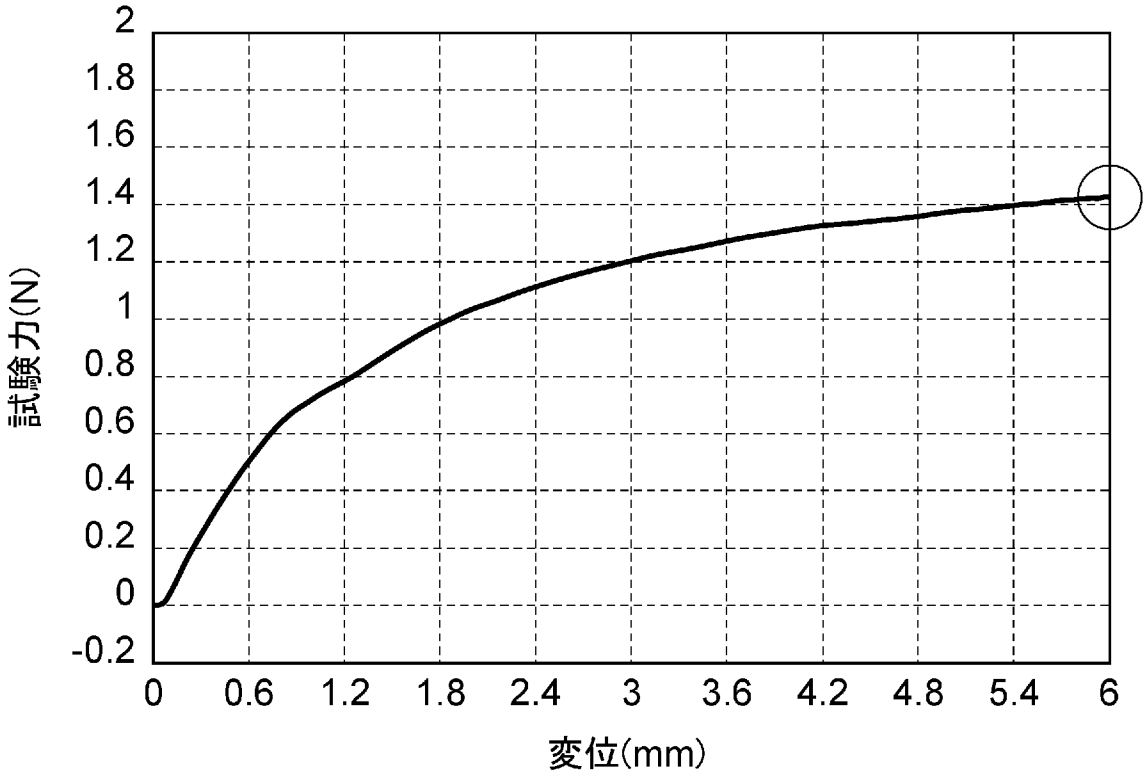
[図3]



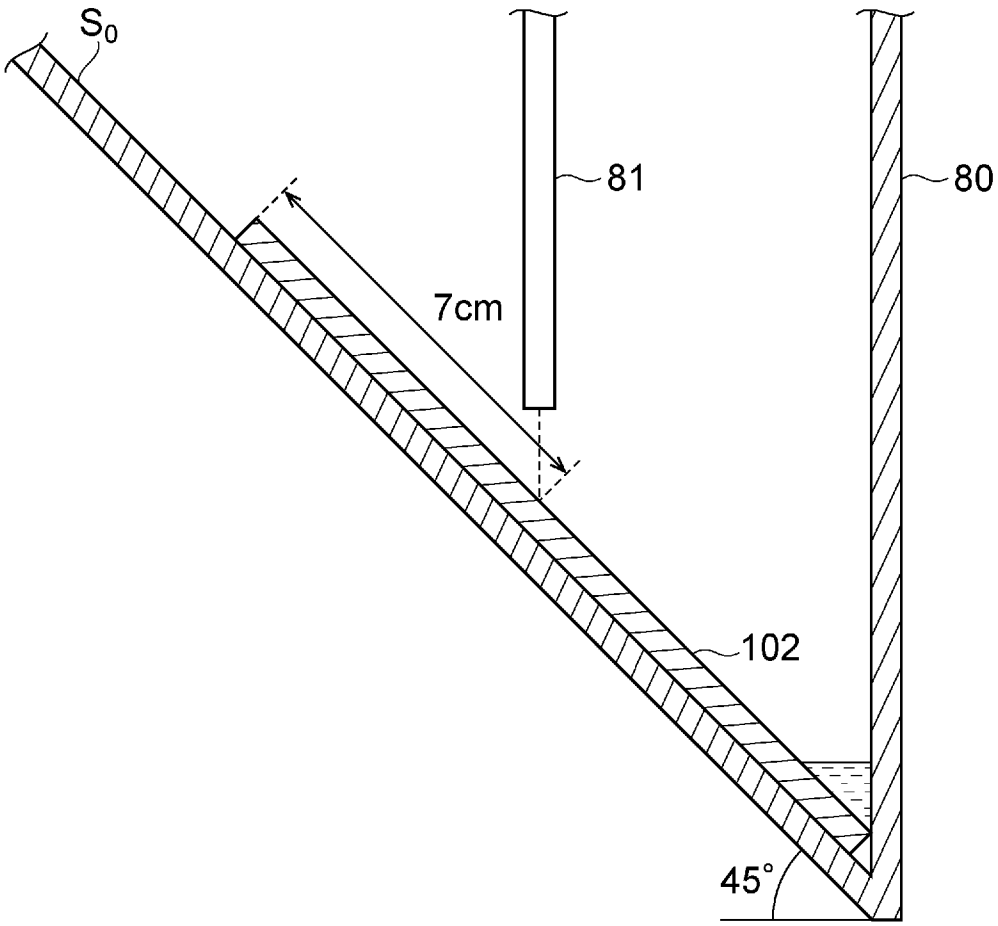
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2020/016747

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C08J 3/12(2006.01)i; A61F 13/53(2006.01)i; B01J 20/26(2006.01)i; C08F 8/00(2006.01)i; C08F 20/06(2006.01)i; C08L 33/02(2006.01)i; C08J 3/24(2006.01)n
FI: C08J3/12 Z GEY; A61F13/53 300; C08F8/00; C08F20/06; C08L33/02; B01J20/26 D; C08J3/24 Z
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)
C08J3/00-3/28, C08J99/00, C08F6/00-246/00, C08F301/00, C08L1/00-101/14, C08K3/00-13/08, A61F13/53, B01J20/00-20/28

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	1971-2020
Registered utility model specifications of Japan	1996-2020
Published registered utility model applications of Japan	1994-2020

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.
X	JP 2016-28118 A (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 25.02.2016 (2016-02-25) claims, paragraphs [0073], [0089], examples, comparative examples	1-5
X	JP 2016-28131 A (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 25.02.2016 (2016-02-25) claims, paragraphs [0051], [0073], examples, comparative examples	1-5
X	JP 2016-121297 A (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 07.07.2016 (2016-07-07) claims, paragraphs [0011], [0039], examples, comparative examples	1-5
X	JP 2016-28115 A (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 25.02.2016 (2016-02-25) claims, paragraphs [0066], [0076], examples, comparative examples	1-5

☒ 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	Date of mailing of the international search report
06 July 2020 (06.07.2020)	21 July 2020 (21.07.2020)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2020/016747

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2018/159800 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 07.09.2018 (2018-09-07) claims, paragraphs [0067], [0077], examples, comparative examples	1-5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2020/016747

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
JP 2016-28118 A	25 Feb. 2016	US 2016/0367717 A1 claims, paragraphs [0082], [0098], examples, comparative examples EP 2998325 A1 CN 105408365 A TW 201607569 A	
JP 2016-28131 A	25 Feb. 2016	US 2017/0210831 A1 claims, paragraphs [0056], [0078], examples, comparative examples EP 3153528 A1 TW 201615665 A CN 106471013 A	
JP 2016-121297 A	07 Jul. 2016	(Family: none)	
JP 2016-28115 A	25 Feb. 2016	US 2017/0210831 A1 claims, paragraphs [0056], [0078], examples, comparative examples EP 3153528 A1 TW 201615665 A CN 106471013 A	
WO 2018/159800 A1	07 Sep. 2018	US 2020/0001270 A1 claims, paragraphs [0091], [0103], examples, comparative examples EP 3590979 A1 CN 110325559 A	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2020/016747

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C08J 3/12(2006.01)i; A61F 13/53(2006.01)i; B01J 20/26(2006.01)i; C08F 8/00(2006.01)i; C08F 20/06(2006.01)i; C08L 33/02(2006.01)i; C08J 3/24(2006.01)n
FI: C08J3/12 Z CEY; A61F13/53 300; C08F8/00; C08F20/06; C08L33/02; B01J20/26 D; C08J3/24 Z

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））

C08J3/00-3/28, C08J99/00, C08F6/00-246/00, C08F301/00, C08L1/00-101/14, C08K3/00-13/08, A61F13/53, B01J20/00-20/28

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

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２０年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２０年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２０年

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）

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
X	JP 2016-28118 A (住友精化株式会社) 25.02.2016 (2016-02-25) [特許請求の範囲]、［００７３］、［００８９］、実施例・比較例	1-5
X	JP 2016-28131 A (住友精化株式会社) 25.02.2016 (2016-02-25) [特許請求の範囲]、［００５１］、［００７３］、実施例・比較例	1-5
X	JP 2016-121297 A (住友精化株式会社) 07.07.2016 (2016-07-07) [特許請求の範囲]、［００１１］、［００３９］、実施例・比較例	1-5
X	JP 2016-28115 A (住友精化株式会社) 25.02.2016 (2016-02-25) [特許請求の範囲]、［００６６］、［００７６］、実施例・比較例	1-5
X	WO 2018/159800 A1 (住友精化株式会社) 07.09.2018 (2018-09-07) [請求の範囲]、［００６７］、［００７７］、実施例・比較例	1-5

☐ 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、一般的技術水準を示すもの
“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	国際調査報告の発送日
06.07.2020	21.07.2020

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）
石塚　寛和 4F 1203
電話番号 03-3581-1101 内線 3474

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/JP2020/016747

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2016-28118 A	25.02.2016	US 2016/0367717 A1 ［特許請求の範囲］、［００８２］、［００９８］、実施例・比較例 EP 2998325 A1 CN 105408365 A TW 201607569 A	
JP 2016-28131 A	25.02.2016	US 2017/0210831 A1 ［特許請求の範囲］、［００５６］、［００７８］、実施例・比較例 EP 3153528 A1 TW 201615665 A CN 106471013 A	
JP 2016-121297 A	07.07.2016	（ファミリーなし）	
JP 2016-28115 A	25.02.2016	US 2017/0210831 A1 ［特許請求の範囲］、［００５６］、［００７８］、実施例・比較例 EP 3153528 A1 TW 201615665 A CN 106471013 A	
WO 2018/159800 A1	07.09.2018	US 2020/0001270 A1 ［特許請求の範囲］、［００９１］、［０１０３］、実施例・比較例 EP 3590979 A1 CN 110325559 A	