

(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9月17日(17.09.2020)



(10) 国際公開番号

WO 2020/184393 A1

- (51) 国際特許分類:
C08F 8/00 (2006.01) *A61F 13/53* (2006.01)
C08F 20/06 (2006.01) *B01J 20/26* (2006.01)
A61F 13/49 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2020/009505
- (22) 国際出願日: 2020年3月5日(05.03.2020)
- (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 2019-042957 2019年3月8日(08.03.2019) 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:西田 萌(NISHIDA Moe); 〒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 M Y P L A Z A (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,

(54) Title: WATER ABSORBENT RESIN PARTICLES, ABSORBER 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: The present invention discloses water absorbent resin particles which have a degree of gel association of 15 or more as determined by the procedures (1)-(4). (1) 1.0 g of the water absorbent resin particles are arranged within a measuring cylinder that has a cylinder part and a base part, and 50 ml of pure water is poured into the measuring cylinder, thereby forming a swollen gel. (2) A cylindrical body, which has circular openings, while having a flat portion at the upper end, is prepared and is affixed such that the both ends thereof are open in the vertical direction. After 10 minutes from the pouring of the pure water, the cylinder part of the measuring cylinder is inserted into the cylindrical body such that the opening of the measuring cylinder faces downward in the vertical direction, while having the flat portion of the cylindrical body support the base part of the measuring cylinder. (3) By having the measuring cylinder freely fall, while holding the cylindrical body in the affixed state, the base part of the measuring cylinder is crashed into the flat part of the cylindrical body. (4) The procedure (3) is repeated at intervals of 10 seconds, and the number of crashes of the measuring cylinder into the cylindrical body until the time when 1 g or more of the swollen gel falls is measured as the degree of gel association.

(57) 要約: (1) ~ (4) の手順により測定されるゲル会合度が15以上である、吸水性樹脂粒子が開示される。(1) 円筒部及び台座部を有するメスシリンダー内に、吸水性樹脂粒子1.0gを配置し、次いで、純水50mlを投入して膨潤ゲルを形成させる。(2) 円形状の開口を有する筒体であって、両端部が鉛直方向に開口した状態で固定され、上端部に平坦部分を有する筒体を用意する。上記純水の投入終了から10分後に、メスシリンダーの円筒部を、メスシリンダーの開口部が鉛直下向きに向くように筒体に挿入し、筒体の平坦部分に、メスシリンダーの台座部を支持させる。(3) 筒体を固定した状態でメスシリンダーを自由落下させることにより、メスシリンダーの台座部を筒体の平坦部分に衝突させる。(4) (3) の操作を10秒間隔で行い、膨潤ゲルが1g以上落下するまでにメスシリンダーを筒体に衝突させた回数をゲル会合度として測定する。



WO 2020/184393 A1

ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

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

添付公開書類:

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

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6－345819号公報
特許文献2：特表平9－510889号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 吸収性物品において、液の浸入箇所には、吸収体に吸収されたものの、充分に保持されていない水（余剰水）が存在し得る。吸液後の吸収体において余剰水が多い場合には、吸収性物品にムレ、皮膚への液付着等の不具合が生じる場合があるため、吸収体は、吸液した際の余剰水（余剰水分率）が低減されていることが望ましい。

[0005] 本発明の一側面は、吸液した際の余剰水を低減できる吸収体を与える吸水性樹脂粒子を提供することを目的とする。本発明の他の一側面は、吸液した際の余剰水を低減できる吸収体及び当該吸収体を備える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（１）～（４）の手順により測定されるゲル会合度が１５以上である、吸水性樹脂粒子を提供する。

（１）内径２７ｍｍ、外径３１ｍｍの円筒部及び台座部を有する容量１００ｍｌ、質量３５ｇのプラスチック製メスシリンダー内に、吸水性樹脂粒子１．０ｇを配置し、次いで、純水５０ｍｌを流速１０ｍｌ／秒で投入して、膨潤ゲルを形成させる。

（２）内径４．５ｃｍの円形状の開口を有するアクリル樹脂製筒体であって、両端部が鉛直方向に開口した状態で固定され、上端部に、開口が中央に位置し、かつ、外周が正形状で高さ１．０ｃｍの平坦部分を有する筒体を用意する。上記純水の投入終了から１０分後に、メスシリンダーの円筒部を、メスシリンダーの開口部が鉛直下向きに向くように筒体に挿入し、筒体の平坦部分に、メスシリンダーの台座部を支持させる。

（３）筒体を固定した状態で、メスシリンダーを鉛直上方に１０ｃｍ±１ｃｍ移動させ、その後、自由落下させることにより、メスシリンダーの台座部を筒体の平坦部分に衝突させる。

（４）（３）の操作を１０秒間隔で行い、膨潤ゲルが１．０ｇ以上落下するまでにメスシリンダーを筒体に衝突させた回数をゲル会合度として測定する。

[0007] 上述の吸水性樹脂粒子によれば、吸液した際の余剰水を低減できる吸収体及び当該吸収体を備える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。

[0009] 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

[0010] 本発明の一側面によれば、吸液した際の余剰水を低減できる吸収体を与える吸水性樹脂粒子を提供することができる。本発明の他の一側面によれば、吸液した際の余剰水を低減できる吸収体及び当該吸収体を備える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。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]吸収性物品の一例を示す断面図である。

[図2]実施例で使用した攪拌翼（スリットを有する平板翼）の概形を示す平面図である。

[図3]ゲル会合度の測定装置を示す概略図である。

[図4]ゲル会合度の測定に使用した筒体を示す模式図である。

[図5]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。

発明を実施するための形態

[0012] 以下、本発明の実施形態について詳細に説明する。但し、本発明は、以下の実施形態に限定されるものではなく、その要旨の範囲内で種々変形して実施することができる。

[0013] 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。「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。「生理食塩水」とは、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液をいう。

[0014] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子において、下記（1）～（4）の手順により測定されるゲル会合度が15以上である。本実施形態に係る吸水性樹脂

粒子によれば、吸液した際の余剰水が低減された吸収性物品を得ることができる。本実施形態によれば、好適な吸水特性（保水量、吸水速度、荷重下の吸水量等）を有しながらも、吸液した際の余剰水が低減された吸収性物品を得ることができる。本実施形態に係る吸水性樹脂粒子を用いた、吸収体及び吸収性物品は、吸液した際の余剰水が低減されているため、ムレ及び肌への液付着が抑制されている。

- [0015] (1) 内径27mm、外径31mmの円筒部、及び台座部を有する容量100ml、質量35gのプラスチック製メスシリンダー内に、吸水性樹脂粒子1.0gを配置する。次いで、上記メスシリンダー内に、純水50mlを流速10ml/秒で投入して、膨潤ゲルを形成させる。工程(1)において、吸水性樹脂粒子は、メスシリンダー内部の底面に吸水性樹脂粒子を均一に配置させることができる。純水の投入は、ビュレットを用いて実施することができる。ビュレットによる純水の投入は、例えば、メスシリンダー内部の底面から、ビュレットの先端（液体の滴下口）までの距離が18cmとなる条件で実施される。
- [0016] (2) 内径4.5cmの円形状の開口を有するアクリル樹脂製筒体であって、両端部が鉛直方向に開口した状態で固定され、上端部に、開口が中央に位置し、かつ、外周が正形状で高さ1.0cmの平坦部分を有する筒体を用意する。(1)での純水の投入終了から10分後に、メスシリンダーの円筒部を、メスシリンダーの開口部が鉛直下向きに向くように筒体に挿入し、筒体の平坦部分に、メスシリンダーの台座部を支持させる。
- [0017] (3) 筒体を固定した状態で、メスシリンダーを、平坦面（筒体の平坦部分の、メスシリンダーの台座部との接触面）に対して鉛直上方に10cm±1cm移動させ、その後、自由落下させることにより、メスシリンダーの台座部を筒体の平坦部分に衝突させる。工程(3)は、筒体を架台及びクランプを用いて固定した状態で、メスシリンダーを鉛直上方に持ち上げ、筒体の平坦面から10cm±1cmの距離で、すばやく手を放して自由落下させることにより実施することができる。

- [0018] (4) (3) の操作を 10 秒間隔で行い、膨潤ゲルが 1.0 g 以上落下するまでにメスシリンダーの台座部を筒体に衝突させた回数をゲル会合度として測定する。
- [0019] 上述した (1) ~ (4) の手順によるゲル会合度の測定は、具体的には、後述する実施例に記載の方法で実施することができる。
- [0020] ゲル会合度は、吸液した際の余剰水がより一層低減された吸収体を得られやすくなる観点から、20 以上、30 以上、40 以上、45 以上、50 以上、60 以上、70 以上、80 以上、90 以上、又は 100 以上であってよい。ゲル会合度の上限は特に制限されないが、例えば、300 以下、又は 200 以下であってよい。
- [0021] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子は、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。
- [0022] 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、下記の範囲が好ましい。保水量は、吸収性物品の吸収容量を高めやすい観点から、20 g/g 以上、30 g/g 以上、34 g/g 以上、35 g/g 以上、40 g/g 以上、45 g/g 以上、47 g/g 以上、又は 50 g/g 以上が好ましい。保水量は、吸収性物品における過度の膨潤を抑制しやすい観点から、80 g/g 以下、75 g/g 以下、70 g/g 以下、65 g/g 以下、60 g/g 以下、又は 55 g/g 以下が好ましい。これらの観点から、保水量は、好ましくは 20~80 g/g、30~60 g/g、又は 47~60 g/g である。保水量としては、25℃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。
- [0023] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子の荷重下における生理食塩水の吸水量は、下記の範囲が好ましい。吸水量は、ゲル会合度が大きくなりやすくなる観点から、8 mL/g 以上、10 mL/g 以上、12 mL/g 以上、15 mL

／g以上、18 mL／g以上、20 mL／g以上、又は24 mL／g以上が好ましい。吸水量は、吸収性物品における過度の膨潤を抑制しやすい観点から、40 mL／g以下、35 mL／g以下、又は30 mL／g以下が好ましい。これらの観点から、吸水量は、好ましくは8～40 mL／g、12～35 mL／g、又は15～30 mL／gである。荷重下における生理食塩水の吸水量としては、荷重4.14 kPaにおける吸水量（25℃）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。

[0024] 本実施形態に係る吸水性樹脂粒子の生理食塩水の吸水速度は、下記の範囲が好ましい。吸水速度は、液が好適に吸収性物品に吸収されやすい観点から、70秒未満、65秒以下、60秒以下、57秒以下、55秒以下、50秒以下、又は47秒以下が好ましい。吸水速度は、液が狭い箇所に滞留することで生じるゲルブロッキングを防止しやすい観点から、20秒以上、25秒以上、30秒以上、35秒以上、38秒以上、40秒以上、又は45秒以上が好ましい。これらの観点から、吸水速度は、20～60秒が好ましい。吸水速度としては、25℃における吸水速度を用いることができる。吸水速度は、Vortex法（日本工業規格JIS K 7224（1996））に準拠して測定することができる。具体的には、底面が平らな100 mLビーカーにおいて、600 rpm（rpm = min⁻¹）で攪拌された生理食塩水50 ± 0.1 g中に吸水性樹脂粒子2.0 ± 0.002 gを添加し、吸水性樹脂粒子の添加後から、渦が消失し液面が平坦になるまでの時間〔秒〕として吸水速度を得ることができる。

[0025] 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。本実施形態に係る吸水性樹脂粒子の中位粒子径は、250～850 μm、300～700 μm、又は300～600 μm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もよいが、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。

[0026] 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。これらのなかでは、得られる吸水性樹脂粒子の良好な吸水特性の確保、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。

[0027] 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。

[0028] これらのなかでも、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)アクリル酸及びその塩からなる群より選ばれる少なくとも一種に由来する構造単位を有することが好ましい。

[0029] 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%であってよく、80~100モル%、90~100モル%、95~100モル%、又は100モル%であってよい。なかでも、(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%であってよく、80~100モル%、90~100モル%、95~100モル%、又は100モル%であってよい。「(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。

[0030] 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、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、(メタ)アクリル酸及びその塩の割合が、吸水性樹脂粒子を得るための単量体全量に対して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。

[0031] 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。

[0032] 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。

[0033] 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。

[0034] 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。

[0035] 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ヨ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、シヨ糖脂肪酸エステルを含むことが好ましく、シヨ糖ステアリン酸エステルがより好ましい。

[0036] 界面活性剤の使用量は、使用量に対する効果が十分に得られる観点、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。

[0037] 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。

[0038] 高分子系分散剤の使用量は、使用量に対する効果が十分に得られる観点、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。

[0039] 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用いられてもよい。

[0040] 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。

[0041] 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。

[0042] 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い。

[0043] 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。

[0044] 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。

[0045] 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。

[0046] 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、ポリエチレンジアミン、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이드等が挙げられる。なお、重合時の攪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。

[0047] 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。

[0048] 内部架橋剤の使用量は、ゲル会合度が大きくなりやすくなる観点、及び、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、十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、0.02~0.05ミリモルが非常に好ましい。

[0049] 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攪拌下で加熱し、油中水系において逆相懸濁重合を行うことができる。

[0050] 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。

[0051] そのなかでも、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。

[0052] 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。

[0053] 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。

[0054] 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、経済性を高めるとともに、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。

[0055] 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。

[0056] 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。これらのなかでも、（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用いられてもよい。

- [0057] 重合後架橋剤の量は、好適なゲル会合度、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。
- [0058] 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。
- [0059] 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由来する構造単位を有する重合体粒子）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。なかでも、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。
- [0060] 重合反応時の攪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。

[0061] 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、攪拌下で、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。

[0062] 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。

[0063] 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）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。

$$\text{含水率} = [W_w / (W_w + W_s)] \times 100$$

W_w ：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。

W_s ：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。

[0064] 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。

[0065] 表面架橋剤の使用量は、好適なゲル会合度、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。

[0066] 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。

[0067] 上述のとおり、吸水性樹脂粒子に含まれる重合体粒子は、単量体の重合時に用いる内部架橋剤を用いて得ることが可能であり、内部架橋剤、及び、単量体の重合後に用いられる外部架橋剤（単量体の重合後に用いられる重合後架橋剤、及び、単量体の重合後の乾燥工程又はそれ以降の工程において用いられる表面架橋剤）を用いて得ることができる。内部架橋剤に対する外部架橋剤の使用量の比（外部架橋剤／内部架橋剤）は、好適なゲル会合度、吸水特性（保水量等）が得られやすい観点から、5～100が好ましく、10～80がより好ましく、15～50が更に好ましく、20～30が特に好ましい。吸水性樹脂粒子は、内部架橋剤を用いた反応物である重合体粒子を含んでよく、内部架橋剤及び外部架橋剤を用いた反応物である重合体粒子を含んでよい。重合体粒子において内部架橋剤に対する外部架橋剤の使用量の比は上述の範囲が好ましい。

[0068] 重合反応は、攪拌翼を有する各種攪拌機を用いて行うことができる。攪拌翼としては、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（攪拌軸）と、軸の周囲に配置された平板部（攪拌部）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。攪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会合度を本件発明に好適とされる程度まで増加させやすい。

[0069] 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。

- [0070] 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。
- [0071] 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、0.5質量%以下、又は0.3質量%以下であってよい。
- [0072] 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、0.1~50 μm 、0.5~30 μm 、又は1~20 μm 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。
- [0073] 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よく、その他の構成であってもよい。
- [0074] 繊維状物としては、微粉碎された木材パルプ；コットン；コットンリントナー；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。繊維状物は、単独で用いられてもよく、2種以上を組み合わせ用いられてもよい。繊維状物としては、親水性繊維を用いることができる。
- [0075] 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用いられてもよい。

[0076] 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。

[0077] 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-イソプレネ-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。

[0078] 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。

[0079] 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。

[0080] 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。

[0081] 吸収体における吸水性樹脂粒子の含有量は、十分な吸水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。

[0082] 吸収体における吸水性樹脂粒子の含有量は、十分な吸水特性を得やすい観点から、吸収体1m²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、十分な吸水特性を得やすい観点から、吸収体1m²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。

[0083] 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とも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。

[0084] 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よい。

[0085] 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。

[0086] 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。

[0087] 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。

[0088] 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。

[0089] 吸収体は、トップシートに接着されていてもよい。吸収体の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

ているととも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。

[0090] 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。

[0091] 本実施形態によれば、吸収体の吸液した際の余剰水を低減させる方法であって、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、方法を提供することができる。本実施形態によれば、上述のゲル会合度が15以上である吸水性樹脂粒子を用いた、吸収体の吸液した際の余剰水の低減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吸液した際の余剰水の低減方法は、本実施形態に係る吸水性樹脂粒子に関して上述した手順により測定されるゲル会合度を調整する調整工程を備える。調整工程では、ゲル会合度を上述の各範囲（例えば15以上）に調整することができる。

[0092] 本実施形態によれば、上述したゲル会合度に基づき吸水性樹脂粒子を選抜する選抜工程を備える、吸水性樹脂粒子の製造方法を提供することができる。選抜工程では、例えば、上述のゲル会合度が15以上であるか否かに基づき吸水性樹脂粒子を選抜する。すなわち、一実施形態によれば、上述のゲル会合度が15以上である吸水性樹脂粒子を選抜する工程を含む、吸水性樹脂粒子の製造方法を提供することができる。

[0093] 本実施形態によれば、吸水性樹脂粒子の上述したゲル会合度を大きくすることを含む、吸収体の吸液した際の余剰水を低減する方法を提供することができる。

[0094] 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

[0095] 以下、実施例及び比較例を用いて本発明の内容を更に詳細に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

[0096] <吸水性樹脂粒子の製造>

(実施例1)

還流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管、及び、攪拌機を備えた内径11 cm、内容積2 Lの丸底円筒型セパラブルフラスコを準備した。攪拌機には、図2に概形を示す攪拌翼（平板翼）200を取り付けた。攪拌翼200は、軸200a及び平板部200bを備えている。平板部200bは、軸200aに溶接されているとともに、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1 cmであり、外側二つのスリットSの幅は0.5 cmである。平板部200bの長さは約10 cmであり、平板部200bの幅は約6 cmである。続いて、上述のセパラブルフラスコに、炭化水素分散媒としてn-ヘプタン293 gを添加し、高分子系分散剤として無水マ

レイン酸変性エチレン・プロピレン共重合体（三井化学株式会社製、ハイワックス1105A）0.736gを添加することにより混合物を得た。この混合物を攪拌しつつ80℃まで昇温することにより分散剤を溶解した後、混合物を50℃まで冷却した。

[0097] 次に、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（アクリル酸：1.03モル）を添加した。続いて、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をビーカー内に滴下することによりアクリル酸に対して75モル%の中和を行った。その後、増粘剤としてヒドロキシエチルセルロース0.092g（住友精化株式会社製、HEC AW-15F）、水溶性ラジカル重合開始剤として過硫酸カリウム0.0736g（0.272ミリモル）、及び内部架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル0.010g（0.057ミリモル）を加えた後に溶解させることにより、第1段目の水性液を調製した。

[0098] そして、上述の第1段目の水性液を上述のセパラブルフラスコに添加した後、10分間攪拌した。その後、n-ヘプタン6.62gにシヨ糖ステアリン酸エステル（界面活性剤、三菱化学フーズ株式会社製、リョートーシュガーエステルS-370、HLB値：3）0.736gを加熱溶解することにより界面活性剤溶液を得た。該界面活性剤溶液をセパラブルフラスコに添加した。そして、攪拌機の回転数425rpmで攪拌しながら系内を窒素で十分に置換した。その後、フラスコを70℃の水浴に浸漬して昇温し、重合を60分間行うことにより第1段目の重合スラリー液を得た。

[0099] 次に、内容積500mLの別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（アクリル酸：1.44モル）を添加した。続いて、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をビーカー内に滴下することによりアクリル酸に対して75モル%の中和を行った。その後、水溶性ラジカル重合開始剤として過硫酸カリウム0.090g（0.333ミリモル）、及び内部架橋

剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル0.0116g(0.067ミリモル)を加えた後に溶解させることにより、第2段目の水性液を調製した。

[0100] 次に、攪拌機の回転数650rpmで攪拌しながら、上述のセパラブルフラスコ内を25℃に冷却した後、上述の第2段目の水性液の全量を上述の第1段目の重合スラリー液に添加した。続いて、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分間行った。これにより第2段目の含水ゲル状重合体を得た。

[0101] 上述の第2段目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を攪拌下で添加した。その後、125℃に設定した油浴にフラスコを浸漬し、n-ヘプタンと水との共沸蒸留によりn-ヘプタンを還流しながら271.4gの水を系外へ抜き出した。そして、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(エチレングリコールジグリシジルエーテル:0.507ミリモル)を添加した後、83℃で2時間保持した。

[0102] 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850 μ mの篩に通過させた後、重合体粒子の全質量を基準として0.2質量%の非晶質シリカ(オリエンタルシリカズコーポレーション社製、トクシールNP-S)を重合体粒子に混合することにより、非晶質シリカを含む吸水性樹脂粒子を232.0g得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は359 μ mであった。

[0103] (実施例2)

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)、及び過硫酸カリウム0.018g(0.067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)を用いたこと、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 (0.476ミリモル)、及び過硫酸カリウム0.026g (0.096ミリモル)を用いたこと、並びに、第2段目の含水ゲル状重合体において、共沸蒸留により217.8gの水を系外へ抜き出したこと以外は実施例1と同様にして、吸水性樹脂粒子231.0gを得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は339 μ mであった。

[0104] (実施例3)

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)、及び過硫酸カリウム0.018g (0.067ミリモル)を用い、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)を用いたこと、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 (0.476ミリモル)、及び過硫酸カリウム0.026g (0.096ミリモル)を用いたこと、並びに、第2段目の含水ゲル状重合体において、共沸蒸留により234.6gの水を系外へ抜き出したこと以外は実施例1と同様にして、吸水性樹脂粒子232.1gを得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は355 μ mであった。

[0105] (比較例1)

攪拌翼として、翼径5cmの4枚傾斜パドル翼を2段有する攪拌翼を用いたこと、第1段目の重合スラリー液の調製において、攪拌機の回転数を550rpmとしたこと、第2段目の含水ゲル状重合物の作製において、攪拌機の回転数を1000rpmとしたこと、第2段目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0.265g添加したこと、第2段目の含水ゲル状重合体において、共沸蒸留により247.9gの水を系外へ抜き出したこと、及び、重合体粒子の質量に対して0.5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231.0gを得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は355 μ mであった。

[0106] (比較例2)

第2段目の重合後の含水ゲル状重合体において、共沸蒸留により256.1gの水を系外へ抜き出したこと、及び、重合体粒子の質量に対して0.1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比較例1と同様にして、吸水性樹脂粒子230.8gを得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は349 μ mであった。

[0107] (比較例3)

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)及び過硫酸カリウム0.018g(0.067ミリモル)を用い、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)を用いたこと、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(0.476ミリモル)及び過硫酸カリウム0.026g(0.096ミリモル)を用い、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)を用いたこと、第2段目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ナトリウム水溶液を0.589g添加したこと、第2段目の重合後の含水ゲル状重合体において、共沸蒸留により209.7gの水を系外へ抜き出し、かつ、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を6.62g(0.761ミリモル)用いたこと、並びに、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比較例1と同様にして、吸水性樹脂粒子224.6gを得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は356 μ mであった。

[0108] (比較例4)

第2段目の重合後の含水ゲル状重合体において、共沸蒸留により207.9gの水を系外へ抜き出し、かつ、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を4.42g(0.507ミリモル)

用いたこと以外は比較例3と同様にして、吸水性樹脂粒子225.6g得た。吸水性樹脂粒子の中位粒子径は361 μ mであった。

[0109] <中位粒子径の測定>

吸水性樹脂粒子の上述の中位粒子径は下記手順により測定した。すなわち、JIS標準篩を上から、目開き600 μ mの篩、目開き500 μ mの篩、目開き425 μ mの篩、目開き300 μ mの篩、目開き250 μ mの篩、目開き180 μ mの篩、目開き150 μ mの篩、及び、受け皿の順に組み合わせた。組み合わせた最上の篩に、吸水性樹脂粒子50g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粒子の質量百分率の積算値との関係に対数確率紙にプロットした。確率紙上のプロットを直線で結ぶことにより、積算質量百分率50質量%に相当する粒子径を中位粒子径として得た。

[0110] <ゲル会合度の測定>

図3は、ゲル会合度の測定装置を示す模式図である。図3に示す測定装置は、メスシリンダー71、筒体72、クランプ73、架台74、受け皿75及び天秤76を有する。受け皿75は、天秤76上に載置されている。受け皿75及び天秤76は、メスシリンダー71及び筒体72の下方に配置されている。

[0111] メスシリンダー71は、円筒部及び台座部を有する、容量100ml、質量35gのプラスチック製メスシリンダー（メーカー：Kartell）である。その円筒部は、内径27mm、外径31mmである。また、台座部は1辺38mmの正五角形である。メスシリンダーの材質は具体的にはポリメチルペンテンであり、全高（円筒部及び台座部の高さ）は、249mmである。

[0112] メスシリンダー71内には、膨潤ゲル70が形成されている。膨潤ゲル7

0は、メスシリンダー71内に吸水性樹脂粒子1.0±0.001gを配置し、次いで、流速10ml/秒となるように調整されたビュレットを用いて、純水50mlを投入することにより作製した。膨潤ゲル70の作製において、純水の投入時におけるメスシリンダー71内の底からビュレットの先端（液の滴下口）までの距離は18cmとした。

[0113] 筒体72は、図4に示すアクリル樹脂製筒体である。筒体72は、内径4.5cmの円形状の開口を有する。筒体72には、外周が一辺10cmの正方形であり、開口が中央に位置する平坦面が設けられている。筒体72は、平坦面を有する平坦部分と、円筒部分とから構成される。平坦部分の高さ（厚さ）は1.0cmであり、円筒部分の高さは6.0cmである。図3に示すように、筒体72は、鉛直方向に開口した状態で、平坦面が上端側に位置するように架台74及びクランプ73により固定されている。

[0114] 膨潤ゲル70作製の際に吸水性樹脂粒子が配置されたメスシリンダー71内へ純水の投入を終了した時点から10分後に、メスシリンダー71の円筒部をメスシリンダー71の開口部が鉛直下向きに向くように筒体72の開口に平坦部分側から挿入した。これによって、図3(A)に示すように、筒体72の平坦部分に、メスシリンダー71の台座部を支持させた。次いで、図3(B)に示すように、筒体72を固定した状態で、メスシリンダー71を、筒体72の平坦面（筒体72の平坦部分の、メスシリンダー71の台座部との接触面）に対して鉛直上方に10cm±1cm持ち上げた。その後手を放してメスシリンダー71を自然落下させることにより、メスシリンダー71と筒体72とを衝突させて、衝撃を与えた。メスシリンダー71を持ち上げて手を放すことにより衝撃を与える操作を10秒間隔で繰り返し、膨潤ゲル70が1.0g以上落ちるまでに衝撃を与えた回数をゲル会合度として測定した。受け皿75で回収した膨潤ゲル70の質量（g）を天秤76によって測定し、その量が1.0g以上に達したときの衝撃を与えた回数をゲル会合度（単位：回）として記録した。衝撃を100回与えたときに、受け皿75に回収された膨潤ゲル70の質量が1.0g未満であった場合には、ゲル

会合度100以上と評価した。ゲル会合度の測定は3回実施し、3回の測定による平均値をゲル会合度とした。結果を下表に示す。

[0115] <吸水性樹脂粒子の保水量>

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）を内容積500mLのビーカー内に設置した。吸水性樹脂粒子の入った綿袋内に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んだ後、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となるように設定した脱水機（株式会社コクサン製、品番：H-122）を用いて1分間脱水した。脱水後の膨潤ゲルを含んだ綿袋の質量 W_a [g]を測定した。吸水性樹脂粒子を添加せずに同様の操作を行い、綿袋の湿潤時の空質量 W_b [g]を測定し、下記式から吸水性樹脂粒子の生理食塩水の保水量を算出した。結果を表1に示す。

$$\text{保水量 [g/g]} = (W_a - W_b) / 2.0$$

[0116] <吸水性樹脂粒子の荷重下の吸水量>

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5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 64 a の底部に接着されたナイロンメッシュ 64 b と、重り 64 c とを有している。円筒 64 a の内径は 20 mm である。ナイロンメッシュ 64 b の目開きは 75 μ m (200メッシュ) である。そして、測定時にはナイロンメッシュ 64 b 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 64 c の直径は 19 mm であり、重り 64 c の質量は 119.6 g である。重り 64 c 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 4.14 kPa の荷重を加えることができる。

[0117] 測定装置 Y の円筒 64 a の中に 0.100 g の吸水性樹脂粒子 65 を入れた後、重り 64 c 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 61 a の内部に供給されるため、ビュレット 61 a 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 61 a の目盛は、上から下方向に 0 mL から 0.5 mL 刻みで刻印されており、生理食塩水の水位として、吸水開始前のビュレット 61 a の目盛り V a と、吸水開始から 60 分後のビュレット 61 a の目盛り V b 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。

$$\text{加圧下の吸水量 [mL/g]} = (V b - V a) / 0.1$$

[0118] <吸水性樹脂粒子の吸水速度>

吸水性樹脂粒子の生理食塩水の吸水速度を V o r t e x 法に基づき下記手順で測定した。まず、恒温水槽にて 25 ± 0.2 °C の温度に調整した 0.9 質量%塩化ナトリウム水溶液 (生理食塩水) 50 ± 0.1 g を内容積 100 mL のビーカーに量りとった。次に、マグネチックスターラーバー (8 mm ϕ \times 30 mm、リング無し) を用いて回転数 600 rpm で攪拌することにより渦を発生させた。吸水性樹脂粒子 2.0 ± 0.002 g を塩化ナトリウム水溶液中に一度に添加した。吸水性樹脂粒子の添加後から、液面の渦が収束する時点までの時間 [秒] を測定し、当該時間を吸水性樹脂粒子の吸水速度として得た。結果を表 1 に示す。

[0119] <吸収体性能の評価>

(評価用物品の作製)

気流型混合装置（有限会社オーテック社製、パッドフォーマー）を用いて、吸水性樹脂粒子10g及び粉碎パルプ10gを空気抄造によって均一混合することにより、40cm×12cmの大きさのシート状の吸収体を作製した。次に、吸収体と同じ大きさを有する坪量16g/m²のコアラップ（ティッシュペーパー）の上に吸収体を配置した後、吸収体の上面に、吸収体と同じ大きさを有する坪量16g/m²のコアラップ（ティッシュペーパー）を配置した。コアラップによって挟まれた吸収体に対して、141kPaの荷重を30秒間加えることにより積層体を得た。32.5cm×45.0cmの大きさのSMMS不織布（坪量13g/m²）を45cm×16.25cmのサイズになるように折り、その後、不織布で上述の積層体を包んだ。積層体を包んだ不織布の三辺をヒートシーラー（富士インパルスシーラー、型番：F1-450-5形、富士インパルス製）で圧着して、積層体を密封した。これにより、評価用物品を得た。

[0120] (吸収体吸水量の測定)

バットに金網（開き目のサイズ：20mm×20mm、線形3mm）と、20Lの0.9質量%塩化ナトリウム水溶液を入れて、液温を25.0±0.2℃に調整した。次いで、評価用物品を金網上に配置し、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液中に30分間浸漬させた。その後、評価用物品ごと金網を持ち上げ、5分間水切りを行ってから、評価用物品の質量を測定した。吸収体吸水量（単位：g）は、試験前後の評価用物品の質量の差であり、以下の式により算出される。

吸収体吸水量 = 試験後の評価用物品の質量 (g) - 試験前の評価用物品の質量 (g)

[0121] (吸収体保水量の測定)

吸収体吸水量の測定を行った評価用物品（試験後の評価用物品）を遠心機にて167Gの遠心脱水に供した。これにより、遠心後の評価用物品を得た。吸収体保水量（単位：g）は、遠心後の評価用物品の質量と試験前の評価

用物品の質量の差であり、以下の式により算出される。

吸収体保水量 = 遠心後の評価用物品の質量 (g) - 試験前の評価用物品の質量 (g)

[0122] (余剰水分率の評価)

余剰水分率は、以下の式により算出される。余剰水分率が低いほど、吸液した際の余剰水が低減される。結果を表 1 に示す。

余剰水分率 (%) = { (吸収体吸水量 - 吸収体保水量) / 吸収体吸水量 } × 100

[0123] [表1]

	吸水性樹脂粒子性能				吸収体性能		
	保水量 [g/g]	荷重下 吸水量 [ml/g]	吸水速度 [秒]	ゲル会合度 [回]	吸収体 吸水量 [g]	吸収体 保水量 [g]	余剰水分率 [%]
実施例 1	50	9	36	47	981	484	51
実施例 2	40	24	48	100 以上	855	386	55
実施例 3	51	17	38	100 以上	889	497	44
比較例 1	35	20	37	3	892	327	63
比較例 2	42	18	37	6	925	369	60
比較例 3	28	26	56	2	706	283	60
比較例 4	34	28	45	9	848	341	60

[0124] 表 1 により、ゲル会合度が高い場合に、吸液した際の余剰水が低減された吸収体が得られることが確認された。

符号の説明

[0125] 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…ピュレット部、61a…ピュレット、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…膨潤ゲル、71…メスシリンダー、72…筒体、73…クランプ、74…架台、75…受け皿、76…天秤、100…吸収性物品、200…攪拌翼、200a…軸、200b…平板部、Y…測定装置、S…スリット。

請求の範囲

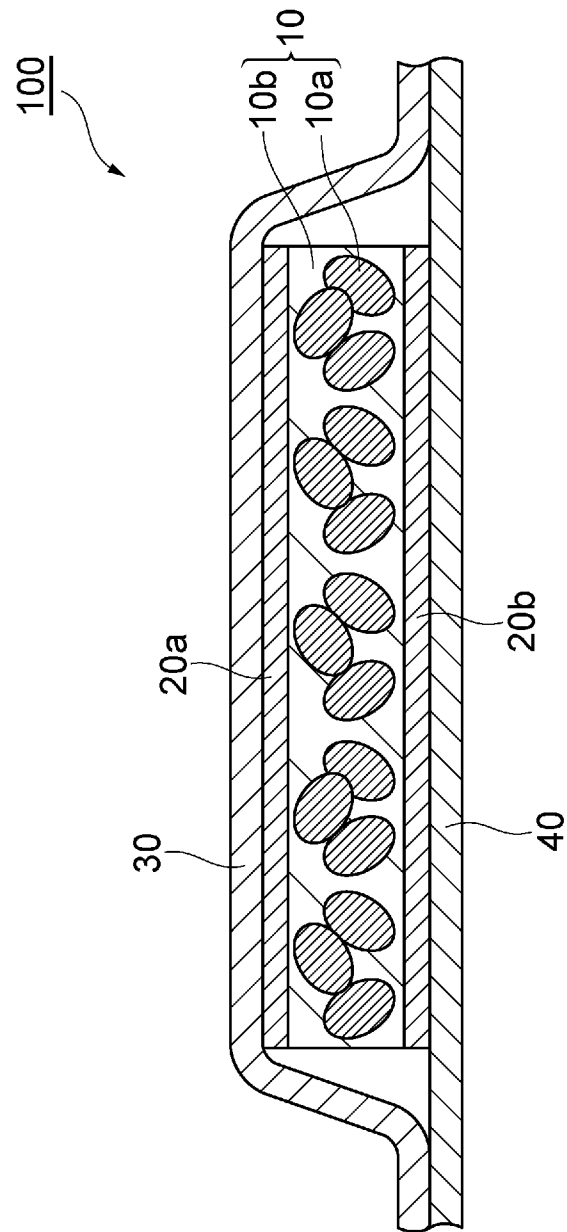
- [請求項1] 下記(1)～(4)の手順により測定されるゲル会合度が15以上である、吸水性樹脂粒子。
- (1) 内径27mm、外径31mmの円筒部と台座部とを有する容量100ml、質量35gのプラスチック製メスシリンダー内に、吸水性樹脂粒子1.0gを配置し、次いで、純水50mlを流速10ml/秒で投入して、膨潤ゲルを形成させる。
- (2) 内径4.5cmの円形状の開口を有するアクリル樹脂製筒体であって、両端部が鉛直方向に開口した状態で固定され、上端部に、前記開口が中央に位置し、かつ、外周が正方形で高さ1.0cmの平坦部分を有する前記筒体を用意する。前記純水の投入終了から10分後に、前記メスシリンダーの円筒部を、前記メスシリンダーの開口部が鉛直下向きに向くように前記筒体に挿入し、前記筒体の平坦部分に、前記メスシリンダーの台座部を支持させる。
- (3) 前記筒体を固定した状態で、前記メスシリンダーを鉛直上方に10cm±1cm移動させ、その後、自由落下させることにより、前記メスシリンダーの台座部を前記筒体の平坦部分に衝突させる。
- (4) (3)の操作を10秒間隔で行い、前記膨潤ゲルが1.0g以上落下するまでに前記メスシリンダーを前記筒体に衝突させた回数をゲル会合度として測定する。
- [請求項2] 生理食塩水の保水量が47～60g/gである、請求項1に記載の吸水性樹脂粒子。
- [請求項3] 生理食塩水の吸水速度が70秒未満である、請求項1又は2に記載の吸水性樹脂粒子。
- [請求項4] (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に由来する構造単位を有する、請求項1～3のいずれか一項に記載の吸水性樹脂粒子。
- [請求項5] 請求項1～4のいずれか一項に記載の吸水性樹脂粒子を含有する、

吸収体。

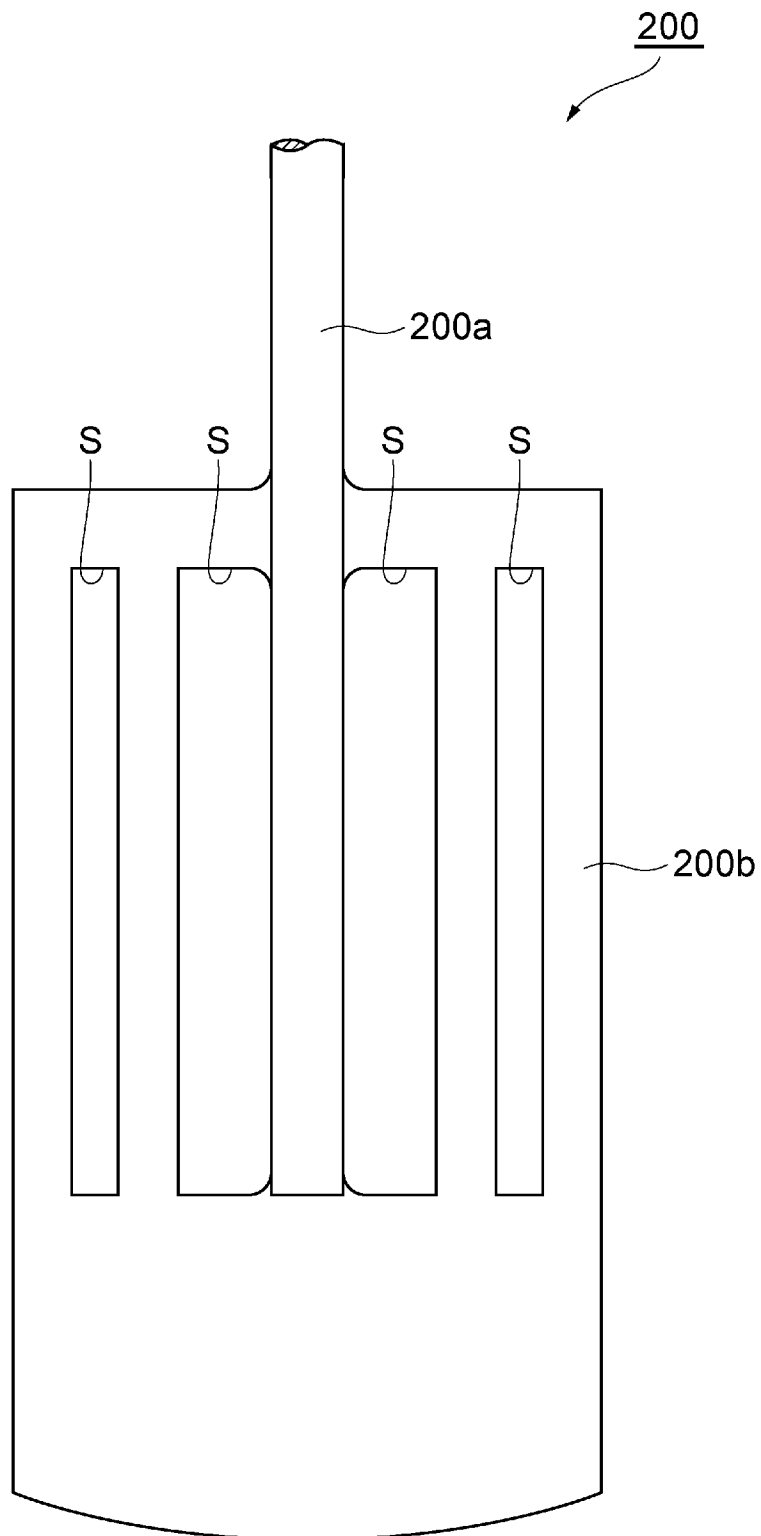
[請求項6] 請求項5に記載の吸収体を備える、吸収性物品。

[請求項7] おむつである、請求項6に記載の吸収性物品。

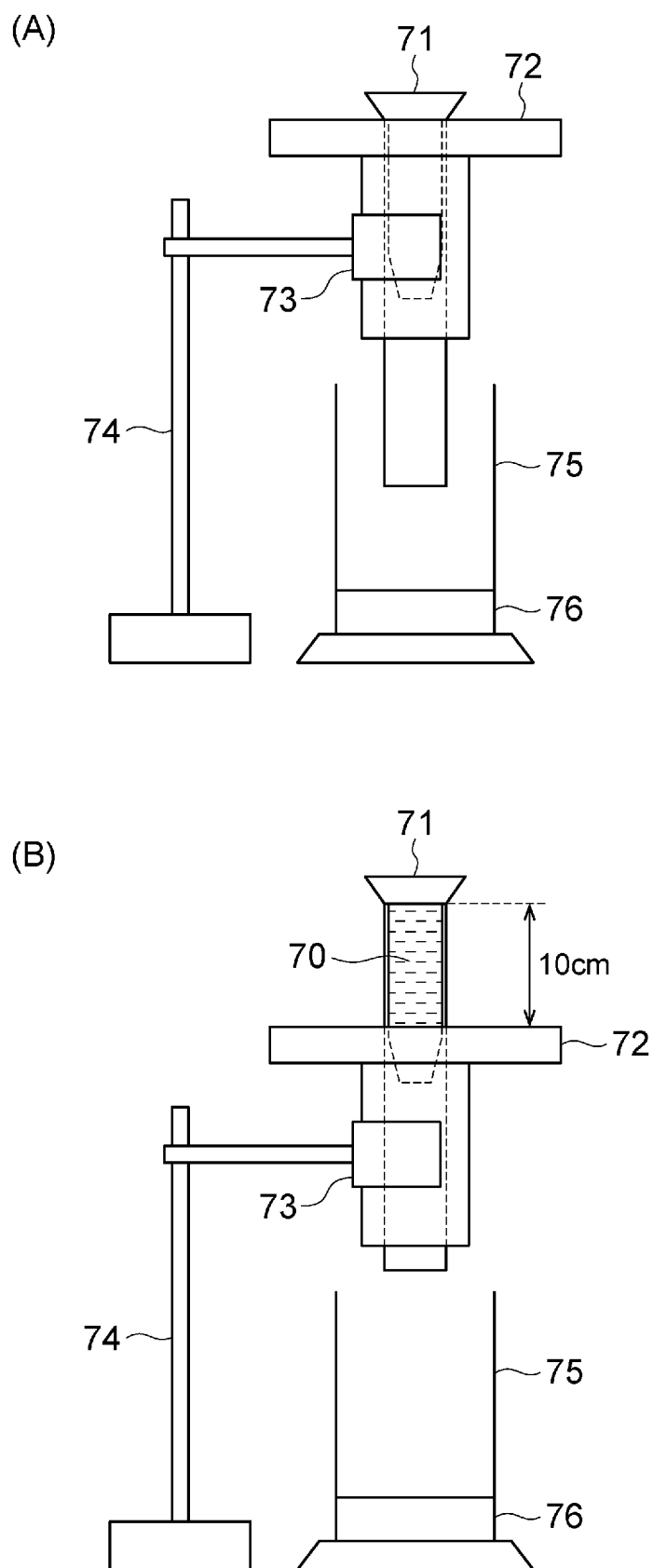
[図1]



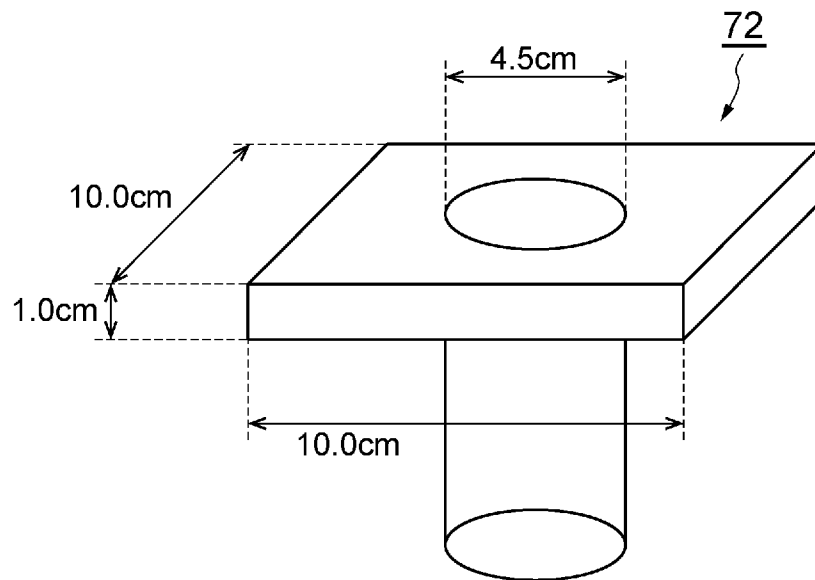
[図2]



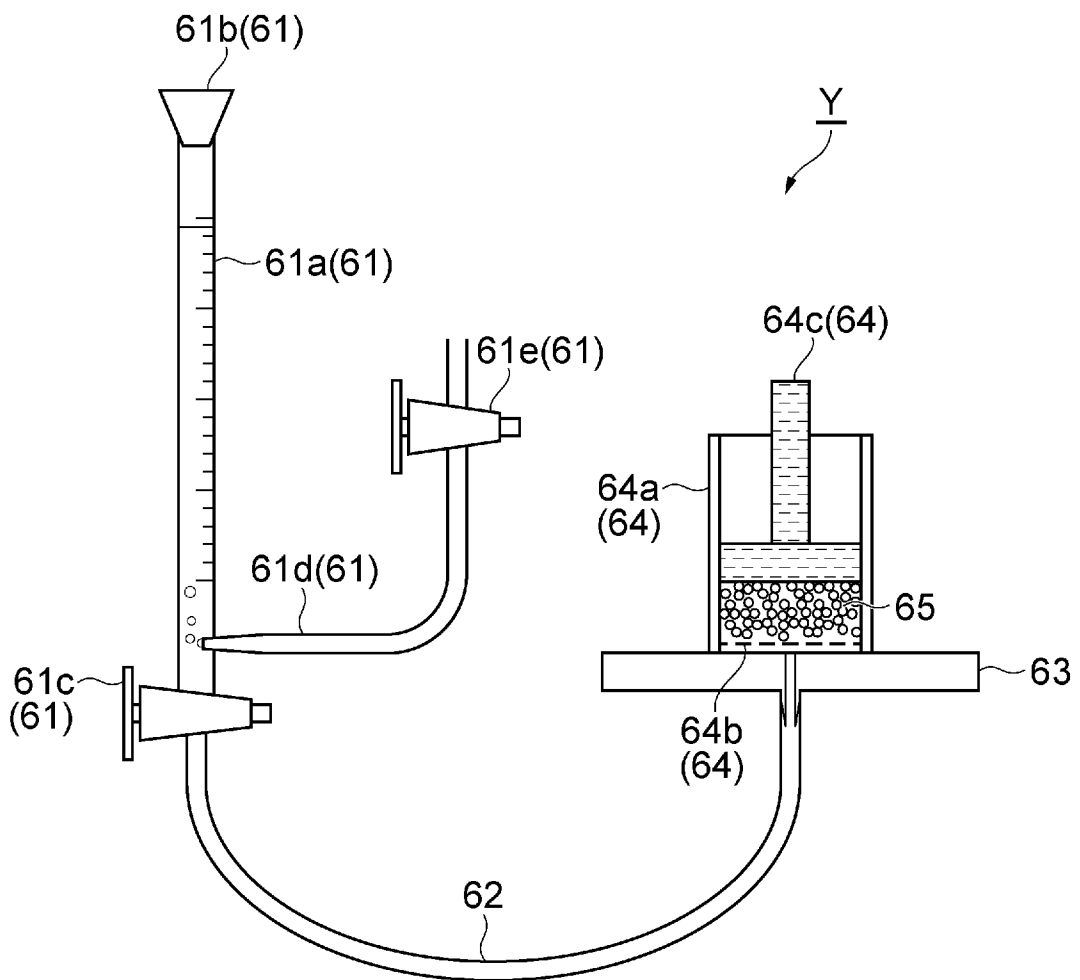
[図3]



[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2020/009505

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
Int.Cl. C08F8/00(2006.01)i, C08F20/06(2006.01)i, A61F13/49(2006.01)i, A61F13/53(2006.01)i, B01J20/26(2006.01)i FI: C08F20/06, A61F13/53300, B01J20/26D, C08F8/00, A61F13/49 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) Int.Cl. C08F8/00, C08F20/06, A61F13/49, A61F13/53, B01J20/26		
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 2005-334616 A (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 08.12.2005 (2005-12-08), claims, paragraphs [0001], [0022], [0030], [0054], [0060], production examples 2, 3	1-7
X	WO 2005/063825 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 14.07.2005 (2005-07-14), claims, paragraphs [0001], [0023], [0032], examples 1, 3, 6	1-7
X	WO 2012/053121 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 26.04.2012 (2012-04-26), claims, paragraphs [0028], [0046], [0102], example 6	1-7
A	WO 2014/038324 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 13.03.2014 (2014-03-13), claims, example 5	1-7
A	WO 2012/144564 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 26.10.2012 (2012-10-26), claims, examples 3, 6, 7	1-7
<input checked="" type="checkbox"/>	Further documents are listed in the continuation of Box C.	<input checked="" type="checkbox"/>
	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	“T”
“E”	earlier application or patent but published on or after the international filing date	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
“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)	“X”
“O”	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	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
“P”	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	“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 15.05.2020		Date of mailing of the international search report 26.05.2020
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2020/009505

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2004/110328 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 23.12.2004 (2004-12-23), claims, examples 3, 5, 10	1-7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2020/009505

JP 2005-334616 A	08.12.2005	(Family: none)
WO 2005/063825 A1	14.07.2005	US 2007/0179261 A1 claims, paragraphs [0001], [0040], [0050], examples 1, 3, 6 CN 1898270 A EP 1714985 A1 KR 10-2007-0003831 A
WO 2012/053121 A1	26.04.2012	US 2013/0260151 A1 claims, paragraphs [0046], [0077], [0167], example 6 CN 103154043 A EP 2631251 A1 KR 10-2013-0140723 A
WO 2014/038324 A1	13.03.2014	US 2015/0216740 A1 claims, example 5 CN 104507565 A EP 2893974 A1 KR 10-2015-0054796 A
WO 2012/144564 A1	26.10.2012	US 2014/0031203 A1 claims, examples 3, 6, 7 CN 103502287 A EP 2700663 A1
WO 2004/110328 A1	23.12.2004	US 2007/0093766 A1 claims, examples 3, 5, 10 CN 1805723 A EP 1637105 A1

<p>A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C08F 8/00(2006.01)i; C08F 20/06(2006.01)i; A61F 13/49(2006.01)i; A61F 13/53(2006.01)i; B01J 20/26(2006.01)i FI: C08F20/06; A61F13/53 300; B01J20/26 D; C08F8/00; A61F13/49</p>										
<p>B. 調査を行った分野</p>										
<p>調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） C08F8/00; C08F20/06; A61F13/49; A61F13/53; B01J20/26</p>										
<p>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</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922 - 1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971 - 2020年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2020年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2020年</td> </tr> </table>			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
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									
<p>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）</p>										
<p>C. 関連すると認められる文献</p>										
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 2005-334616 A（住友精化株式会社）08.12.2005（2005 - 12 - 08） 特許請求の範囲，段落[0001]，[0022]，[0030]，[0054]，[0060]，製造例2，3	1-7								
X	WO 2005/063825 A1（住友精化株式会社）14.07.2005（2005 - 07 - 14） 請求の範囲，段落[0001]，[0023]，[0032]，実施例1，3，6	1-7								
X	WO 2012/053121 A1（住友精化株式会社）26.04.2012（2012 - 04 - 26） 請求の範囲，段落[0028]，[0046]，[0102]，実施例6	1-7								
A	WO 2014/038324 A1（住友精化株式会社）13.03.2014（2014 - 03 - 13） 請求の範囲，実施例5	1-7								
A	WO 2012/144564 A1（住友精化株式会社）26.10.2012（2012 - 10 - 26） 請求の範囲，実施例3，6，7	1-7								
A	WO 2004/110328 A1（住友精化株式会社）23.12.2004（2004 - 12 - 23） 請求の範囲，実施例3，5，10	1-7								
<p><input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。</p>										
<p>* 引用文献のカテゴリー</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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）</p> <p>“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</p> <p>“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</p>	<p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&” 同一パテントファミリー文献</p>									
<p>国際調査を完了した日</p> <p>15.05.2020</p>	<p>国際調査報告の発送日</p> <p>26.05.2020</p>									
<p>名称及びあて先</p> <p>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</p>	<p>権限のある職員（特許庁審査官）</p> <p>江間 正起 4J 4048</p> <p>電話番号 03-3581-1101 内線 3457</p>									

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/JP2020/009505

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2005-334616 A	08.12.2005	(ファミリーなし)	
WO 2005/063825 A1	14.07.2005	US 2007/0179261 A1 請求の範囲, 段落[0001], [0040], [0050], 実施例1, 3, 6 CN 1898270 A EP 1714985 A1 KR 10-2007-0003831 A	
WO 2012/053121 A1	26.04.2012	US 2013/0260151 A1 請求の範囲, 段落[0046], [0077], [0167], 実施例6 CN 103154043 A EP 2631251 A1 KR 10-2013-0140723 A	
WO 2014/038324 A1	13.03.2014	US 2015/0216740 A1 請求の範囲, 実施例5 CN 104507565 A EP 2893974 A1 KR 10-2015-0054796 A	
WO 2012/144564 A1	26.10.2012	US 2014/0031203 A1 請求の範囲, 実施例3, 6, 7 CN 103502287 A EP 2700663 A1	
WO 2004/110328 A1	23.12.2004	US 2007/0093766 A1 請求の範囲, 実施例3, 5, 10 CN 1805723 A EP 1637105 A1	