

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7488910号
(P7488910)

(45)発行日 令和6年5月22日(2024.5.22)

(24)登録日 令和6年5月14日(2024.5.14)

(51)国際特許分類	F I
C 0 8 L 101/12 (2006.01)	C 0 8 L 101/12
C 0 8 L 101/02 (2006.01)	C 0 8 L 101/02
C 0 8 L 33/02 (2006.01)	C 0 8 L 33/02
C 0 8 K 5/053(2006.01)	C 0 8 K 5/053
A 6 1 F 13/53 (2006.01)	A 6 1 F 13/53 3 0 0

請求項の数 14 (全52頁)

(21)出願番号	特願2022-557600(P2022-557600)	(73)特許権者	000004628 株式会社日本触媒 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号
(86)(22)出願日	令和3年10月21日(2021.10.21)	(74)代理人	110000671 I B C 一番町弁理士法人
(86)国際出願番号	PCT/JP2021/038905	(72)発明者	鎌田 修輔 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
(87)国際公開番号	WO2022/085755	(72)発明者	笠野 晋広 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
(87)国際公開日	令和4年4月28日(2022.4.28)	(72)発明者	松井 健太郎 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
審査請求日	令和5年1月19日(2023.1.19)		
(31)優先権主張番号	特願2020-176572(P2020-176572)		
(32)優先日	令和2年10月21日(2020.10.21)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 吸水性樹脂組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分とを含み、
前記含窒素複素環が、ピリジン環、ピラジン環、トリアジン環、プリミジン環、ピリダジン環、イミダゾール環、オキサゾール環、オキサジアゾール環、トリアゾール環、ピラゾール環またはオキサゾリン環から選ばれ、

下記式1で表されるスパン値が、1.10以下である、吸水性樹脂組成物。

【数1】

$$\text{スパン値} = \frac{D(90\%) - D(10\%)}{D(50\%)} \dots \text{式(1)}$$

10

D(90%)は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が90%となる粒子径(単位: μm)

D(10%)は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が10%となる粒子径(単位: μm)

D(50%)は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が50%となる粒子径(単位: μm)

ここで、D(90%)、D(10%)、D(50%)は、質量基準で累積した値である。

【請求項2】

20

前記含窒素複素環を有する樹脂が、水不溶性または下記式 1 で規定される Log P が 1 . 5 以上の水に分散可能なポリマーである、請求項 1 に記載の吸水性樹脂組成物。

【数 2】

$$\text{Log P} = \sum_{i=1}^n (\text{VMLogP} (i) \times \text{MR} (i))$$

(式 1 中、 $\text{VMLogP} (i)$ は、ポリマー繰り返し単位 (i) の両端をメチル化した仮想モノマー単位 ($\text{Virtual Monomer} (\text{VM})$) の 25 での “ n - オクタノール - 水分配係数 ” の計算値であり、 $\text{MR} (i)$ は、繰り返し単位 (i) の “ モル比率 ($\text{Mol Ratio} (\text{MR})$ ”) である。)

10

【請求項 3】

前記含窒素複素環を有する樹脂の平均粒径が、50 ~ 250 , 000 nm である、請求項 2 に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 4】

前記疎水性多孔質ポリマー吸着剤が、疎水性単量体由来の構成単位を含み、平均細孔直径が 50 ~ 1000 の多孔質重合体である、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 5】

前記疎水性多孔質ポリマー吸着剤の比表面積が、20 ~ 2000 m^2 / g である、請求項 1 ~ 4 のいずれかに 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

20

【請求項 6】

前記吸水性樹脂 100 質量部に対する前記含窒素複素環を有する樹脂の含有量が、0 . 01 ~ 30 質量部である、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 7】

前記吸水性樹脂 100 質量部に対する前記疎水性多孔質ポリマー吸着剤の含有量が、0 . 05 ~ 10 質量部である、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 8】

接触角が、35 ° 以上である、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

30

【請求項 9】

前記吸水性樹脂と、前記成分とを結着する、バインダを含む、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 10】

前記バインダが、ポリオールである、請求項 9 に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 11】

キレート剤を含む、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

【請求項 12】

前記吸水性樹脂の加圧下吸水倍率 ($\text{AAP} 4 . 83 \text{ kPa}$) が、5 g / g 以上である、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物。

40

【請求項 13】

請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の吸水性樹脂組成物を含む、吸収体。

【請求項 14】

請求項 13 に記載の吸収体と、液透過性を有する表面シート、液不透過性を有する背面シートとを備える、吸収性物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、吸水性樹脂組成物に関する。

【背景技術】

50

【 0 0 0 2 】

吸水性樹脂は、尿や血液などの体液等を吸収させることを目的として、紙おむつ、生理用ナプキン、失禁パッド等の衛生材料に広く用いられており、これらの衛生材料の主要な構成材料になっている。近年、社会の高齢化に伴う大人用紙おむつの需要増大に伴い、吸水性樹脂に対して消臭性能の付与、特に尿に起因する悪臭に対する優れた消臭性能の付与に関する要求が高まっている。

【 0 0 0 3 】

吸水性樹脂に消臭機能を付与する試みとしては、様々な方法が提案されている。例えば、ペルオキシ化合物や、重金属（ゼオライト粉末）、多孔性ポリマーを吸収体に混合する方法が知られている（それぞれ、特許文献 1、2、3）。また、尿または血液などの体液から発生する可能性のある悪臭を制御するために、吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマーを含む組成物が提案されている（特許文献 4）。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 0 4 】

【文献】特開 2 0 1 5 - 1 6 8 8 2 4 号公報

【文献】特表 2 0 0 1 - 5 0 5 2 3 7 号公報

【文献】特開 2 0 1 7 - 1 4 0 3 3 2 号公報

【文献】国際公開第 2 0 0 5 / 1 2 0 5 9 4 号

【発明の概要】

20

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 5 】

吸水性樹脂に対する優れた消臭性能の付与に関する要求は、近年、より一層求められており特に尿に起因する悪臭に対し、より優れた消臭化技術が必要になっている。

【 0 0 0 6 】

そこで、本発明は従来よりも優れた消臭能を有する、新規な吸水性樹脂組成物を目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 7 】

上記目的を達成するための一形態は、吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分を含み、下記式 1 で表されるスパン値が、1.10 以下である、吸水性樹脂組成物である。

30

【 0 0 0 8 】

【数 1】

$$\text{スパン値} = \frac{D(90\%) - D(10\%)}{D(50\%)} \dots \text{式 (1)}$$

【 0 0 0 9 】

上記式 (1) において、

$D(90\%)$ は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が 90% となる粒子径 (単位: μm)、

40

$D(10\%)$ は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が 10% となる粒子径 (単位: μm)、

$D(50\%)$ は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が 50% となる粒子径 (単位: μm) であり、ここで、 $D(90\%)$ 、 $D(10\%)$ 、 $D(50\%)$ は、質量基準で累積した値である。

【発明の効果】

【 0 0 1 0 】

本願によれば、従来の消臭剤を使った吸水性樹脂組成物に対し、より優れた消臭能を有する、新規な吸水性樹脂組成物を提供することができる。

50

【発明を実施するための形態】

【0011】

以下、本発明を最良の形態を示しながら説明する。本明細書の全体にわたり、単数形の表現は、特に言及しない限り、その複数形の概念をも含むことが理解されるべきである。従って、単数形の冠詞（例えば、英語の場合は「a」、「an」、「the」等）は、特に言及しない限り、その複数形の概念をも含むことが理解されるべきである。また、本明細書において使用される用語は、特に言及しない限り、当該分野で通常用いられる意味で用いられることが理解されるべきである。したがって、他に定義されない限り、本明細書中で使用される全ての専門用語及び科学技術用語は、本発明の属する分野の当業者によって一般的に理解されるのと同じ意味を有する。矛盾する場合、本明細書（定義を含めて）が優先する。本発明は、下記の実施形態に限定されるものではなく、特許請求の範囲内で種々改変することができる。また、本明細書に開示されている全ての下限値上限値の値は、全ての組合せが開示されていると理解されなければならない。つまり、補正の根拠となりうると理解されなければならない。また、全ての実施形態の組み合わせが開示されていると理解されなければならない。つまり、補正の根拠となりうると理解されなければならない。

10

【0012】

上記目的を達成するための一態様は、吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分とを含み、下記式1で表されるスパン値が、1.10以下である、吸水性樹脂組成物である。

20

【0013】

【数2】

$$\text{スパン値} = \frac{D(90\%) - D(10\%)}{D(50\%)} \dots \text{式(1)}$$

【0014】

上記式(1)において、
 $D(90\%)$ は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が90%となる粒子径（単位： μm ）、
 $D(10\%)$ は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が10%となる粒子径（単位： μm ）、
 $D(50\%)$ は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が50%となる粒子径（単位： μm ）であり、ここで、 $D(90\%)$ 、 $D(10\%)$ 、 $D(50\%)$ は、質量基準で累積した値である。

30

【0015】

かかる構成によって、従来の消臭剤を使った吸水性樹脂組成物に対し、より優れた消臭能を有する、新規な吸水性樹脂組成物を提供することができる。

【0016】

[1]用語の定義

[1-1] 吸水性樹脂、ベースポリマー、吸水性樹脂組成物

本発明における「吸水性樹脂」とは、水膨潤性水不溶性の高分子ゲル化剤を意味し、一般的に粉末状である。また、「水膨潤性」とは、後述するEDANA WSP241.3(10)で規定される無加圧下吸収倍率(CRC)が5g/g以上であることを、「水不溶性」とは、WSP270.3(10)で規定される可溶分(Ext)が50質量%以下であることを、それぞれ意味する。

40

【0017】

前記「吸水性樹脂」は、好ましくはカルボキシル基を有する不飽和単量体を架橋重合させてなる親水性の架橋重合体（いわゆる内部架橋重合体）であるが、その全量（100質量%）が架橋重合体である必要はない。

【0018】

50

また、一般的には「吸水性樹脂」は、「内部のみが架橋された重合体（つまり、内部と表面の架橋密度が実質的に同じである重合体）」または「内部と表面とが架橋された重合体（つまり、表面の架橋密度が内部の架橋密度に対して相対的に高い重合体）」を指す場合があるが、本明細書では、用語を使い分けることとし、内部のみが架橋された重合体を「ベースポリマー」と表記し、内部と表面とが架橋された重合体を「吸水性樹脂」と表記する。

【0019】

本発明における「吸水性樹脂組成物」とは、吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分とを含み、必要に応じてその他の成分を含む組成物を意味するが、平たく言えば、最終製品として出荷可能な状態にある吸水性樹脂のことを意味する。従って、前記「吸水性樹脂」に疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分や、必要に応じて他添加剤を含有させると「吸水性樹脂組成物」となる。なお、本明細書中、吸水性樹脂組成物を単に吸水剤と称する場合がある。

10

【0020】

[1-2] 「EDANA」及び「WSP」

「EDANA」は、欧州不織布工業会（European Disposables and Nonwovens Associations）の略称である。また「WSP」は、Worldwide Strategic Partnersの略称であり、EDANAが提供する、吸水性樹脂の世界標準の測定法を示すものである。本発明では、特に断りのない限り、WSP原本（2010年改定/公知文献）に準拠して、吸水性樹脂の物性を測定する。

20

【0021】

[1-2-1] 「CRC」（WSP241.3（10））

無加圧下吸収倍率を意味する「CRC」は、Centrifuge Retention Capacityの略称であり、吸水剤又は吸水性樹脂の無加圧下での吸収倍率を意味する。具体的には、吸水剤又は吸水性樹脂0.2gを不織布製の袋に入れた後、大過剰の0.9質量%塩化ナトリウム水溶液中に30分間浸漬して吸水性樹脂を自由膨潤させ、その後、遠心分離機（250G）を用いて3分間脱水した後の吸収倍率（単位；g/g）のことである。

30

【0022】

[1-2-2] 「AAP」（WSP242.3（10））

「AAP」は、Absorption Against Pressureの略称であり、吸水剤又は吸水性樹脂の加圧下吸収倍率を意味する。具体的には、吸水剤又は吸水性樹脂0.9gを大過剰の0.9質量%塩化ナトリウム水溶液に対して、1時間、4.83kPa（0.7psi）荷重下で膨潤させた後の吸収倍率（単位；g/g）のことをいう。

【0023】

[2] 吸水性樹脂組成物およびその製造方法

本発明の実施形態における吸水性樹脂組成物は、吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分とを含み、式1で表されるスパン値が、1.10以下である。

40

【0024】

吸水性樹脂の例としては、ポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂、ポリスルホン酸（塩）系吸水性樹脂、無水マレイン酸（塩）系吸水性樹脂、ポリアクリルアミド系吸水性樹脂、ポリビニルアルコール系吸水性樹脂、ポリエチレンオキッド系吸水性樹脂、ポリアスパラギン酸（塩）系吸水性樹脂、ポリグルタミン酸（塩）系吸水性樹脂、ポリアルギン酸（塩）系吸水性樹脂、デンプン系吸水性樹脂、セルロース系吸水性樹脂が挙げられる。このうち、好ましくは、ポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂として使用される。

【0025】

本発明の実施形態における「ポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂」とは、アクリル酸お

50

よび/またはその塩(以下、「アクリル酸(塩)」と表記する)を原料とする吸水性樹脂を意味する。つまり、ポリアクリル酸(塩)系吸水性樹脂は、重合体中にアクリル酸(塩)由来の構造単位を有し、任意成分としてグラフト成分を有する、吸水性樹脂である。

【0026】

具体的には、ポリアクリル酸(塩)系吸水性樹脂は、重合反応に関与する単量体全体(但し、内部架橋剤は除く)に対して、好ましくは50モル%~100モル%、より好ましくは70モル%~100モル%、さらに好ましくは90モル%~100モル%、特に好ましくは実質100モル%のアクリル酸(塩)を含む、吸水性樹脂である。

【0027】

続いて、吸水性樹脂組成物の好ましい製造方法に関して詳細に説明する。無論、下記の製造方法に限定されない。

10

【0028】

[2-1] 単量体水溶液の調製工程

本工程は、アクリル酸(塩)を主成分として含む単量体および少なくとも1種類の内部架橋剤を含む単量体水溶液を調製する工程である。前記「主成分」とは、重合反応に供される単量体全体(但し、内部架橋剤は除く)に対して、アクリル酸(塩)の使用量(含有量)が、通常、50モル%以上、好ましくは70モル%以上、より好ましくは90モル%以上であること(上限は100モル%)を指す。なお、最終製品として得られる吸水剤の吸水性能に影響しない範囲内で、単量体のスラリー液を使用することもできるが、本明細書では便宜上、単量体水溶液について説明する。

20

【0029】

(アクリル酸(塩))

本発明の実施形態では、吸水剤の物性および生産性の観点から、公知のアクリル酸(塩)を単量体(重合性単量体とも称される)として用いることが好ましい。公知のアクリル酸には、重合禁止剤や不純物等の成分が微量含まれている。当該重合禁止剤として、好ましくはメトキシフェノール類、より好ましくはp-メトキシフェノール類が使用される。重合禁止剤のアクリル酸中での含有量(濃度)は、アクリル酸の重合性や吸水剤の色調等の観点から、好ましくは200ppm(質量基準)以下、より好ましくは10ppm(質量基準)~160ppm(質量基準)、さらに好ましくは20ppm(質量基準)~100ppm(質量基準)である。当該不純物として、酢酸やプロピオン酸、フルフラール等の有機化合物に加えて、米国特許出願公開第2008/0161512号に記載された各化合物が本発明の実施形態で用いるアクリル酸にも含まれている。

30

【0030】

また、アクリル酸塩として、上述したアクリル酸を下記塩基性化合物で中和した塩が挙げられる。当該アクリル酸塩は、市販のアクリル酸塩(例えば、アクリル酸ナトリウム)でもよく、アクリル酸を中和して得られる塩でもよい。

【0031】

(塩基性化合物)

本発明の実施形態における塩基性化合物は、塩基性を示す化合物を指し、具体的には水酸化ナトリウム等が該当する。なお、市販の水酸化ナトリウムには、亜鉛、鉛、鉄等の重金属がppm(質量基準)オーダーで含まれており、厳密には組成物と表現することもできるが、本発明では、このような組成物に関しても塩基性化合物の範疇に含めることとして扱う。

40

【0032】

前記塩基性化合物の具体例として、アルカリ金属の炭酸塩や炭酸水素塩、アルカリ金属の水酸化物、アンモニア、有機アミン等が挙げられる。中でも、吸水剤の吸水性能の観点から、強塩基性の化合物が選択される。従って、ナトリウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属の水酸化物が好ましく、水酸化ナトリウムがより好ましい。なお、当該塩基性化合物は、取り扱い性の観点から、水溶液とされることが好ましい。

【0033】

50

(中和)

前記アクリル酸塩として、アクリル酸を中和して得られる塩を使用する場合には、その中和を行う時期は、特に限定されず、重合前、重合中、重合後の何れでもよく、複数の時期または箇所でも中和を行うこともできる。また、吸水剤の生産効率の観点から、連続式で中和することが好ましい。

【0034】

本発明においてアクリル酸(塩)を用いる場合、その中和率は、単量体の酸基に対して、好ましくは10モル%~90モル%、より好ましくは40モル%~85モル%、さらに好ましくは50モル%~80モル%、特に好ましくは60モル%~78モル%である。当該中和率の範囲とすることで、吸水剤の吸水性能の低下を抑制することができる。

10

【0035】

なお、前記中和率の範囲は、上述した重合前、重合中、重合後の何れの中和においても適用される。また、最終製品としての吸水剤に関しても同様に適用される。

【0036】

(他の単量体)

本発明において、上述したアクリル酸(塩)以外の単量体(以下、「他の単量体」と表記する)を、必要に応じてアクリル酸(塩)と併用することができる。

【0037】

前記他の単量体としては、具体的には、(無水)マレイン酸、イタコン酸、ケイ皮酸、ビニルスルホン酸、アリルトルエンスルホン酸、ビニルトルエンスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルプロパンスルホン酸、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリロイルフォスフェート等のアニオン性不飽和単量体およびその塩;メルカプタン基含有不飽和単量体;フェノール性水酸基含有不飽和単量体;(メタ)アクリルアミド、N-エチル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド等のアミド基含有不飽和単量体;N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド等のアミノ基含有不飽和単量体が挙げられる。また、当該他の単量体には、水溶性または疎水性の不飽和単量体が含まれる。当該他の単量体を用いる場合には、その使用量は単量体全体(但し、内部架橋剤は除く)に対して、好ましくは30モル%以下、より好ましくは10モル%以下、さらに好ましくは5モル%以下である。

20

【0038】

(内部架橋剤)

好ましい製造方法においては、内部架橋剤が使用される。当該内部架橋剤としては、具体的には、例えば、N,N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパンジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリレート、グリセリンアクリレートメタクリレート、エチレンオキシド変性トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、ポリ(メタ)アリロキシアルカン、(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレンジアミン、ポリエチレンイミン、グリシジル(メタ)アクリレート等が挙げられる。これら内部架橋剤の中から、反応性等を考慮して少なくとも1種類の内部架橋剤が選択される。また、吸水剤の吸水性能等の観点から、好ましくは重合性不飽和基を二つ以上有する内部架橋剤、より好ましくは乾燥温度で熱分解性を有する内部架橋剤、さらに好ましくは(ポリ)アルキレングリコール構造を有する重合性不飽和基を二つ以上有す

40

50

る内部架橋剤が選択される。

【0039】

前記重合性不飽和基としては、具体的には、アリル基、(メタ)アクリレート基が挙げられ、より好ましくは(メタ)アクリレート基である。また、前記(ポリ)アルキレングリコール構造としては、具体的には、ポリエチレングリコールが挙げられる。なお、アルキレングリコール単位の数(以下、nと表記する場合がある)としては、好ましくは1~100、より好ましくは6~50であり、さらにより好ましくは6~20であり、最も好ましくは6~10である。

【0040】

前記内部架橋剤の使用量は、単量体全体(但し、内部架橋剤は除く)に対して、好ましくは0.0001モル%~10モル%、より好ましくは0.001モル%~5モル%、さらに好ましくは0.01モル%~1モル%である。当該範囲内の使用量とすることで、所望する吸水性能を有する吸水剤が得られる。また吸水性樹脂や吸水剤のゲル嵩密度を所定の範囲にし、ゲル強度の低下に伴う水可溶分の増加や吸収倍率の低下を抑制するためにも、内部架橋剤量の調整を考慮することも好ましい。

10

【0041】

前記内部架橋剤は、単量体水溶液の作製時に予め添加しておくことが好ましく、この場合、重合反応と同時に架橋反応が行われる。一方、内部架橋剤を添加せずに重合反応を開始し、当該重合反応中または当該重合反応後に内部架橋剤を添加して架橋反応することもできる。また、これら手法を併用することもできる。

20

【0042】

(単量体水溶液に添加される物質)

本発明の実施形態では、前記単量体水溶液の作製時、前記重合反応および架橋反応の期間中、または前記重合反応および架橋反応の後の何れか1箇所以上で、吸水剤の物性向上の観点から、下記物質を単量体水溶液に添加することができる。

【0043】

当該物質としては、具体的には、澱粉、澱粉誘導体、セルロース、セルロース誘導体、ポリビニルアルコール(PVA)、ポリアクリル酸(塩)、ポリアクリル酸(塩)の架橋体等の親水性高分子;炭酸塩、アゾ化合物、各種気泡を生じる発泡剤、界面活性剤、キレート剤、連鎖移動剤等の化合物;が挙げられる。前記親水性高分子の添加量は、前記単量体水溶液に対して、好ましくは50質量%以下、より好ましくは20質量%以下、さらに好ましくは10質量%以下、特に好ましくは5質量%以下である(下限は0質量%)。また、前記化合物の添加量は、前記単量体水溶液に対して、好ましくは5質量%以下、より好ましくは1質量%以下、さらに好ましくは0.5質量%以下である(下限は0質量%)。

30

【0044】

前記親水性高分子として水溶性樹脂または吸水性樹脂を用いると、グラフト重合体または吸水性樹脂組成物(例えば、澱粉-アクリル酸(塩)共重合体、PVA-アクリル酸(塩)共重合体等)が得られる。これらグラフト重合体または吸水性樹脂組成物も、本発明に係るポリアクリル酸(塩)系吸水性樹脂の範疇に含まれる。

【0045】

(単量体成分の濃度)

上述した各物質(成分)を目的に応じて種々選択し、必要に応じて、前記範囲を満たすようにそれぞれの量を規定して互いに混合することによって、単量体水溶液が作製される。なお、本発明では、単量体を水溶液とすること以外に、水と親水性溶媒との混合溶液とすることもできる。

40

【0046】

また、各物質(成分)の合計(以下、「単量体成分」とも表記する)の濃度は、吸水剤の物性の観点から、好ましくは10質量%~80質量%、より好ましくは20質量%~75質量%、さらに好ましくは30質量%~70質量%である。当該単量体成分の濃度は、下記式(2)から算出される。

50

【 0 0 4 7 】

【 数 3 】

$$\text{単量体成分の濃度(質量\%)} = \frac{\text{(単量体成分の質量)}}{\text{(単量体水溶液の質量)}} \times 100 \dots \text{式(2)}$$

【 0 0 4 8 】

なお、前記式(2)中、(単量体水溶液の質量)には、グラフト成分や吸水性樹脂、逆相懸濁重合における疎水性有機溶媒の質量は含まれない。

【 0 0 4 9 】

[2 - 2] 重合工程

本工程は、前記単量体水溶液の調製工程で得られた、アクリル酸(塩)を主成分として含む単量体および少なくとも1種類の内部架橋剤を含む単量体水溶液を重合させて、含水ゲル状架橋重合体(以下、「含水ゲル」と表記する)を得る工程である。

【 0 0 5 0 】

(重合開始剤)

本発明の一実施形態においては、重合時に重合開始剤が使用される。当該重合開始剤としては、熱分解型重合開始剤、光分解型重合開始剤、または、これら重合開始剤の分解を促進する還元剤を併用したレドックス系重合開始剤が挙げられる。当該重合開始剤として、具体的には、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、t-ブチルハイドロパーオキシド、過酸化水素、2,2'-アゾビス(2-アミノプロパン)二塩酸塩等のラジカル重合開始剤が挙げられる。これら重合開始剤の中から、重合形態等を考慮して少なくとも1種類の重合開始剤が選択される。また、重合開始剤の取り扱い性や吸水剤の物性の観点から、当該重合開始剤として、好ましくは過酸化物またはアゾ化合物、より好ましくは過酸化物、さらに好ましくは過硫酸塩が選択される。また、酸化性ラジカル重合開始剤を用いる場合には、例えば、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を併用してレドックス重合を行ってもよい。

【 0 0 5 1 】

前記重合開始剤の使用量は、単量体全体(但し、内部架橋剤は除く)に対して、好ましくは0.001モル%~1モル%、より好ましくは0.001モル%~0.5モル%、さらに好ましくは0.01モル%~0.1モル%である。また、前記還元剤の使用量は、単量体全体(但し、内部架橋剤は除く)に対して、好ましくは0.0001モル%~0.02モル%、より好ましくは0.0005モル%~0.015モル%である。当該範囲内の使用量とすることで、所望する吸水性能を有する吸水剤が得られる。

【 0 0 5 2 】

また、本発明の一実施形態においては、前記重合反応を、熱エネルギー、あるいは、放射線、電子線、紫外線等の活性エネルギー線の照射によって開始させてもよい。また、活性エネルギー線の照射と前記重合開始剤とを併用してもよい。

【 0 0 5 3 】

(重合形態)

本発明に適用される重合形態としては、水溶液重合、逆相懸濁重合、噴霧重合、液滴重合、バルク重合、沈澱重合等が挙げられる。中でも、重合の制御の容易性や吸水剤の吸水性能の観点から、好ましくは水溶液重合または逆相懸濁重合、より好ましくは水溶液重合、さらに好ましくは連続水溶液重合が選択される。逆相懸濁重合は国際公開第2007/004529号、国際公開第2012/023433号などに記載されている。また当該連続水溶液重合は、吸水剤を高い生産性で製造することができ、その具体例としては、米国特許第4893999号、米国特許第6906159号、米国特許第7091253号、米国特許第7741400号、米国特許第8519212号、特開2005-36100号公報等に記載された連続ベルト重合や、米国特許第6987151号等に記載された連続ニードル重合が挙げられる。

【 0 0 5 4 】

10

20

30

40

50

前記連続水溶液重合の好ましい形態としては、高温開始重合、高濃度重合、発泡重合等がある。高温開始重合は、重合開始時の単量体水溶液の温度を、好ましくは30以上、より好ましくは35以上、さらに好ましくは40以上、特に好ましくは50以上とする（上限は単量体水溶液の沸点）重合形態である。高濃度重合は、重合開始時の単量体濃度を、好ましくは30質量%以上、より好ましくは35質量%以上、さらに好ましくは40質量%以上、特に好ましくは45質量%以上とする（上限は単量体水溶液の飽和濃度）重合形態である。

【0055】

また、上述した各重合形態は、空気雰囲気下で実施可能であるが、吸水剤の色調の観点から、窒素やアルゴン等の不活性ガス雰囲気下（酸素濃度が1容積%以下）で実施することが好ましい。なお、単量体水溶液中の溶存酸素に関しても、不活性ガスを用いて十分に置換（溶存酸素量が1mg/L未満）しておくことが好ましい。

10

【0056】

発泡重合で発泡形状（別称；多孔質）の含水ゲルや吸水性樹脂や吸水剤とすることで、吸水剤の吸水速度が向上でき、また吸水剤の吸収物品での固定化も容易になる。発泡形状であることは電子顕微鏡での粒子表面の孔（例えば直径1~100μmの孔）などで確認できる。孔は吸水剤ひとつあたり好ましくは1個以上、さらには1~10000個、10~1000個程度であり、前記発泡重合で制御できる。

【0057】

前記発泡重合は、後述する吸水性樹脂や吸水剤のBET比表面積を高める上で、好ましい技術である。

20

【0058】

[2-3] ゲル粉碎工程

本工程は、前記重合工程で得られた含水ゲルをゲル粉碎して、粒子状の含水ゲル（以下、「粒子状含水ゲル」とも表記する）を得る工程である。なお、後述する粉碎工程での「粉碎」と区別するために、本工程は「ゲル粉碎」と表記する。

【0059】

前記ゲル粉碎とは、ニーダー、ミートチョッパー、カッターミル等のゲル粉碎機を用いて、含水ゲルを所定の大きさに調整することを指す。

【0060】

ゲル粉碎の実施形態や稼働条件等に関しては、国際公開第2011/126079号パンフレットに記載された内容が本発明に好ましく適用される。なお、重合形態がニーダー重合である場合には、重合工程とゲル粉碎工程とが同時に実施されていることになる。また、逆相懸濁重合、噴霧重合または液滴重合等、粒子状含水ゲルが重合工程で得られる場合には、ゲル粉碎工程が当該重合工程と同時に実施されているとみなす。また、本発明でゲル粉碎工程を経ることで、不定形破砕状の吸水性樹脂や吸水剤を得ることができる。

30

【0061】

ゲル粉碎工程によって細粒化されたゲルは、一般に0.1~10mmの範囲が好ましい。0.1mmよりもゲルが細かいと得られる吸水性樹脂の物性の低いものとなる恐れがある。10mmよりも大きいと乾燥されにくくなる恐れがある。また前記粒子状含水ゲルの質量平均粒子径(D50)は好ましくは500μm~2000μm、より好ましくは550μm~1500μm、さらに好ましくは600μm~1000μmである。

40

【0062】

なお、後述する吸水性樹脂や吸水剤の比表面積を高めるためには、国際公開第2011/126079号パンフレットに記載されたゲル粉碎方法を用いることが好ましい。また、該ゲル粉碎技術を前述の発泡重合と組み合わせてもよい。

【0063】

前記粒子状含水ゲルの質量平均粒子径(D50)の測定法は、国際公開第2011/126079号パンフレットに記載された方法で行われる。

【0064】

50

[2 - 4] 乾燥工程

本工程は、前記重合工程及び/又はゲル粉碎工程で得られた含水ゲル及び/又は粒子状含水ゲルを所望する樹脂固形分まで乾燥させて乾燥重合体を得る工程である。該樹脂固形分は、乾燥減量（吸水性樹脂 1 g を 180 で 3 時間加熱した際の質量変化）から求められ、好ましくは 80 質量%以上、より好ましくは 85 質量% ~ 99 質量%、さらに好ましくは 90 質量% ~ 98 質量%、特に好ましくは 92 質量% ~ 97 質量%である。

【 0 0 6 5 】

前記含水ゲル及び/又は粒子状含水ゲルの乾燥方法は、例えば、加熱乾燥、熱風乾燥、減圧乾燥、流動層乾燥、赤外線乾燥、マイクロ波乾燥、ドラムドライヤー乾燥、疎水性有機溶媒との共沸脱水による乾燥、高温の水蒸気を利用した高温乾燥等が挙げられる。中でも乾燥効率の観点から、熱風乾燥が好ましく、通気ベルト上で熱風乾燥を行うバンド乾燥がより好ましい。

10

【 0 0 6 6 】

前記熱風乾燥における乾燥温度（熱風の温度）としては、吸水性樹脂の色調や乾燥効率の観点から、好ましくは 120 ~ 250、より好ましくは 140 ~ 200 である。なお、熱風の風速や乾燥時間等、前記乾燥温度以外の乾燥条件については、乾燥に供する粒子状含水ゲルの含水率や総質量及び目的とする樹脂固形分に応じて、適宜設定すればよく、バンド乾燥を行う際には、国際公開第 2006/100300 号パンフレット、同第 2011/025012 号パンフレット、同第 2011/025013 号パンフレット、同第 2011/111657 号パンフレット等に記載される諸条件が適宜適用される。

20

【 0 0 6 7 】

また、乾燥時間は、好ましくは 10 分間 ~ 2 時間、より好ましくは 20 分間 ~ 150 分、さらに好ましくは 30 分間 ~ 100 分である。当該範囲内の乾燥温度および乾燥時間とすることで、得られる吸水剤の物性を所望する範囲とすることができる。また、中間生成物としての吸水性樹脂の物性に関しても、所望する範囲とすることができる。

【 0 0 6 8 】

[2 - 5] 粉碎工程、分級工程

本工程は、前記乾燥工程を経て得られる乾燥重合体を、粉碎（粉碎工程）し、所望する範囲の粒度に調整（分級工程）して、ベースポリマー（表面架橋を施す前の吸水性樹脂）を得る工程である。乾燥後の粉碎工程を経ることで、不定形破碎状の吸水性樹脂や吸水剤を得ることができる。粉碎は必要に応じて 2 回以上行ってもよい。粉碎工程、分級工程における条件を適宜調整することによって、所望するスパン値を満たすベースポリマー（表面架橋を施す前の吸水性樹脂）を得ることができ、ひいては所望するスパン値を満たす吸水性樹脂組成物を得ることができる。

30

【 0 0 6 9 】

前記粉碎工程で使用される粉碎機としては、ロールミル、ハンマーミル、スクリュームル、ピンミル等の高速回転式粉碎機や、振動ミル、ナックルタイプ粉碎機、円筒型ミキサー等が挙げられる。中でも、粉碎効率の観点から、好ましくはロールミルが選択される。また、これら粉碎機を複数併用することもできる。

【 0 0 7 0 】

前記分級工程での粒度の調整方法としては、JIS 標準篩（JIS Z 8801 - 1（2000））を用いた篩分級や気流分級等が挙げられる。中でも、分級効率の観点から、好ましくは篩分級が選択される。なお、吸水剤の粒度の調整は、粉碎工程や分級工程での実施に限定されず、重合工程（特に逆相懸濁重合や液滴重合等）や、その他の工程（例えば、造粒工程や微粉回収工程）で実施することもできる。

40

【 0 0 7 1 】

本発明の一実施形態においては、ベースポリマーの質量平均粒子径（D50）が 300 ~ 600 μm である。また、本発明の一実施形態においては、ベースポリマーの 150 μm 未満の粒子の割合が 5 質量%以下である。なお、150 μm 未満の粒子の割合の下限は、0 質量%である。ベースポリマーの質量平均粒子径（D50）は 300 ~ 500 μm で

50

あることが好ましく、300～450 μmであることがより好ましい。ベースポリマーの150 μm未満の粒子の割合は、4質量%以下であることがより好ましく、3質量%以下であることがさらに好ましく、2質量%以下であることが特に好ましい。

【0072】

本発明の一実施形態においては、上記スパン値は、1.10以下である。1.10を超えると本発明の所期の効果を達成することができない。本発明の実施形態によれば、好ましくは0.40以上となるように調整され、より好ましくは0.40～1.10となるように調整され、よりさらに好ましくは0.45～1.05となるように調整され、よりさらに好ましくは0.50～1.00となるように調整される。

【0073】

本発明の一実施形態において上述したスパン値は、表面架橋後の吸水性樹脂のみならず、最終製品としての吸水剤（粒子状吸水剤）についても適用されうる。そのため、ベースポリマーで調整された前記スパン値を維持するように、表面架橋処理（表面架橋工程）されることが好ましく、表面架橋工程以降に適宜整粒工程を設けて特定のスパン値に調整されることがより好ましい。

【0074】

本発明の一実施形態において前記ベースポリマーの質量平均粒子径（D50）も、表面架橋後の吸水性樹脂のみならず、最終製品としての吸水剤（粒子状吸水剤）についても適用されうる。そのため、ベースポリマーで調整された前記質量平均粒子径（D50）を維持することが好ましい。よって、前記吸水性樹脂組成物の質量平均粒子径（D50）も、300～600 μmであることが好ましく、300～500 μmであることがより好ましく、300～450 μmであることがさらに好ましい。

【0075】

[2-6] 表面架橋工程

本工程は、上述した各工程を経て得られるベースポリマーの表面層に、さらに架橋密度の高い部分を設ける工程であり、混合工程、熱処理工程、必要に応じて冷却工程等を含む構成となっている。当該表面架橋工程において、ベースポリマーの表面でラジカル架橋や表面重合、表面架橋剤との架橋反応等が起こり、表面架橋された吸水性樹脂が得られる。

【0076】

[2-6-1] 混合工程

本工程は、表面架橋剤を含む溶液（以下、「表面架橋剤溶液」と表記する）を混合装置内でベースポリマーと混合することで、加湿混合物を得る工程である。

【0077】

（表面架橋剤）

本発明の一実施形態においては、表面架橋時に表面架橋剤が使用される。当該表面架橋剤としては、具体的には米国特許第7183456号に記載された表面架橋剤が挙げられる。これら表面架橋剤の中から、反応性等を考慮して少なくとも1種類の表面架橋剤が選択される。また、表面架橋剤の取り扱い性や吸水剤の吸水性能等の観点から、好ましくはカルボキシル基と反応する官能基を二つ以上有する表面架橋剤であって、共有結合が形成される有機化合物が選択される。

【0078】

前記表面架橋剤として、より具体的には、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、1,3-プロパンジオール、プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、2,3-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,4-ペンタンジオール、1,3-ペンタンジオール、1,2-ペンタンジオール、2,3-ペンタンジオール、2,4-ペンタンジオール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、1,6-ヘキサジオール、1,5-ヘキサジオール、1,4-ヘキサジオール、1,3-ヘキサジオール、1,2-ヘキサジオール、2,3-ヘキサジオール、2,4-ヘキサジオール、ジエ

10

20

30

40

50

タノールアミン、トリエタノールアミンなどの多価アルコール化合物、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリアリルアミン、ポリエチレンイミン等の多価アミン化合物、ハロエポキシ化合物、多価アミン化合物とハロエポキシ化合物との縮合物、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、オキサゾリジノン化合物、1, 3 - ジオキソラン - 2 - オン (エチレンカーボネート)、4 - メチル - 1, 3 - ジオキソラン - 2 - オン、4, 5 - ジメチル - 1, 3 - ジオキソラン - 2 - オン、4, 4 - ジメチル - 1, 3 - ジオキソラン - 2 - オン、4 - エチル - 1, 3 - ジオキソラン - 2 - オン、4 - ヒドロキシメチル - 1, 3 - ジオキソラン - 2 - オン、1, 3 - ジオキサン - 2 - オン、4 - メチル - 1, 3 - ジオキサン - 2 - オン、4, 6 - ジメチル - 1, 3 - ジオキサン - 2 - オン、1, 3 - ジオキソパン - 2 - オンなどのアルキレンカーボネート化合物、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレンジグリシジルエーテル、グリセロールポリグリシジルエーテル、ジグリセロ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、プロピ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、グリシド - ルなどの多価グリシジル化合物、オキセタン化合物、ビニルエーテル化合物等が挙げられる。好ましい表面架橋剤は、プロピレングリコール、1, 3 - プロパンジオールなどの多価アルコール化合物、エチレンカーボネートなどのアルキレンカーボネート化合物、エチレングリコールジグリシジルエーテルなどの多価グリシジル化合物、ジエチレントリアミンなどの多価アミンなどである。

10

【0079】

20

前記表面架橋剤の使用量 (複数種類を使用する場合はその合計量) は、ベースポリマー 100 質量部に対して、好ましくは 0.01 質量部 ~ 10 質量部、より好ましくは 0.01 質量部 ~ 5 質量部、さらに好ましくは 0.01 質量部 ~ 2 質量部であり、よりさらに好ましくは 0.1 質量部 ~ 1.8 質量部であり、よりさらに好ましくは 0.5 質量部 ~ 1.5 質量部である。表面架橋剤の使用量を当該範囲内とすることで、ベースポリマーの表面層に最適な架橋構造を形成することができ、高物性の吸水性樹脂や吸水剤が得られる。また種類に合わせて表面架橋剤の量を調整することは、吸水性樹脂や吸水剤のゲル嵩密度を適正化するのにも有効である。

【0080】

30

前記表面架橋剤は、水溶液の形態でベースポリマーに添加することが好ましい。この場合、水の使用量は、ベースポリマー 100 質量部に対して、好ましくは 0.1 質量部 ~ 20 質量部、より好ましくは 0.3 質量部 ~ 15 質量部、さらに好ましくは 0.5 質量部 ~ 10 質量部である。水の使用量を当該範囲内とすることで、表面架橋剤溶液の取り扱い性が向上し、ベースポリマーに対して表面架橋剤を均等に混合することができる。

【0081】

40

また、親水性有機溶媒を必要に応じて前記水と併用して、前記表面架橋剤溶液とすることもできる。この場合、親水性有機溶媒の使用量は、不快臭の原因とならないように少ない方が好ましく、ベースポリマー 100 質量部に対して、好ましくは 5 質量部以下、より好ましくは 3 質量部以下、さらに好ましくは 2 質量部以下、よりさらに好ましくは 1 質量部以下である。ただし、適度な表面架橋を行う観点では親水性有機溶媒を添加する方が好ましく、添加量としては、ベースポリマー 100 質量部に対して、0.1 質量部以上が好ましく、0.5 質量部以上がより好ましい。

【0082】

当該親水性有機溶媒としては、具体的には、メチルアルコール、イソプロピルアルコール等の低級 (例えば、炭素数 1 ~ 3) アルコール類; アセトン等のケトン類; ジオキサン等のエーテル類; N, N - ジメチルホルムアミド等のアミド類; ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類等が挙げられる。

【0083】

(混合方法、混合条件)

前記ベースポリマーと前記表面架橋剤溶液との混合は、表面架橋剤溶液を予め作製して

50

おき、当該溶液をベースポリマーに対して、好ましくは噴霧または滴下して、より好ましくは噴霧して混合する方法が選択される。

【 0 0 8 4 】

[2 - 6 - 2] 熱処理工程

本工程は、前記混合工程で得られた加湿混合物に熱を加えて、ベースポリマーの表面上で架橋反応させる工程である。

【 0 0 8 5 】

前記加湿混合物の熱処理は、当該加湿混合物を静置状態で加熱してもよく、攪拌等の動力を用いて流動状態で加熱してもよいが、加湿混合物全体を均等に加熱できる点において、攪拌下で加熱することが好ましい。前記熱処理を行う熱処理装置は、前記観点から、パドルドライヤー、マルチフィンプロセッサ、タワードライヤー等が挙げられる。

10

【 0 0 8 6 】

本工程における加熱温度は、表面架橋剤の種類および量、並びに吸水剤の吸水性能等の観点から、好ましくは 150 ~ 250、より好ましくは 170 ~ 250、さらに好ましくは 180 ~ 230 である。また、加熱時間は少なくとも 5 分間、好ましくは少なくとも 7 分間である。上限としては、150 分以下が好ましく、120 分以下がより好ましく、100 分以下がさらに好ましい。加熱温度と加熱時間とを前記範囲内に制御することにより、得られる吸水剤の吸水性能が向上するため好ましい。

【 0 0 8 7 】

[2 - 6 - 3] 冷却工程

本工程は、前記熱処理工程の後に必要に応じて設けられる任意の工程である。本工程は、前記熱処理工程を終えた高温の吸水性樹脂を所定の温度まで強制冷却し、表面架橋反応を速やかに終了させる工程である。

20

【 0 0 8 8 】

[2 - 7] 疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分の添加

本工程は、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分の添加を行う工程である。換言すれば、本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物が疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分を含む。かような構成を有することによって、従来の消臭剤を使った吸水性樹脂組成物に対してより優れた消臭能を有する。以下に、より優れた消臭能を有するメカニズムを説明する。ただし、かかるメカニズムは推測であり、かかるメカニズムによって本発明の技術的範囲は制限されない。

30

【 0 0 8 9 】

尿臭の原因物質としては、まず、尿素やアミノ酸の分解によって発生する「アンモニアやアミン類」などの塩基性化合物や「フェノール類」など中程度分子サイズの疎水性化合物が考えられる。

【 0 0 9 0 】

従来の吸水性樹脂、中でも衛生材料用途として好適なポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂は、酸基を有するため上記塩基性化合物に対する吸着性能を有しているが、実際に尿を吸収させた膨潤ゲルの消臭効果は不十分であった（比較例 1）。また、中程度分子サイズの疎水性化合物に対しては、親水性の樹脂であるため、上記塩基性化合物への消臭効果と比較して消臭効果は弱いものと考えられる。

40

【 0 0 9 1 】

一方、上述のとおり、本発明においては、吸水性樹脂組成物が、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分を含む。

【 0 0 9 2 】

この（非水溶性の）疎水性多孔質ポリマー吸着剤が、中程度の分子サイズの疎水性化合物の吸着し、消臭効果を発現することに有効と考えられる。より具体的には、疎水性多孔質ポリマー吸着剤が、中程度の分子サイズの疎水性化合物（例えば、フェノール、クレゾ

50

ール、フェニル酢酸)等を効率的に吸着し、尿臭の低減の効果を奏すると考えられる。ただし、後述するように、疎水性多孔質ポリマー吸着剤を使用し、かつ、スパン値を特定値以下に調整しなければ、より優れた消臭能を有さないメカニズムは不明である。

【0093】

また、上述のとおり、本発明の一実施形態においては、吸水性樹脂組成物が、含窒素複素環を有する樹脂を含む。ここで、含窒素複素環は、典型的には、アンモニア等と同様に塩基性であるため、尿に由来する塩基性物質に対する高い吸着性能を有していないと考えられる。しかしながら、このような塩基性の含窒素複素環を有する樹脂を添加することによって、より優れた消臭能を有したのは驚くべき結果であった。このような結果をもたらすメカニズムは不明であり、言い換えれば、当業者にも予期できない進歩性のある発明であると言える。さらに、本発明の一実施形態においては、吸水性樹脂組成物が、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の両方を含む。上記両方の化合物を含むことで、さらなる消臭効果の相乗効果が期待できる。

10

【0094】

また、本発明の一実施形態において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分の添加量(併用される場合は、その合計の添加量;水分散の形態・水溶液の形態では固形分換算の添加量)としては、尿臭抑制効果の観点から、吸水性樹脂100質量部に対し、0.05~10質量部が好ましく、より好ましくは0.1~8質量部であり、さらに好ましくは0.15~5質量部であり、特に好ましくは0.2~3質量部である。かような好ましい添加量は、吸水性樹脂組成物中における好ましい含有量と、含窒素複素環が開環するような処理(例えば、高温での加熱)が施されない限り一致する。すなわち、本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂組成物中において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分の含有量(併用される場合は、その合計の含有量;水分散の形態・水溶液の形態では固形分換算の添加量)は、吸水性樹脂100質量部に対し、0.05~10質量部が好ましく、より好ましくは0.1~8質量部であり、さらに好ましくは0.15~5質量部であり、特に好ましくは0.2~3質量部である。

20

【0095】

(疎水性多孔質ポリマー吸着剤)

本発明の一実施形態において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤が、天然由来ではない疎水性多孔質ポリマー吸着剤である(つまり、合成吸着剤である)。

30

【0096】

本発明の一実施形態において、表面架橋された吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤とを混合する方法にも特に制限はない。例えば、表面架橋される前のベースポリマーに疎水性多孔質ポリマー吸着剤を添加してからベースポリマーを表面架橋してもよいが、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の消臭効果を高めるためには、表面架橋された吸水性樹脂に疎水性多孔質ポリマー吸着剤を添加するのが好ましい。その意味で、疎水性多孔質ポリマー吸着剤は、表面架橋工程において添加されない方がよい。

【0097】

本発明の一実施形態において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤は、疎水性で、かつ、20~1200の平均細孔直径を有するポリマーである。かかる実施形態であることによって、フェノール、クレゾール、フェニル酢酸等の尿臭原因物質を効率的に吸着することができると考えられる。

40

【0098】

なお、本明細書中、疎水性多孔質ポリマー吸着剤における「疎水性のポリマー」とは、水に対する親和性の低いポリマーであり、例えば水に対する静的接触角を測定した場合に、接触角が90°以上となるポリマーを意味する。

【0099】

本発明の一実施形態において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤は、疎水性の組成を有するという観点から、疎水性の非架橋性モノマー、架橋性モノマー等を共重合して得られる多

50

孔質ポリマーがよい。疎水性の非架橋性モノマーとしては、例えば、スチレン、メチルスチレン、ビニルナフタレン、ビニルピリジン、フェニル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレートのようなモノビニル芳香族系モノマー；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニルのような、カルボン酸ビニル系モノマー；エチル(メタ)アクリレート、プロピル(メタ)アクリレートのような(メタ)アクリル酸脂肪族エステルなどが挙げられる。

【0100】

これに対し、一般的に吸着剤として知られているゼオライト等の無機系吸着剤(例えば、ゼオライト等)は極性が高く、平均細孔直径も200nm未満と小さいために、臭気原因物質の吸着能が不十分であり、その結果として消臭性も不十分である。

【0101】

疎水性の架橋性モノマーとしては、ジビニルベンゼン、ジビニルトルエン、ジビニルナフタレンなどの2個以上のビニル基を有する芳香族系モノマー；エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレートのようなジ(メタ)アクリレート類；トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、テトラメチロールメタントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラキス(メタ)アクリレートのような(メタ)アクリル酸の多価アルコールエステルなどが挙げられる。

【0102】

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物における、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の平均細孔直径としては、尿臭低減の観点から、200~1200nmであることが好ましく、500~1000nmであることがより好ましく、600~950nmであることがさらに好ましく、700~800nmであることがよりさらに好ましく、800~750nmであることがよりさらに好ましく、900~730nmであることがよりさらに好ましい。かような平均細孔直径の範囲とすることによってフェノール、クレゾール、フェニル酢酸等の尿臭原因物質などを効率的に吸着することができると考えられる。また、本発明の実施形態によると、吸水性樹脂組成物における、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の平均細孔直径は、100nmを超えてもよく、例えば、150nm以上、200nm以上、250nm以上であってもよい。本発明の実施形態によると、吸水性樹脂組成物において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の平均細孔直径が、100nmを超えて900nm以下であってもよい。このように本発明の実施形態の疎水性多孔質ポリマー吸着剤は、比較的疎水性で、その細孔サイズも数十~数百nmに及ぶ大きさであってもよい。

【0103】

なお、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の平均細孔直径は、以下のようにして求めることができる。

【0104】

[BET比表面積]

試料を、180°Cで2時間真空乾燥の後、高精度ガス/蒸気吸着量測定装置(BELSORP-max/日本ベル株式会社)を用い、液体窒素の沸点(-195.8°C)における窒素ガスの吸着量を相対圧0.02~1.00の範囲で徐々に高めながら複数点測定し、上記試料の窒素吸着等温線を作成する。次に、相対圧0.02~1.00での結果をBETプロットし、重量当たりのBET比表面積(m^2/g)(S)を求める。

【0105】

[平均細孔直径]

試料を、180°Cで2時間真空乾燥の後、高精度ガス/蒸気吸着量測定装置(BELSORP-max/日本ベル株式会社)を用い、液体窒素の沸点(-195.8°C)における窒素ガスの吸着量を相対圧0.02~1.00の範囲で徐々に高めながら複数点測定し、上記試料の窒素吸着等温線を作成する。この窒素吸着等温線から、試料の細孔容積(mL/g)(V)を求め、下記式より多項質体の平均細孔直径(D)を算出する。

【0106】

10

20

30

40

50

$$D = 4 \times V / S \times 10^4$$

(V: 細孔容積 (mL/g)、S: BET比表面積 (m²/g))

また、本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物における、疎水性多孔質ポリマー吸着剤のBET比表面積としては、尿臭低減の観点から、20~2000m²/gであることが好ましく、さらに好ましい順に、50~2000m²/g、70~1200m²/g、80~1000m²/g、90~900m²/g、100~850m²/gである。

【0107】

また、本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物における、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の平均粒子径としては、吸水性樹脂との混合性の観点から、1~2000μmであることが好ましく、10~1500μmであることがより好ましく、50~1000μmであることがさらに好ましく、60~800μmであることがよりさらに好ましい。なお、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の平均粒子径は、走査型電子顕微鏡(株式会社キーエンス製; VF-9800)を用いて拡大倍率50~500倍で撮影し、画像解析ソフトを使用し、撮影された画像の中から20点をサンプルとしてランダム選択してその粒子径を測定することにより求める。

10

【0108】

また、本発明の一実施形態において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の添加量としては、尿臭抑制効果の観点から、吸水性樹脂100質量部に対し、0.05~10質量部が好ましく、より好ましくは0.1~8質量部であり、さらに好ましくは0.15~5質量部であり、特に好ましくは0.2~3質量部であり、0.3質量部以上、0.4質量部以上、0.5質量部以上、0.5質量部超、あるいは、0.7質量部以上も好ましい。かような好ましい添加量は、吸水性樹脂組成物中における好ましい含有量と一致する。

20

【0109】

すなわち、本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂組成物中において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の含有量は、吸水性樹脂100質量部に対し、0.05~10質量部が好ましく、より好ましくは0.1~8質量部であり、さらに好ましくは0.15~5質量部であり、特に好ましくは0.2~3質量部であり、0.3質量部以上、0.4質量部以上、0.5質量部以上、0.5質量部超、あるいは、0.7質量部以上も好ましい。含有量が好ましい添加量より少ない場合には、尿臭抑制効果が十分に得られないおそれがある。また、含有量が好ましい添加量より多い場合には、吸水性樹脂の吸水倍率が低下するおそれがある。

30

【0110】

本発明の一実施形態において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の具体的としては、ピュロライト株式会社製: Chromalite ADシリーズ、Chromalite PCGシリーズ、Purosorb PADシリーズ等のスチレン系、メタクリル酸エステル系合成吸着剤; 三菱ケミカル社製: ダイイオンHPシリーズ、ダイイオンHP2MGL等のスチレン系または(メタ)アクリル系合成吸着剤; オルガノ株式会社製: アンバーライトXADシリーズ、アンバーライトFPXシリーズ等のスチレン系、または(メタ)アクリル系合成吸着剤; 特開2017-140332号公報等に記載のフェニル基を有する多孔ポリマーなどが挙げられる。

40

【0111】

本発明の一実施形態において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤は1種でも2種以上組み合わせ使用されてもよい。

【0112】

<吸水性樹脂1gあたりの総比表面積>

吸水性樹脂1gあたりの疎水性多孔質ポリマー吸着剤の総比表面積とは、吸水性樹脂単位量あたりに添加される、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の比表面積総量のことであり、下記式により求めることができる。

【0113】

【数4】

50

総比表面積[m²]=吸着剤の比表面積[m²/g]×吸水性樹脂 1g あたりの吸着剤の添加量[g]

【0114】

吸水性樹脂 1g あたりの総比表面積としては、尿臭抑制の観点から、0.2 m² 以上が好ましく、より好ましくは 0.3 m² 以上、さらに好ましくは 0.4 m² 以上である。上限としても特に制限はないが、経済性の観点から、例えば、100 m² 以下が好ましい。無論、かような吸水性樹脂 1g あたりの好ましい総比表面積は、吸水性樹脂組成物における好ましい総比表面積と一致する。すなわち、本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂組成物において、吸水性樹脂 1g あたりの総比表面積としては、尿臭抑制の観点から、0.2 m² 以上が好ましく、より好ましくは 0.3 m² 以上、さらに好ましくは 0.4 m² 以上、また、1.0 m² 以上、1.5 m² 以上、2.0 m² 以上、2.5 m² 超、3.0 m² 超、3.5 m² 超、4.0 m² 以上、4.2 m² 以上、4.5 m² 以上、5.0 m² 以上、5.5 m² 以上、あるいは、6.0 m² 以上である。上限としても特に制限はないが、経済性の観点から、例えば、100 m² 以下が好ましく、50 m² 以下、40 m² 以下、30 m² 以下、20 m² 以下、あるいは、10 m² 以下であってもよい。

10

【0115】

なお、疎水性多孔質ポリマー吸着剤は、市販品を購入することによって準備してもよい。

【0116】

(含窒素複素環を有する樹脂)

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物は、含窒素複素環を有する樹脂を含む。尿臭の原因物質としては、尿素やアミノ酸の分解によって発生するアンモニアやアミン類などの塩基性化合物が考えられる。従来の吸水性樹脂、中でも衛生材料用途として好適なポリアクリル酸(塩)系吸水性樹脂は、酸基を有するため上記塩基性化合物に対する吸着性能を有しているが、実際に尿を吸収させた膨潤ゲルの消臭効果は不十分であった。ここで、含窒素複素環は、典型的には、アンモニア等と同様に塩基性であるため、尿に由来する塩基性物質に対する高い吸着性能を有していないと考えられる。しかしながら、このような塩基性の含窒素複素環を有する樹脂を添加することによって、より優れた消臭能を有したのは驚くべき結果であった。

20

【0117】

本発明の一実施形態において、含窒素複素環を有する樹脂による消臭効果を高めるためには、吸水性樹脂と、含窒素複素環を有する樹脂とを混合する方法として、表面架橋された吸水性樹脂に含窒素複素環を有する樹脂を添加するのが好ましい。表面架橋される前のベースポリマーに含窒素複素環を有する樹脂を混合すると、その後の表面架橋時の加熱処理によってベースポリマーと含窒素複素環を有する樹脂とが架橋反応を起こしてしまい消臭効果が消失する可能性がある。より具体的に、例えば含窒素複素環を有する樹脂としてオキサゾリン基含有重合体を使用すると、架橋時の熱によってオキサゾリン環が開環する。そうすると、その残基が吸水性樹脂を構成する構成単位の官能基と相互作用し架橋反応を起こしてしまう。ゆえに、消臭作用を発現するために必要と考えられる特定の官能基(含窒素複素環)がなくなり、消臭効果が消失する可能性がある。換言すれば、オキサゾリン基等を有する化合物を架橋剤として吸水性樹脂に使用する例は従来知られているが、か

30

40

【0118】

本発明の一実施形態によれば、前記含窒素複素環を有する樹脂が水不溶性または Log P が 1.5 以上の水に分散可能なポリマーである。つまり、含窒素複素環を有する樹脂を

50

水分散の形態で、吸水性樹脂に添加する。本発明の一実施形態によれば、含窒素複素環を有する樹脂を何らかの分散媒に分散させない形態で、つまりドライの形態で、吸水性樹脂に添加する。

【0119】

本願における Log P とは、 n -オクタノール/水分配係数 ($\text{Log}_{10} P_{ow}$) を指し、OECD Test Guideline (OECD理事会決定「C(81)30最終別添1」) 107又は日本工業規格Z7260-107(2000)「分配係数(1-オクタノール/水)の測定-フラスコ振とう法」によって求めてもよいが、本発明では原則下記の計算法で求める値を用いる。

【0120】

尚、下記 $\text{VM Log P}(i)$ 及び $\text{MS Log P}(i)$ の値は、Advanced Chemistry Development製のACD/LogP DB Release 100 Product Version 10.01により温度25 条件下で算出される値を用いる。また、特に断りがない限り、 Log P は10を底とする、いわゆる常用対数値である。

【0121】

まず、各モノマー(i) (i は各モノマーを識別するための1から始まる連番)の重合反応部位に、メチル基を付与した仮想モノマー単位(Virtual Monomer)の $\text{Log P}(\text{VM Log P}(i))$ (i は前記と同じ)を算出する。

【0122】

仮想モノマー単位はポリマー中の繰返し構造を基準とするものであり、ポリマーの製造で実際に用いられたモノマーとは一致しない場合がある。具体的には以下の様にして定める。

【0123】

モノマーが重合性不飽和単量体の場合、重合反応部位は $\text{C}=\text{C}$ であり、不飽和結合に2つのメチル基を導入する。

【0124】

モノマーが開環重合性単量体の場合、環状構造の開環単位(例えばエチレンオキシドであれば、エポキシ基)に、2つのメチル基を導入する。

【0125】

モノマーが縮重合性単量体の場合、縮重合単位(例えばエステル、エーテル、アミド)にメチル基を導入する。

【0126】

なお、モノマーがセルロース骨格の繰返し単位を有する場合、個々のポリエーテル単位を縮重合単位としてメチル基を導入すればよい。また、高分子不飽和単量体、例えば不飽和基を有するポリアルキレンオキシド(例えば、メトキシポリエチレングリコールのモノアクリレート)の場合、不飽和結合(例えばアクリル酸の $\text{C}=\text{C}$)に2つのメチル基を導入すると同時に、単量体中の高分子単位(例えばポリエチレンオキシド)も分解してメチル基を導入し、さらに縮重合単位(例えばアクリル酸の COOH)もメチル化すればよい。

【0127】

例えば、不飽和単量体の重合によるポリマーとして、ポリエチレンの場合には、モノマー(1)はエチレンとなり、 $\text{VM Log P}(1)$ は n -ブタンの Log P となる。また、スチレン-ブタジエン共重合体の場合には、モノマー(1)をスチレン、モノマー(2)をブタジエンとし、 $\text{VM Log P}(1)$ は2-フェニルブタンの Log P となり、 $\text{VM Log P}(2)$ は3-ヘキセンの Log P となる。また、100% 鹸化ポリビニルアルコールの場合は、 $\text{VM Log P}(1)$ は3-ブタノールの Log P となる。

【0128】

また、開環重合性単量体の重合によるポリマーとして、ポリエチレングリコールの場合には、モノマー(1)をエチレンオキシドとし、 $\text{VM Log P}(1)$ はメチル- n -ブ

10

20

30

40

50

ロピルエーテルの Log P となる。

【0129】

また、縮重合性単量体の重合によるポリマーとして、ポリアスパラギン酸の場合、モノマー(2)をアスパラギン酸として、 $\text{VMLogP}(1)$ は N-メチル-メチルアスパラギン酸エステル の Log P となる。

【0130】

次に、 Log P を求めるポリマーを構成する各モノマーのモル比率 (Mol Ratio) ($\text{MR}(i)$: i は前記と同じ) で前記 $\text{VMLogP}(i)$ を補正する ($\text{VMLogP}(i) \times \text{MR}(i)$)。尚、該ポリマーを構成していないモノマー(j)の $\text{MR}(j)$ は 0 であり、ホモポリマーであれば $\text{MR}(i)$ は 1 である。

10

【0131】

最後に、全モノマーの前記補正值を合計することで、 Log P が求まる(下記式1)。

【0132】

【数5】

$$\text{Log P} = \sum_{i=1}^n (\text{VMLogP}(i) \times \text{MR}(i))$$

20

【0133】

(式1中、 $\text{VMLogP}(i)$ は、ポリマー繰り返し単位(i)の両端をメチル化した仮想モノマー単位 ($\text{Virtual Monomer (VM)}$) の 25^度 の “n-オクタノール-水分配係数” の計算値であり、 $\text{MR}(i)$ は、繰り返し単位(i)の “モル比率 (Mol Ratio (MR)) ”) である。)

前記 Log P の例としては、アクリル酸ホモポリマーは 1.12、スチレンホモポリマーは 4.09 となる。

【0134】

このような水不溶性または Log P が 1.5 以上の水に分散可能なポリマーである含窒素複素環を有する樹脂は、その使用時、吸水性樹脂の内部に浸透しにくい。そのため、吸水性樹脂内部において、吸水性樹脂を構成する構成単位の官能基(特にカルボキシル基)と、消臭に有効な官能基(含窒素複素環)との相互作用を極力抑えることができる。よって、吸水性樹脂表面近傍に消臭に有効な官能基(つまり、含窒素複素環)を残存でき、尿臭原因物質に対し高い吸着効果の発揮が可能となる。ここで、本願明細書において、「水不溶性」とは、25^度 のイオン交換水に溶解する質量(溶解度)が 1g 以下(1質量%以下)を意味する。また、「溶解」とは、光を照射した時に浮遊物または沈殿物が目視で確認できない状態を意味する。含窒素複素環を有する樹脂の Log P は消臭効果の観点から、1.5 以上が好ましく、より好ましくは 2.0 以上であり、さらに好ましくは 3.0 以上である。 Log P の上限は例えば 4.09 未満である。水不溶性または Log P が 1.5 以上の水に分散可能なポリマーであることは、すなわち、含窒素複素環を有する樹脂が粒子状であるということである。よって、本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂組成物において、前記含窒素複素環を有する樹脂の平均粒径が、10~250,000nm であることが好ましく、30~600nm であることがより好ましく、50~300nm であることがさらに好ましい。ここで含窒素複素環を有する樹脂の平均粒径の測定方法は、樹脂の特性に合わせ、適切な方法で測定できる。水性分散体に含まれる粒子であれば、動的光散乱法による粒度分布測定器 ($\text{Particle Sizing Systems}$ 社製「 NICOMP Model 380 」) を用い、平均粒子径(体積平均粒子径)を測定できる。粉体状の粒子であれば、卓上走査電子顕微鏡 (JEOL 社製「 JCM-6000 」) を用い、50 個計測することで、平均粒子径(体積平均粒子径)を算出できる。

30

40

【0135】

50

本発明の一実施形態において、含窒素複素環を有する樹脂の添加量としては、尿臭抑制効果の観点から、前記吸水性樹脂100質量部に対し、0.01～30質量部が好ましく、より好ましくは0.05～10質量部であり、さらに好ましくは0.1～5質量部であり、よりさらに好ましくは0.2～3質量部であり、特に、0.3質量部以上、0.3質量部超、0.5質量部超、1.0質量部以上、1.0質量部超、1.5質量部以上、あるいは、2.0質量部以上がよい。かような好ましい添加量は、含窒素複素環が開環するような処理（例えば、高温での加熱）が施されない限り、吸水性樹脂組成物中における好ましい含有量と一致する。すなわち、本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂組成物中において、含窒素複素環を有する樹脂の含有量は、0.01～30質量部が好ましく、より好ましくは0.05～10質量部であり、さらに好ましくは0.1～5質量部であり、特に好ましくは0.2～3質量部であり、特に、0.3質量部以上、0.3質量部超、0.5質量部超、1.0質量部以上、1.0質量部超、1.5質量部以上、あるいは、2.0質量部以上がよい。

10

【0136】

本発明において、含窒素複素環という特定の構造が尿臭低減効果に寄与する。

【0137】

したがって、単に含窒素複素環を有する樹脂を前記好ましい添加量にするだけでなく、上述したような加熱による含窒素複素環の開環や架橋反応を回避し、効果を発揮するのに必要な量の含窒素複素環を残存させることが必要である。ここで、本発明の吸水性樹脂組成物中に存在する含窒素複素環の含有量を「含窒素複素環の存在度」という指標で規定する。含窒素複素環の存在度とは、吸水性樹脂組成物のFT-IR測定で検出される、吸水性樹脂由来のピーク高さに対する、含窒素複素環に由来するピーク高さの比を意味する。含窒素複素環の存在度は、目開き150 μm のJIS標準篩を通過させた吸水性樹脂組成物に対して、FT-IR(Thermo Fisher Scientific社製 Nicolet iS50)を用いて、25 $^{\circ}\text{C}$ の環境下、ダイヤモンドATR法、波数範囲4000～650 cm^{-1} 、スキャン回数64回、分解能4 cm^{-1} の条件で、1600～1700 cm^{-1} に検出される含窒素複素環由来のピーク高さ、1500～1600 cm^{-1} に検出される吸水性樹脂組成物のカルボン酸塩のC=O結合由来のピーク高さを測定し、ベースライン補正後に得られた測定値から以下の式により、含窒素複素環の存在度を算出する。

20

30

【0138】

含窒素複素環の存在度(%) = $h_1 / h_2 \times 100$

h_1 : 吸水性樹脂組成物の含窒素複素環由来のピーク高さ

h_2 : 吸水性樹脂組成物のカルボン酸塩のC=O結合由来のピーク高さ。

【0139】

なお、存在度は同じサンプルについて5回の測定を行い、最大値と最小値を除いた3つの値の相加平均値を採用する。

【0140】

本発明の一実施形態において、含窒素複素環の存在度が、3.0%以上、4.0%以上、5.0%以上、6.0%以上、7.0%以上、8.0%以上、10.0%以上、12.0%以上、13.0%以上、14.0%以上、15.0%以上、20.0%以上、30.0%以上、40.0%以上、あるいは、42.0%以上がよい。含窒素複素環の存在度が3.0%未満であると、尿に起因する悪臭を十分に低減できない場合がある。本発明の一実施形態において、含窒素複素環の存在度が、200%以下、あるいは、150%以下である。含窒素複素環の存在度が200%を超えると、吸水性樹脂組成物の吸収倍率が低下したり、疎水性が高すぎて吸水速度が低下したりするなどの悪影響が出る可能性がある。よって、本発明の一実施形態において、吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分を含み、前記スパン値が、1.10以下である、吸水性樹脂組成物であって、前記含窒素複素環を有する樹脂を含む場合は、前記含窒素複素環の存在度が3.0%以上である、吸水性樹脂組成物が提供される。

40

50

【0141】

本発明の一実施形態において、含窒素複素環の存在度が算出される、吸水性樹脂組成物における吸水性樹脂は、ポリアクリル酸（塩）系吸水性樹脂である。

【0142】

本発明の一実施形態によれば、前記含窒素複素環が、ヘテロ原子を少なくとも1個以上有することが好ましく、2個以上有することがより好ましい。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果をより効率的に奏することができる。本発明の一実施形態によれば、前記含窒素複素環が、ヘテロ原子を3個以下有することが好ましい。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果をより効率的に奏することができる。なお、含窒素複素環は、窒素原子のみを含むことに制限されず、酸素原子や、硫黄原子を含むことを制限しない。

10

【0143】

本発明の一実施形態によれば、含窒素複素環としては、ピリジン環、ピラジン環、トリアジン環、ピリミジン環、ピリダジン環等の6員環の含窒素複素環、イミダゾール環、オキサゾール環、チアゾール環、オキサジアゾール環、チアジアゾール環、トリアゾール環、ピラゾール環、オキサゾリン環等の5員環の含窒素複素環、キノリン環、キノキサリン環、ナフチリジン環、ベンゾイミダゾール環、ベンゾチアゾール環、ベンゾオキサゾール環等の縮合含窒素複素環等が挙げられる。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果をより効率的に奏することができる。

【0144】

中でも、本発明の所期の効果をより効率的に奏するためには、オキサゾリン環、トリアジン環、ピリジン環が好ましく、オキサゾリン環、トリアジン環がより好ましい。

20

【0145】

よって、本発明の一実施形態によれば、含窒素複素環を有する樹脂がオキサゾリン基を有する重合体（オキサゾリン基含有重合体）である。このような、オキサゾリン基含有重合体において、オキサゾリン基量（オキサゾリン基含有重合体1g当たりのオキサゾリン基の数）が、好ましくは0.1mmol/g~10mmol/gであり、より好ましくは0.5mmol/g~8mmol/gである。

【0146】

本発明の一実施形態によれば、オキサゾリン基含有重合体は、オキサゾリン基含有単量体由来の構造単位を有する。

30

【0147】

本発明の一実施形態によれば、オキサゾリン基含有重合体は、オキサゾリン基含有単量体由来の構造単位とオキサゾリン基含有単量体以外のその他の単量体由来の構造単位とを有する。

【0148】

オキサゾリン基含有単量体としては、エチレン性不飽和炭化水素基とオキサゾリン基とを有するものであれば任意の適切な単量体を採用し得る。このようなオキサゾリン基含有単量体としては、例えば、2-ビニル-2-オキサゾリン、5-メチル-2-ビニル-2-オキサゾリン、4,4-ジメチル-2-ビニル-2-オキサゾリン、4,4-ジメチル-2-ビニル-5,5-ジヒドロ-4H-1,3-オキサゾリン、2-イソプロペニル-2-オキサゾリン、4,4-ジメチル-2-イソプロペニル-2-オキサゾリンなどが挙げられ、好ましくは、2-イソプロペニル-2-オキサゾリン、4,4-ジメチル-2-イソプロペニル-2-オキサゾリンである。

40

【0149】

その他の単量体は、オキサゾリン基を有しない単量体であれば任意の適切な単量体を採用し得る。このようなその他の単量体としては、例えば、N-ビニルピロリドン等のN-ビニルラクタム系単量体；（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸プロピル、（メタ）アクリル酸ブチル、（メタ）アクリル酸シクロヘキシル、（メタ）アクリル酸2-エチルヘキシル、（メタ）アクリル酸n-オクチル、（メタ

50

）アクリル酸 *iso*-ノニル、（メタ）アクリル酸ドデシル、（メタ）アクリル酸ステア
 リル等の（メタ）アクリル酸エステル；（メタ）アクリルアミド、N-モノメチル（メタ）
 アクリルアミド、N-モノエチル（メタ）アクリルアミド、N,N-ジメチル（メタ）
 アクリルアミド等のN置換または無置換の（メタ）アクリルアミド；スチレン、
 -メチ
 ルスチレン、ジビニルベンゼン、ビニルトルエン、インデン、ビニルナフタレン、フェニ
 ルマレイミド、ビニルアニリン等のビニルアリーール単量体；エチレン、プロピレン、ブタ
 ジエン、イソブチレン、オクテン等のアルケン；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等のカル
 ボン酸ビニル；メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、ブチルビニルエーテル
 等のビニルエーテル；ビニルエチレンカーボネートおよびその誘導体；N,N-ジメチル
 アミノエチル（メタ）アクリレート、N,N-ジメチルアミノエチル（メタ）アクリルア
 ミド、ビニルピリジン、ビニルイミダゾールおよびこれらの塩またはこれらの4級化物等
 の不飽和アミン；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のシアン化ビニル系単量体；
 などが挙げられる。これらの中でも、好ましくは、（メタ）アクリル酸エステル、ビニル
 アリーール単量体、シアン化ビニル系単量体であり、より好ましくは、（メタ）アクリル酸
 エステルである。

10

【0150】

オキサゾリン基含有重合体においては、オキサゾリン基含有単量体由来の構造単位の割
 合が、全構造単位100モル%に対して、好ましくは15モル%~95モル%であり、よ
 り好ましくは20モル%~95モル%であり、より好ましくは30モル%~90モル%で
 あり、さらに好ましくは40モル%~85モル%である。

20

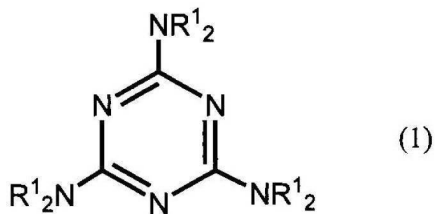
【0151】

本発明の一実施形態によれば、含窒素複素環を有する樹脂がアミノ系樹脂である。上記
 アミノ系樹脂としては、例えば、アミノ化合物とホルムアルデヒドとの縮合物が挙げられ
 る。アミノ化合物としては、例えば、尿素、チオ尿素、多官能アミノ化合物等が挙げられ
 る。なかでも、多官能アミノ化合物が好ましく用いられ、上述のとおり、トリアジン還構
 造を有する多官能アミノ化合物がより好ましく用いられる。トリアジン環構造を有する多
 官能アミノ化合物としては、例えば、メラミン；一般式(1)で表されるアミノ化合物；
 ベンゾグアナミン、シクロヘキサンカルボグアナミン、シクロヘキセンカルボグアナミン
 、アセトグアナミン、ノルボルネンカルボグアナミン、スピログアナミン等のグアナミン
 化合物；等が挙げられる。これらの中でも、メラミン、ベンゾグアナミンが好ましい。ア
 ミノ化合物は、1種のみを用いてもよいし、2種以上を用いてもよい。

30

【0152】

【化1】



40

【0153】

一般式(1)中、R¹は、同一または異なり、水素原子または置換基があってもよいアル
 キル基を表し、R¹の少なくとも1つは置換基があってもよいアルキル基である。一般
 式(1)中、R¹は、好ましくは、水素原子、ヒドロキシアルキル基である。

【0154】

上記アミノ系樹脂粒子がアミノ系樹脂のみから形成される場合、該樹脂は、上記のアミ
 ノ化合物とホルムアルデヒドとを任意の適切な方法により反応（付加縮合反応）させて、
 得ることができる。アミノ系樹脂から形成される樹脂の製造方法としては、例えば、特開
 2000-256432号公報、特開2002-293854号公報、特開2002-2
 93855号公報、特開2002-293856号公報、特開2002-293857号

50

公報、特開 2003-55422 号公報、特開 2003-82049 号公報、特開 2003-138023 号公報、特開 2003-147039 号公報、特開 2003-171432 号公報、特開 2003-176330 号公報、特開 2005-97575 号公報、特開 2007-186716 号公報、特開 2008-101040 号公報等に記載の製造方法が挙げられる。具体的には、例えば、上記アミノ化合物（好ましくは、多官能アミノ化合物）とホルムアルデヒドを、好ましくは塩基性の水性媒体中で付加縮合反応させて縮合物オリゴマーを生成させ、該縮合物オリゴマーが溶解または分散する水性媒体にドデシルベンゼンスルホン酸や硫酸等の酸触媒を混合して硬化させることによって、架橋構造のアミノ系樹脂から形成される樹脂粒子を製造することができる。縮合物オリゴマーを生成させる段階、架橋構造のアミノ系樹脂粒子とする段階は、いずれも、50 ~ 100 の温度で加熱された状態で行うことが好ましい。

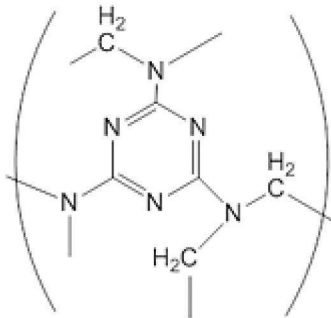
10

【0155】

本発明の一実施形態によれば、含窒素複素環を有する樹脂が、メラミン、ホルムアルデヒド縮合物であり、以下の構成単位を含む。

【0156】

【化 2】



20

【0157】

本発明の一実施形態によれば、含窒素複素環を有する樹脂はピリジン環を繰り返し構成単位とするポリマーである。具体的には 2-ビニルピリジンや 4-ビニルピリジンを原料とするポリマー、あるいはこれらのメチル化 4 級塩のポリマーや 4-アミノピリジン分岐ポリスチレン等がある。

30

【0158】

本発明の一実施形態によれば、含窒素複素環を有する樹脂の重量平均分子量は 5,000 以上であることが好ましく、10,000 以上であることがより好ましい。上限は適宜決定されるが、通常、1,000 万以下であり、100 万以下であることが好ましい。含窒素複素環を有する樹脂の重量平均分子量は、GPC により測定される。

【0159】

本発明の一実施形態によれば、含窒素複素環を有する樹脂は 1 種でも 2 種以上組み合わせて使用されてもよい。

【0160】

なお、含窒素複素環を有する樹脂は、市販品を購入することによって準備してもよい。

40

【0161】

本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂組成物が、前記吸水性樹脂と、前記成分とを結着する、バインダを含む。この技術的意義は以下のとおりであり、すなわち、吸水性樹脂組成物には、吸水性樹脂と；疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分と；の異なる材料が存在することになる。異なる材料が存在する場合、互いが、偏析する傾向にある。偏析が発生すると、安定した消臭効果が得られない場合がある。本発明の一実施形態において、前記バインダを含むことによって、吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分とが結着されるため、これらが、吸水性樹脂組成物内で均等に分布し、安定した消臭効果が得られる。

50

【 0 1 6 2 】

本発明の一実施形態によれば、前記バインダが、ポリオールである。ポリオールとは、水酸基を2個以上有する化合物を意味し、例えば、プロピレングリコール、エチレングリコール、テトラメチレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン等が挙げられる。

【 0 1 6 3 】

本発明の一実施形態によれば、バインダは、吸水性樹脂（ベースポリマー）の表面架橋に用いられる表面架橋剤に含まれてもよい。

【 0 1 6 4 】

本発明の一実施形態によれば、前記表面架橋剤の少なくとも1種が、バインダとしての機能を兼ね備えてもよい。また、本発明の一実施形態によれば、前記バインダが、表面架橋された吸水性樹脂表面に残存している、表面架橋剤である。つまり、前記バインダは、表面架橋処理後に吸水性樹脂表面に残存している表面架橋剤でありうる。

10

【 0 1 6 5 】

本発明の一実施形態によれば、前記吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量が、好ましくは0.1～10質量%であり、より好ましくは0.2～7質量%であり、さらに好ましくは0.3～5質量%である。バインダの量が好ましい添加量より少ない場合には、消臭効果の安定化が十分にできないおそれがある。また、バインダの量が好ましい添加量より多い場合には、吸水性樹脂の吸水倍率が低下するおそれがある。なお、前記吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、例えば、生理食塩水等で抽出し、HPLC等の測定機器によって測定することができる。

20

【 0 1 6 6 】

本発明の一実施形態において吸水性樹脂組成物に含ませるバインダの添加方法としては特に制限はなく、上述のとおり、表面処理時に添加してもよいし、表面処理後の吸水性樹脂と、バインダとを混合してもよい。

【 0 1 6 7 】

本発明の一実施形態において、バインダの分子量としては、好ましくは40～800であり、より好ましくは50～300であり、さらに好ましくは60～200である。なお、バインダの分子量は、ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）、液クロマトグラフ質量分析計（LC-MS）や、ゲル濾過クロマトグラフィー（GPC）等により適宜測定することができる。

30

【 0 1 6 8 】

本発明の一実施形態において、（例えば、表面架橋されている）吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分とを混合する場合、十分なトルクをかけて吸水性樹脂と疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分を均一かつ確実に混合することが好ましい。

【 0 1 6 9 】

前記混合に使用する装置としては、例えば、攪拌型混合機、円筒型混合機、二重壁円錐型混合機、V字型混合機、リボン型混合機、スクリュウ型混合機、流動型ロータリーデスク型混合機、気流型混合機、双腕型ニーダー、内部混合機、粉碎型ニーダー、回転式混合機、スクリュウ型押出機等が好適である。攪拌型混合機を用いる場合には、その回転数は、5rpm～10000rpmが好ましく、10rpm～2000rpmがより好ましい。

40

【 0 1 7 0 】

[2 - 8] キレート剤の添加工程

本発明者らは、キレート剤を加えることで、相乗効果により、消臭効果が顕著に高まることも確認した。よって、本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物は、キレート剤を含む。キレート剤の使用量は、吸水性樹脂100質量部に対して0～3質量部が好ましく、0.001～1質量部がより好ましく、0.05～0.5質量部が特に好ましい。かような好ましい使用量は、吸水性樹脂組成物中における好ましい含有量と一致する。す

50

なわち、本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂組成物中において、キレート剤の含有量は、吸水性樹脂 100 質量部に対して 0 ~ 3 質量部が好ましく、0.001 ~ 1 質量部がより好ましく、0.05 ~ 0.5 質量部が特に好ましい。なお、これらは単量体や含水ゲル、乾燥重合体や粉末等に添加され、添加工程は重合工程以降に適宜決定されるが、重合後、さらには乾燥後、特に表面架橋後に添加することが好ましい。

【0171】

使用できるキレート剤は、米国特許第 6599989 号、同第 6469080 号、欧州特許第 2163302 号等に例示のキレート剤、特に非高分子キレート剤、さらには有機リン系キレート剤、ジエチレントリアミン 5 酢酸またはその塩、エチレンジアミン 4 酢酸またはその塩等のアミノカルボン酸系キレート剤が使用できる。

10

【0172】

[2-9] 着色防止剤又は耐尿性向上剤の添加工程

一般的には、吸水性樹脂は着色や劣化しやすい傾向もあるため、本発明では着色防止や劣化防止のために、- ヒドロキシカルボン酸（特に乳酸又はその塩）、無機又は有機還元剤（特に硫黄系無機還元剤）から選ばれる着色防止剤又は耐尿性（耐候性）向上剤をさらに含むことが好ましい。これらの使用量は吸水性樹脂 100 質量部に対して、固形分で 0 ~ 3 質量部が好ましく、0.001 ~ 1 質量部がより好ましく、0.05 ~ 0.5 質量部が特に好ましい。かような好ましい使用量は、吸水性樹脂組成物中における好ましい含有量と一致する。すなわち、本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂組成物中において、着色防止剤又は耐尿性向上剤の含有量は、それぞれ独立して、吸水性樹脂 100 質量部に対して 0 ~ 3 質量部が好ましく、0.001 ~ 1 質量部がより好ましく、0.05 ~ 0.5 質量部が特に好ましい。これらは単量体や含水ゲル、乾燥重合体や粉末等に添加され、添加工程は重合工程以降に適宜決定されるが、これらの中で還元剤は重合で消費されるため、重合後、さらには乾燥後に特に表面架橋後に添加することが好ましい。

20

【0173】

- ヒドロキシカルボン酸は米国特許出願公開第 2009/0312183 号等に例示の林檎酸、琥珀酸、乳酸やその塩（特に一価塩）が例示できる。使用できる無機又は有機還元剤（特に硫黄系無機還元剤）は米国特許出願公開第 2010/0062252 号等に例示の硫黄系還元剤、特に亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩等が例示される。

【0174】

[2-10] 抗菌剤の添加工程

本発明では、吸水性樹脂組成物が抗菌剤をさらに含んでいてもよい。尿に起因する悪臭は、微生物等が経時で増殖し、尿中の有機物を分解することで発生する腐敗臭・刺激臭が経時で増加する。抗菌剤をさらに含有することによって初期尿臭の抑制のみならず、微生物等の経時での増殖抑制による中～長期経過後の尿臭の抑制も達成することができる。

30

【0175】

吸水性樹脂と抗菌剤とを混合する手順は特に限定されず、例えば、表面架橋される前のベースポリマーに抗菌剤を添加してからベースポリマーを表面架橋してもよいが、抗菌剤の消臭効果を高めるためには、表面架橋された吸水性樹脂に抗菌剤を添加するのが好ましい。

40

【0176】

抗菌剤とは、黄色ブドウ球菌、大腸菌、アンモニア産生菌などのような菌の増殖を抑制する効果を有するものである。抗菌剤は、Ag、Cu、Zn等の抗菌性金属を有効成分として無機担体に担持したり、有機化合物の塩または錯体として含有する無機系抗菌剤と、抗菌性金属を含有しない有機系抗菌剤に大別できる。本発明の実施形態において、微生物等の経時での増殖抑制の効果を有する任意の無機系抗菌剤または有機系抗菌剤を好ましく用いることができる。中でも、抗菌性金属による人体への悪影響懸念を払拭することができる点で、有機系抗菌剤がより好ましい。

【0177】

無機系抗菌剤としては、具体的には、ゼオライト、シリカゲル、ケイ酸カルシウム、粘

50

土鉱物等のケイ酸塩類に抗菌性金属を担持したケイ酸塩系；リン酸ジルコニウム、リン酸カルシウム、リン酸アルミニウム、ヒドロキシアパタイト等のリン酸塩類に抗菌性金属を担持したリン酸塩系；抗菌性金属ナノ粒子等の単体金属；抗菌性金属のハロゲン化物、酸化物等の抗菌性金属化合物；有機化合物、ポリマー等の抗菌性金属塩または錯体を例示することができる。

【0178】

よって、本発明の一実施形態において、無機系抗菌剤（ケイ酸塩類（例えばゼオライト等）に抗菌性金属（例えばAg）が担持されたもの）が吸水性樹脂組成物中に含まれない、あるいは、仮に含まれる場合、その含有割合は、10質量ppm未満、9質量ppm以下、7質量ppm以下、あるいは、5質量ppm以下がよい。

10

【0179】

有機系抗菌剤としては、具体的には、2-プロモ-2-ニトロ-1,3-プロパンジオール、N-(2-ヒドロキシプロピル)-アミノメタノール等のアルコール系化合物；3-メチル-4-イソプロピルフェノール（イソプロピルメチルフェノール）、2-イソプロピル-5-メチルフェノール、o-フェニルフェノール、o-フェニルフェノールナトリウム、クロロキシレノール（4-クロロ-3,5-ジメチルフェノール）、p-クロロm-クレゾール、トリプロモフェノール、4-クロロ-2-フェニルフェノール等のフェノール系化合物；脂肪酸モノグリセライド、p-ヒドロキシ安息香酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル等のエステル系化合物；2,4,4'-トリクロロ-2'-ヒドロキシジフェニルエーテル等のエーテル系化合物；2,4,5,6-テトラクロロイソフタロニトリル、1,2-ジプロモ-2,4-ジシアノブタン等のニトリル系化合物；塩素化イソシアヌール酸、4-クロロナフタレン、ポリビニルピロリドンヨード等のハロゲン系抗菌剤；（2-ピリジルチオ-1-オキシド）、2,3,5,6-テトラクロロ-4（メチルスルフォニル）ピリジン等のピリジン・キノリン系抗菌剤；ヘキサヒドロ-1,3,5-トリス（2-ヒドロキシエチル）-S-トリアジン等のトリアジン系化合物；5-クロロ-2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オン、2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オン、2-n-オクチル-4-イソチアゾリン-3-オン、1,2-ベンゾチアゾロン等のイソチアゾロン系化合物；2-(4-チオシアノメチルチオ)ベンズイミダゾール、2-(4'-チアゾリル)ベンズイミダゾール、2-メトキシカルボニルアミノベンズイミダゾール等のイミダゾール・チアゾール系化合物；3,4,4'-トリクロロカルバニリド、3-トリフルオロメチル-4,4'-ジクロロカルバニリド等のアニリド系化合物；ポリヘキサメチレンピグアニジン塩酸塩、ポリヘキサメチレンピグアニジングルコン酸塩、クロールヘキシジン塩酸塩、クロールヘキシジングルコン酸塩等のピグアニド系化合物；ビス（ジメチルチオカーバモイル）ジスルフィド等のジスルフィド系化合物；ポリグルコサミン、キトサン、アミノグリコシドST-7等の糖質系化合物；ヒノキチオール等のトロポロン系抗菌剤；アルキルベンジルジメチルアンモニウム塩（塩化ベンザルコニウム等）、アルキルジメチルアンモニウムクロライド、ジデシルジメチルアンモニウムクロライド、ジデシルジメチルアンモニウムグルコン酸塩、セチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド、オクタデシルアミン酢酸塩、3-(トリメトキシシリル)プロピルジメチルオクタデシルアンモニウムクロライド、ポリ[ポリメチレン（ジメチルイミノオ）クロライド]、ポリ[オキシエチレン（ジメチルイミノオ）エチレン（ジメチルイミノオ）エチレンジクロライド]、等の第4級アンモニウム塩系化合物、アルキルジ（アミノエチル）グリシン、アルキルベタイン、脂肪族モノグリセライド等に代表される両性、アニオン性界面活性剤系化合物等を例示することができる。これらの中でも吸水性樹脂組成物への安定した抗菌性の付与という観点から、抗菌剤が水溶性、水分散性のものが特に好ましく用いられ、なかでもフェノール系化合物、第4級アンモニウム塩系化合物、ピグアニド系化合物、両性、アニオン性界面活性剤系化合物が好ましく用いられる。

20

30

40

【0180】

本発明の実施形態において、前記吸水性樹脂に対する前記抗菌剤の添加量が、腐敗臭、刺激臭発生の抑制効果の観点から、0.001~5質量%であることが好ましく、より好

50

ましくは0.01~4質量%、さらに好ましくは0.03~3質量%、特に好ましくは0.05~2質量%である。

【0181】

[2-11] その他の工程

本発明においては、上述した工程以外に、造粒工程、整粒工程、微粉除去工程、微粉回収工程、微粉の再利用工程、その他の添加剤の添加工程、除鉄工程等を、必要に応じて実施することができる。また、輸送工程、貯蔵工程、梱包工程、保管工程等から選択される少なくとも1種類の工程をさらに含んでもよい。

【0182】

なお、前記整粒工程には、表面架橋工程以降で微粉を分級して除去する工程や、吸水性樹脂が凝集して所望の大きさを越えた場合に分級、粉砕を行う工程を含む。また、前記微粉の再利用工程は微粉をそのまま、または造粒工程で大きな含水ゲルにして、吸水性樹脂の製造工程の何れかの工程で原料である含水ゲル等に添加する工程を含む。

10

【0183】

また、前記着色防止剤又は耐尿性向上剤の添加工程では、吸水剤に様々な機能を付与させるために、酸化剤、金属石鹸等の有機粉末、パルプや熱可塑性繊維等から選ばれるその他の添加剤の1つ以上を、前記着色防止剤又は耐尿性向上剤と共に、或いは着色防止剤又は耐尿性向上剤と変えて添加することもできる。またこれらその他の添加剤は、前記表面架橋剤と同時にまたは別途、混合することができる。すなわち本発明の吸水性樹脂組成物は、こうしたその他の添加剤も含有し得る。

20

【0184】

本発明の一実施形態においては、吸水性樹脂組成物は、フェノール性化合物を重合する機能を有する材料を含まなくてもよい。

【0185】

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物が、天然消臭剤成分（特に、植物成分）を含まなくてもよい。

【0186】

[3] 吸水性樹脂組成物の特性

[3-1] スパン値

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物は、そのスパン値が、1.10以下である。スパン値が1.10を超えると本発明の所期の効果を達成することができない。本発明の実施形態によれば、スパン値が0.40以上である。かかる実施形態によれば、本発明の所期の効果を効率的に奏することができる。本発明の実施形態によれば、0.40~1.10であることが好ましく、0.45~1.05であることがより好ましく、0.50~1.00であることがさらに好ましい。スパン値を特定値以下に調整して、特に、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分と組み合わせることによって、所期の消臭効果が得られるメカニズムは定かではなく、消臭性とは一見すると全く関係ない構成が、課題解決に寄与する驚くべき結果であった。

30

【0187】

[3-2] 吸水性樹脂組成物のその他の特性

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂は、さらに以下に示す特性を備えているのが好ましい。

40

【0188】

(3-2-1) 質量平均粒子径D(50%)

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物の質量平均粒子径D(50%)は、300µm以上が好ましく、305µm以上がより好ましく、310µm以上がさらに好ましく、315µm以上が特に好ましい。また、600µm以下が好ましく、550µm以下がより好ましく、500µm以下がさらに好ましく、450µm以下が特に好ましい。当該質量平均粒子径D(50%)の範囲としては、上記上下限值から任意に組み合わせた範囲が適用される。

50

【0189】

吸水性樹脂の質量平均粒子径D(50%)を前記範囲内とすることで、後述する本発明の一実施形態において、吸水性組成物の、無加圧下吸収倍率(CRC)や加圧下吸収倍率(AAP)をバランスよく制御することができる。つまり、前記範囲内とすることで、無加圧下吸収倍率(CRC)や加圧下吸収倍率(AAP)を高めることができ、吸水性樹脂の粒子の粗さを抑制し使い捨てオムツや生理用ナプキン等の吸収性物品に用いたときに、肌触りや装着感を向上することができる。

【0190】

(3-2-2)CRC(無加圧下吸収倍率)

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物のCRC(遠心分離機保持容量)は、通常5g/g以上であり、好ましくは20g/g以上、より好ましくは24g/g以上、さらに好ましくは30g/g以上である。上限値については特に限定されず高値ほど好ましいが、他の物性とのバランスの観点から、好ましくは70g/g以下、より好ましくは50g/g以下、さらに好ましくは45g/g以下である。したがって、上記CRC(遠心分離機保持容量)の代表的な範囲としては、上述した上限値及び下限値の範囲内で適宜選択することができる。例えば、5~70g/g、20~50g/g、24~45g/g等、任意の範囲を選択することができる。

10

【0191】

上記CRCが5g/g未満の場合、吸水性樹脂組成物の吸水量が小さく、紙オムツ等の吸収性物品の吸収体として適さない。また、上記CRCが70g/gを超える場合、尿や血液等の体液等を吸収する速度が低下するため、高吸水速度タイプの紙オムツ等への使用に適さない。なお、CRCは、内部架橋剤や表面架橋剤等で制御することができる。

20

【0192】

(3-2-3)AAP(加圧下吸水倍率)

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物のAAP(加圧下吸水倍率)は、好ましくは5g/g以上、より好ましくは8g/g以上、さらに好ましくは10g/g以上、よりさらに好ましくは12g/g以上であり、好ましくは14g/g以上であり、よりさらに好ましくは18g/g以上であり、よりさらに好ましくは22g/g以上である。上限値については特に限定されないが、好ましくは30g/g以下である。

【0193】

上記AAPが5g/g未満の場合、紙オムツ等で実際に使用される際、吸収体に圧力が加わった状態での吸収量が低下するため、紙オムツ等の吸収性物品の吸収体として適さない。なお、AAPは、粒度や表面架橋剤等で制御することができる。

30

【0194】

(3-2-4)接触角

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物の接触角が35°以上であることが好ましく、40°以上であることがより好ましく、45°以上であることがさらに好ましく、50°以上、54°以上、55°以上、56°以上あるいは、100°超もまたよりさらに好ましい。

【0195】

接触角が、かような下限を有することによって、吸水性樹脂による尿等の吸収が遅くなる。そうすると吸収体や吸収性物品に適用した時に尿等の拡散性が向上する。そのため尿等の吸水性樹脂に触れる面積が多くなり消臭剤の有効面積の活用が図れる。さらに尿戻りも少なくなる効果が期待できる。

40

【0196】

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物の接触角が、120°以下であることが好ましく、接触角が、110°以下であることがより好ましい。かような上限を有することによって、吸水性樹脂による尿等の吸収が過度に遅くならないため、吸収体や吸収性物品に適用した時に尿等が漏れることを防止できる。

【0197】

50

(特に好ましい実施形態の組み合わせ)

本発明において説明された実施形態(形態)はいずれの組み合わせも開示されているものとみなされるが(つまり適法な補正の根拠となるが)、特に好ましい実施形態あるいはその組み合わせを説明する。

【0198】

本発明の一実施形態において、疎水性多孔質ポリマー吸着剤が、スチレン系吸着剤である。

【0199】

本発明の一実施形態において、前記含窒素複素環を有する樹脂が、水不溶性またはLog Pが1.5以上の水に分散可能なポリマーである。

10

【0200】

本発明の一実施形態において、前記含窒素複素環を有する樹脂の添加量が、前記吸水性樹脂100質量部に対し、0.3質量部超、0.5質量部超、1.0質量部超、1.5質量部以上、あるいは、2.0質量部以上である。

【0201】

本発明の一実施形態によれば、前記含窒素複素環に、ヘテロ原子が2個含まれる。

【0202】

本発明の一実施形態において、前記含窒素複素環を有する樹脂が水不溶性またはLog Pが1.5以上の水に分散可能なポリマーであり、かつ、含窒素複素環を有する樹脂の添加量が、前記吸水性樹脂100質量部に対し、0.3質量部超、0.5質量部超、1.0質量部超、1.5質量部以上、あるいは、2.0質量部以上である。さらに前記含窒素複素環に、ヘテロ原子が2個含まれる。

20

【0203】

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物が、前記吸水性樹脂と、前記疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分とを結着する、バインダを含む。

【0204】

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物が、キレート剤を含む。

【0205】

本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物の接触角が、50°以上、55°以上、あるいは、100°超である。

30

【0206】

本発明の一実施形態によれば、吸水性樹脂1gあたりの疎水性多孔質ポリマー吸着剤の総比表面積としては、2.5m²超、3.0m²超、あるいは、3.5m²超である。

【0207】

本発明の一実施形態において、含窒素複素環の存在度が、7.0%以上、14.0%以上、あるいは、42.0%以上である。

【0208】

[4] 吸水性樹脂組成物の用途(吸収体、吸収層)

本発明に係る吸水性樹脂組成物は、主に使い捨てオムツや生理用ナプキン等の吸収性物品の吸収体(吸収層)として使用されることが好ましく、吸収性物品1枚当たりの使用量が多い、吸収性物品の吸収体(吸収層)として使用されることがより好ましい。よって、本発明の一実施形態において、吸水性樹脂組成物と、親水性繊維とを含む、吸収体が提供される。

40

【0209】

前記吸収体は、粒子状吸水剤をシート状や繊維状、筒状などに成形したものを意味し、好ましくはシート状に成形されて吸収層となる。本発明に係る吸水性樹脂組成物の他に、パルプ繊維等の吸収性材料や接着剤や不織布などを成形に併用することもできる。この場合、吸収体(吸収層)中の吸水剤の量(以下、「コア濃度」と表記する)は、20~100質量%の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは30~90質量%の範囲、より

50

好ましくは40～80質量%の範囲である。コア濃度が20質量%未満の場合は、吸水性樹脂組成物の使用量が少なく、例えば、オムツ全体への消臭性能の付与が十分に行われない場合があり、好ましくない。

【0210】

本発明にかかる吸収体を吸水性樹脂組成物と親水性繊維とから製造する場合、その製造方法は特に限定されないが、例えば、吸水性樹脂組成物と親水性繊維とを、上述のコア濃度となる割合でミキサー等の混合機を用いて乾式混合し、得られた混合物を例えば空気抄造などによってウェブ状に成形した後、必要により圧縮成形して製造する方法が挙げられる。かかる吸収体は、密度0.001～0.50g/cc、坪量0.01～0.20g/cm²の範囲に圧縮成形されることが好ましい。

10

【0211】

[5] 吸収性物品

本発明に係る吸収性物品は、前記吸収体(吸収層)を含み、通常、液透過性を有する表面シートおよび液不透過性を有する背面シートを備える。吸収性物品として、使い捨てオムツや生理用ナプキン等が挙げられる。よって、本発明の一実施形態において、吸収体と、液透過性を有する表面シート、液不透過性を有する背面シートとを備える、吸収性物品が提供される。

【0212】

吸収性物品が例えば使い捨てオムツである場合には、装着したときに人の肌に触れる側に位置する液透過性のトップシートと、装着したときに外側に位置する液不透過性のバックシートとの間に、本発明の一実施形態において、吸水剤を含む吸収体を挟持することにより、当該使い捨てオムツが作製される。なお、使い捨てオムツには、装着後の使い捨てオムツを固定するための粘着テープ等の、当業者にとって公知の部材がさらに設けられている。

20

【0213】

本発明に係る吸収性物品は、特定の吸水性樹脂組成物を含むため、従来よりも優れた消臭能を有する、新規な吸水性樹脂組成物を目的とする。

【0214】

なお、本発明に係る吸水性樹脂組成物は、前記使い捨てオムツや生理用ナプキン以外に、ペット尿吸収剤、携帯トイレの尿ゲル化剤等の用途にも、好適に利用することができる。さらに詳しくは、本発明は、紙おむつ、失禁パッド等の衛生材料を用いた場合に、優れた消臭性能、特に尿に起因する悪臭に対する優れた消臭性能を示す、吸水性樹脂組成物、吸収体、および吸収性物品に関する。

30

【実施例】

【0215】

以下、実施例および比較例によって本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれら実施例および比較例に限定して解釈されるものではなく、各実施例に開示された技術的手段を適宜組み合わせ得られる実施例も本発明の範囲に含まれる。なお、実施例および比較例、並びに吸水剤の諸物性の測定で使用される電気機器は、特に注釈の無い限り、200Vまたは100V/60Hzの電源を使用している。吸水剤の諸物性は、特に注釈の無い限り、室温(20～25)、相対湿度50±5%RHの条件下で測定した。また、便宜上、「リットル」を「l」または「L」、「質量%」を「wt%」と表記することがある。

40

【0216】

[吸水性樹脂組成物の物性]

以下、本発明に係る吸水性樹脂組成物の諸物性の測定方法に関して説明する。

【0217】

(a) スパン値

吸水性樹脂組成物のスパン値は、EDANA法WSP220.2の粒度分析法に準拠し、使用する篩を上から、目開き850μm、710μm、600μm、500μm、30

50

0 μm、150 μm、45 μmの順に組み合わせて使用し、以下の式によりスパン値を求めた。

【0218】

【数6】

$$\text{スパン値} = \frac{D(90\%) - D(10\%)}{D(50\%)} \dots \text{式(1)}$$

【0219】

D(90%)は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が90%となる粒子径(単位: μm)

10

D(10%)は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が10%となる粒子径(単位: μm)

D(50%)は、粒子径の累積粒径分布において、最小径からの累積が50%となる粒子径(単位: μm)

ここで、D(90%)、D(10%)、D(50%)は、質量基準で累積した値である。

【0220】

スパン値は上述のとおり、粉碎、分級、造粒等を適宜組み合わせることによって所望のスパン値となるように設定することができる。

【0221】

(b) 質量平均粒子径D(50%)

20

吸水性樹脂組成物の質量平均粒子径D(50%)は、EDANA法WSP220.2の粒度分析法に準拠し、使用する篩を上から、目開き850 μm、710 μm、600 μm、500 μm、300 μm、150 μm、45 μmの順に組み合わせて使用して測定した。

【0222】

(c) 無加圧下吸収倍率(CRC)

吸水性樹脂および吸水性樹脂組成物のCRCは、EDANA法WSP241.3(10)に準拠して測定した。

【0223】

(d) 加圧下吸収倍率(AAP)

吸水性樹脂および吸水性樹脂組成物のAAPは、EDANA法WSP242.3(10)に準拠して測定した。なお、荷重条件のみ4.83 kPaに変更して測定した。

30

【0224】

(e) 消臭性能(消臭試験)

複数の成人より集めた人尿50 mlを蓋付きの250 mlのポリプロピレンカップに加え、そこに後述する実施例または比較例で得られた吸水性樹脂(または吸水性樹脂組成物)2.0 gを添加することにより膨潤ゲルを形成させた。人尿は排泄後2時間以内のものを用いた。この容器に蓋をし、膨潤ゲルを37℃に保った。液吸収から所定時間後に蓋を開け、カップの上部から約3 cmの位置で成人4名以上のパネラーが臭いをかぐことにより、消臭効果を判定した。判定は、下記の判定基準を用いて各人6段階で得点を記載し平均値を求めた。

40

【0225】

【数7】

評価	判定基準
5	強烈な尿臭
4	強い尿臭
3	弱い尿臭
2	わずかに尿臭を感じる
1	尿臭とわからないわずかな臭気
0	無臭

10

【0226】

(f) 接触角

SUS板上に両面粘着テープを貼り、その上に吸水性樹脂組成物を撒き、両面テープに付着しなかった吸水性樹脂組成物を掻き落として表面が吸水性樹脂組成物で覆われた試料板を作成した。0.90質量%生理食塩水を該試料板に接触させた時の接触角を、20、60%RHの条件下、接触角計(協和界面科学(株)製、FACE CA-X型)を用いて液滴法にて測定した。0.90質量%生理食塩水の液滴を試料板に滴下してから1秒後の接触角を1試料について5回測定し、その平均値を求めて吸水性樹脂組成物の接触角とした。

20

【0227】

[製造例1]

単量体成分としてのアクリル酸ナトリウム(中和率75モル%)の33質量%水溶液5500質量部に、内部架橋剤としてのポリエチレングリコールジアクリレート($n=8$)8.7質量部を溶解させて反応液とした。

【0228】

次に、この反応液を窒素ガス雰囲気下で、30分間脱気した。次いで、シグマ型羽根を2本有する内容積10Lのジャケット付きステンレス製双碗型ニーダーに蓋を付けた反応器に前記反応液を供給し、反応液を30に保ちながら前記反応器内を窒素ガス置換した。続いて、反応液を攪拌しながら過硫酸ナトリウム2.4質量部、及びL-アスコルビン酸0.12質量部をそれぞれ水溶液にして添加したところ、凡そ1分後に重合が開始した。重合開始後、約20分でピーク温度約80となり、その後も攪拌を続けながら、重合を開始して60分後に粒子状の含水ゲル状重合体を取り出した。

30

【0229】

当該粒子状含水ゲル状重合体の質量平均粒子径(D_{50})を、国際公開公報「国際公開第2011/126079号パンフレット」記載の方法で測定したところ、約1800 μ mであった。

【0230】

得られた含水ゲル状重合体を目開き300 μ mの金網上に広げ、150で90分間熱風乾燥した。

40

【0231】

次いで、乾燥物をロールミルを用いて粉碎し、さらに目開き600 μ mのJIS標準篩で分級、調合することにより、不定型破碎状の樹脂(ベースポリマー)(1)を得た。得られたベースポリマー(1)は、質量平均粒子径 $D(50\%)$ が328 μ m、850 μ mを超える粒子割合が0.0質量%、710 μ m以上850 μ m未満の粒子割合が0.0質量%、600 μ m以上710 μ m未満の粒子割合が1.4質量%、500 μ m以上600 μ m未満の粒子割合が6.1質量%、300 μ m以上500 μ m未満の粒子割合が54.9質量%、150 μ m以上300 μ m未満の粒子割合が35.4質量%、45 μ m以上150 μ m未満の粒子割合が2.1質量%、45 μ m未満の粒子割合が0.1質量%であつ

50

た。

【0232】

次いで、前記のベースポリマー(1)100質量部に対し、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.05質量部、プロピレングリコール1質量部、水3質量部と、イソプロピルアルコール1質量部からなる表面架橋剤を攪拌混合機で混合した。その後、前記の混合物を210で50分間加熱処理することにより、表面架橋を行った。

【0233】

次いで1.0質量%ジエチレントリアミン5酢酸・3ナトリウム水溶液3.0質量部を添加混合し、さらに混合物を60で30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂(1)を得た。

10

【0234】

[製造例2]

製造例1で得られたベースポリマー(1)をさらにロールミルを用いて粉碎し、目開き150 μ mの篩で分級、調合することにより、ベースポリマー(2)を得た。得られたベースポリマー(2)は、質量平均粒子径D(50%)が330 μ m、850 μ mを超える粒子割合が0.0質量%、710 μ m以上850 μ m未満の粒子割合が0.0質量%、600 μ m以上710 μ m未満の粒子割合が0.7質量%、500 μ m以上600 μ m未満の粒子割合が4.7質量%、300 μ m以上500 μ m未満の粒子割合が59.2質量%、150 μ m以上300 μ m未満の粒子割合が33.1質量%、45 μ m以上150 μ m未満の粒子割合が2.2質量%、45 μ m未満の粒子割合が0.1質量%であった。

20

【0235】

次いで、前記のベースポリマー(2)100質量部に対し、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.05質量部、プロピレングリコール1質量部、水3質量部と、イソプロピルアルコール1質量部からなる表面架橋剤を攪拌混合機で混合した。その後、前記の混合物を210で50分間加熱処理することにより、表面架橋を行った。

【0236】

次いで1.0質量%ジエチレントリアミン5酢酸・3ナトリウム水溶液3.0質量部を添加混合し、さらに混合物を60で30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂(2)を得た。

【0237】

[製造例3]

製造例2で得られた吸水性樹脂(2)を、さらに目開き500 μ m、150 μ mの篩で分級し、調合することにより、吸水性樹脂(3)を得た。

30

【0238】

得られた吸水性樹脂(3)は、質量平均粒子径D(50%)が324 μ m、850 μ mを超える粒子割合が0.0質量%、710 μ m以上850 μ m未満の粒子割合が0.0質量%、600 μ m以上710 μ m未満の粒子割合が0.0質量%、500 μ m以上600 μ m未満の粒子割合が0.1質量%、300 μ m以上500 μ m未満の粒子割合が70.5質量%、150 μ m以上300 μ m未満の粒子割合が29.4質量%、45 μ m以上150 μ m未満の粒子割合が0.0質量%、45 μ m未満の粒子割合が0.0質量%であった。

40

【0239】

[製造例4]

製造例1において、乾燥物をロールミルを用いて粉碎し、さらに目開き850 μ mの篩で分級、調合することにより、ベースポリマー(4)を得た。

【0240】

得られたベースポリマー(4)は、質量平均粒子径D(50%)が361 μ m、850 μ mを超える粒子割合が0.0質量%、710 μ m以上850 μ m未満の粒子割合が0.8質量%、600 μ m以上710 μ m未満の粒子割合が12.4質量%、500 μ m以上600 μ m未満の粒子割合が14.8質量%、300 μ m以上500 μ m未満の粒子割合

50

が34.9質量%、150 μ m以上300 μ m未満の粒子割合が29.3質量%、45 μ m以上150 μ m未満の粒子割合が7.5質量%、45 μ m未満の粒子割合が0.3質量%であった。次いで、前記のベースポリマー(4)100質量部に対し、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.05質量部、プロピレングリコール1質量部、水3質量部と、イソプロピルアルコール1質量部からなる表面架橋剤を攪拌混合機で混合した。その後、前記の混合物を210で50分間加熱処理することにより、表面架橋を行った。次いで1.0質量%ジエチレントリアミン5酢酸・3ナトリウム水溶液3.0質量部を添加混合し、さらに混合物を60で30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂(4)を得た。

【0241】

[製造例5]

製造例1で得られたベースポリマー(1)100質量部に対し、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.05質量部、水3質量部と、イソプロピルアルコール2質量部からなる表面架橋剤を攪拌混合機で混合した。その後、前記の混合物を210で50分間加熱処理することにより、表面架橋を行った。次いで1.0質量%ジエチレントリアミン5酢酸・3ナトリウム水溶液3.0質量部を添加混合し、さらに混合物を60で30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂(5)を得た。

【0242】

[製造例6]

製造例1で得られたベースポリマー(1)100質量部に対し、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.05質量部、プロピレングリコール1質量部、水3質量部と、イソプロピルアルコール1質量部からなる表面架橋剤を攪拌混合機で混合した。その後、前記の混合物を210で50分間加熱処理することにより、表面架橋を行った。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂(6)を得た。

【0243】

[実施例1]

製造例1で得られた、吸水性樹脂(1)100質量部に対して、Chromalite PCG600M(ピュロライト株式会社製、スチレン系合成吸着剤、平均粒子径70 μ m、比表面積700 m^2/g 、平均細孔直径100)を0.1質量部(固形分換算)添加混合し、さらに混合物を60で30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物(1)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.92質量%であった。

【0244】

[実施例2]

製造例1で得られた、吸水性樹脂(1)100質量部に対して、Chromalite PCG600Mを0.5質量部(固形分換算)添加混合し、さらに混合物を60で30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物(2)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.93質量%であった。

【0245】

[実施例3]

製造例1で得られた、吸水性樹脂(1)100質量部に対して、Chromalite PCG600Mを1.0質量部(固形分換算)添加混合し、さらに混合物を60で30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物(3)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.96質量%であった。

10

20

30

40

50

【0246】

[実施例4] (バインダなし)

製造例5で得られた、吸水性樹脂(5)を使用した以外、実施例3と同様にして吸水性樹脂組成物(4)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。

【0247】

[実施例5] (キレート剤なし)

製造例6で得られた、吸水性樹脂(6)を使用した以外、実施例3と同様にして吸水性樹脂組成物(5)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.95質量%であった。

10

【0248】

[実施例6]

製造例1で得られた、吸水性樹脂(1)100質量部に対して、Purosorb PAD600FM(ピュロライト株式会社製、スチレン系合成吸着剤、平均粒子径210 μ m、比表面積830m²/g、平均細孔直径630 μ m)を0.5質量部(固形分換算)添加混合し、さらに混合物を60 $^{\circ}$ Cで30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物(6)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.94質量%であった。

20

【0249】

[実施例7]

製造例1で得られた、吸水性樹脂(1)100質量部に対して、Purosorb PAD600(ピュロライト株式会社製、スチレン系合成吸着剤、平均粒子径460 μ m、比表面積830m²/g、平均細孔直径630 μ m)を0.5質量部(固形分換算)添加混合し、さらに混合物を60 $^{\circ}$ Cで30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物(7)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.93質量%であった。

30

【0250】

[実施例8]

製造例1で得られた、吸水性樹脂(1)100質量部に対して、Purosorb PAD610(ピュロライト株式会社製、アクリル系合成吸着剤、平均粒子径460 μ m、比表面積490m²/g、平均細孔直径700 μ m)を0.5質量部(固形分換算)添加混合し、さらに混合物を60 $^{\circ}$ Cで30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物(8)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.96質量%であった。

【0251】

[実施例9]

製造例1で得られた、吸水性樹脂(1)100質量部に対して、Diaion 20HP(三菱ケミカル株式会社製、スチレン系合成吸着剤、平均粒子径390 μ m、比表面積590m²/g、平均細孔直径290 μ m)を0.5質量部(固形分換算)添加混合し、さらに混合物を60 $^{\circ}$ Cで30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物(9)を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP測定結果を表1に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.94質量%であった。

40

【0252】

[実施例10]

製造例1で得られた、吸水性樹脂(1)100質量部に対して、Diaion HP2

50

M G (三菱ケミカル株式会社製、アクリル系合成吸着剤、平均粒子径 $600 \mu\text{m}$ 、比表面積 $570 \text{m}^2/\text{g}$ 、平均細孔直径 240) を 0.5 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 60 で 30 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き $850 \mu\text{m}$ の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (10) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 1 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、 0.95 質量%であった。

【0253】

[実施例11]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 100 質量部に対して、P u r o s o r b P A D 3 0 0 (ピュロライト株式会社製、アクリル系合成吸着剤、平均粒子径 $450 \mu\text{m}$ 、比表面積 $90 \text{m}^2/\text{g}$ 、平均細孔直径 280) を 0.5 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 60 で 30 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き $850 \mu\text{m}$ の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (11) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 1 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、 0.93 質量%であった。

10

【0254】

[実施例12]

製造例 2 で得られた、吸水性樹脂 (2) 100 質量部に対して、C h r o m a l i t e P C G 6 0 0 M を 0.5 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 60 で 30 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き $850 \mu\text{m}$ の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (12) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 1 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、 0.96 質量%であった。

20

【0255】

[実施例13]

製造例 3 で得られた、吸水性樹脂 (3) 100 質量部に対して、C h r o m a l i t e P C G 6 0 0 M を 0.5 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 60 で 30 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き $850 \mu\text{m}$ の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (13) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 1 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、 0.94 質量%であった。

30

【0256】

[実施例14]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 100 質量部に対して、 40 質量%の水分散性エマルジョン A (スチレン/アクリル酸ブチル/2-イソプロペニル-2-オキサゾリン/ジピニルベンゼン = $58.1/21.8/20.0/0.1$ 質量%、 $\text{Log } P = 3.29$ 、平均粒径: 80nm) を 0.75 質量部 (固形分換算で 0.3 質量部) 添加混合し、さらに混合物を 60 で 30 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き $850 \mu\text{m}$ の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (14) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、 0.96 質量%であった。

40

【0257】

[実施例15]

水分散性エマルジョン A を 2.5 質量部 (固形分換算で 1 質量部) に変更した以外は、実施例 14 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (15) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、 0.94 質量%であった。

【0258】

[実施例16]

水分散性エマルジョン A を 7.5 質量部 (固形分換算で 3 質量部) に変更した以外は、

50

実施例 14 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (16) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.96 質量%であった。

【0259】

[実施例 17]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 100 質量部に対して、エポスター S (株式会社日本触媒製、トリアジン基含有ポリマー、平均粒子径 0.2 μm、25 のイオン交換水への溶解度は 0 質量%である) を 0.3 質量部添加混合し、その後、目開き 850 μm の JIS 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (17) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.93 質量%であった。

10

【0260】

[実施例 18]

エポスター S (株式会社日本触媒製、トリアジン基含有ポリマー、平均粒子径 0.2 μm、25 のイオン交換水への溶解度は 0 質量%である) を 1 質量部に変更した以外は、実施例 17 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (18) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.94 質量%であった。

【0261】

[実施例 19]

エポスター S (株式会社日本触媒製、トリアジン基含有ポリマー、平均粒子径 0.2 μm、25 のイオン交換水への溶解度は 0 質量%である) を 3 質量部に変更した以外は、実施例 17 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (19) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.95 質量%であった。

20

【0262】

[実施例 20]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 100 質量部に対して、ポリ 4 - ビニルピリジン (Strem Chemicals, Inc. 製、ピリジン基含有ポリマー、250 μm 以下) を 1 質量部 (固形分換算) 添加混合し、その後、目開き 850 μm の JIS 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (20) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.96 質量%であった。

30

【0263】

[実施例 21] (キレート剤なし)

製造例 6 で得られた、吸水性樹脂 (6) 100 質量部に対して、水分散性エマルジョン A を 2.5 質量部 (固形分換算で 1 質量部) 添加混合し、さらに混合物を 60 で 30 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 850 μm の JIS 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (21) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0.94 質量%であった。

40

【0264】

[実施例 22] (バインダなし)

製造例 5 で得られた、吸水性樹脂 (5) 100 質量部に対して、エポスター S (株式会社日本触媒製、トリアジン基含有ポリマー、平均粒子径 0.2 μm、25 のイオン交換水への溶解度は 0 質量%である) を 1 質量部添加混合し、その後、目開き 850 μm の JIS 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (22) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 2 に示した。

【0265】

[実施例 23]

50

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 1 0 0 質量部に対して、水分散性エマルジョン A を 0 . 7 5 質量部 (固形分換算で 0 . 3 質量部) 添加混合し、その後 Chromalite PCG 6 0 0 M を 0 . 5 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (2 3) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 3 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0 . 9 4 質量%であった。

【 0 2 6 6 】

[比較例 1]

製造例 1 で得られた吸水性樹脂 (1) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1) として用いた。累積粒径およびスパン値、累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 1 および 2 に示した。

10

【 0 2 6 7 】

[比較例 2]

製造例 4 で得られた、吸水性樹脂 (4) 1 0 0 質量部に対して、Chromalite PCG 6 0 0 M を 0 . 5 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、比較用吸水性樹脂組成物 (2) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 1 に示した。

【 0 2 6 8 】

20

[比較例 3]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 1 0 0 質量部に対して、細孔構造を有しない微粒子であるエポスター M X 0 2 0 W (日本触媒社製、スチレン - アクリル系微粒子、平均粒子径 0 . 0 2 μm 、理論比表面積 3 3 3 m^2 / g) を 1 . 0 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、比較用吸水性樹脂組成物 (3) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 1 に示した。

【 0 2 6 9 】

[比較例 4]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 1 0 0 質量部に対して、HSZ - 5 0 0 K O A (東ソー株式会社製、L 型ゼオライト、 $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3 = 6 . 1 (\text{mol} / \text{mol})$ 、平均粒子径 3 μm 、比表面積 2 9 0 m^2 / g 、平均細孔直径 8) を 1 . 0 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、比較用吸水性樹脂組成物 (4) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 1 に示した。

30

【 0 2 7 0 】

[比較例 5]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 1 0 0 質量部に対して、ペルオキシ-硫酸カリウム (Aldrich 社製、製品名 O X O N E) を 0 . 5 質量部 (固形分換算) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、比較用吸水性樹脂組成物 (5) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 1 に示した。

40

【 0 2 7 1 】

[比較例 6]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 1 0 0 質量部に対して、3 0 質量% のエポミン P - 1 0 0 0 (株式会社日本触媒製、水溶性ポリエチレンイミン (含窒素非複素環樹脂)) の水溶液を 3 . 3 質量部 (固形分換算で 1 質量部) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、比較用吸水性樹脂組成物 (6) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、CRC、AAP 測定結果を表 2 に示した。

50

【 0 2 7 2 】

[比較例 7]

水分散性エマルジョン A 添加混合後の加熱温度を 1 5 0 に変更した以外は、実施例 1 4 と同様にして、比較用吸水性樹脂組成物 (7) を得た。

【 0 2 7 3 】

[実施例 2 4]

製造例 1 で得られた、吸水性樹脂 (1) 1 0 0 質量部に対して、2 5 質量 % の水溶性ポリマー B (2 - イソプロペニル - 2 - オキサゾリン / アクリル酸エチル / メタクリル酸メチル / メトキシポリエチレングリコールアクリレート ($n = 9$) = 5 0 / 2 2 / 3 / 2 5 質量 %、重量平均分子量 = 約 4 0 , 0 0 0、 $\text{Log } P = 1 . 0 7$) の水溶液を 4 質量部 (固形分換算で 1 質量部) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (2 4) を得た。消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。なお、当該吸水性樹脂組成物中に含まれるバインダの量は、0 . 9 5 質量 % であった。

10

【 0 2 7 4 】

[製造例 7]

アクリル酸 (2 1 6 . 2 g) に、内部架橋剤である 1 0 質量 % ポリエチレングリコールジアクリレート (重量平均分子量 ; 5 2 3) 水溶液 (3 . 9 2 g)、および、キレート剤である 2 0 質量 % エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液 (0 . 6 6 g) を添加した溶液 (A) と、4 8 . 5 質量 % の水酸化ナトリウム水溶液 (1 8 0 . 6 g) を 5 0 に調温した脱イオン水 (2 0 9 . 8 g) で希釈した溶液 (B) とを、容量 1 . 5 L、内径 8 0 mm のポリプロピレン製の容器にそれぞれ調製した。マグネチックスターラーを用いて上記溶液 (A) を攪拌しながら、上記溶液 (B) を加えて混合することで、溶液 (C) を調製した。

20

【 0 2 7 5 】

その後、上記溶液 (C) の攪拌を継続し、溶液 (C) の温度が 9 5 となった時点 (= 重合開始温度) で、溶液 (C) に、重合開始剤として 1 0 質量 % の過硫酸ナトリウム水溶液 (3 . 6 g) を加えて、約 3 秒間攪拌し、単量体水溶液 (7) とした。

【 0 2 7 6 】

次に、上記単量体水溶液 (7) をバット型容器に、大気開放系で流し込んだ。なお、当該バット型容器は、底面の大きさが 2 5 0 mm x 2 5 0 mm、上面の大きさが 6 4 0 mm x 6 4 0 mm、高さが 5 0 mm、中心断面が台形状であり、内面にテフロン (商標) シートを貼付した容器であった。また、当該バット型容器は、1 0 0 に加熱されたホットプレート上に載置し、プレヒートしておいた。上記単量体水溶液 (7) を上記バット型容器に流し込んだ後、約 5 秒後に重合反応が開始した。当該重合反応は、水蒸気を発生しながら上方に向かって単量体水溶液 (7) が四方八方に膨張、発泡しながら進行した後、バット型容器の底面より若干大きいサイズにまで、得られた含水ゲル (7) が収縮して終了した。なお、当該重合反応 (膨張、収縮) は約 1 分間以内に終了したが、その後、2 分間はバット型容器内に含水ゲル (7) の状態を保持した。当該重合反応によって、気泡を含む含水ゲル (7) を得た。

30

40

【 0 2 7 7 】

次に、上記重合反応で得られた含水ゲル (7) を 1 6 等分した後、多孔板を有する卓上型ミートチョッパー (M E A T - C H O P P E R T Y P E : 1 2 V R - 4 0 0 K S O X、飯塚工業株式会社製) を用い、含水ゲルの投入と同時に、2 5 の 0 . 2 質量 % の亜硫酸水素ナトリウム水溶液を含水ゲルに、含水ゲルの固形分 1 0 0 質量部 (2 6 5 g) に対して 2 5 質量部添加しながらゲル粉碎を行い、粒子状含水ゲル (7) を得た。

【 0 2 7 8 】

次に、上記粒子状含水ゲル (7) 4 5 0 g を目開き 3 0 0 μm (5 0 メッシュ) の金網上に広げて載せ、静置乾燥機内 (通気流回分乾燥機 7 1 - S 6 型 (サタケ化学機械工業 (株) 製)) を用いて 1 8 0 で 3 0 分間乾燥することで、粒子状の乾燥重合体 (7) を

50

得た。

【0279】

続いて、当該乾燥重合体(7)をロールミル(WML型ロール粉碎機、有限会社井ノ口技研社製)に投入して粉碎し、その後、目開き150 μ mのJIS標準篩を用いて当該篩を通過する粒子を分級することにより、微粉状の吸水性樹脂(7)を得た。

【0280】

次に、微粉状の吸水性樹脂(7)300gを80 $^{\circ}$ Cのウォーターバスで保温された5Lモルタルミキサー(西日本試験機製作所製)に入れ、該モルタルミキサーの攪拌羽根を60Hz/100Vで高速回転させながら、造粒用の水性液としての0.05質量%過酸化水素水溶液300gを80 $^{\circ}$ Cに加熱しておいたのちに一気に投入した。投入から10秒以内に微粉状の吸水性樹脂(7)と水とは混合されて造粒物となり、投入から1分後に取り出すことにより、造粒ゲル(7)を得た。

10

【0281】

[製造例8]

製造例7と同じ条件の重合とゲル粉碎を繰り返し行い、粒子状含水ゲル(8)を得た。

【0282】

次に、上記粒子状含水ゲル(8)360gと製造例7で得られた造粒ゲル(7)90gを併せて目開き300 μ m(50メッシュ)の金網上に広げて載せ、静置乾燥機内(通気流回分乾燥機71-S6型(サタケ化学機械工業(株)製))を用いて180 $^{\circ}$ Cで30分間乾燥することで、粒子状の乾燥重合体(7)を得た。

20

【0283】

続いて、当該乾燥重合体(8)をロールミル(WML型ロール粉碎機、有限会社井ノ口技研社製)に投入して粉碎し、その後、目開き850 μ mおよび150 μ mの二種類のJIS標準篩を用いて、ロータップ式篩分級機で分級することで、不定形破砕状の吸水性樹脂(8)を得た。

【0284】

次に、エチレングリコールジグリシジルエーテル(商品名:デナコールEX-810、ナガセケムテックス社製、0.025質量部)、プロピレングリコール(1.35質量部)、脱イオン水(3.15質量部)からなる表面架橋剤溶液(8)を、上記不定形破砕状の吸水性樹脂(8)(100質量部)に添加し、スパチュラで均一になるまで混合することで、加湿混合物(8)を得た。続いて、当該加湿混合物(8)をステンレス製の容器に均一に入れ、180 $^{\circ}$ Cで40分間加熱処理し、表面架橋された吸水性樹脂(8)を得た。

30

【0285】

次いで2.5質量%亜硫酸水素ナトリウム水溶液2.0質量部を添加混合し、さらに混合物を60 $^{\circ}$ Cで30分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き850 μ mのJIS標準篩を通過させ、吸水性樹脂(8)を得た。

【0286】

[製造例9]

製造例7において、重合で添加する20質量%エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液を2.64gとし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を脱イオン水とし、微粉造粒で投入する過酸化水素水溶液の濃度を0.1質量%としたこと以外は、製造例7と同様にして、造粒ゲル(9)を得た。

40

【0287】

[製造例10]

製造例8において、重合で添加する20質量%エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液を2.64gとし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を脱イオン水とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例9で得られた造粒ゲル(9)とし、表面架橋後に添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を5.0質量%としたこと以外は、製造例8と同様にして、吸水性樹脂(10)を得た。

【0288】

50

[製造例 1 1]

製造例 9 において、重合で添加するキレート剤を 2 0 質量%ジエチレントリアミン 5 酢酸三ナトリウム水溶液としたこと以外は、製造例 9 と同様に、造粒ゲル (1 1) を得た。

【 0 2 8 9 】

[製造例 1 2]

製造例 1 0 において、重合で添加するキレート剤を 2 0 質量%ジエチレントリアミン 5 酢酸三ナトリウム水溶液とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例 1 1 で得られた造粒ゲル (1 1) とし、表面架橋後に添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 7 . 5 質量%としたこと以外は、製造例 1 0 と同様に、吸水性樹脂 (1 2) を得た。

10

【 0 2 9 0 】

[製造例 1 3]

製造例 1 1 において、重合で添加する 2 0 質量%エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液を 1 . 3 2 g とし、微粉造粒で投入する 0 . 1 質量%過酸化水素水溶液を 0 . 2 質量%亜硫酸水素ナトリウム水溶液としたこと以外は、製造例 1 1 と同様に、造粒ゲル (1 3) を得た。

【 0 2 9 1 】

[製造例 1 4]

製造例 1 2 において、重合で添加する 2 0 質量%エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液を 1 . 3 2 g とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例 1 3 で得られた造粒ゲル (1 3) とし、表面架橋後に添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 5 . 0 質量%としたこと以外は、製造例 1 2 と同様に、吸水性樹脂 (1 4) を得た。

20

【 0 2 9 2 】

[製造例 1 5]

製造例 1 3 において、重合で添加するエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液の濃度を 1 . 0 質量%とし、微粉造粒で投入する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を亜硫酸ナトリウム水溶液としたこと以外は、製造例 1 3 と同様に、造粒ゲル (1 5) を得た。

【 0 2 9 3 】

[製造例 1 6]

製造例 1 4 において、重合で添加するエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液の濃度を 1 . 0 質量%とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例 1 5 で得られた造粒ゲル (1 5) とし、表面架橋後に添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を亜硫酸ナトリウム水溶液としたこと以外は、製造例 1 4 と同様に、吸水性樹脂 (1 6) を得た。

30

【 0 2 9 4 】

[製造例 1 7]

製造例 7 において、重合で添加する 1 0 質量%ポリエチレングリコールジアクリレート (重量平均分子量 ; 5 2 3) 水溶液を 2 . 0 4 g 、 2 0 質量%エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液を 3 . 9 7 g 、 脱イオン水を 2 4 6 . 3 g とし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 1 . 0 質量%とし、微粉造粒で投入する過酸化水素水溶液の濃度を 0 . 3 質量%としたこと以外は、製造例 7 と同様に、造粒ゲル (1 7) を得た。

40

【 0 2 9 5 】

[製造例 1 8]

製造例 8 において、重合で添加する 1 0 質量%ポリエチレングリコールジアクリレート (重量平均分子量 ; 5 2 3) 水溶液を 2 . 0 4 g 、 2 0 質量%エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液を 3 . 9 7 g 、 脱イオン水を 2 4 6 . 3 g とし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 1 . 0 質量%とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例 1 7 で得られた造粒ゲル (1 7) とした以外、製造例 8 と同様に、吸水性樹脂 (1 8) を得た。

【 0 2 9 6 】

50

[製造例 19]

製造例 17 において、重合で添加する 20 質量%エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液を 1.32 g とし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 1.2 質量%とし、微粉造粒で投入する過酸化水素水溶液の濃度を 0.2 質量%としたこと以外は、製造例 17 と同様にして、造粒ゲル (19) を得た。

【 0297 】

[製造例 20]

製造例 18 において、重合で添加する 20 質量%エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム水溶液を 1.32 g とし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 1.2 質量%とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例 19 で得られた造粒ゲル (19) とし、表面架橋後に添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を脱イオン水としたこと以外は、製造例 18 と同様にして、吸水性樹脂 (20) を得た。

10

【 0298 】

[製造例 21]

製造例 17 において、重合で添加するキレート剤を 20 質量%エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム水溶液 0.66 g としたこと以外は、製造例 17 と同様にして、造粒ゲル (21) を得た。

【 0299 】

[製造例 22]

製造例 18 において、重合で添加するキレート剤を 20 質量%エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム水溶液 0.66 g とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例 21 で得られた造粒ゲル (21) としたこと以外は、製造例 18 と同様にして、吸水性樹脂 (22) を得た。

20

【 0300 】

[製造例 23]

製造例 21 において、重合で添加する 20 質量%エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム水溶液を 3.97 g とし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 0.8 質量%とし、微粉造粒で投入する 0.3 質量%過酸化水素水溶液を 0.2 質量%亜硫酸水素ナトリウム水溶液としたこと以外は、製造例 21 と同様にして、造粒ゲル (23) を得た。

30

【 0301 】

[製造例 24]

製造例 22 において、重合で添加する 20 質量%エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム水溶液を 3.97 g とし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 0.8 質量%とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例 23 で得られた造粒ゲル (23) とし、表面架橋後に添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液の濃度を 1.25 質量%としたこと以外は、製造例 22 と同様にして、吸水性樹脂 (24) を得た。

【 0302 】

[製造例 25]

製造例 23 において、重合で添加する 20 質量%エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム水溶液を 1.32 g とし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を亜硫酸ナトリウム水溶液とし、微粉造粒で投入する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を亜硫酸ナトリウム水溶液としたこと以外は、製造例 23 と同様にして、造粒ゲル (25) を得た。

40

【 0303 】

[製造例 26]

製造例 24 において、重合で添加する 20 質量%エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸 5 ナトリウム水溶液を 1.32 g とし、ゲル粉碎で添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を亜硫酸ナトリウム水溶液とし、粒子状含水ゲルと併せる造粒ゲルを製造例 25 で得られた造粒ゲル (25) とし、表面架橋後に添加する亜硫酸水素ナトリウム水溶液を亜

50

硫酸ナトリウム水溶液としたこと以外は、製造例 2 4 と同様にして、吸水性樹脂 (2 6) を得た。

【 0 3 0 4 】

[製造例 2 7]

製造例 8 において、乾燥重合体 (8) をロールミルで 2 回粉碎したこと以外は、製造例 8 と同様にして、吸水性樹脂 (2 7) を得た。

【 0 3 0 5 】

[製造例 2 8]

製造例 2 7 において、粉碎後、目開き 8 5 0 μm および 1 0 6 μm の二種類の J I S 標準篩を用いて、ロータップ式篩分級機で分級したこと以外は、製造例 2 7 と同様にして、吸水性樹脂 (2 8) を得た。

10

【 0 3 0 6 】

[実施例 2 5]

製造例 8 で得られた、吸水性樹脂 (8) 1 0 0 質量部に対して、4 0 質量%の水分散性エマルジョン A (スチレン / アクリル酸ブチル / 2 - イソプロペニル - 2 - オキサゾリン / ジビニルベンゼン = 5 8 . 1 / 2 1 . 8 / 2 0 . 0 / 0 . 1 質量%、 $\text{Log P} = 3 . 2 9$ 、平均粒径 : 8 0 nm) を 1 . 2 5 質量部 (固形分換算で 0 . 5 質量部) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (2 5) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

20

【 0 3 0 7 】

[実施例 2 6]

実施例 2 5 において、吸水性樹脂 (8) を、製造例 1 0 で得られた吸水性樹脂 (1 0) に変更した以外は実施例 2 5 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (2 6) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 0 8 】

[実施例 2 7]

実施例 2 5 において、吸水性樹脂 (8) を、製造例 1 2 で得られた吸水性樹脂 (1 2) に変更した以外は実施例 2 5 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (2 7) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

30

【 0 3 0 9 】

[実施例 2 8]

実施例 2 5 において、吸水性樹脂 (8) を、製造例 1 4 で得られた吸水性樹脂 (1 4) 1 0 0 質量部に変更した以外は実施例 2 5 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (2 8) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 1 0 】

[実施例 2 9]

実施例 2 5 において、吸水性樹脂 (8) を、製造例 1 6 で得られた吸水性樹脂 (1 6) に変更した以外は実施例 2 5 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (2 9) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

40

【 0 3 1 1 】

[実施例 3 0]

製造例 1 8 で得られた、吸水性樹脂 (1 8) 1 0 0 質量部に対して、2 5 質量%の水溶性ポリマー B (2 - イソプロペニル - 2 - オキサゾリン / アクリル酸エチル / メタクリル酸メチル / メトキシポリエチレングリコールアクリレート ($n = 9$) = 5 0 / 2 2 / 3 / 2 5 質量%、重量平均分子量 = 約 4 0 , 0 0 0、 $\text{Log P} = 1 . 0 7$) の水溶液を 2 質量部 (固形分換算で 0 . 5 質量部) 添加混合し、さらに混合物を 6 0 で 3 0 分間加熱した。その後、混合物を解砕し、目開き 8 5 0 μm の J I S 標準篩を通過させ、吸水性樹脂組成物 (3 0) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

50

【 0 3 1 2 】

[実施例 3 1]

実施例 3 0 において、吸水性樹脂 (1 8) を、製造例 2 0 で得られた吸水性樹脂 (2 0) に変更した以外は実施例 3 0 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (3 1) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 1 3 】

[実施例 3 2]

実施例 3 0 において、吸水性樹脂 (1 8) を、製造例 2 2 で得られた、吸水性樹脂 (2 2) に変更した以外は実施例 3 0 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (3 2) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

10

【 0 3 1 4 】

[実施例 3 3]

実施例 3 0 において、吸水性樹脂 (1 8) を、製造例 2 4 で得られた吸水性樹脂 (2 4) に変更した以外は実施例 3 0 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (3 3) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 1 5 】

[実施例 3 4]

実施例 3 0 において、吸水性樹脂 (1 8) を、製造例 2 6 で得られた吸水性樹脂 (2 6) に変更した以外は実施例 3 0 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (3 4) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

20

【 0 3 1 6 】

[実施例 3 5]

実施例 3 0 において、吸水性樹脂 (1 8) を、製造例 2 7 で得られた吸水性樹脂 (2 7) に変更した以外は実施例 3 0 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (3 5) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 1 7 】

[実施例 3 6]

実施例 1 4 において、吸水性樹脂 (1) を、製造例 2 7 で得られた吸水性樹脂 (2 7) に変更した以外は実施例 1 4 と同様にして、吸水性樹脂組成物 (3 6) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

30

【 0 3 1 8 】

[比較例 8]

製造例 8 で得られた吸水性樹脂 (8) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (8) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 1 9 】

[比較例 9]

製造例 1 0 で得られた吸水性樹脂 (1 0) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (9) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

40

【 0 3 2 0 】

[比較例 1 0]

製造例 1 2 で得られた吸水性樹脂 (1 2) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1 0) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 2 1 】

[比較例 1 1]

製造例 1 4 で得られた吸水性樹脂 (1 4) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1 1) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

50

【 0 3 2 2 】

[比較例 1 2]

製造例 1 6 で得られた吸水性樹脂 (1 6) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1 2) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 2 3 】

[比較例 1 3]

製造例 1 8 で得られた吸水性樹脂 (1 8) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1 3) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

10

【 0 3 2 4 】

[比較例 1 4]

製造例 2 0 で得られた吸水性樹脂 (2 0) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1 4) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 2 5 】

[比較例 1 5]

製造例 2 2 で得られた吸水性樹脂 (2 2) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1 5) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

20

【 0 3 2 6 】

[比較例 1 6]

製造例 2 4 で得られた吸水性樹脂 (2 4) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1 6) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 2 7 】

[比較例 1 7]

製造例 2 6 で得られた吸水性樹脂 (2 6) を、そのまま比較用吸水性樹脂組成物 (1 7) として用いた。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

30

【 0 3 2 8 】

[比較例 1 8]

実施例 3 0 において、吸水性樹脂 (1 8) を、製造例 2 8 で得られた吸水性樹脂 (2 8) に変更した以外は実施例 3 0 と同様にして、比較用吸水性樹脂組成物 (1 8) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

【 0 3 2 9 】

[比較例 1 9]

実施例 1 4 において、吸水性樹脂 (1) を、製造例 2 8 で得られた吸水性樹脂 (2 8) に変更した以外は実施例 1 4 と同様にして、比較用吸水性樹脂組成物 (1 9) を得た。累積粒径およびスパン値、消臭試験結果、C R C、A A P 測定結果を表 2 に示した。

40

【 0 3 3 0 】

50

【 表 1 】

表 1

	添加剤(吸着剤)			吸水性樹脂組成物									
	品名	添加量 [質量%]	細孔直径 [Å]	比表面積 [m ² /g]	総比表面積 [m ²]	D50 [μm]	D10 [μm]	D90 [μm]	SPAN	CRC [g/g]	AAP [g/g]	接触角 [度]	消臭試験 6 時間
実施例 1	Chromalite PCG600M	0.1	100	700	0.7	402	234	601	0.91	28.5	25.9	38	2.5
実施例 2	Chromalite PCG600M	0.5	100	700	3.5	399	227	589	0.91	28.3	25.8	55	1.5
実施例 3	Chromalite PCG600M	1.0	100	700	7.0	392	227	582	0.91	28.2	25.8	56	1
実施例 4	Chromalite PCG600M	1.0	100	700	7.0	392	227	582	0.91	28.4	25.5	52	2
実施例 5	Chromalite PCG600M	1.0	100	700	7.0	392	227	582	0.91	28.4	25.9	53	2
実施例 6	Puroorb PAD600FM	0.5	630	830	4.2	361	209	555	0.96	28.4	25.8	55	1
実施例 7	Puroorb PAD600	0.5	630	830	4.2	351	206	546	0.97	28.8	25.7	52	1.5
実施例 8	Puroorb PAD610	0.5	700	490	2.5	369	213	560	0.94	28.2	26.1	53	1.75
実施例 9	Diaion 20HP	0.5	290	590	3.0	371	215	556	0.92	28.4	25.8	52	1.25
実施例 10	Diaion HP2MG	0.5	240	570	2.9	351	205	544	0.97	28.3	25.9	59	2.25
実施例 11	Puroorb PAD300	0.5	280	90	0.5	404	226	579	0.87	28.4	25.9	56	1.75
実施例 12	Chromalite PCG600M	0.5	100	700	3.5	402	246	577	0.82	28.7	25.7	53	1.75
実施例 13	Chromalite PCG600M	0.5	100	700	3.5	329	242	405	0.50	28.9	25.9	55	1.5
比較例 1	-	-	-	-	-	403	231	578	0.86	28.9	25.9	30	3.25
比較例 2	Chromalite PCG600M	0.5	100	700	3.5	364	124	568	1.22	28.3	25.8	48	3
比較例 3	エホ [®] ス夕 [®] -MX020W	1.0	-	333	3.3	397	221	584	0.91	28.6	25.1	85	3
比較例 4	HSZ-500KOA	1.0	8	290	2.9	371	214	571	0.96	28.7	25.5	63	3
比較例 5	ヘルオキシ [®] -硫酸カリウム	0.5	-	-	-	385	231	576	0.90	28.6	25.3	30	3.25

【 0 3 3 1 】

10

20

30

40

50

【表 2 - 1】

表 2

	添加剤 (含窒素官能基を有する化合物)				吸水性樹脂組成物									
	品名	添加量 [質量%]	官能基	添加後の 加熱温度 (°C)	D50	D10	D90	SPAN	CRC	AAP	接触角	消臭試験	含窒素複素環の 存在度 (%)	
					[μm]	[μm]	[μm]		[g/g]	[g/g]	[度]			[6時間]
比較例 1	-	-	-	-	403	231	578	0.86	28.6	25.9	30	3.25	0	
比較例 6	エホミン P-1000	1.0	7ミ/基	60	410	235	592	0.87	28.9	25.1	37	3.25	0	
実施例 14	水分散性エマルジョン A	0.3	オキソリリン環	60	399	227	590	0.91	28.7	25.3	80	2.25	4.8	
実施例 15	水分散性エマルジョン A	1.0	オキソリリン環	60	392	225	585	0.92	28.3	25.0	100	1.75	14.7	
実施例 16	水分散性エマルジョン A	3.0	オキソリリン環	60	386	212	579	0.95	28.1	24.4	110	1.00	44.2	
実施例 17	エホスター S	0.3	トリアジン環	-	402	230	596	0.91	28.6	25.2	40	2.50	3.9	
実施例 18	エホスター S	1.0	トリアジン環	-	392	227	582	0.91	28.3	25.2	45	2.25	12.0	
実施例 19	エホスター S	3.0	トリアジン環	-	372	208	562	0.95	28.0	24.9	47	1.75	40.4	
実施例 20	ホリ-4-ピニルピリン	1.0	ピリジン環	-	361	202	530	0.91	28.4	25.6	62	2.75	12.5	
実施例 21	水分散性エマルジョン A	1.0	オキソリリン環	60	395	220	580	0.91	28.5	25.5	95	2.25	13.9	
実施例 22	エホスター S	1.0	トリアジン環	-	388	217	580	0.94	28.7	25.3	40	2.75	12.2	
比較例 7	水分散性エマルジョン A	1.0	オキソリリン環	150	400	227	583	0.89	28.5	25.5	78	3.25	0	
実施例 24	水溶性ホリマー B	1.0	オキソリリン環	60	391	211	574	0.93	28.6	25.3	65	2.50	7.7	
実施例 25	水分散性エマルジョン A	0.5	オキソリリン環	60	345	218	506	0.83	37.6	18.9	91	2.00	7.5	
実施例 26	水分散性エマルジョン A	0.5	オキソリリン環	60	353	225	505	0.79	37.2	18.4	89	2.00	7.4	
実施例 27	水分散性エマルジョン A	0.5	オキソリリン環	60	353	242	512	0.76	38.9	17.8	89	2.00	7.3	
実施例 28	水分散性エマルジョン A	0.5	オキソリリン環	60	339	237	507	0.80	37.7	18.4	87	2.00	7.3	
実施例 29	水分散性エマルジョン A	0.5	オキソリリン環	60	347	228	509	0.81	37.9	18.3	93	2.00	7.6	
実施例 30	水溶性ホリマー B	0.5	オキソリリン環	60	387	225	547	0.83	41.6	12.7	63	2.50	3.6	
実施例 31	水溶性ホリマー B	0.5	オキソリリン環	60	387	223	546	0.83	41.9	12.5	59	2.50	3.7	
実施例 32	水溶性ホリマー B	0.5	オキソリリン環	60	379	220	548	0.87	41.2	12.2	60	2.50	3.4	
実施例 33	水溶性ホリマー B	0.5	オキソリリン環	60	385	211	535	0.84	40.3	12.1	60	2.50	3.6	

【 0 3 3 2 】

10

20

30

40

50

【表 2 - 2】

表 2 つづき

実施例 34	水溶性ホリマー B	0.5	オキサリリン環	60	383	221	538	0.83	40.9	12.5	61	2.50	3.4
実施例 35	水溶性ホリマー B	0.5	オキサリリン環	60	300	176	496	1.07	37.3	18.8	61	2.50	3.5
実施例 36	水分散性エマルジョン A	0.3	オキサリリン環	60	303	180	491	1.03	37.0	18.8	80	2.25	5.0
比較例 8	-	-	-	-	344	220	504	0.83	37.7	19.0	28	3.25	0
比較例 9	-	-	-	-	355	227	508	0.79	37.4	18.6	32	3.25	0
比較例 10	-	-	-	-	352	240	513	0.78	39.0	18.0	33	3.25	0
比較例 11	-	-	-	-	342	234	506	0.80	37.9	18.5	27	3.25	0
比較例 12	-	-	-	-	350	230	510	0.80	37.7	18.5	30	3.25	0
比較例 13	-	-	-	-	387	225	545	0.83	41.7	12.8	27	3.25	0
比較例 14	-	-	-	-	387	222	544	0.83	42.0	12.6	29	3.25	0
比較例 15	-	-	-	-	378	220	549	0.87	41.3	12.3	28	3.25	0
比較例 16	-	-	-	-	383	214	533	0.83	40.4	12.2	29	3.25	0
比較例 17	-	-	-	-	380	220	540	0.84	40.5	12.7	30	3.25	0
比較例 18	水溶性ホリマー B	0.5	オキサリリン環	60	288	165	487	1.12	37.4	19.0	59	3.00	3.6
比較例 19	水分散性エマルジョン A	0.3	オキサリリン環	60	290	163	493	1.14	37.4	18.8	80	3.00	5.1

【 0 3 3 3 】

10

20

30

40

50

【 表 3 】

表 3

実施例 23	添加剤 (疎水性多孔質ポリマー 吸着剤)		添加剤 (含窒素複素環を有する樹脂)		吸水性樹脂組成物									
	品名	添加量 [質量%]	品名	添加量 [質量%]	添加 後の 加熱 温度 (°C)	D50	D10	D90	SPAN	CRC	AAP	接触角	消臭試験 6時間	含窒素複 素環の 存在度 (%)
	Chromalite PCG600M	0.5		0.3	60	401	226	591	0.91	28.6	25.4	80	1.25	4.8

10

20

30

40

【 0 3 3 4 】

< 考察 >

表 1 に示される結果より、以下の考察を行う。なお、消臭試験の結果が 3 . 0 0 以上であると本願の所期の効果が得られていないことを意味し、消臭試験の結果が 3 . 0 0 未満であれば本願の所期の効果が得られていることを意味する。

【 0 3 3 5 】

比較例 1、8 ~ 17 と、実施例を比較すると、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分を含む吸水性樹脂組成物は、消臭試験において、尿臭の強度レベルが大幅に減少しており、高い尿臭抑制効果を有することがわかる

50

。特に、実施例 1 と実施例 2 3 を比較すると、疎水性多孔質ポリマー吸着剤と含窒素複素環を有する樹脂を併用することにより、尿臭抑制効果がさらに向上することが分かる。

【 0 3 3 6 】

一方、比較例 2、18、19 と、実施例を比較すると、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分を含んでいても、スパン値が本発明の範囲外であると、得られる尿臭抑制効果が大幅に低減してしまうことがわかる。

【 0 3 3 7 】

また、比較例 3 および 4 より、疎水性多孔質ポリマーの代わりに、細孔構造を有しない微粒子や、無機系多孔質吸着剤であるゼオライトを用いた場合、吸着剤の総比表面積は実施例と同等程度であるにも関わらず十分な消臭効果が得られない。このことから、吸着剤としては細孔構造を有する疎水性多孔質ポリマーであることが必要であることが分かる。

10

【 0 3 3 8 】

また、比較例 5 より、疎水性多孔質ポリマー吸着剤の代わりに、アンモニア、トリメチルアミン、ジメチルジスルフィド等の臭気原因物質と結合し、消臭効果を示すと言われているペルオキソー硫酸カリウムを用いても、十分な消臭効果が得られない。

【 0 3 3 9 】

また、比較例 6 より、窒素を含んでいても複素環化合物ではない樹脂を使用した場合、尿臭抑制効果が得られないことが分かる。

【 0 3 4 0 】

また、比較例 7 より、含窒素複素環を有する樹脂を吸水性樹脂に添加後、表面処理時に想定されるような温度で加熱すると、尿臭抑制効果が得られないことが分かる。

20

【 0 3 4 1 】

よって、本発明の課題を解決するには、「吸水性樹脂と、疎水性多孔質ポリマー吸着剤および含窒素複素環を有する樹脂の少なくとも一方の成分を含み、スパン値が特定値以下である」との構成が重要であることが分かる。

【 0 3 4 2 】

本出願は、2020年10月21日に出願された日本特許出願番号2020-176572号に基づいており、その開示内容は、参照され、全体として、組み入れられている。

30

40

50

フロントページの続き

- (72)発明者 伊藤 真結
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
- (72)発明者 小林 信弘
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
- (72)発明者 新居 知哉
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
- (72)発明者 松井 大祐
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 株式会社日本触媒内
- 審査官 引 智子
- (56)参考文献 国際公開第2014/119553(WO, A1)
特開2000-197818(JP, A)
国際公開第2005/120594(WO, A1)
特開2004-001355(JP, A)
特開2017-140332(JP, A)
特開2006-116535(JP, A)
特開2005-194376(JP, A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C08L, C08K, A61F