(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2008년09월11일
(11) 등록번호 10-0858387
(24) 등록일자 2008년09월05일

(51) Int. Cl.
A61L 15/60 (2006.01) *A61L 15/00* (2006.01)
C08J 3/24 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2006-7017674
(22) 출원일자 2006년08월31일
심사청구일자 2006년08월31일
번역문제출일자 2006년08월31일
(65) 공개번호 10-2007-0004669
(43) 공개일자 2007년01월09일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2005/001689
국제출원일자 2005년02월04일
(87) 국제공개번호 WO 2005/075070
국제공개일자 2005년08월18일
(30) 우선권주장
JP-P-2004-00029590 2004년02월05일 일본(JP)
(뒷면에 계속)
(56) 선행기술조사문헌
US6107358 A
JP12290381 A
JP14035580 A
전체 청구항 수 : 총 17 항

(73) 특허권자
가부시키가이샤 닛폰 쇼쿠바이
일본국 오사카후 오사카시 추오구 고라이바시 4-초메 1-1
(72) 발명자
다이로쿠 요리미치
일본 672-8085 효고켄 히메지시 시카마쿠 나카하마쵸 2-25
아다치 요시후미
일본 671-1242 효고켄 히메지시 아보시쿠 하마다 931-11
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
손민

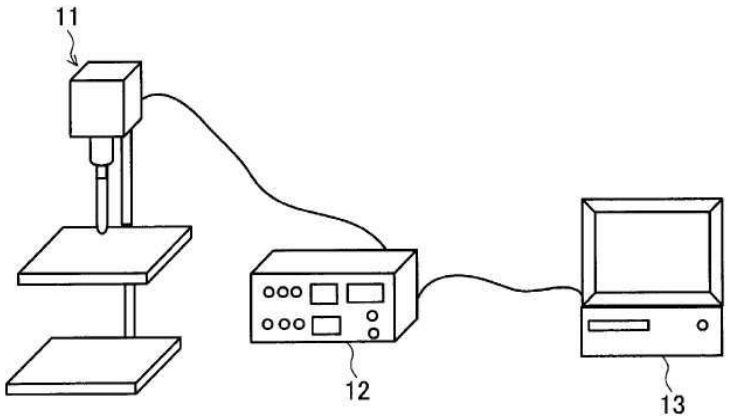
심사관 : 김상우

(54) 입자상 수분흡수제 및 그 제조방법과 수분흡수성 물품

(57) 요 약

본 발명은 높은 흡수성능을 유지한 채 건조상태에서의 유동성이 높고, 또한 흡습시의 블로킹이나 케이킹, 장치 등으로의 부착을 방지할 수 있으며, 나아가 흡수액과 접촉했을 경우 표면장력의 저하가 일어나기 어렵고, 또한 수분흡수특성을 손상시키는 일없이 유동성 및 벌크밀도를 증대시킨 입자상 수분흡수제를 얻는 것을 목적으로 한다. 본 발명의 입자상 수분흡수제는 가교구조를 갖는 수분흡수성 수지를 표면가교처리한 것으로서, (i) 질량평균입경(D50)이 200~600㎛이고 입경 850㎛ 미만 150㎛ 이상의 것이 전체의 95~100중량%, (ii) 입도분포의 대수표준편차(σζ)가 0.25~0.45, (iii) 압축도가 0~18%, (iv) 20℃의 생리식염수 50㎖에 상기 입자상 수분흡수제 0.5g을 분산시키고 나서 4분 후의 상청액의 표면장력이 55mN/m 이상인 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도2



(72) 발명자

노기 고조

일본 675-0062 효고켄 가코가와시 가코가와쵸 미노리 485-3

이노우에 히로키

일본국 616-0027 교토켄 교토시 니시쿄쿠 아라시야마 우치다쵸 50

와다 가츠유키

일본국 670-0081 효고켄 히메지시 다데라-히가시 4-쵸메 10-5

이리에 요시오

일본국 679-2101 효고켄 히메지시 후나츠쵸 3253-3

(30) 우선권주장

JP-P-2004-00100002 2004년03월30일 일본(JP)

JP-P-2004-00258284 2004년09월06일 일본(JP)

특허청구의 범위

청구항 1

가교구조를 갖는 수분흡수성 수지에, 표면처리제를 첨가하여 표면가교처리된 입자상 수분흡수제로서, 상기 입자상 수분흡수제에 있어서, (ⅰ) 질량평균입경(D50)이 200 내지 600 ㎛이며, 또한 전체 입자상 수분흡수제 100 중량%에 대해 850㎛ 미만 150㎛ 이상의 입경을 갖는 입자상 수분흡수제가 95 내지 100 중량% 포함되어 있고, (ⅱ) 입도분포의 대수 표준편차(σζ)가 0.25 내지 0.45이며, (ⅲ) 하기의 식으로 규정되는 압축도가 0 내지 18%의 범위이고, (ⅳ) 20 ℃의 생리식염수 50㎖에 상기 입자상 수분흡수제 0.5 g을 분산시키고 나서 4분 후의 상청액의 표면장력이 55 mN/m 이상인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

압축도(%)=(P-A)/P×100

단, P는 입자상 수분흡수제의 압축벌크밀도, A는 입자상 수분흡수제의 이완벌크밀도이다.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 입자상 수분흡수제의 입자층에 20 ㎜의 깊이까지 삽입부재를 삽입한 경우의 작업량인 삽입작업량이 0g중×㎜ 이상 75,000g중×㎜ 이하인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 추가로 계면활성제 또는 분체의 활제를 포함하는 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 4

제 3 항에 있어서, 상기 분체의 활제는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 가지며, 0.01 ㎛ 이상 100 ㎛ 이하의 질량평균입경을 갖는 고분자 첨가제인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 5

제 4 항에 있어서, 상기 고분자 첨가제의 첨가량이, 상기 수분흡수성 수지 100중량부에 대해 0.01중량부 이상 10중량부 이하의 범위인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 6

제 4 항 또는 제 5 항에 있어서, 상기 고분자 첨가제는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체가, 고분자 첨가제인 공중합체 또는 중합체에 대해 15중량% 이상 100중량% 이하로 공중합 또는 중합되어 된 것임을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 7

제 4 항 또는 제 5 항에 있어서, 상기 고분자 첨가제는 상기 수분흡수성 수지의 표면에 용액 또는 현탁액의 상태로 첨가되어 된 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 8

제 4 항 또는 제 5 항에 있어서, 상기 고분자 첨가제는 질량평균입경 0.01㎛ 이상 100㎛ 이하의 분체 형태로 상기 수분흡수성 수지의 표면에 첨가되어 된 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 9

제 3 항에 있어서, 상기 계면활성제의 첨가량이 상기 수분흡수성 수지 100중량부에 대해 0.0005중량부 이상 0.012중량부 이하의 범위인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 10

제 3 항에 있어서, 상기 계면활성제가 HLB 8 내지 18의 비이온성 계면활성제인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 11

삭제

청구항 12

제 3 항 내지 제 5 항, 제 9 항 및 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서, 4.83 kPa 가압 하에서의 가압하 흡수배율(AAP2)이 17 g/g 이상인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 13

제 4 항 또는 제 5 항에 있어서, 2.03 kPa 가압 하에서의 가압하 흡수배율(AAP1)이 20 g/g 이상인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 14

제 9 항 또는 제 10 항에 있어서, 20($10^{-7} \cdot cm^3 \cdot s \cdot g^{-1}$) 이상의 생리식염수 흐름유도성(SFC/Saline Flow conductivity)을 갖는 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 15

제 3 항 내지 제 5 항, 제 9 항 및 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서, 이완벌크밀도가 0.7 g/㎖ 이상인 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 16

제 4 항 또는 제 5 항에 있어서, 상기 분체의 활제가 수분흡수성 수지 분체에 첨가되어 된 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 17

제 1 항 내지 제 5 항, 제 9 항 및 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 수분흡수성 수지가 부정형 파쇄상 입자, 부정형 파쇄상 입자의 조립물(造粒物), 구형상 입자의 조립물, 타원형상 입자의 조립물로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상의 형상 또는 그 혼합물의 형상을 갖는 것을 특징으로 하는 입자상 수분흡수제.

청구항 18

제 1 항 내지 제 5 항, 제 9 항 및 제 10 항 중 어느 한 항의 입자상 수분흡수제를 포함하는 흡수성 물품.

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

명 세 서

기 술 분 야

<1> 본 발명은 수분흡수성 수지를 주성분으로 하는 입자상 수분흡수제 및 그 제조방법과 흡수성 물품에 관한 것이다. 더욱 상세하게는 수분흡수성능을 손상시키지 않고 또한 건조상태 및 흡습시의 유동성, 벌크밀도(bulk density)의 안정성 등과 같은 분체(粉體) 특성이 뛰어나고, 안정된 흡수특성을 나타내는 입자상 수분흡수제이며, 입자상 수분흡수제를 종이 기저귀나 생리대, 실금 패드와 같은 위생재료의 흡수체 중에 사용한

경우 리웨트(re-wet)양이 적고 뛰어난 흡수특성을 갖는 입자상 수분흡수제 및 흡수성 물품에 관한 것이다.

배 경 기 술

<2> 근래, 수분흡수성 수지는, 체액(오줌이나 혈액)을 흡수시키는 것을 목적으로 하며, 종이 기저귀나 생리대, 실금 패드 등과 같은 위생재료(흡수물품)에 있어서 그 주요한 구성재료로서 폭넓게 이용되고 있다. 상기 수분흡수성 수지로서는 예를 들면 폴리아크릴산 부분중화물 가교체, 전분-아크릴로니트릴 그라프트중합체의 가수분해물, 전분-아크릴산 그라프트중합체의 중합물, 초산비닐-아크릴산 에스테르 공중합체의 검화물, 카르복시메틸셀룰로오스 가교체, 아크릴로니트릴 공중합체 또는 아크릴아미드 공중합체의 가수분해물 또는 이들 가교체, 카티온성 모노머의 가교체, 가교 이소부틸렌-말레인산 공중합체, 2-아크릴아미드-2-메틸프로판술폰산과 아크릴산의 가교체 등이 알려져 있다. 종래부터 상기의 수분흡수성 수지에 요구되는 수분흡수특성으로서는 체액 등의 수성액체에 접했을 때의 높은 흡수배율, 특히 하중 하에서의 높은 수분흡수배율, 뛰어난 흡수속도, 액체통과성, 팽윤 겔의 겔 강도, 수성액체를 포함한 기재로부터 물을 빨아올리는 흡인량 등이 주창되고 있다.

<3> 이들 수분흡수성 수지는 중합체 내부에 균일한 가교 구조를 가지며, 수불용화된 친수성 수지인데, 통상, 상기의 수분흡수특성을 얻기 위해, 입자의 표면을 다시 가교제 등으로 가교처리함으로써 입자에 가교밀도 구배를 갖게 하며, 수분흡수성 수지의 수분흡수속도의 향상, 반죽이 안 된 덩어리의 생성 방지, 겔 강도의 향상, 가압 하에서의 흡수배율 개선, 겔 블로킹 방지, 액체통과성의 향상이 도모되고 있다.

<4> 예를 들면, 유럽특허 제0349240호, 유럽특허 제0605150호나 일본 특허공개 7-242709호, 일본 특허공개 7-224304호, 미국특허 제5409771호, 미국특허 제5597873호, 미국특허 제5385983호 등에, 입자의 표면 부근에 가교밀도구배를 갖게 하는 표면가교처리에 관해 기재되어 있다(이하, 종래예 1이라 한다).

<5> 상기 수법 이외에도, 수분흡수성능을 향상시키기 위해, 예를 들면 액체통과성의 향상을 도모하기 위해, 일본 특허공개 소61-58658호에는 수분흡수성 수지와 금속비누로 이루어진 수분흡수재에 대해 기재되어 있다. 또한, 이들 수분흡수성능뿐만 아니라, 수분흡수성 수지의 제조시나 운반시, 수분흡수성 수지와 섬유기재 등을 가공하여 흡수체를 작성할 경우, 건조상태에서의 분체 유동성 및 흡습시의 분체유동성이 양호하며 장치 등으로의 부착도 적고, 또한 수분흡수특성이 뛰어난 입자상 수분흡수제가 요망되고 있다. 흡습시의 분체 유동성이 양호한 특성을 부여하는 시도로서 비정질 이산화규소나 카올린 등의 무기물질의 첨가가 제안되고 있다. 예를 들면, 미국특허 제4734478호, 일본 특허공개 소59-80458호, 또는 미국특허 제5453323호에는 무기물질 분체와 수분흡수성 수지 분말로 이루어진 입자상 수분흡수제에 관한 기술이 기재되어 있다. 상기 이외의 무기물질을 첨가하는 것 이외에도, 예를 들면 일본 특허공개 소63-105064호에는 스테아린산과 무기질 분말을 포함하는 입자상 수분흡수제가 기재되어 있다(이하, 종래예 2라 한다).

<6> 또한, 미국특허 제5728742호에는 4급 암모늄염을 포함하는 입자상 수분흡수제가 기재되어 있다. 또한, 일본 특허공개 평9-136966호나 유럽특허 제0001706호 공개 공보에는 변성 폴리실록산이나 폴리에틸렌글리콜 또는 폴리프로필렌글리콜 등을 첨가한 입자상 수분흡수제가 개시되어 있다. 또한, 일본 특허공개 평8-143782호에는 폴리머계 분산제를 함유하는 입자상 수분흡수제가 개시되어 있다(이하, 종래예 3이라 한다).

<7> 또한, 반죽이 안 된 덩어리의 생성방지는 겔 블로킹 방지를 도모하기 위해, 일본 특허공고 평6-39485호 공보(1994년 5월 25일 공고), 일본 특허 제3283570호 공보(2002년 3월 1일 등록), 및 일본 특허공개 2003-82250호 공보(2003년 3월 19일 공개)에는 수분흡수성 수지를 계면활성제로 처리한 입자상 처리제에 대해 기재되어 있다(이하, 종래예 4라 한다). 또한, 벌크밀도를 향상시키는 시도도 제안되고 있다. 예를 들면 일본 특허공개 2000-302876호 공보(2000년 10월 31일 공개)에는 가교중합체 입자를 연마한 후에 표면가교함으로써, 벌크밀도가 크고, 가압하의 흡수배율이 양호한 부정형 파쇄상 수분흡수성 수지 분말이 기재되어 있다(이하, 종래예 5라 한다).

<8> 그러나, 상기의 수법에서는 건조상태에서의 유동성 및 흡습시의 분체 유동성이 불충분하거나, 또한 가압 하에서의 흡수성능이 대폭 저하되거나, 수분흡수성 수지와 오줌 등의 흡수액이 접촉할 경우에 흡수액의 표면장력이 저하되는 등의 문제가 있었다. 예를 들면, 상기 종래예 1에서는 건조상태에서의 유동성 및 흡습시의 유동성이 낮아 불충분하며, 수분흡수성 수지의 취급성이 나쁘다. 또한, 상기 종래예 2에 대해서는 무기물질을 첨가함으로써 흡습시의 유동성이 개선되지만, 건조상태에서의 유동성 및 흡수성능이 대폭 저하되며, 수분흡수성 수지의 취급성이 나쁠 뿐만 아니라, 그들을 사용한 흡수물품은 충분한 수분흡수특성을 발휘할 수 없었다. 특히, 일본 특허공개 소61-58658호에 기재되어 있는 기술에서는 금속비누를 수분흡수성 수지에 대해 통상 1~60중량%, 바람직하게는 5~80중량% 첨가하고 있다. 이만큼 다량으로 금속비누를 첨가한 경우에는 금속비누의 소

수성, 발수성, 계면활성능 등과 같은 성질이 수분흡수성 수지의 흡액성능에 악영향을 초래한다는 문제점을 가지고 있다. 또한, 상기 종래예 3에서는 흡습시의 유동성이 불충분하거나, 또 수분흡수성 수지와 오줌 등의 흡수액이 접촉할 경우 흡수액의 표면장력이 저하되는 문제를 안고 있으며, 예를 들면 종이 기저귀에 사용할 경우 리웨트양이 증가하는 등, 흡수성 물품의 수분흡수특성이 저하되기 때문에, 충분한 것이라고는 말 할 수 없었다.

<9> 또한, 상기 종래예 4에서는 수분흡수성 수지에 대한 계면활성제의 사용량이 많기 때문에 비경제적이며, 또한 입자상 수분흡수제와 오줌 등의 흡수액이 접촉할 경우 흡수액의 표면장력이 저하되고, 그 결과 예를 들면 종이 기저귀에 사용할 경우에 리웨트(re-wet)량이 증가하는 등, 입자상 수분흡수제의 흡액성능에 악영향을 초래한다는 문제점을 가지고 있다.

<10> 또한, 종래예 5에서의 부정형 파쇄상 수분흡수성 수지분말은 벌크밀도가 높고, 가압하의 흡수배율이 양호한 것으로 되어 있는데, 이들을 달성하기 위해 가교중합체 표면을 연마하고 있으며, 분말을 제조하는 공정수가 증가하고 있다. 또한, 가교중합체 표면의 연마로 인해 발생하는 미세분을 처리할 필요가 있다. 이 때문에, 제조와 관련된 비용이나 수고가 증대된다는 문제점을 가지고 있다.

<11> 본 발명은 상기의 문제점을 감안하여 이루어진 것으로, 그 목적은 (1) 흡습시의 유동성 및 건조상태에서의 분체유동성이 좋기 때문에 수분흡수성 수지의 운반시 취급성이 양호하고, 장치 등으로의 부착도 적으며, (2) 가압하에서의 흡수배율이 높고, (3) 오줌 등의 흡수액에 접촉할 경우 흡수액의 표면장력 저하가 적다는 뛰어난 수분흡수특성을 가지며, (4) 수분흡수성 수지의 유동성과 벌크밀도를 증대 및 안정시키고, 또한 수분흡수특성이 손상되지 않는 입자상 수분흡수제를 용이하게 실현하는 것에 있다.

발명의 상세한 설명

<12> 본원 발명자들은 유동성이 뛰어나며 또한 높은 수분흡수성능을 유지하고, 그리고 입자상 수분흡수제와 오줌 등의 흡수액이 접촉할 경우 흡수액의 표면장력의 저하를 가능한 작게 하는 것을 달성할 수 있다면, 입자상 수분흡수제를 내장한 기저귀 등의 수분흡수성 물품을 만들기 쉽고, 또한, 입자상 수분흡수제를 수분흡수성 물품에 내장된 경우에 리웨트량이 적은 뛰어난 수분흡수성 물품을 제공할 수 있다는 착안점에서 예의 검토한 결과, 표면이 가교처리되며 또한 특정한 입도분포를 갖는 수분흡수성 수지와 분체의 활제 또는 계면활성제를 사용함으로써, 상기의 목적을 달성할 수 있음을 발견하여, 본 발명을 완성시키기에 이르렀다.

<13> 즉, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 수분흡수성 수지에, 표면처리제를 첨가하여 표면가교처리된 입자상 수분흡수제로서, 이 입자상 수분흡수제는 (ⅰ) 질량평균입경(D50)이 200~600㎛이며, 또한 전체 입자상 수분흡수제 100중량%에 대해 850㎛ 미만 150㎛ 이상의 입경을 갖는 입자상 수분흡수제가 95~100중량% 포함되어 있고, (ii) 입도분포의 대수 표준편차(σζ)가 0.25~0.45이며, (iii) 하기의 식으로 규정되는 압축도가 0~18%의 범위이고, (iv) 20℃의 생리식염수 50㎖에 상기 입자상 수분흡수제 0.5g을 분산시키고 나서 4분 후의 상청액의 표면장력이 55mN/m 이상인 것을 특징으로 하고 있다.

<14> 압축도(%)=(P-A)/P×100

<15> 단, P는 입자상 수분흡수제의 압축벌크밀도(Packed Bulk Density), A는 입자상 수분흡수제의 이완벌크밀도(Loose Bulk Density).

<16> 또한, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 상기 입자상 수분흡수제의 입자층에 20㎜의 깊이까지 삽입부재를 삽입한 경우의 작업량인 삽입작업량이 0g중×㎜ 이상 75,000g중×㎜ 이하인 것이 바람직하다.

<17> 본 발명의 입자상 수분흡수제로서는 구체적으로는, 추가로 계면활성제 또는 분체의 활제를 포함하는 입자상 수분흡수제를 들 수 있다.

<18> 또한, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 상기 입자상 수분흡수제에 있어서, 상기 흡수제의 203kPa 하에서의 가압하 흡수배율이 20g/g 이상인 것이 바람직하다.

<19> 본 발명에 따른 입자상 수분흡수제는 4.83kPa 가압하에서의 가압하 흡수배율이 17g/g 이상인 것이 바람직하다.

<20> 또한, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 20(10^{-7}·cm^3·s·g^{-1}) 이상의 생리식염수 흐름유도성(SFC/Saline Flow Conductivity)을 갖는 것이 바람직하다.

<21> 상기 구성에 따르면, 건조상태에서의 분체끼리의 마찰력이 작고, 흡습 하에서의 블로킹이나 케이킹을

방지할 수 있음과 아울러, 장치 등으로의 부착도 일어나기 어려우며, 분체 유동성이 뛰어난 입자상 수분흡수제를 제공할 수 있다. 그로 인해, 제조장치의 과부하로 인한 정지나 입자상 수분흡수제의 운반수송에 사용되는 배관 등에서의 막힘을 피할 수 있다. 게다가, 기계적 충격력 등으로 인한 프로세스 데미지의 완화, 분체 교반 동력의 저감, 및 공기 수송에 필요한 에너지의 저감 등이 가능해진다. 또한, 유동성이 증대됨으로 인해, 예를 들면 용기로부터 호퍼로의 이동이나 호퍼로부터 용기로의 충전에 필요한 시간을 단축할 수 있어, 작업상의 능률을 올리는 것이 가능해진다.

<22> 또한, 분체끼리의 마찰력이 작고 벌크밀도가 증대됨으로 인해, 동일 체적의 용기에 대한 충전량을 증대시킬 수 있기 때문에, 수송(운반)비를 저감하는 것이나 저장조 등으로의 저장량을 증대시키는 것이 가능해진다.

<23> 그리고, 가압하 흡수배율 등의 흡수성능이 높고, 또한 입자상 수분흡수제가 오줌 등의 흡수액과 접촉할 경우에 흡수액의 표면장력의 저하가 일어나기 어렵기 때문에, 흡수물품에서의 리웨트량이 적어지며, 뛰어난 흡수성 물품을 제공할 수 있다.

<24> 상기 분체의 활제는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 가지며, 0.01㎛ 이상 100㎛ 이하의 질량평균입경을 갖는 고분자 첨가제인 것이 바람직하다.

<25> 또한, 상기 고분자 첨가제의 첨가량이, 상기 수분흡수성 수지 100중량부에 대해 0.01중량부 이상 10중량부 이하의 범위인 것이 바람직하다.

<26> 또한, 상기 고분자 첨가제는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체가 고분자 첨가제인 (공)중합체에 대해 15중량% 이상 100중량% 이하로 (공)중합되어 된 것이 바람직하다.

<27> 또한, 상기 고분자 첨가제는 상기 수분흡수성 수지의 표면에, 용액 또는 현탁액의 상태로 첨가되어 된 것이 바람직하다.

<28> 또한, 상기 고분자 첨가제는 질량평균입경 0.01㎛ 이상 100㎛ 이하의 분체 형태로 상기 수분흡수성 수지의 표면에 첨가되어 된 것이 바람직하다.

<29> 상기의 구성에 따르면, 흡습상태에서도 분체끼리의 마찰력이 작고, 흡습 하에서도 분체유동성이 뛰어난 입자상 수분흡수제를 제공할 수 있다.

<30> 또한, 상기 계면활성제의 첨가량이, 상기 수분흡수성 수지 100중량부에 대해 0.0005중량부 이상 0.012중량부 이하의 범위인 것이 바람직하다.

<31> 또한, 상기 계면활성제가 HLB 8 내지 18의 비이온성 계면활성제인 것이 바람직하다.

<32> 상기의 구성에 따르면, 상기 특정범위의 계면활성제를 사용함으로써, 분체 끼리의 마찰력을 저감시키면서, 흡수액의 표면장력을 저하시키는 일이 없기 때문에, 입자상 수분흡수제의 흡수특성이 저하되는 것을 방지할 수 있다.

<33> 또한, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 상기의 과제를 해결하기 위해, 수분흡수성 수지와 분체의 활제(금속비누는 제외)를 포함하며, 상기 활제는 상기 수분흡수성 수지에 대해 0.0001 내지 0.1중량%의 범위로 함유되어 있는 것을 특징으로 하고 있다.

<34> 상기의 구성을 가짐으로써, 본 발명의 입자상 수분흡수제는, 마찬가지로, 유동성 및 벌크밀도가 증대되고, 또한 수분흡수특성이 손상되지 않는 입자상 수분흡수제를 얻을 수 있다는 효과를 갖는다.

<35> 본 발명에 따른 입자상 수분흡수제는 이완벌크밀도가 0.7g/㎖ 이상인 것이 바람직하다.

<36> 본 발명에 따른 입자상 수분흡수제는 상기 활제가 수분흡수성 수지 분체에 첨가되어 된 것이 바람직하다.

<37> 또한, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 상기 입자상 수분흡수제에 있어서, 상기 수분흡수성 수지가 부정형 파쇄상 입자, 부정형 파쇄상 입자의 조립물(造粒物), 구형상 입자의 조립물, 타원형상 입자의 조립물로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나의 형상 또는 그 혼합물의 형상을 갖는 것이 바람직하다.

<38> 또한, 본 발명의 흡수성 물품은 상기 과제를 해결하기 위해, 상기한 입자상 수분흡수제 중 어느 하나를 포함하는 것이다.

<39> 본 발명의 입자상 수분흡수제의 제조방법은 상기 과제를 해결하기 위해, 가교구조를 갖는 수분흡수성

수지에, (A) 표면가교제, (B) 계면활성제 또는 분체의 활제를 필수성분으로 하는 표면처리제를 첨가하고, 표면가교처리하는 입자상 수분흡수제의 제조방법으로서, 상기 계면활성제 또는 분체의 활제의 첨가량이 상기 수분흡수성 수지 100중량부에 대해 0.0005 내지 0.012 중량부의 범위이며, 20 ℃의 생리식염수 50㎖에 상기 입자상 수분흡수제 0.5g을 분산시키고 나서 4분 후의 상청액의 표면장력이 55mN/m 이상인 것을 특징으로 하고 있다.

<40> 또한, 표면가교 전의 수분흡수성 수지의, (ⅰ)질량평균입경(D50)이 200~600㎛이고, (ii)입도분포의 대수 표준편차(σζ)가 0.25~0.45인 것이 바람직하다.

<41> 또한, 상기 입자상 수분흡수제의, 하기 식으로 정의되는 압축도가 0 내지 18%인 것이 바람직하다.

<42> 압축도(%)=(P-A)/P×100

<43> 단, P는 입자상 수분흡수제의 압축벌크밀도, A는 입자상 수분흡수제의 이완벌크밀도.

<44> 본 실시형태의 또 다른 목적, 특징 및 뛰어난 점은 이하의 기재에 의해 충분히 알 수 있을 것이다. 또한, 본 실시형태의 이익은 첨부도면을 참조한 이후의 설명으로 명백해질 것이다.

실 시 예

<53> 이하, 본 발명에 따른 수분흡수성 수지 및 입자상 수분흡수제, 그리고 이 수분흡수제를 사용한 수분흡수성 물품에 대해 상세하게 설명한다. 그러나, 본 발명의 범위는 이들 설명에 구속되지 않으며, 이하의 예시 이외에 대해서도, 본 발명의 취지를 일탈하지 않는 범위에서 적절히 실시할 수 있다.

<54> 본 발명의 실시 형태에 대해 설명하면, 하기의 실시형태 1~실시형태 3과 같다. 본 발명의 입자상 수분흡수제는 바람직하게는 수분흡수성 수지와 분체의 활제 또는 계면활성제를 포함하는 것인데, 이들에 한정되는 것은 아니다. 이 입자상 수분흡수제는, 예를 들면 불포화 단량체 성분을 중합하여 얻어지는 가교구조를 갖는 수분흡수성 수지에, (실시형태 1) 분체의 활제 중 하나인 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 고분자 첨가제를 첨가하는 방법, (실시형태 2) (A)표면가교제, (B)계면활성제를 필수성분으로 하는 표면처리제를 첨가한 후, 가열함으로써 표면가교처리하는 방법, (실시형태 3) 분체의 활제를 첨가하는 방법에 의해 얻어진다.

<55> 이하, 수분흡수성 수지, 고분자 첨가제, 계면활성제, 분체의 활제, 입자상 수분흡수제, 수분흡수성 물품에 대해 구체적으로 설명한다.

<56> 본 발명의 입자상 수분흡수제는 물이나 각종 수용액, 오줌이나 혈액 등과 같은 수용액의 흡수용으로 사용되며, 상기 입자상 수분흡수제에 포함되는 전체성분 중 주성분으로서, 수분흡수성 수지의 수지 순수성분을, 입자상 수분흡수제의 고형분에 대해, 통상 70중량%(질량%) 이상 100중량% 이하, 보다 바람직하게는 80중량% 이상 100중량% 이하, 가장 바람직하게는 90중량% 이상 100중량% 이하 포함하는 것을 말한다. 상기 입자상 수분흡수제는 수분흡수성 수지와 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 고분자 첨가제를 포함하며, 추가로 상기 수분흡수성 수지 및 상기 고분자 첨가제 이외의 화합물(이하, 기타 성분)을 포함할 수도 있다.

<57> 이하, 본 발명의 입자상 수분흡수제에 포함되는 수분흡수성 수지, 고분자 첨가제, 및 입자상 수분흡수제, 뛰어난 흡수성능이나 분체로서의 유동성 등을 발휘할 수 있는 파라미터, 상기 입자상 수분흡수제를 사용한 흡수물품에 대해 상세하게 설명한다. 또한, 본 명세서에 있어서, '질량'과 '중량'은 동일한 의미인 것으로 한다.

<58> (Ⅰ) 수분흡수성 수지

<59> 본 발명에서는 수분흡수성 수지로서, 본 발명을 달성할 뿐만 아니라, 산기 및/또는 그 염 함유 불포화 단량체를 가교 중합한 수분흡수성 수지(가교 중합한 구조의 수분흡수성 수지이면 되며, 산기 및/또는 그 염 함유 불포화 단량체를 중합 후에, 가교제 내지 중합시의 자기가교에 의해 가교반응하여 얻어지는 수분흡수성 수지여도 좋다)가 필수적으로 사용된다.

<60> 본 발명의 수분흡수성 수지란, 하이드로겔을 형성할 수 있는 수팽윤성, 수불용성의 가교중합체를 말하며, 예를 들면 수팽윤성이란 이온교환수 중에서 필수적으로 자중의 5배 이상, 바람직하게는 50배~1000배가 되는 다량의 물을 흡수하는 것을 말한다. 또한, 수불용성의 수분흡수성 수지란, 수분흡수성 수지 중의 미가교 수가용성 성분(수용성 고분자)이 바람직하게는 50중량5 이하(하한 0%), 보다 바람직하게는 25중량% 이하, 더욱 바람직하게는 20중량% 이하, 특히 바람직하게는 15중량% 이하, 가장 바람직하게는 10중량% 이하의 것을 말한다. 상기 수가용성분의 함유량 측정법은 후술하는 실시예에서 규정한다.

<61> 또한, 상기 가교중합체란, 양호한 흡수특성을 얻기 위해, 불포화 단량체를 중합함으로써 얻어지는 중합체의 내부에 가교구조(이하, 내부가교구조)를 갖는 중합체를 말한다. 또한, 상기 수분흡수성 수지는 상기 수분흡수성 수지의 표면 부근에 가교구조를 형성하는 표면가교처리가 실시되어 있어도 좋으며, 상기 표면가교처리가 실시되어 있지 않아도 좋다. 이 중, 뛰어난 흡수특성을 얻기 위해서는 표면가교처리가 실시되어 있는 것이 바람직하다.

<62> 상기의 가교중합체로 이루어진 수분흡수성 수지로서는 예를 들면, 폴리아크릴산 부분 중합물 중합체, 전분-아크릴로니트릴 그라프트중합체의 가수분해물, 전분-아크릴산 그라프트중합체 또는 그 중화물, 카르복시메틸셀룰로오스 가교체, 초산비닐-아크릴산에스테르 공중합체의 검화물, 아크릴로니트릴 공중합체 또는 아크릴아미드 공중합체의 가수분해물 또는 이들 가교체, 카르복실기 함유 가교 폴리비닐알콜 변성물, 카티온성 모노머의 가교체, 2-아크릴아미드-2-메틸프로판술폰산과 아크릴산의 가교체, 가교 이소부틸렌-(무수)말레인산 공중합체 등의 1종 또는 2종 이상을 들 수 있는데, 이 중 아크릴산 및/또는 그 염(중화물)을 주성분으로 하는 불포화 단량체를 중합/가교함으로써 얻어지는 폴리아크릴산 부분중화물 중합체를 사용하는 것이 바람직하다.

<63> 상기의 가교중합체로 이루어진 수분흡수성 수지는 불포화 단량체를 중합/가교함으로써 얻어지며, 필요에 따라 표면가교처리가 이루어진다. 이하, 수분흡수성 수지의 제조에 사용되는 불포화 단량체, 가교성 단량체, 중합개시제, 수분흡수성 수지의 제조방법에 대해 설명한다.

<64> <불포화 단량체>

<65> 본 발명의 입자상 수분흡수제에 포함되는 수분흡수성 수지를 얻기 위해 사용되는 불포화 단량체로서는 원하는 가교중합체를 얻을 수 있는 단량체를 사용하면 된다.

<66> 예를 들면 상기 가교중합체 아크릴산 부분중화물 중합체인 경우에는 불포화 단량체로서, 아크릴산 및/또는 그 염(중화물)을 주성분으로서 사용하면 되며, 상기 아크릴산 및/또는 그 염과 함께, 아크릴산 및/또는 그 염 이외의 다른 불포화 단량체를 공중합성분으로서 사용하여도 좋다. 이로써, 최종적으로 얻어지는 수분흡수성 수지에 대해, 수분흡수특성 이외에, 항균이나 소취 등의 다른 특성을 부여할 수 있음과 아울러, 수분흡수성 수지를 보다 한층 저렴하게 얻을 수 있다.

<67> 상기 다른 불포화 단량체로서는 예를 들면 β-아크릴로일옥시프로피온산, 메타크릴산, (무수)말레인산, 푸마르산, 크로톤산, 이타콘산, 비닐술폰산, 2-(메타)아크릴아미드-2-메틸프로판술폰산, (메타)아크릴록시알칸술폰산 등의 산기 함유 단량체, 및 이들의 알칼리금속염, 암모늄염, 알킬아민염; N-비닐-2-피롤리돈, N-비닐아세트아미드, (메타)아크릴아미드, N-이소프로필(메타)아크릴아미드, N,N-디메틸(메타)아크릴아미드, 2-하이드록시에틸(메타)아크릴레이트, 메톡시폴리에틸렌글리콜(메타)아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜(메타)아크릴레이트, 이소부틸렌, 라우릴(메타)아크릴레이트 등의 수가용성 또는 수불용성의 불포화 단량체 등을 들 수 있다. 이들 단량체는 1종류만을 사용할 수도 있고, 2종류 이상을 적절히 혼합하여 사용할 수도 있다. 본 발명의 단량체로서는 상기 단량체를 공중합 성분으로 하는 것도 포함된다.

<68> 또한, 상기 불포화 단량체 및 다른 불포화 단량체로서, 산기를 함유하는 불포화 단량체를 사용할 경우에는 상기 불포화 단량체의 염으로서, 알칼리금속염, 알칼리토류금속염, 암모늄염, 바람직하게는 알칼리금속염을 사용하면 된다. 이 중, 얻어지는 수분흡수성 수지의 성능, 불포화 단량체의 염의 공업적인 입수용이성, 안전성 등의 면에서 나트륨염이나 칼륨염을 적어도 필수적으로 사용하는 것이 바람직하다.

<69> 상기 아크릴산(염) 이외의 다른 불포화 단량체를 병용할 경우에는 수분흡수성 수지를 얻기 위해 사용하는 전체 불포화 단량체의 총 몰수에 대해, 바람직하게는 0~30몰%, 보다 바람직하게는 0~10몰%, 가장 바람직하게는 0~5몰%의 비율로 사용하면 된다. 바꿔말하면, 수분흡수성 수지를 얻기 위해 사용하는 모든 불포화 단량체의 총 몰수에 대해, 주성분인 아크릴산 및 그 염의 총 몰수는 70~100몰%이며, 바람직하게는 90~100몰%이고, 보다 바람직하게는 95~100몰%이면 된다.

<70> 또한, 아크릴산 등의 산기 함유 불포화 단량체는 물성 및 pH 측면에서 중성 전후가 바람직하며, 산기가 중화되는 것이 바람직하다. 산기의 중화율(전체 산기중의 중화된 산기의 몰%)은 통상 20~100몰%, 더욱 바람직하게는 30~95몰%, 보다 바람직하게는 40~80몰%이다. 산기의 중화는 단량체로 실시하여도 좋으며, 중합체로 실시하여도 좋고, 이들을 병용하여도 좋다.

<71> <가교성 단량체(내부가교제)>

<72> 본 발명의 수분흡수성 수지는 내부가교구조를 갖는 가교중합체이며, 수분흡수성 수지가 수불용성 및 수

팽윤성을 가지고 있으면, 내부가교구조를 가지고 있다고 생각할 수 있다. 그 때문에, 수분흡수성 수지의 내부가교구조는 내부가교제인 가교단량체를 사용하지 않고, 불포화 단량체의 자기 가교에 의해 얻어지는 것이어도 좋지만, 바람직하게는 상기한 불포화 단량체와 가교 단량체를 공중합 또는 반응시켜 얻어지는 것이 좋다. 여기서, 내부가교제인 가교단량체란, 1분자 중에 2개 이상의 중합성 불포화기나 2개 이상의 반응성기를 갖는 것이다.

<73> 상기 내부가교제로서는 예를 들면, N,N'-메틸렌비스(메타)아크릴아미드, (폴리)에틸렌글리콜디(메타)아크릴레이트, (폴리)프로필렌글리콜디(메타)아크릴레이트, 트리메티롤프로판트리(메타)아크릴레이트, 글리세린트리(메타)아크릴레이트, 글리세린아크릴레이트메타크릴레이트, 에틸렌옥사이드변성트리메티롤프로판트리(메타)아크릴레이트, 펜타에리스리톨헥사(메타)아크릴레이트, 트리알릴시아누레이트, 트리알릴이소시아누레이트, 트리알릴포스페이트, 트리알릴아민, 폴리(메타)알릴록시알칸, (폴리)에틸렌글리콜디글리시딜에테르, 글리세롤디글리시딜에테르, 에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 글리세린, 펜타에리스리톨, 에틸렌디아민, 에틸렌카보네이트, 프로필렌카보네이트, 폴리에틸렌이민, 글리시딜(메타)아크릴레이트 등을 들 수 있다.

<74> 상기 내부가교제는 단독으로 사용할 수도 있고, 적절히 2종류 이상을 혼합하여 사용할 수도 있다. 또한, 상기 내부가교제는 반응 시스템에 일괄적으로 첨가할 수도 있고, 분할하여 첨가할 수도 있다. 1종류 또는 2종류 이상의 내부가교제를 사용할 경우에는 최종적으로 얻어지는 입자상 수분흡수제의 흡수특성 등을 고려하여, 2개 이상의 중합성 불포화기를 갖는 가교성 단량체를 중합시에 반드시 사용하는 것이 바람직하다.

<75> 상기 내부가교제의 사용량은 수분흡수성 수지의 양호한 물성을 얻는 관점에서, 상기한 수분흡수성 수지를 얻기 위해 사용하는 불포화 단량체의 총 몰수(가교제는 제외)에 대해, 바람직하게는 0.001~2몰%, 보다 바람직하게는 0.005~0.5몰%, 더욱 바람직하게는 0.01~0.2몰%, 특히 바람직하게는 0.03~0.15몰%의 범위 내이다. 상기 내부가교제의 사용량이 0.001몰%보다도 적은 경우, 및 2몰%를 초과할 경우에는 수분흡수성 수지의 충분한 흡수특성이 얻어지지 않을 가능성이 있기 때문에 바람직하지 않다.

<76> 상기 내부가교제를 사용하여 가교구조를 중합체 내부에 도입할 경우에는 상기 내부가교제를 상기 불포화 단량체의 중합 전 혹은 중합 도중, 혹은 중합 후, 또는 중화 후에 반응 시스템에 첨가하도록 하면 된다.

<77> <중합개시제>

<78> 본 발명의 수분흡수성 수지를 얻기 위해 상기의 불포화 단량체를 중합할 때에는 중합개시제를 사용하면 된다. 사용되는 중합개시제로서는 과황산칼륨, 과황산암모늄, 과황산나트륨, 과초산칼륨, 과초산나트륨, 과탄산칼륨, 과탄산나트륨, t-부틸하이드로퍼옥사이드, 과산화수소, 2,2'-아조비스(2-아미디노프로판)이염산염 등의 라디칼 중합개시제나 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온 등의 광중합개시제를 사용할 수 있다.

<79> 상기 중합개시제의 사용량은, 물성 면에서, 수분흡수성 수지를 얻기 위해 사용하는 모든 불포화 단량체의 총 몰수에 대해 통상 0.001~2몰%, 바람직하게는 0.01~0.1몰%인 것이 바람직하다. 상기 중합개시제가 0.001몰% 미만인 경우에는 미반응 잔존 단량체가 많아져서 바람직하지 않다. 한편, 중합개시제가 2몰%을 초과할 경우에는 중합의 제어가 곤란해지므로 바람직하지 않다.

<80> <중합방법>

<81> 본 발명에 사용되는 수분흡수성 수지를 얻기 위해 상술한 각 단량체(불포화 단량체, 다른 불포화 단량체, 가교성 단량체)를 중합할 때, 수용액 중합이나 역상 현탁 중합, 벌크 중합, 침전 중합 등을 수행하는 것이 가능하다. 그 중에서도, 수분흡수성 수지의 성능이나 중합의 제어용이성, 그리고 팽윤 겔의 흡수특성의 관점에서, 상기 단량체를 수용액으로 함에 따른 수용액 중합이나 역상현탁중합을 수행하는 것이 바람직하다.

<82> 상기의 각 단량체를 수용액으로 할 경우의 상기 수용액(이하, 단량체 수용액이라 칭한다) 중의 단량체의 농도는 수용액의 온도나 단량체에 의해 결정되며, 특별히 한정되지는 않지만, 통상, 10 내지 80 중량%, 10 내지 70 중량%의 범위 내가 바람직하고, 20 내지 60 중량%의 범위 내가 더욱 바람직하다. 또한, 상기 수용액 중합을 실시할 때에는 물 이외의 용매를 필요에 따라 병용하여도 좋고, 병용 사용되는 용매의 종류는 특별히 한정되는 것은 아니다.

<83> 상기의 중합을 개시시킬 때에는 상술한 중합개시제를 사용하여 개시시킬 수 있다. 또한, 상술한 중합개시제 외에도 자외선이나 전자선, γ선 등의 활성 에너지선을 단독으로 사용하거나 혹은 중합개시제와 병용할 수 있다. 상기 중합반응에서의 반응 온도는 사용하는 중합개시제의 종류에 따라 다르지만, 중합 중의 상한~하한 온도에서 15 내지 130 ℃의 범위가 바람직하며, 20 내지 120 ℃의 범위가 바람직하다. 반응온도가 상기의

범위를 벗어나면, 얻어지는 수분흡수성 수지의 잔존 단량체의 증가나 과도한 자기가교반응이 진행되어 수분흡수성 수지의 수분흡수성능이 저하될 우려가 있으므로 바람직하지 않다.

<84> 또한, 역상현탁중합이란, 단량체 수용액을 소수성 유기용매에 입자상으로 현탁시키는 중합법으로, 예를 들면 미국특허 제4093776호, 미국특허 제4367323호, 미국특허 제4446261호, 미국특허 제4683274호, 미국특허 제5244735호 등의 미국 특허에 기재되어 있다.

<85> 수용액 중합은 분산용매를 사용하지 않고 단량체 수용액을 중합하는 방법으로, 예를 들면 미국특허 제4625001호, 미국특허 제4873299호, 미국특허 제4286082호, 미국특허 제4973632호, 미국특허 제4985518호, 미국특허 제5124416호, 미국특허 제5250640호, 미국특허 제5264495호, 미국특허 제514590호, 미국특허 제5380808호 등의 미국 특허나, 유럽특허 제0811636호, 유럽특허 제0955086호, 유럽특허 제0922717호 등의 유럽 특허에 기재되어 있다. 이들 미국 특허나 유럽 특허에 예시된 단량체나 중합개시제 등도 본 발명에 적용가능하다.

<86> <건조처리>

<87> 상기 중합방법에 의해 단량체를 중합하여 얻어지는 중합체는, 통상적으론 함수 겔형 가교중합체이며, 필요에 따라 건조처리나 분쇄가 행해진다. 분쇄는 통상적으론 건조처리의 전 및/또는 후에 이루어진다.

<88> 또한, 건조처리방법으로서는 가열 건조, 열풍 건조, 감압 건조, 적외선 건조, 마이크로웨이브 건조, 소수성 유기용매와의 공비(azeotrope)에 의한 탈수, 고온의 수증기를 사용한 고습건조와 같은 목적의 함수율이 되도록 여러 가지 방법을 채용할 수 있으며, 특별히 한정되는 것은 아니다. 건조처리를 열풍 건조로 수행할 경우에는 통상 60 내지 250 ℃, 바람직하게는 100 내지 220℃, 보다 바람직하게는 120 내지 200 ℃의 온도 범위(열풍온도)에서 이루어진다. 건조시간은 중합체의 표면적, 함수율 및 건조기의 종류에 따라 다르며, 목적으로 하는 함수율이 되도록 선택된다. 예를 들면, 건조시간은 1분 내지 5시간의 범위 내에서 적절히 선택하면 된다.

<89> 본 발명에 사용할 수 있는 수분흡수성 수지의 함수율(수분흡수성 수지나 입자상 수분흡수제 중에 포함되는 수분량으로 규정/180℃에서 3시간의 건조감량으로 측정하여, 이 감량을 건조 전의 수분흡수성 수지에 대한 비율로 나타낸 것)은 특별히 한정되지 않지만, 상기 수분흡수성 수지를 주성분으로서 포함하는 본 발명의 입자상 수분흡수제의 양호한 물성을 얻기 위해, 실온에서도 유동성을 보이는 입자(분말)가 되도록 제어가능한 함수율인 것이 바람직하다. 즉, 상기 입자상 수분흡수제는 통상 함수율이 0~30중량%인 분말상태, 보다 바람직하게는 0.2~30중량%의 분말상태, 더욱 바람직하게는 0~20중량%의 분말상태, 보다 더욱 바람직하게는 0~15중량%의 분말상태, 더욱 보다 바람직하게는 0.3~15중량%의 분말상태, 특히 바람직하게는 0.5~10중량%의 분말상태이다. 상기 범위 내의 함수율을 갖는 입자상 수분흡수제가 얻어지도록, 함수 겔형 가교중합체를 건조처리하여 수분흡수성 수지를 얻으면 된다. 함수율이 높아지면, 유동성이 나빠져서 제조에 지장을 초래할 뿐만 아니라, 수분흡수성 수지를 분쇄할 수 없게 되거나, 특정한 입도분포로 제어할 수 없게 될 우려가 있다.

<90> 또한, 상기 역상현탁중합에 의한 중합방법을 사용한 경우에는 통상 중합반응 종료 후에 얻어지는 함수 겔형 가교중합체를, 예를 들면 헥산 등 탄화수소의 유기용매 중에 분산시킨 상태에서 공비 탈수하고, 중합체의 함수율을 40중량% 이하(하한 0중량%, 바람직하게는 5중량%), 바람직하게는 30중량% 이하로 한 후에, 데칸테이션(decantation) 혹은 증발에 의해 유기용매와 분리하며, 필요에 따라 건조처리할 수 있다. 또한, 본 발명의 수분흡수성 수지는 중합중 또는 중합 후에, 후술하는 고분자 첨가제가 첨가 혼합될 수 있다. 중합 후에 첨가혼합할 경우에는 건조 전, 건조 후 또는 분쇄 후에 첨가 혼합할 수 있다.

<91> <표면가교처리(단순히 표면가교라고도 한다)>

<92> 본 발명의 입자상 수분흡수제에 사용되는 수분흡수성 수지는 상기의 가교중합 및 건조처리하고, 필요에 따라 분쇄한 것에, 추가로, 표면 부근에 다시 가교(2차 가교)처리하는 것이 바람직하다. 단, 본 발명에 있어서 수분흡수성 수지란, 표면가교처리된 수분흡수성 수지, 표면가교처리가 이루어져 있지않은 수분흡수성 수지의 양쪽 모두를 나타낸다.

<93> 상기 표면에 가교를 수행하기 위한 가교제로서는, 여러 가지 것이 있는데, 흡수성능의 관점에서, 일반적으로는 다가알콜화합물, 에폭시화합물, 다가아민화화합물 또는 그 할로에폭시화합물과의 축합물, 옥사졸린화합물, 모노, 디, 또는 폴리옥사졸리디논화합물, 다가금속염, 알킬렌카보네이트화합물 등이 사용되고 있다.

<94> 본 발명에서 사용할 수 있는 표면가교제로서는, 구체적으로는 미국특허 제6228930호, 미국특허 제6071976호, 미국특허 제6254990호 등에 예시되어 있는 것을 들 수 있다. 예를 들면, 모노, 디, 트리, 테트라 또는 폴리에틸렌글리콜, 모노프로필렌글리콜, 1,3-프로판디올, 디프로필렌글리콜,

2,3,4-트리메틸-1,3-펜탄디올, 폴리프로필렌글리콜, 글리세린, 폴리글리세린, 2-부텐-1,4-디올, 1,4-부탄디올, 1,3-부탄디올, 1,5-펜탄디올, 1,6-헥산디올, 1,2-시클로헥산디메탄올, 소르비톨 등의 다가알콜화합물; 에틸렌글리콜디글리시딜에테르나 글리시돌 등의 에폭시화합물; 에틸렌디아민, 디에틸렌트리아민, 트리에틸렌테트라민, 테트라에틸렌펜타민, 펜타에틸렌헥사민, 폴리에틸렌이민, 폴리아미드폴리아민 등의 다가아민화합물; 에피클로로히드린, 에피브롬히드린, α-메틸에피클로로히드린 등의 할로에폭시화합물; 상기 다가아민화합물과 상기 할로에폭시화합물과의 축합물; 2-옥사졸리디논 등의 옥사졸리디논화합물; 에틸렌카보네이트 등의 알킬렌카보네이트화합물 등을 들 수 있는데, 특별히 한정되는 것은 아니다. 이들 표면가교제는 단독으로 사용할 수도 있고, 2종류 이상을 적절히 혼합하여 사용할 수도 있다. 본 발명의 효과를 최대한으로 하기 위해, 이들 가교제 중에서도 적어도 다가알콜을 사용하는 것이 바람직하며, 탄소수 2~10, 바람직하게는 탄소수 3~8의 다가알콜이 사용된다.

<95> 표면가교제의 사용량은 사용할 화합물이나 그들의 조합 등에 따라서도 다른데, 수분흡수성 수지 100중량부(질량부)에 대해 0.001중량부~10중량부의 범위 내가 바람직하며, 0.01중량부~5중량부의 범위 내가 보다 바람직하다.

<96> 상기 표면가교처리에는 물을 사용하는 것이 바람직하다. 이 때, 사용되는 물의 양은 사용하는 수분흡수성 수지의 함수율에 따라서도 다르지만, 바람직하게는 수분흡수성 수지 100중량부에 대해 0.5~20중량부, 보다 바람직하게는 0.5~10중량부의 범위 내이다.

<97> 또한, 물 대신에 친수성 유기용매를 사용할 수도 있으며, 물과 친수성 유기용매와의 혼합용매를 사용할 수도 있다. 이 때, 사용되는 친수성 유기용매 또는 혼합용매의 양은 수분흡수성 수지 100중량부에 대해 0~10중량부, 바람직하게는 0~5중량부, 보다 바람직하게는 0~3중량부의 범위 내이다.

<98> 상기 표면가교제의 첨가는 여러 가지 수법으로 행할 수 있는데, 표면가교제를, 필요에 따라 물 및/또는 친수성 유기용매를 미리 혼합한 후, 이어, 그 수용액을 수분흡수성 수지에 분무 혹은 적하(滴下)혼합하는 방법이 바람직하며, 분무하는 방법이 보다 바람직하다. 분무되는 액적의 크기는 평균입경으로 0.1~300㎛의 범위 내가 바람직하며, 0.1~200㎛의 범위가 보다 바람직하다.

<99> 수분흡수성 수지와, 상기 표면가교제와, 물 또는 친수성 유기용매를 혼합할 때 사용되는 혼합장치는, 이들 각 물질을 균일하고 동시에 확실하게 혼합하기 위해, 커다란 혼합력을 구비하고 있는 것이 바람직하다. 상기의 혼합장치로서는 예를 들면, 원통형 혼합기, 이중벽 원추혼합기, 고속교반형 혼합기, V자형 혼합기, 리본형 혼합기, 스크류형 혼합기, 쌍완형 니이더, 분쇄형 니이더, 회전식 혼합기, 기류형 혼합기, 터블라이저, 배치식 레디게 믹서, 연속식 레디게 믹서 등이 바람직하다.

<100> 또한, 표면가교제의 혼합시에는 표면가교 전에 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 고분자 첨가제와 혼합하거나, 또는 표면가교제와 공존시켜도 본 발명의 입자상 수분흡수제를 얻을 수 있다. 또한, 상기 고분자 첨가제에 대해서는 후술한다. 또한, 표면가교제의 혼합시, 본 발명의 효과를 방해하지 않는 범위에서, 수불용성 미립자 분체를 공존시켜도 좋다.

<101> 표면가교제를 혼합한 후의 수분흡수성 수지는 바람직하게는 가열처리된다. 상기 가열처리를 수행할 때의 조건으로서는 가열온도(수분흡수성 수지 온도 또는 열매체 온도)는 바람직하게는 100~250℃, 보다 바람직하게는 150~250℃이며, 가열시간은 바람직하게는 1분~2시간의 범위이다. 가열온도와 가열시간과의 조합의 바람직한 예로서는 180℃에서 1~1.5시간, 200℃에서 0.1~1시간이다.

<102> 또한, 수분흡수성 수지가 역상현탁중합으로 얻어질 경우에는 중합종료 후의 공비탈수 도중 및/또는 공비탈수종료 후에, 예를 들면 함수 겔형 가교중합체의 함수율이 50중량% 이하, 바람직하게는 40중량% 이하, 보다 바람직하게는 30중량% 이하일 때, 역상현탁중합에서 사용되는 소수성 유기용매 중에 상기 표면가교제를 분산시켜 가열함으로써, 표면이 가교처리된 수분흡수성 수지를 얻을 수 있다.

<103> 또한, 본 발명에서의 표면가교처리의 다른 형태로서는 라디칼 중합성 화합물을 포함하는 처리액을 수분흡수성 수지에 첨가한 후에, 활성 에너지를 조사하여 표면처리하는 방법을 들 수 있으며, 예를 들면 일본 특허출원 2003-303306(2003년 8월 27일 출원)에 기재되어 있다. 여기에 기재된 처리액에 계면활성제를 첨가하고 활성 에너지를 조사하여 표면처리할 수도 있다.

<104> 또한, 본 발명에서의 표면가교처리의 또 다른 형태로서는 과산화물 라디칼 개시제를 포함하는 수성용액을 수분흡수성 수지에 첨가한 후에, 가열하여 표면처리하는 방법을 들 수 있으며, 예를 들면 일본 특허공고 평7-8883호 공보(1995년 2월 1일 공고)에 기재되어 있다.

<105> 상기와 같이, 필요에 따라 표면가교처리가 실시되어 있는 본 발명의 수분흡수성 수지는 흡습시의 높은 유동성, 높은 벌크밀도를 달성하기 위해, 특정한 입경(입도)으로 조정되는 것이 바람직하다.

<106> 또한, 상기 수분흡수성 수지의 입경은 후술하는 입자상 수분흡수제에도 적용되므로, 여기에서는 그 구체적인 설명을 생략한다. 또한, 수분흡수성 수지 내지 입자상 수분흡수제의 입경은 목적이나 그 필요에 따라 불용성 미립자나 친수성 용매, 바람직하게는 물을 첨가 혼합한 후 다시 조립하여 조정하여도 좋다.

<107> 본 발명의 입자상 수분흡수제는 후술하는데, 예를 들면, 바람직하게는 상기에 의해 얻어진 수분흡수성 수지와 분체의 활제 또는 계면활성제를 포함하는 것이다. 실시형태 1에서는 분체의 활제가 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 고분자 첨가제인 경우에 대해 설명한다.

<108> (Ⅱ) 분체의 활제 또는 계면활성제

<109> (실시형태 1)

<110> <고분자 첨가제>

<111> 1. 고분자 첨가제의 조성

<112> 본 발명에 사용할 수 있는 고분자 첨가제란, 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체를 (공)중합하여 얻어지는 고분자 화합물이거나, 또는 반응성기를 갖는 고분자 화합물에 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 도입하여 얻어지는 고분자 화합물이다.

<113> 상기 탄화수소기란, 탄소와 수소로 구성되는 탄소수 7 이상의 탄화수소유닛부분을 갖는 것으로, 직쇄, 분기쇄, 환상인지, 그리고 포화, 불포화인지를 따지지 않는다. 특히, 운데사일레닐(undecylenyl)기 등의 불포화 탄화수소유닛을 사용한 경우에는 항균성이 부여되는 등의 효용이 더 부여될 수 있다.

<114> 상기 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체란, 중합한 경우에 고분자 화합물의 주쇄로부터 탄화수소기가 수직으로 매달려 있는 상태가 되는 단량체를 말한다. 또한, 본 발명에서는 중합과정에서 발생하는 분기는 측쇄로서는 고려하지 않는다. 즉, 고압법 폴리올레핀(폴리에틸렌, 폴리프로필렌 등) 합성법을 응용하는 에틸렌-아크릴산 공중합체, 에틸렌-무수말레인산 공중합체, 에틸렌-초산비닐 공중합체, 프로필렌-아크릴산 공중합체, 프로필렌-무수말레인산 공중합체, 프로필렌-초산비닐 공중합체 등의 폴리올렌핀 부분의 분기쇄는 측쇄로는 볼 수 없다. 이들 화합물에서는 폴리머 구조가 정확하게 제어되지 않기 때문에, 흡습시의 유동성을 향상시키는 데에 많은 첨가량이 필요하며, 경제적으로 바람직하지 않다.

<115> 상기 탄화수소기를 갖는 측쇄의 길이는 탄소수 7 이상이 바람직하며, 8 이상이 보다 바람직하고, 10 이상이 더욱 바람직하며, 12 이상이 더욱 바람직하고, 14 이상이 가장 바람직하다. 또한, 탄화수소기의 길이의 상한은 특별히 한정되지 않지만, 50 이하가 바람직하고, 40 이하가 더욱 바람직하며, 30 이하가 가장 바람직하다.

<116> 또한, 본 발명에서 고분자 첨가제에 사용되는 단량체는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 포함하고 있으면 되며, 기타 측쇄에 폴리옥시에틸렌기, 폴리옥시플로필렌기 등도 포함하고 있어도 좋다. 따라서, 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체는 수가용성이든 수불용성이든 상관없다.

<117> 본 발명에서의 수용성 단량체(친수성 단량체)란 온도 20℃의 물 100g에 대해 1g 이상, 바람직하게는 5g 이상, 더욱 바람직하게는 10g 이상, 가장 바람직하게는 20g 이상의 용해도를 갖는 단량체를 나타낸다.

<118> 상기 수불용성 단량체란 온도 20℃의 물 100g에 대해 1g 미만(하한 0g), 바람직하게는 0.5g 이하, 더욱 바람직하게는 0.1g 이하의 용해도를 갖는 단량체를 나타낸다.

<119> 상기 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체로서는 탄소수 7 이상의 직쇄 혹은 분기쇄 또는 환상의 탄화수소기를 갖는 알콜 또는 아민과 카르복실기를 함유하는 에틸렌성 불포화 단량체를 반응시켜 얻어지는 에스테르 또는 아미드 단량체를 들 수 있다. 그와 같은 단량체의 대표예로서는 2-에틸-헥실(메타)아크릴레이트, 라우릴(메타)아크릴레이트, 스테아릴(메타)아크릴레이트, 이소스테아릴(메타)아크릴레이트, 팔미틸(메타)아크릴레이트, 미리스틸(메타)아크릴레이트, 카프릴(메타)아크릴레이트, 세틸(메타)아크릴레이트, 이소보닐(메타)아크릴레이트, 운데사일레닐(메타)아크릴레이트, 올레일(메타)아크릴레이트, 2-에틸-헥실(메타)아크릴아미드, 라우릴(메타)아크릴아미드, 스테아릴(메타)아크릴아미드, 이소스테아릴(메타)아크릴아미드, 팔미틸(메타)아크릴아미드, 미리스틸(메타)아크릴아미드, 카프릴(메타)아크릴아미드, 세틸(메타)아크릴아미드, 이소보닐(메타)아크릴아미드, 운데사일레닐(메타)아크릴아미드, 올레일(메타)아크릴아미드 등의 (메타)아크릴산에스테르

류, 알킬치환(메타)아크릴아미드류를 들 수 있다. 또한, 말레인산, 푸마르산, 크로톤산, 이타콘산 등 유사한 단량체의 상기 에스테르, 아미드도 포함된다.

<120> 또한, 탄소수 7 이상의 직쇄 혹은 분기쇄 또는 환상의 탄화수소기를 갖는 카르본산과 하이드록실기를 함유하는 에틸렌성 불포화 단량체를 반응시켜 얻어지는 에스테르 단량체이어도 좋으며, 그와 같은 단량체의 대표예로서는 카프릴산비닐, 카프린산비닐, 라우린산비닐, 미리스틴산비닐, 팔미틴산비닐, 스테아린산비닐, 이소스테아린산비닐, 운데사일레산비닐, 베헤닌산비닐, 나프텐산비닐, 리놀산비닐, 리놀렌산비닐 등의 비닐에스테르류를 들 수 있다. 또한, 하이드록시알킬(메타)아크릴레이트 혹은 폴리에틸렌글리콜(메타)크릴레이트 등 유사한 단량체의 상기 에스테르도 포함된다. 특히, 탄소수 7 이상의 탄화수소로서 불포화 탄화수소기 부분을 갖는 화합물은 항균성능을 부여할 수 있다. 그와 같은 예로서는 운데사일레녹시폴리에틸렌글리콜(메타)크릴레이트 등을 들 수 있기 때문에, 특히 바람직하게 사용된다.

<121> 또한, 탄소수 7 이상의 직쇄 혹은 분기쇄 또는 환상의 탄화수소기를 갖는 카르본산과 아미노기를 함유하는 에틸렌성 불포화 단량체를 반응시켜 얻어지는 아미드 단량체이어도 좋으며, 그와 같은 단량체의 대표예로서는 카프릴산-N-비닐아미드, 카프린산-N-비닐아미드, 라우린산-N-비닐아미드, 미리스틴산-N-비닐아미드, 팔미틴산-N-비닐아미드, 스테아린산-N-비닐아미드, 이소스테아린산-N-비닐아미드, 팔미틴산-N-비닐아미드, 운데사일레산-N-비닐아미드, 베헤닌산-N-비닐아미드, 나프텐산-N-비닐아미드, 리놀산-N-비닐아미드, 리놀렌산-N-비닐아미드 등의 비닐아미드류를 들 수 있다.

<122> 또한, 탄소수 7 이상의 직쇄 혹은 분기쇄 또는 환상의 탄화수소기를 갖는 할로겐화물, 알콜 또는 카르본산과 아미노기를 함유하는 에틸렌성 불포화 단량체를 반응시켜 얻어지는 4급염 단량체, 중화염, 아민이어도 좋으며, 그와 같은 단량체의 대표예로서는 디알킬아미노알킬(메타)아크릴레이트, 디알킬아미노알킬(메타)아크릴아미드, 비닐아민, 알릴아민, 에틸렌이민의 헵틸, 옥틸, 2-에틸헥실, 노닐, 라우릴, 팔미틸, 스테아릴, 이소스테아릴, 운데사일레닐, 베헤닐, 나프틸, 올레일, 세틸, 이소보닐기 등을 갖는 4급염, 중화염, 아민을 들 수 있다.

<123> 또한 탄소수 7 이상의 직쇄 혹은 분기쇄 또는 환상의 탄화수소기를 갖는 알콜과 술폰산기, 인산기를 함유하는 에틸렌성 불포화 단량체를 반응시켜 얻어지는 에스테르 단량체이어도 좋으며, 비닐술폰산, 스티렌술폰산, 2-(메타)아크릴아미드-2-메틸프로판술폰산, (메타)아크릴록시알칸술폰산 등의 헵틸에스테르, 옥틸에스테르, 2-에틸헥실에스테르, 노닐에스테르, 라우릴에스테르, 팔미틸에스테르, 스테아릴에스테르, 이소스테아릴에스테르, 운데사일레닐에스테르, 베헤닐에스테르, 나프틸에스테르, 올레일에스테르, 이소보닐에스테르, 세틸에스테르 등을 들 수 있다.

<124> 또한, 탄소수 7 이상의 직쇄, 분기쇄, 환상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 α-올레핀이어도 좋으며, 1-노넨, 1-데센, 1-옥타데센 등을 들 수 있다. 이들 단량체는 단독으로 사용할 수도 있고, 적절히 2종류 이상을 혼합하여 사용할 수도 있다.

<125> 고분자화합물이 갖는 카르복실기, 아미노기, 하이드록실기, 술폰산기, 인산기 등의 반응성기에 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 나중에 반응시켜 얻어지는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 고분자화합물도 (공)중합의 경우와 마찬가지로 고분자 첨가제로서 해석한다.

<126> 즉, 카르복실기, 아미노기, 하이드록실기, 술폰산기, 인산기 등의 반응성기를 갖는 고분자 화합물에, 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 갖는 알콜, 카르본산, 술폰산, 아민 등을 반응시켜 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 고분자 첨가제를 얻어도 좋다.

<127> 상기 고분자 첨가제에 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖지 않는 경우에는 수분흡수성 수지에 고분자 첨가제를 첨가하여 얻어지는 입자상 수분흡수제의 흡수시의 유동성이 충분히 확보되지 않게 됨과 아울러, 건조 상태에서의 유동성조차 나빠져 취급이 곤란해질 뿐만 아니라, 흡수액의 표면장력이 저하되며, 종이 기저귀나 흡수체 등의 사용시에 리웨트량이 많아지는 등의 문제점이 발생한다.

<128> 고분자 첨가제를, 공중합으로 얻을 경우에는 상기 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체의 양은 고분자 첨가제인 (공)중합체에 대해 15%질량 이상 100중량% 이하 포함하여 (공)중합되어 있는 것이 바람직하며, 20중량% 이상 85중량% 이하 포함하여 (공)중합되어 있는 것이 보다 바람직하고, 20중량% 이상 70중량% 이하 포함하여 (공)중합되어 있는 것이 더욱 바람직하다.

<129> 고분자 첨가제를, 반응성기를 갖는 고분자 화합물에 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 나중에 도입하여 얻을 경우에는 공중합의 경우와 마찬가지로 해석하고, 반복단위(단량체 유닛) 환산으로, 고분자 첨가제인 중합체

에 대해 15%질량 이상 100중량% 이하 포함되어 있는 것이 바람직하고, 20중량% 이상, 85중량% 이하 포함되어 있는 것이 보다 바람직하며, 20중량% 이상 70중량% 이하 포함되어 있는 것이 더욱 바람직하다. 상기 반복단위(단량체 유닛) 환산이란, 예를 들면 폴리아크릴산에 스테아릴알콜을 반응시켜, 스테아릴기를 측쇄에 갖는 고분자 첨가제를 얻은 경우, 아크릴산과 스테아릴아크릴레이트 공중합체로 해석하고, 고분자 첨가제인 중합체에 대한 스테아릴기를 포함하는 단량체(스테아릴레이트)의 비율(질량)로 상기 비율이 계산되는 것을 말한다.

<130> 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체의 양이 상기 범위를 벗어나면 수분흡수성 수지에 고분자 첨가제를 첨가하여 얻어지는 입자상 수분흡수제의 흡습시의 유동성, 건조상태에서의 유동성을 개선하기 위해 필요한 첨가량이 많아지는 경향이 있어, 경제적으로 바람직하지 않다.

<131> 상기 고분자 첨가제는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 가지고 있으면 되며, 그것 이외는 어떠한 단량체가 사용되어도 좋다.

<132> 구체적으로는 탄소수가 7 미만인 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체, 혹은 수가용성의 단량체이어도 좋고, 그와 같은 단량체의 예로서는 (메타)아크릴산, (무수)말레인산, 푸마르산, 크로톤산, 이타콘산, 비닐술폰산, 2-(메타)아크릴아미드-2-메틸프로판술폰산, (메타)아크릴록시알칸술폰산 및 그들 에스테르, 아미드, N-비닐-2-피롤리돈, N-비닐아세트아미드, (메타)아크릴아미드, N-이소프로필(메타)아크릴아미드, N,N-디메틸(메타)아크릴레이트, 2-하이드록시에틸(메타)아크릴레이트, 메톡시폴리에틸렌글리콜(메타)아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜(메타)아크릴레이트, 이소부틸렌 등을 들 수 있다. 이들 단량체는 단독으로 사용할 수도 있고, 적절히 2종류 이상을 혼합하여 사용할 수도 있다.

<133> 그 중에서도 입자상 수분흡수제 표면의 친수성-소수성을 제어하기 위해, 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체 이외에, 수가용성의 단량체를 (공)중합된 고분자 첨가제인 것이 바람직하며, 그와 같은 수가용성 단량체로서는 (메타)아크릴산, (메타)아크릴아미드, N-비닐-2-피롤리돈, 2-하이드록시에틸(메타)아크릴레이트, 메톡시폴리에틸글리콜(메타)아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜(메타)아크릴레이트가 바람직하다.

<134> 상기 고분자 첨가제는 소수성인 수불용성 단량체와 친수성인 수가용성 단량체가 공중합되어 있는 것이 바람직하며, 수불용성 단량체 : 수가용성 단량체의 질량비율은 15:85 내지 85:15가 더욱 바람직하며, 20:80 내지 80:20이 보다 바람직하고, 20:80 내지 70:30이 더욱 바람직하고, 20:80 내지 60:40이 가장 바람직하다.

<135> 이와 같이 고분자쇄에 수용성-수불용성의 단량체를 공중합하여 된 고분자 첨가제를 수분흡수성 수지에 첨가함으로써, 입자상 수분흡수제의 친수성-소수성의 정도를 제어할 수 있으며, 수분흡수속도를 느리게 하지 않아도 흡습시의 유동성을 확보하는 것이 가능해진다. 또한, 고분자 첨가제에 수가용성 단량체를 공중합하여 친수성을 부여함으로써, 고분자 첨가제 자체도 수팽윤성 또는 수가용성이 되며, 상기 불포화 탄화수소기인 운데사일레녹시기나 아민의 4급염을 도입한 경우에 항균성능을 보다 강하게 발현시키는 것이 가능해진다.

<136> 또한, 수분흡수성 수지에 첨가하는 상기 고분자 첨가제의 친수성 단량체에 카르복실기를 갖는 단량체, 술폰산기를 갖는 단량체, 인산기를 갖는 단량체, 아민기를 갖는 단량체를 사용한 경우에는, 중화염(알칼리금속염, 알칼리토류금속염, 전이금속염, 암모늄염, 할로겐화물염, 유기산염, 인산염, 술폰산염 등)의 형태를 취하여도 좋다. 바람직하게는 1가 이상의 금속염이며, 나트륨, 칼륨, 철, 마그네슘, 은, 아연, 동, 주석 등을 들 수 있다. 특히 2가 이상의 금속염, 예를 들면 철, 마그네슘, 은, 아연, 동, 주석 등의 금속이온염에서는 항균성, 소취의 효과를 부여할 수 있으므로 특히 바람직하다. 바람직한 중화 정도로서는 상기 고분자 첨가제의 전체 카르복실기, 술폰산기, 아민기의 몰수에 대해 75몰% 이하(하한 0몰%), 보다 바람직하게는 50몰% 이하, 더욱 바람직하게는 25몰% 이하, 가장 바람직하게는 10몰% 이하이다.

<137> 상기 고분자 첨가제가 분체 상태 또는 현탁액 상태로 수분흡수성 수지에 첨가될 경우에는 상기 단량체와 함께, 1분자 중에, 2개 이상의 중합성 불포화기나, 2개 이상의 반응성기를 갖는 가교단량체(가교제라고도 한다)를 공중합 또는 반응시켜도 좋다. 이들 가교제의 구체예로서는 예를 들면, N,N'-메틸렌비스(메타)아크릴아미드, (폴리)에틸렌글리콜디(메타)아크릴레이트, (폴리)프로필렌글리콜디(메타)아크릴레이트, 트리메티롤프로판트리(메타)아크릴레이트, 글리세린트리(메타)아크릴레이트, 글리세린아크릴레이트메타크릴레이트, 에틸렌옥사이드변성트리메티롤프로판트리(메타)아크릴레이트, 펜타에리스리톨헥사(메타)아크릴레이트, 트리알릴시아누레이트, 트리알릴이소시아누레이트, 트리알릴포스페이트, 트리알릴아민, 폴리(메타)아릴록시알칸, (폴리)에틸렌글리콜디글리시딜에테르, 글리세롤디글리시딜에테르, 에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 글리세린, 펜타에리스리톨, 에틸렌디아민, 에틸렌카보네이트, 프로필렌카보네이트, 폴리에틸렌이민, 글리시딜(메타)아크릴레이트 등을 들 수 있다.

<138> 이들 가교제는 단독으로 사용할 수도 있으며, 적절히 2종류 이상을 혼합하여 사용할 수도 있다. 또한, 이들 가교제는 반응 시스템에 일괄적으로 첨가할 수도 있고, 분할하여 첨가할 수도 있다. 이와 같은 가교제의 유무, 혹은 가교제량의 다소에 따라 중성 물에 대해 고분자 첨가제의 용해성을 가용성으로도 불용성으로도 조정하는 것이 가능하다. 이들 가교제의 사용량은 상기 단량체(내부 가교제를 제외)에 대해, 바람직하게는 0.001 내지 10 몰%, 보다 바람직하게는 0.005 내지 5 몰%, 더욱 바람직하게는 0.01 내지 1 몰%이다.

<139> 상기 고분자 첨가제의 융점, 유리전이점 또는 연화점은 바람직하게는 40 내지 250 ℃ 이하이며, 보다 바람직하게는 50 내지 200 ℃, 더욱 바람직하게는 60 내지 250 ℃이다. 40℃ 이하의 것을 사용한 경우에는 수분흡수성 수지에 고분자 첨가제를 첨가하여 얻어지는 입자상 수분흡수제의 건조상태에서의 유동성 또는 흡습시의 유동성이 저하되며, 그 취급성이 나빠지므로 바람직하지 않다. 상기 범위 내에 융점, 유리전이점 또는 연화점을 조정함으로써, 실온 하에서의 유체의 유동성, 흡습시의 유동성을 유지할 수 있을 뿐만 아니라, 부직포, 펄프 등의 기재와 입자상 수분흡수제가 혼합된 후, 상기 고분자 첨가제의 융점, 유리전이점, 또는 연화점 이상으로 가열함으로써, 열적으로 기재와 입자상 수분흡수제와의 융착, 고정화가 가능해진다. 첨가할 고분자 첨가제의 융점, 유리전이점 또는 연화점이 250 ℃ 이상에서는 기재나 입자상 수분흡수제의 열적 열화(劣化)가 일어나는 경향이 현저해져서 바람직하지 않다.

<140> 또한, 상기 고분자 첨가제의 분자량은, 통상, 중량평균분자량으로 1,000 이상 1,000,000 이하, 바람직하게는 5,000 이상 1,000,000 이하, 더욱 바람직하게는 10,000 이상 1,000,000 이하, 가장 바람직하게는 50,000 이상 1,000,000 이하의 것이 바람직하게 사용된다. 고분자 첨가제의 분자량이 상기 범위를 벗어날 경우에는 수분흡수성 수지에 고분자 첨가제를 첨가하여 얻어지는 입자상 수분흡수제의 건조시의 유동성, 흡습시의 유동성이 악화될 가능성이 있다.

<141> 상기 고분자 첨가제가 수분흡수성 수지에 첨가될 경우의 상기 고분자 첨가제의 형태는 용액 상태, 현탁액 상태, 분체 상태 중 어느 하나일 수 있다.

<142> 상기 고분자 첨가제가 분체(미립자)의 상태로 수분흡수성 수지에 첨가될 경우에는 고분자 첨가제 분체의 입경, 입자형상은 특별히 한정되지는 않지만, 통상, 수분흡수성 수지의 중량(질량) 평균입경 보다도 작고, 고분자 첨가제 분체의 전량에 대해 90중량% 이상(상한 100중량%)이 0.01 내지 100 ㎛의 범위 내에 있는 것이 바람직하다. 그 중에서도, 고분자 첨가제 분체의 전량에 대해 90중량% 이상이 0.01 내지 75 ㎛의 범위 내에 있는 것이 보다 바람직하며, 5 내지 75 ㎛의 범위 내에 있는 것이 더욱 바람직하고, 5 내지 50 ㎛의 범위 내에 있는 것이 가장 바람직하다.

<143> 또한, 고분자 첨가제 분체의 평균입경(D50)이 0.01㎛ 이상 100㎛ 이하인 것이 바람직하며, 0.01㎛ 이상 75㎛ 이하인 것이 더욱 바람직하고, 0.01㎛ 이상 50㎛ 이하인 것이 가장 바람직하다. 입경분포, 평균입경은 콜터 카운터법, 레이저회절산란법으로 용이하게 측정된다. 또한, 부여되는 입자의 형상은 미립자의 조립물(造粒物)이어도, 1차 입자(단입자)이어도 좋다.

<144> 상기 고분자 첨가제 분체(미립자)의 입경이 상기 범위를 벗어나면, 수분흡수성 수지에 상기 고분자 첨가제를 첨가하여 얻어지는 입자상 수분흡수제의 건조상태에서의 유동성, 흡습시의 유동성이 개선되지 않을뿐더러, 입자상 수분흡수제의 수분흡수성능이 저하되므로 바람직하지 않다.

<145> <고분자 첨가제의 합성방법>

<146> 상기 고분자 첨가제는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체를 (공)중합하여 얻는 방법, 또는 카르복실기, 아미노기, 하이드록실기, 술폰산기, 인산기 등 반응성기를 갖는 고분자 화합물에 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 도입하여 얻는 방법이 있는데, 합성의 용이성 면에서, 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체를 (공)중합하여 얻는 방법이 바람직하다.

<147> 상기 고분자 첨가제를 용액 상태에서 수분흡수성 수지에 첨가할 경우의 고분자 첨가제의 합성방법은 상기 단량체 혼합물을 용해가능한 용매 중에서 중합을 수행하면 되며, 바람직한 용매로서는 메탄올, 에탄올, 이소프로필알콜, 테트라하이드로푸란, 디에틸에테르, 디클로로메탄, 초산비닐, 톨루엔, 헥산, 디메틸포름아미드, 디메틸술폭시드, 벤젠, 시클로헥산, 물 등을 들 수 있다.

<148> 중합반응은 광, 열에 의해 자유라디칼을 발생시켜 수행하는 라디칼 중합법이 적절하게 사용되며, 필요에 따라 티오글리콜산에스테르, 알킬메르캅탄 등의 연쇄이동제를 병용할 수도 있다.

<149> 라디칼 중합의 개시제로서는 과황산칼륨, 과황산암모늄, 과황산나트륨, 벤조일퍼옥시드, 과산화수소,

카프릴퍼옥시드, 2,2-아조비스이소부티로니트릴, 과초산나트륨, 과탄산칼륨, 과탄산나트륨, t-부틸하이드로퍼옥사이드, 2,2'-아조비스(2-아미디노프로판)이염산기 등의 라디칼 중합개시제나, 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온 등의 광중합개시제를 사용할 수 있다. 이들 중합개시제의 사용량은 물성 면에서 통상 0.001~2몰%, 바람직하게는 0.01~1몰%(전체 단량체에 대해)이다. 이들 중합개시제가 0.001몰% 미만인 경우에는 미반응 잔존 단량체가 많아지며, 한편 중합개시제가 2몰%를 초과할 경우에는 중합의 제어가 곤란해지므로 바람직하지 않다.

<150> 중합반응온도는 0 내지 125 ℃의 범위로 조정되는 것이 바람직하며, 반응시간은 10분 내지 5시간의 범위에서 이루어지는 것이 바람직하다.

<151> 중합반응이 이루어질 경우의 반응용액 중의 단량체 농도는 1 내지 50 중량%의 범위가 바람직하며, 5 내지 30 중량%가 더욱 바람직하며, 10 내지 25 중량%가 가장 바람직하다.

<152> 상기 고분자 첨가제가 분체 상태, 현탁액 상태로 흡수성 수지에 첨가될 경우의 고분자 첨가제의 합성방법은, 분쇄에 의해 작성하는 방법, 유화중합, 현탁중합에 의해 작성하는 방법, 침전중합(분산중합이라고도 한다)에 의해 작성하는 방법 등을 들 수 있다.

<153> 상기 현탁중합, 유화중합에서는, 분산제에 계면활성제를 사용하는 것이 대부분이며, 수분흡수성 수지에 첨가하여 얻어지는 입자상 수분흡수제가 흡수액과 접촉한 경우에 흡수액의 표면장력을 저하시키는 일이 있으므로 주의를 요할 난점이 있다. 가장 바람직한 분체의 작성방법은 침전중합에 의해 작성되는 분체이다.

<154> 침전중합이란 일본 특허공개 평6-199969호 공보, 일본 특허공개 평3-95204호 공보, 일본 특허공개 소60-71623호 공보, 혹은 라디칼 중합 핸드북 P264(가부시키가이샤 에누티에스, 1999년 출판)에 기재되어 있는 중합방법으로, 단량체(모노머)는 용매에 용해가능하지만, 중합에 의해 고분자량체가 되면 용매에 용해되지 않게 되어, 미립자로서 석출되고, 용매를 제거하는 것만으로 용이하게 미립자가 얻어지는 중합방법이다. 이 침전중합법에 따르면, 계면활성제를 사용하지 않아도 미립자가 얻어지기 때문에, 침전중합에 의해 얻어진 미립자를 수분흡수성 수지에 첨가하여 입자상 수분흡수제를 얻은 경우에, 입자상 수분흡수제가 흡수액의 표면장력을 저하시키는 것이 일어나기 어렵다는 이점을 가지므로 특히 바람직하다.

<155> 침전중합을 수행하는 용매는 사용하는 단량체의 종류에 따라 변하기 때문에, 특정하는 것은 곤란하지만, 단량체는 가용이며, 중합에 의해 생성하는 고분자량체는 용해되지 않는 용매가 선택되어야만 하며, 대표적인 침전중합의 용매의 예로서는 소수성 유기용매, 예를 들면 탄소수 5~10의 알칸, 예를 들면 헥산, 펜탄; 탄소수 5~10의 시클로알칸, 예를 들면 시클로헥산, 벤젠 혹은 알킬치환벤젠; 톨루엔, 크실렌, 알킬기 중에 1~6개의 탄소 원자를 함유하며, 카르복실레이트 부분에 2~6개의 탄소 원자를 갖는 알킬카르복실레이트, 예를 들면 초산에틸, 초산메틸; 1~2개의 탄소 원자 및 적어도 2개 이상의 할로겐기를 갖는 할로알칸, 예를 들면 디클로로에탄 등이다.

<156> 침전중합의 개시제로서는 과황산칼륨, 과황산암모늄, 과황산나트륨, 벤조일퍼옥시드, 과산화수소, 카프릴퍼옥시드, 2,2 '-아조비스이소부티로니트릴, 과초산나트륨, 과탄산칼륨, 과탄산나트륨, t-부틸하이드로퍼옥사이드, 2,2' -아조비스(2-아미디노프로판)이염산염 등의 라디칼 중합개시제나, 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온 등의 광중합개시제를 사용할 수 있다. 이들 중합개시제의 사용량은 물성 측면에서 볼 때 통상 0.001~2몰%, 바람직하게는 0.01~1몰%(전체 단량체에 대해)이다. 이들 중합개시제가 0.001몰%미만인 경우에는 미반응의 잔존 단량체가 많아지며, 한편 중합개시제가 2몰%를 초과할 경우에는 중합의 제어가 곤란해지므로 바람직하지 않다.

<157> 침전중합이 이루어질 경우의 반응용액 중의 단량체 농도는 1~50중량%의 범위가 바람직하며, 5~30중량%가 더욱 바람직하고, 10~25중량%가 가장 바람직하다. 특히 고농도로 침전중합반응을 실시할 경우에는 2000~20000의 분자량을 갖는 폴리옥시에틸렌, 구체적으로는 산화에틸렌과 산화프로필렌의 공중합체 등을 단량체에 대해 0.5~10중량% 공존시켜 중합을 수행하는 것이 바람직하다.

<158> 침전중합반응은 광 또는 열 또는 레독스에 의해 자유라디칼을 발생시켜 중합 반응을 수행하면 되며, 반응 온도는 0~125℃의 범위로 조정되는 것이 바람직하며, 반응시간은 10분~5시간의 범위인 것이 바람직하다.

<159> 중합에 의해 얻어진 침전물은 그대로 수분흡수성 수지에 첨가되어도 상관없지만, 분체로서 일단 분취하는 경우에는 과잉의 용매를 제거한 후 건조된다. 건조온도는 생성한 미립자가 합일하지 않도록 융점, 유리 전이점 또는 연화점 이하로 조정하는 것이 필요하며, 사용할 단량체의 종류에 따라 최적의 건조온도는 바뀌기 때문에, 특정하는 것은 어렵지만, 30 내지 200 ℃가 바람직하며, 40 내지 150 ℃가 더욱 바람직하고, 50 내지 100 ℃가 가장 바람직하다. 게다가, 건조는 감압 하에 행해지는 것이 바람직하며, ~100㎜Hg 이하가 바람직하

고, 50㎜Hg 이하가 더욱 바람직하며, 10㎜Hg 이하가 가장 바람직하다.

<160> 건조 후, 고분자 첨가제가 응집물인 경우에는 적절히 분쇄처리를 실시하여, 상기 고분자 첨가제 분체(미립자)의 최적 입경으로 조정하면 된다.

<161> 본 발명에 사용하는 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 고분자 첨가제는 용액, 현탁액, 분체 중 어느 것이든 상관없다.

<162> 상기 고분자 첨가제가 용액, 현탁액 상태로 수분흡수성 수지에 첨가될 경우에는 상술한 표면가교처리시에 사용되는 표면가교제와 물 및/또는 친수성 유기용매가 혼합되어 된 표면가교제 용액에 상기 고분자 첨가제를 용해 혹은 슬러리 형태로 분산시켜 수분흡수성 수지에 혼합하는 방법, 물 및/또는 친수성 유기용매 중에 상기 고분자 첨가제를 용해 혹은 슬러리 형태로 분산시킨 후, 수분흡수성 수지에 혼합하는 수법이 사용된다.

<163> 상기와 같이, 고분자 첨가제를 용액 또는 현탁액으로서 수분흡수성 수지와 혼합하는 경우에는, 사용하는 물 및/또는 친수성 유기용매로 이루어진 용매의 첨가량은 수분흡수성 수지의 종류나 입경(입도)에 따라 그 최적량은 다르지만, 상기 용매로서 물을 사용한 경우에는 수분흡수성 수지의 고형분 100중량부에 대해, 10중량부 이하, 바람직하게는 1 내지 5 중량부의 범위가 좋다. 또한, 상기 용매로서 친수성 유기용매를 사용한 경우에는 수분흡수성 수지의 고형분 100 중량부에 대해 10중량부 이하, 바람직하게는 0.1 내지 5 중량부의 범위가 좋다.

<164> 또한, 상기 용매에 용해 혹은 분산(현탁)되는 고분자 첨가제의 농도는 사용하는 고분자 화합물의 종류나 용매의 종류, 점도에 따라 적절히 선택되며, 특별히 한정되지는 않지만, 통상, 고분자 첨가제 및 용매의 합계량에 대해 0.001 내지 30 중량%이며, 바람직하게는 0.01 내지 10 중량%의 범위인 것이 바람직하다.

<165> 상기 고분자 첨가제를 분체의 상태로 수분흡수성 수지에 첨가하는 경우에는 드라이 블랜드법에 의해 수분흡수성 수지와 분체 형상의 고분자 첨가제를 직접 혼합하는 방법이나, 직접 혼합 후에 다시 물을 첨가하여 고분자 첨가제를 수분흡수성 수지 표면에 고착시키는 방법이 사용된다.

<166> 후술하는 제법 5와 같이 수분흡수성 수지 표면에서 직접 중합반응을 실시하고, 고분자 첨가제를 형성시켜 입자상 수분흡수제의 경우도 고분자 첨가제를 용액으로 첨가할 경우와 동일한 첨가방법을 채용할 수 있으며, 또한, 중합방법에 관해서는 광, 혹은 열에 의해 자유라디칼을 발생시켜 중합하면 되며, 상기 (Ⅱ)의 고분자 첨가제의 중합방법을 적절히 채용하면 된다.

<167> 고분자 첨가제와 수분흡수성 수지를 혼합할 때의 수분흡수성 수지의 분체 온도는 통상적으로 실온인데, 입자상 수분흡수제의 안정된 수분흡수특성이나 흡습시의 유동성을 얻기 위해서는 바람직하게는 5 내지 100 ℃, 보다 바람직하게는 20 내지 80℃에서 혼합된다.

<168> 즉, 본 발명의 입자상 수분흡수제에 있어서, 고분자 첨가제의 첨가량은 목적으로 하는 흡습시의 유동성이나 흡수특성에 따라서도 다르지만, 그 첨가량은 수분흡수성 수지 고형분 100중량부에 대해, 0을 초과 30중량부 이하의 범위가 바람직하며, 보다 바람직하게는 0.01중량부 이상 20중량부 이하, 더욱 바람직하게는 0.01중량부 이상 10중량부 이하, 더욱 보다 바람직하게는 0.01~5중량부 이하, 가장 바람직하게는 0.01중량부 이상 3중량부 이하이다. 상기 범위의 첨가량을 초과할 경우, 첨가량에 알맞는 흡습시 유동성의 개선효과가 얻어지지 않아 비경제적일 뿐만 아니라, 수분흡수성능 자체의 저하를 초래할 우려가 있다.

<169> 본 발명에 있어서 수분흡수성 수지와 고분자 첨가제를 혼합할 경우에 사용하는 장치로서는 통상, 혼합에 사용되는 혼합장치이면 되며, 예를 들면 원통형 혼합기, 스크류형 혼합기, 스크류형 압출기, 터블라이저, 나우타형 혼합기, V형 혼합기, 리본형 혼합기, 쌍완형 니이더, 유동식 혼합기, 기류형 혼합기, 회전원반형 혼합기, 롤 믹서, 전동식 혼합기 등을 들 수 있으며, 혼합시의 속도는 고속이든 저속이든 상관없다.

<170> (실시형태 2)

<171> <계면활성제>

<172> 본 발명에 있어서는 표면가교시에 표면처리제의 필수성분으로서 계면활성제를 사용하여 입자상 수분흡수제를 제조한다. 본 발명에서의 계면활성제란, 그 분자 내에 친수성 부분과 친유성(소수성) 부분을 모두 갖추며, 친수와 친유의 밸런스로 인해 물체의 표면에 강하게 흡착되어 그 물체의 표면특성을 개질하는 것으로, 사용가능한 계면활성제로서는 예를 들면 아니온성 계면활성제, 노니온성 계면활성제, 카티온성 계면활성제, 양성(兩性) 계면활성제 등이 있다.

<173> 이들 계면활성제는, 사용되는 수분흡수성 수지 100중량부 당 0.0005~0.012중량부, 바람직하게는 0.0005~0.001중량부, 더욱 바람직하게는 0.001~0.0045중량부, 특히 바람직하게는 0.0015~0.004중량부이다. 즉, 0.0005중량부 미만에서는 유동성, 벌크밀도의 향상이 불충분해지는 경우가 있다. 한편, 0.012중량부를 초과하면, 흡수액의 표면장력이 저하된다는 문제가 있으며, 또 그 첨가량에 알맞은 만큼의 효과가 나지 않게 되는 일이 있어 비경제적이다.

<174> 또한, 본 발명에서 사용되는 계면활성제의 HLB(친수성-소수성 밸런스)는 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는 8~18, 보다 바람직하게는 9~17, 더욱 바람직하게는 10~17의 범위이다. HLB가 상기의 범위인 경우, 보다 바람직하게 입자상 수분흡수제의 유동성, 벌크밀도를 향상시킬 수 있다.

<175> 아니온성 계면활성제로서는 혼합지방산나트륨 비누, 반경화우지지방산나트륨 비누, 스테아린산나트륨 비누, 올레인산칼륨 비누, 피마자유칼륨 비누 등의 지방산염; 라우릴황산나트륨, 고급알콜황산나트륨, 라우릴황산나트륨, 라우릴황산트리에탄올아민 등의 알킬황산에스테르염; 도데실벤젠술폰산나트륨 등의 알킬벤젠술폰산염; 알킬나프탈렌술폰산나트륨 등의 알킬나프탈렌술폰산염; 디알킬술포호박산나트륨 등의 알킬술포호박산염; 알킬디페닐에테르디술폰산나트륨 등의 알킬디페닐에테르디술폰산염; 알킬인산칼륨 등의 알킬인산염; 폴리옥시에틸렌라우릴에테르황산나트륨, 폴리옥시에틸렌알킬에테르황산나트륨, 폴리옥시에틸렌알킬에테르황산트리에탄오아민, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르황산나트륨 등의 폴리옥시에틸렌알킬(또는 알킬알릴)황산에스테르염; 특수반응형 아니온 계면활성제; 특수카르본산형 계면활성제; β-나프탈렌술폰산포르말린 축합물의 나트륨염, 특수방향족술폰산포르말린축합물의 나트륨염 등과 같은 나프탈렌술폰산포르말린축합물; 특수폴리카르본산형 고분자 계면활성제; 폴리옥시에틸렌알킬인산에스테르 등이 있다.

<176> 노니온성 계면활성제로서는 폴리옥시에틸렌라우릴에테르, 폴리옥시에틸렌세틸에테르, 폴리옥시에틸렌스테아릴에테르, 폴리옥시에틸렌올레일에테르, 폴리옥시에틸렌고급알콜에테르 등의 폴리옥시에틸렌알킬에테르, 폴리옥시에틸렌노닐페닐에테르 등의 폴리옥시에틸렌알킬아릴에테르; 폴리옥시에틸렌유도체; 소르비탄모노라우레이트, 소르비탄모노팔미테이트, 소르비탄모노스테아레이트, 소르비탄트리스테아레이트, 소르비탄모노올레에이트, 소르비탄트리올레에이트, 소르비탄세스키올레에이트, 소르비탄디스테아레이트 등의 소르비탄지방산에스테르; 폴리옥시에틸렌소르비탄모노라우레이트, 폴리옥시에틸렌소르비탄모노라우레이트, 폴리옥시에틸렌소르비탄모노팔미테이트, 폴리옥시에틸렌소르비탄모노스테아레이트, 폴리옥시에틸렌소르비탄트리스테아레이트, 폴리옥시에틸렌소르비탄모노올레에이트, 폴리옥시에틸렌소르비탄트리올레이트 등의 폴리옥시에틸렌솔비톨지방산에스테르; 테트라올레인산폴리옥시에틸렌소르비트 등의 폴리옥시에틸렌소르비톨지방상에스테르; 글리세롤모노스테아레이트, 글리세롤모노올레에이트, 자가유화형 글리세롤모노스테아레이트 등의 글리세린지방산에스테르; 폴리에틸렌글리콜모노라우레이트, 폴리에틸렌글리콜모노스테아레이트, 폴리에틸렌글리콜디스테아레이트, 폴리에틸렌글리콜모노올레에이트 등의 폴리옥시에틸렌지방산에스테르; 폴리옥시에틸렌알킬아민; 폴리옥시에틸렌경화피마자유; 알킬알칸올아미드 등이 있다.

<177> 카티온성 계면활성제 및 양성 계면활성제로서는 코코넛아민아세테이트, 스테아릴아민아세테이트 등의 알킬아민염; 라우릴트리메틸암모늄클로라이드, 스테아릴트리메틸암모늄클로라이드, 세틸트리메틸암모늄클로라이드, 디스테아릴디메틸암모늄클로라이드, 알킬벤질디메틸암모늄클로라이드 등의 제4급 암모늄염; 라우릴벤타인, 스테아릴벤타인, 라우릴카르복시메틸하이드록시에틸이미다졸리늄베타인 등의 알킬벤타인; 라우릴디메틸아민옥사이드 등의 아민옥사이드가 있다. 카티온성 계면활성제를 사용함으로써 얻어지는 친수성 중합체에 항균성을 부여할 수도 있다.

<178> 게다가, 계면활성제로서는 불소계 계면활성제가 있다. 불소계 계면활성제를 사용함으로써 항균성을 부여할 수도 있다. 본 발명에 있어서 사용되는 불소계 계면활성제로서는 여러 가지 것이 있는데, 예를 들면 일반적인 계면활성제의 친유기의 수소를 불소로 치환하여 퍼플루오로알킬기로 한 것이며, 계면활성이 매우 강해져 있는 것이다.

<179> 불소계 계면활성제의 친수기를 바꾸면, 아니온형, 노니온형, 카티온형 및 양성형의 4종류가 있는데, 소수기 쪽은 동일한 구조의 플루오로카본쇄를 사용하는 것이 대부분이다. 또한, 소수기인 탄소쇄는 직쇄이어도 분기쇄이어도 사용가능하다. 대표적인 불소계 계면활성제로서는 다음과 같은 것이 있다.

<180> 플루오로알킬(C2~C10)카르본산, N-퍼플루오로옥탄술포닐글루타민산디나트륨, 3-[플루오로알킬(C6~C11)옥시]-1-알킬(C3~C4)술폰산나트륨, 3-[ω-플루오로알카노일(C6~C8)-N-에틸아민]-1-프로판술폰산나트륨, N-[3-(퍼플루오로옥탄술폰아미드)프로필]-N,N-디메틸-N-카르복시메틸렌암모늄베타인, 플루오로알킬(C11~C20)카르본산, 퍼플루오로알킬카르보산(C7~C13), 퍼플루오로옥탄술폰산디에탄올아미드, 퍼플루오로알킬(C4~C12)술폰

산염(Li, K, Na), N-프로필-N-(2-하이드록시에틸)퍼플루오로옥탄술폰아미드, 퍼플루오로알킬(C6~C10)술폰아미드프로필트리메틸암모늄염, 퍼플루오로알킬(C6~C10)-N-에틸술포닐글리신염(K), 인산비스(N-퍼플루오로옥틸술포닐-N-에틸아미노에틸), 모노퍼플루오로알킬(C6~C16)에틸인산에스테르, 퍼플루오로알킬제4급암모늄요오드화물(상품명 플로라드 FC-135, 스미토모쓰리엠가부시키가이샤제 카티온성 불소계 계면활성제), 퍼플루오로알킬알콕시레이트(상품명 플로라드 FC-171, 스미토모쓰리엠가부시키가이샤제 노니온성 계면활성제), 퍼플루오로알킬술폰산칼륨염(상품명 플로라드 FC-95 및 FC-98, 스미토모쓰리엠가부시키가이샤제 아니온성 계면활성제).

<181> 이 발명에서는 유기금속 계면활성제도 사용할 수 있다. 본 발명에 있어서 사용되는 유기금속 계면활성제는 분자의 주쇄나 측쇄에 Si, Ti, Sn, Zr, Ge 등의 금속을 갖는 것을 말하는데, 바람직하게는 분자의 주쇄에 Si를 갖는 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 실록산계 계면활성제이다.

<182> 대표적인 유기금속 계면활성제로서는 (요시다, 콘도, 오오가키, 야마나카,“신판, 계면활성제 핸드북”, 공학도서(1966), 34페이지) 등을 들 수 있다. 유기금속 계면활성제에 포함되는 금속으로서는 Si 또는 Ti 대신에 Sn, Zr, Ge 등을 사용할 수 있다. 본 발명에서 사용되는 계면활성제는 상기 계면활성제에 한정되는 것은 아니다.

<183> 이들 계면활성제 중에서 안전성 면에서 노니온성 계면활성제가 바람직하며, 그 중에서도 소르비탄지방산에스테르, 폴리옥시에틸렌소르비탄지방산에스테르가 특히 바람직하다.

<184> (실시형태 3)

<185> <분체의 활제>

<186> 활제란, 서로 미끄러지는 두면 사이에서 마찰(저항)을 감소시키는 작용을 하는 물질을 말한다. 즉, 물체와 물체가 접촉할 때, 그 물질끼리의 표면상태에 따라 미끄러지기 쉽고 미끄러지기 어려운 현상이나, 저항이 크고 작은 현상이 일어나는데, 활제는 그 저항을 감소시키기 위한 것이다.

<187> 본 발명에 사용되는 활제는 수분흡수성 수지끼리의 마찰(저항)을 감소시키기 위한 것이다. 활제를 사용함으로써, 이완벌크밀도나 유하속도를 증대시킨 입자상 수분흡수제를 얻을 수 있다. 유하속도를 증대시킴으로써, 용기로부터 호퍼로의 이동시간이나 호퍼로부터 용기로의 충전시간을 단축할 수 있으며, 작업상의 능률을 올리는 것이 가능해진다. 이들 효과는 상술한 계면활성제에 있어서도 동일하며, 본 발명의 신규 수분흡수제의 커다란 효과이다.

<188> 또한, 이완벌크밀도나 유하속도가 증대됨으로 인해, 입자상 수분흡수제를 제조할 때의 분체교반동력이나, 공기 수송에 필요한 에너지를 저감시키는 것을 기대할 수 있다. 또한, 분체교반동력이나 공기 수송에 필요한 에너지가 저감됨으로 인해, 수분흡수성 수지의 입자를 부숴버릴 우려가 없이, 가압하 흡수배율 등의 물성 저하가 미세분이 증대되는 것을 억제하는 것도 기대할 수 있다.

<189> 본 발명에 사용할 수 있는 활제는 고체의 활제이면 특별히 한정되지는 않지만, 예를 들면, 탄화수소계 활제, 지방산계 활제, 지방산아미드계 활제, 에스테르계 활제, 알콜계 활제, 금속비누활제 등을 들 수 있다. 그 중에서도 활제로서의 작용을 가짐과 아울러 안정제로서의 작용도 갖는 점에 있어서, 금속비누 활제를 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 본 발명의 활제는 상온(25℃) 및 상압(0.101MPa)에서 고체인 것이 필요하다.

<190> 탄화수소계 활제로서는 저중합 폴리에틸렌 등을 사용할 수 있다. 저중합 폴리에틸렌은 분자량 1500~2000정도의 폴리에틸렌을 가리킨다.

<191> 지방산계 활제로서는 활제로서 작용하는 지방산이면 특별히 한정되지는 않지만, 탄소수가 12(C_{12}) 이상의 지방산을 사용하는 것이 바람직하다. 구체적으로는 예를 들면 라우린산, 미리스틴산, 팔미틴산, 스테아린산, 아라키딘산, 베헤닌산 등을 들 수 있다. 그 중에서도 입수가 용이하기 때문에, 스테아린산을 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 이들 지방산계 활제는 미립자 형태의 것을 사용하는 것이 바람직하며, 수분흡수성 수지의 열화를 촉진시키는 Fe, Ni 등의 중금속을 함유하지 않고, 요소가·에스테르가가 낮은 정(精)제품인 것이 바람직하다.

<192> 지방산아미드계 활제는 지방산으로부터 유도되는 일반화학식 $RCONH_2$로 표시되는 화합물이다. 이들 지방산아미드로서는 제1아미드($R-CONH_2$), 제2아미드$(RCO)_2NH$), 제3아미드$(RCO)_3N$)이 있으며, 제 1 아미드를 사용하는 것이 바람직하다. 구체적으로는 예를 들면 스테아릴아미드, 팔미틸아미드, 올레일아미드, 메틸렌비스스테아로아미드, 에틸렌비스스테아로아미드 등을 들 수 있다. 그 중에서도 메틸렌비스스테아로아미드나 에틸렌비스스테

아로아미드는 상용성, 투명성, 내후성, 비점착성이 뛰어나기 때문에 보다 바람직하다.

<193> 에스테르계 활제로서는 지방산의 다가알콜에스테르, 지방산폴리글리콜에스테르 등을 들 수 있다. 지방산의 다가알콜에스테르로서는 경화피마자유가 바람직하게 사용된다. 또한, 지방산폴리글리콜에스테르로서는 에틸렌글리콜모노스테아레이트가 바람직하게 사용된다.

<194> 알콜계 활제는 탄화수소계 활제나 지방산계 활제의 수소를 수산기로 치환한 것이다. 알콜계 활제로서는 탄화수소계 활제나 지방산계 활제의 수소를 수산기로 치환한 것이면 특별히 한정되지는 않지만, 예를 들면 분자 내에 1개의 수산기를 갖는 세틸알콜이나 스테아릴알콜 등의 지방알콜; 분자 내에 2개의 수산기를 갖는 폴리에틸렌글리콜 등의 글리콜류; 분자 내에 3개의 수산기를 갖는 폴리글리세롤 등을 사용할 수 있다. 폴리에틸렌글리콜이나 폴리글리세롤은 활제로서의 작용뿐만 아니라 대전방지작용도 갖는다.

<195> 금속비누 활제는 유기산인 지방산, 석유산, 고분자산 등의 알칼리금속염 이외의 금속염으로 이루어진다.

<196> 분체의 활제는 통상, 분체의 형상이며 그 입경은 특별히 한정되지는 않지만, 통상, 수분흡수성 수지의 중량(질량) 평균입경보다 작고, 분말의 90중량% 이상은 100㎛ 이하이며, 바람직하게는 50㎛ 이하, 보다 바람직하게는 10㎛ 이하의 것이 사용된다.

<197> 또한, 상기의 각 활제는 단독으로 사용할 수도 있고, 2종류 이상을 병용할 수도 있다. 활제의 수분흡수성 수지로의 첨가방법에 대해서는 상기 실시형태 1과 동일하므로 설명을 생략한다. 이하, 활제의 수분흡수성 수지로의 첨가량에 대해 설명한다.

<198> 분체의 활제를 슬러리 형태로 분산시켜 수분흡수성 수지에 혼합할 경우, 그 슬러리 중의 활제 농도는 사용하는 활제나 분산용매의 종류, 슬러리의 점성에 따라 적절히 선택되며, 특별히 한정되는 것은 아니지만, 통상 0.0001~0.1중량%, 바람직하게는 0.001~0.05중량%의 범위 내이다. 활제와 혼합할 때의 수분흡수성 수지의 분체 온도는 통상 실온 이상인데, 입자상 수분흡수제의 안정된 수분흡수특성이나 유하속도, 벌크밀도를 얻기 위해서는 바람직하게는 40℃ 이상, 보다 바람직하게는 50℃ 이상에서 혼합된다.

<199> 즉, 본 발명의 입자상 수분흡수제에 있어, 활제의 첨가량은 목적으로 하는 벌크밀도나, 유하속도에 따라 적절히 변경하면 되지만, 수분흡수성 수지(100중량%)에 대해 0.0001~0.1중량%의 범위 내가 바람직하며, 0.01~0.05중량%의 범위 내가 보다 바람직하고, 0.001~0.01중량%의 범위 내가 특히 바람직하다. 활제의 첨가량이 상기 범위 내에 있는 경우에는 첨가량이 미량이기 때문에, 소수성·발수성이 부여되는 일이 없기 때문에, 수분흡수특성을 저하시키는 일 없이, 벌크밀도를 증대시키는 것이 가능해짐과 아울러, 유하속도를 증대시키는 것이 가능해진다. 또한, 기계적 충격력으로 인한 수분흡수특성의 저하를 방지하는 것, 입자상 수분흡수제를 제조할 때의 분체교반동력을 저감하는 것이나, 입자상 수분흡수제를 공기수송하기 위해 필요한 에너지를 저감하는 것을 가능하게 하는 것도 기대할 수 있다. 한편, 활제의 첨가량이 상기 범위를 초과할 경우, 비경제적일 뿐만 아니라, 수분흡수특성의 저하를 초래할 우려가 있다.

<200> (Ⅲ) 입자상 수분흡수제

<201> <입자상 수분흡수제의 제조방법>

<202> 본 발명의 입자상 수분흡수제는, 바람직하게는 상기한 분체의 활제 또는 계면활성제와 상기한 수분흡수성 수지를 포함하고, 특정의 파라미터를 갖는 것이면, 그 제조방법은 특별히 한정되지는 않는다. 구체적으로는 다음과 같은 1~6의 방법으로 제조할 수 있다.

<203> 1. 수분흡수성 수지의 중합시에, 내부 가교제를 포함하는 단량체 수용액에 분체의 활제를 분산시켜 중합하며, 필요에 따라 건조처리, 분쇄, 표면가교처리를 실시하여 입자상 수분흡수제를 얻는 방법.

<204> 2. 수분흡수성 수지에 분체의 활제 또는 계면활성제를 첨가 혼합하고, 필요에 따라 표면 부근에 표면가교처리를 하여 입자상 수분흡수제를 제조하는 방법.

<205> 3. 수분흡수성 수지의 표면 부근을 분체의 활제 또는 계면활성제를 포함하는 표면가교제로 표면가교처리하여 입자상 수분흡수제를 제조하는 방법.

<206> 4. 수분흡수성 수지에 필요에 따라 표면 부근에 표면가교처리를 하여, 표면부근이 더욱 가교된 수분흡수성 수지를 얻은 후에, 분체의 활제 또는 계면활성제를 혼합하여 입자상 수분흡수제를 제조하는 방법.

<207> 5. 수분흡수성 수지의 표면 부근에 탄소수 7 이상의 탄화수소기를 측쇄에 갖는 단량체 및 중합개시제, 필요에 따라 표면 가교제를 혼합하여, 흡수성 수지의 표면에서 중합반응 및 필요에 따라 가교반응을 실시하고, 수분흡수성 수지 표면에서 직접 고분자 첨가제를 형성시켜 입자상 수분흡수제를 제조하는 방법.

<208> 6. 수분흡수성 수지에 분체의 활제를 첨가하고 교반하면서 가열하여 분체의 활제를 용융시킨 후에, 냉각하여 입자상 수분흡수제를 제조하는 방법.

<209> 상기 1~6의 제법에 있어서 , 상기 1과 같이 수분흡수성 수지 중합시의 단량체 수용액에 첨가하여도 좋지만, 수분흡수성 수지의 표면에 첨가제가 균일하게 부착된 상태를 실현하기 위해, 상기 2~4, 6의 제법으로 수분흡수성 수지에 첨가하는 것이 바람직하다.

<210> <입자상 수분흡수제에 포함되는 기타 성분>

<211> 본 발명의 입자상 수분흡수제에는 상기한 성분(수분흡수성 수지, 고분자 첨가제, 내부가교제, 중합개시제, 표면가교제 등) 외에, 추가로 각종 성능을 부여하기 위해, 다가금속, 무기분말, 물 등의 친수성 유기용매를 첨가하여 수분흡수성 수지 등의 조립(造粒)을 수행하여도 좋다. 그 첨가에 의해 입자상 수분흡수제의 액체통과성, 유동성 등이 향상되는 경우가 있다.

<212> 또한, 사용되는 다가금속이나 무기분말은 예를 들면 국제출원번호로 WO2004/JP1007호(국제출원일 2004년 2월 2일), WO2004/JP1294호(국제출원일 2004년 2월 6일), WO2004/JP9242호(국제출원일 2004년 6월 3일 출원) 등에도 예시되어 있다.

<213> 구체적으로 사용되는 무기분말로서는 수성액체 등에 대해 불활성인 성질, 예를 들면 각종 무기화합물의 미립자, 점토광물의 미립자 등을 들 수 있다. 상기 무기분체는 물에 대해 적절한 친화성을 가지며, 또한, 물에 불용 또는 난용인 것이 바람직하다. 구체적으로는 콜터 카운터법에 의해 측정된 평균입경이 200㎛ 이하인 미립자가 바람직하며, 예를 들면 이산화규소나 산화티타늄 등의 금속산화물, 천연 제올라이트나 합성 제올라이트 등의 규산(염); 카올린, 탈크, 클레이, 벤토나이트 등을 들 수 있다. 이 중, 이산화규소 및 규산(염)이 보다 바람직하며, 콜터 카운터법에 의해 측정된 평균입경이 200㎛ 이하인 이산화규소 및 규산(염)이 더욱 바람직하다. 또한, 사용되는 다가금속으로서는 황산암루미늄, 명반 등의 알루미늄염을 들 수 있다. 그 사용량은 수분흡수성 수지 및/또는 입자상 수분흡수제와 무기분체의 조합에 따라서도 다른데, 수분흡수성 수지 및/또는 입자상 수분흡수제 100중량부에 대해 0.001~10중량부, 바람직하게는 0~6중량부, 보다 바람직하게는 0.001~5중량부, 더욱 보다 바람직하게는 0.01~3중량부, 가장 바람직하게는 0.1~1중량부이다. 입자상 수분흡수제의 목적으로 하는 수분흡수특성이나 입도에 따라 다르지만, 상기의 범위를 초과할 경우에는 고분자 첨가제에 의한 충격흡수능력을 초과하며, 예를 들면 충격력을 받았을 때 수분흡수특성의 저하를 방지하는 것이 곤란해질 우려가 있다.

<214> 수분흡수성 수지 및/또는 입자상 수분흡수제와 무기분체의 혼합방법은 특별히 한정되지는 않고, 예를 들면 분체끼리를 혼합하는 드라이 블랜드법, 습식혼합법(첨가제를 용매에 분산 내지 용해시켜 첨가) 등을 채용할 수 있다. 무기분말을 사용한 경우에는 드라이 블랜드법이 보다 바람직하다. 또한, 다가금속을 사용한 경우에는 습식 혼합이 바람직하다.

<215> 또한, 본 발명에 따른 입자상 수분흡수제의 제조방법에서는, 또한, 필요에 따라 소취제, 항균제, 향료, 발포제, 안료, 염료, 친수성 단섬유, 가소제, 점착제, 계면활성제, 비료, 산화제, 환원제, 물, 염류, 킬레이트제, 살균제, 폴리에틸렌글리콜이나 폴리에릴렌이민 등의 친수성 고분자, 파라핀 등의 소수성 고분자, 폴리에틸렌이나 폴리프로필렌 등의 열가소성 수지, 폴리에스테르수지나 우레아수지 등의 열경화성 수지 등을 첨가하는 등, 여러 가지 기능을 부여하는 공정을 포함하고 있어도 좋다. 이들 첨가제의 사용량은 수분흡수성 수지 100중량부에 대해 통상 0~30중량부, 바람직하게는 0~10중량부의 범위, 보다 바람직하게는 0~1중량부의 범위이다.

<216> 본 발명의 입자상 수분흡수제는 계면활성제나 분체의 활제의 소량 첨가에 의해, 흡수액의 표면장력을 저하시키지 않고, 입자상 수분흡수제의 흡수특성이 저하되는 것을 방지할 수 있다. 본원 발명자는 계면활성제나 분체의 활제의 첨가량에 대한 분체 유동성의 변화에는 최적치(피크)가 존재하며, 첨가량이 피크보다도 너무 많으면 유하속도가 느려지고, 호퍼(용기) 하부로부터 배출시에 브릿지를 형성하여 흘러내리지 않는 현상을 일으키는 것을 발견하였다. 그 때문에, 계면활성제나 분체의 활제의 소량 첨가는 표면장력의 저하 이외에 분체 특성에서 중요한 의미를 갖는다.

<217> 이하, 본 실시형태의 입자상 수분흡수제의 특성에 대해 설명한다.

<218> <입자상 수분흡수제의 입경>

<219> 본 발명의 입자상 수분흡수제는 필요에 따라 무기분말이나 친수성 유기용매 등에 의해 조립(造粒)되어 된다. 그 때문에, 입자상 수분흡수제는 입자상 수분흡수제의 질량에 대해, 바람직하게는 850㎛ 미만 150㎛ 이상의 입자가 90중량% 이상(상한 100%) 포함되어 있으며, 보다 바람직하게는 850㎛ 미만 150㎛ 이상의 입자가 전체의 95중량% 이상 포함되어 있고, 더욱 바람직하게는 850㎛ 미만 150㎛ 이상의 입자가 전체의 98중량% 이상 포함되어 있다. 또한, 상기 조립(造粒)을 수행할 경우에는 입자상 수분흡수제가 상기의 입경이 되도록 조정하는 것이 바람직하다.

<220> 또한, 입자상 수분흡수제의 질량평균입경은 바람직하게는 200~600㎛, 더욱 바람직하게는 250㎛~600㎛, 보다 더욱 바람직하게는 250~550㎛, 특히 바람직하게는 250㎛~500㎛, 가장 바람직하게는 300㎛~500㎛이다.

<221> 입경의 분포를 나타내는 대수 표준편차값(σδ)은 0.25~0.45의 범위가 바람직하며, 보다 바람직하게는 0.25~0.42, 더욱 보다 바람직하게는 0.25~0.40, 가장 바람직하게는 0.25~0.38의 범위이다.

<222> 150㎛ 미만의 입자(미세분)가 10중량%을 초과할 경우에는 수분흡수시에 혈액이나 오줌 등의 흡수체로의 액체 확산성이 저해되는 것, 흡수체로서의 사용시에 공기와의 접촉면적이 증가되므로 입자성 수분흡수제가 가용화되기 쉬어지는 것, 그리고 흡습시의 유동성도 나빠지는 것, 입자상 수분흡수제나 기저귀 등 위생재료 제조시의 작업중 분진발생으로 인한 작업환경의 열악화, 폭넓은 입도분포를 갖음으로 인한 편석의 증대 등 많은 문제가 발생하게 되어 바람직하지 않다. 또한, 대수 표준편차가 0.25미만인 경우, 벌크밀도가 저하되는 경우가 있다. 특히, 분체의 유동성이 향상되는 본 발명의 입자상 수분흡수제에서는 입경의 분포가 넓은 경우나 미세분이 많은 경우에는 호퍼나 주머니 내에서 편석이 현저해지기 때문에, 기저귀 등에 내장할 때 품질의 편차를 일으키기 쉬어진다. 850㎛를 초과하는 입자가 10중량%를 초과하는 경우는 입자상 수분흡수제의 수분흡수속도가 늦어지며, 또한 흡수물품에 사용했을 때 흡수체의 피부접촉감이 나쁘고, 이물감이 나타나며, 사용자에 대해 불쾌감을 주므로 바람직하지 않다. 본 발명의 바람직한 범위로 입도를 조정함으로써, 유동성, 벌크밀도가 뛰어나며, 수분흡수성능이 저하되지 않고, 또한 편석 등의 문제가 없는 입자상 수분흡수제를 얻는 것이 용이해진다.

<223> 입자상 수분흡수제의 입경은 목적이나 그 필요에 따라 불용성 미립자나 친수성 용매, 바람직하게는 물을 첨가혼합한 후 다시 조립하여 조정할 수 있다.

<224> 입도 조정은 역상현탁중합과 같이 입자상으로 분산중합 및 분산건조시켜 조정하여도 좋지만, 통상, 특히 수용액 중합의 경우, 건조 후에 분쇄 및 분급되어, 필요에 따라 미세분을 조립 등에 의해 리싸이클시킴으로써, 특정 입도로 조정된다.

<225> 또한, 본 발명의 수분흡수성 수지는 본 발명의 입자상 수분흡수제를 얻기 위해, 그 이완벌크밀도(JIS K-3362로 규정)가 바람직하게는 0.45~0.85g/㎖, 보다 바람직하게는 0.50~0.80g/㎖, 더욱 바람직하게는 0.55~0.80g/㎖의 범위로 조정된다.

<226> <가압하 흡수배율(Absorbency Against Pressure)>

<227> 본 발명의 입자상 수분흡수제의 2.03kPa 압력하(하중하)에서의 가압하 흡수배율(AAP1)은 20g/g 이상, 바람직하게는 22g/g 이상, 보다 바람직하게는 24g/g 이상, 더욱 바람직하게는 26g/g 이상, 가장 바람직하게는 28g/g 이상이다. 또한, 가압하 흡수배율의 상한은 특별히 한정되지 않으며 높은 쪽이 바람직하지만, 제조 비용 등의 경제성 면에서 통상 50g/g 이하, 바람직하게는 45g/g 이하가 좋다.

<228> 본 발명의 입자상 수분흡수제의 4.83kPa 압력하(하중하)에서의 가압하 흡수배율(AAP2)은 17g/g 이상, 바람직하게는 18g/g 이상, 보다 바람직하게는 19g/g 이상, 가장 바람직하게는 20g/g 이상이다. 또한, 가압하 흡수배율의 상한은 특별히 한정되지 않지만, 제조 비용 등의 경제성 면에서 통상 50g/g 이하, 바람직하게는 45g/g 이하가 바람직하다.

<229> 또한, 2.03kPa 및 4.83kPa 하중 하에서의 가압하 흡수배율을 사용한 것은 유아가 자고 있는 상태 및 앉은 상태에서 흡수체 및 종이 기저귀 등의 흡수성 물품이 사용되는 상황을 상정한 것이다.

<230> 또한, 가압하 흡수배율의 측정법 등에 대해서는 실시예에서 후술한다.

<231> <흡습시의 유동성 지수>

<232> 흡습시의 유동성 지수(이하, 단순히 흡습유동성이라 약칭한다)란 25℃ 상대습도 90%RH 방치하에서 블로킹성 또는 케이싱성 그리고는 분체로서의 유동성에 대해 평가한 것이며, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 흡습율

이 통상 약 1~25중량%의 범위에서, 블로킹 또는 케이싱이 없고, 흡습유동성이 뛰어난 특징을 나타낸다. 본 발명의 입자상 수분흡수제는 25℃, 90%RH에서 1시간 방치한 경우의 흡습시의 유동성 지수가 90중량% 이상 100중량% 이하, 바람직하게는 95중량% 이상 100중량% 이하, 보다 바람직하게는 98중량% 이상 100중량% 이하이다. 수분흡수성 수지 내지 입자상 수분흡수제의 보존시 혹은 기저귀 등의 흡수성 물품 제조프로세스 상에서의 흡습시의 유동성 저하와 그에 따른 입자상 수분흡수제 입자의 합일이나 블로킹을 방지할 수 있기 때문에, 제조장치 내부에서의 분체 막힘 등으로 인한 제조장치의 정지 등을 방지할 수 있다. 또한, 흡습시 유동성 지수의 측정법 등에 대해서는 실시예에서 상세하게 기술한다.

<233> <입자상 수분흡수제의 형상>

<234> 입자상 수분흡수제의 형상은 일반적으로 예를 들면 미국특허 제5244735호 공보의 도 1, 2에 기재된 역상현탁중합으로 얻어지는 구형상 또는 타원체형상 내지 비엔나 소세지형상의 1차 입자의 형상이나, 예를 들면 NON WOVENS WORLD October-November 2000(Marketing Technology Service, Inc. 출판)의 75페이지의 도 1에 기재되는 응집된 비드(Agglomerated Beads)와 같은 구형상 또는 타원체형상 입자가 응집된 상기 1차 입자의 조립물의 형상을 들 수 있으며, 또한, 미국특허 제5981070호 공보의 도 2, 3, 4의 형상이나 상기 NON WOVENS WORLD October-November 2000의 75페이지의 도 1에 기재된 Crystals 형상과 같은, 단량체 수용액을 중합하여 얻어지는 함수 겔형 중합체의 파쇄물로부터 유래되는 형상인 부정형 파쇄상이나 그 조립물의 형상을 들 수 있다.

<235> 본 발명의 입자상 수분흡수제는 구형상 또는 타원체형상의 1차입자 이외의 형상이 바람직하며, 보다 바람직하게는 구형상 입자의 조립물, 타원체형상 입자의 조립물, 또는 단량체의 수용액을 중합하여 얻어지는 함수 겔형 중합체 내지 건조물의 파쇄물로부터 유래되는 부정형 파쇄상, 혹은 그 조립물의 형상이며, 특히 바람직하게는 부정형 파쇄상 혹은 그 조립물의 형상이다.

<236> 구형상 또는 타원체형상의 1차 입자는 흡수성 물품 등을 작성할 때, 펄프 등의 섬유재료와의 혼합성이 낮고, 또 입자상 수분흡수제와 섬유재료를 혼합하여 된 흡수체로부터 상기 입자상 수분흡수제가 탈락하기 쉽기 때문이다. 그 때문에, 구형상 또는 타원체형상의 1차 입자의 입자상 수분흡수제를 사용하면 흡수체 중에 입자상 수분흡수제를 균일하게 분포시키는 것이 어려워진다는 문제가 발생한다.

<237> <건조상태에서의 분체 유동성>

<238> 본 발명에서 얻어지는 입자상 수분흡수제에 사용되는 상기 고분자 첨가제는 실온 이상의 높은 융점, 유리전이점 또는 연화점을 갖기 때문에, 실온 상황 하에서, 흡습시 뿐만 아니라, 함수율이 0~20중량%, 더욱 바람직하게는 함수율 0~10중량%의 건조상태에 있어서도, 분체의 높은 흐름성, 압밀 상태에서의 높은 유동성을 달성할 수 있다. 분체의 흐름성을 나타내는 지표로서는 EDANA(European Disposables and Nonwovens Association)가 규정하는 유하시간(Flowability(450.2-02) 등이 사용된다. 유하시간(Flowability)은 실온조건 하(25℃, 상대습도 50%RH), 규정된 호퍼에 100g의 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제 분체를 넣고, 넣은 분체가 전량 호퍼로부터 배출될 때까지의 시간을 측정하는 평가방법이다. 유하(流下)시간이 짧을수록 뛰어난 유동성을 나타낸다고 판단된다. 바람직한 범위는 20초 이내가 바람직하며, 17초 이내가 보다 바람직하고, 14초 이내가 가장 바람직하다.

<239> 또한, 종래, 흡습환경 하에서의 유동성을 확보하기 위해, 입자상 수분흡수제에 무기물질을 첨가하는 것이 일반적으로 행해지고 있다. 입자상 수분흡수제에 무기물질을 첨가하면, 특히 함수율이 0~20중량%인 건조상태에서의 입자간의 마찰계수가 높아진다(입자끼리의 미끄럼성이 나빠진다). 그 때문에, 공기 수송기, 패들식 수송기, 스크류식 수송기에 의한 수송시의 수송 저항의 증대를 초래하며, 제조장치, 수송기 내에서의 입자상 수분흡수제의 막힘, 물성 저하, 과부하로 인한 이들 장치의 정지가 빈발한다.

<240> 특히, 부정형상 입자(함수 겔형 중합체의 파쇄물에서 유래된 부정형 파쇄상이나 그 조립물, 역상현탁중합으로 얻어지는 구형상 또는 타원체형상 입자가 응집된 조립물)에서는 그 형상의 왜곡 때문에, 더욱 입자간의 마찰계수가 증대되며, 압밀 상태에서의 유동성이 나빠진다.

<241> 그러나, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 상기에서 설명한 수분흡수성 수지와 분체의 활제 또는 계면활성제를 포함함으로 인해, 상기 부정형상 입자의 입자상 수분흡수제이라도 압밀상태에서의 유동성이 극히 높다.

<242> 때문에, 본 발명자들은 입자상 수분흡수제의 압밀 상태에서의 유동성을 평가하고, 이 평가 결과 소정의 유동성을 나타내는 것이면, 부정형상 입자의 입자상 수분흡수제이더라도 제조장치나 수송기에서의 취급이 우수하며, 막힘 등의 트러블을 피할 수 있음을 발견하였다.

<243> 즉, 압밀 상태에서의 유동성의 평가방법에서는 압밀 상태에 있는 입자상 수분흡수제에 삽입부재인 프로브(금속 막대)를 수직으로 20㎜ 삽입하고, 20㎜까지 삽입했을 때의 삽입작업량(probe insertion work by 20㎜ insertion, PIW)에 의해 평가한다. 이 평가방법에서는 20㎜까지 삽입했을 때의 PIW가 낮을수록, 입자상 수분흡수제 분체끼리의 마찰계수가 낮고, 유동성이 높은 것을 나타낸다.

<244> 종래 알려져 있는 많은 수분흡수성 수지나 입자상 수분흡수제로는 상기 압밀 상태에서의 유동성은 낮고, 본 발명의 20㎜이라는 프로브 삽입거리(probe insertion distance, PID)를 달성하는 것도 불가능한 경우가 많다.

<245> 이에 비해, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 20㎜까지 삽입했을 때의 PIW가 0g중×㎜ 이상 75,000g중×㎜ 이하이며, 바람직하게는 0g중×㎜ 이상 55,000g중×㎜ 이하이고, 보다 바람직하게는 0g중×㎜ 이상 45,000g중×㎜ 이하이며, 더욱 바람직하게는 0g중×㎜ 이상 35,000g중×㎜ 이하이고, 특히 바람직하게는 0g중×㎜ 이상 25,000g중×㎜ 이하이다. PIW가 상기 범위를 초과할 경우에는 입자상 수분흡수제 끼리의 마찰계수가 높고, 물성 저하나 제조장치나 수송기에서의 막힘 등과 같은 트러블이 일어날 가능성이 있다.

<246> 이와 같이, 상기 평가방법을 사용하여 소정의 유동성을 나타내는 입자상 수분흡수제를 스크리닝함으로써, 유동성이 높은 입자상 수분흡수제를 확실하게 제공할 수 있다. 또한, 본 발명의 입자상 수분흡수제는 뛰어난 유동성(흐름성, 압밀 상태에서의 유동성)을 가지기 때문에, 공기 수송기, 패들식 수송기, 스크류식 수송기에 의한 수송시의 수송 저항을 저감하며, 종래 빈발하였던 제조장치, 수송기 내에서의 입자상 수분흡수제의 막힘, 과부하로 인한 이들 장치의 정지를 피할 수 있다. 또한, 상기 입자상 수분흡수제를 사용한 흡수체 등의 제조 프로세스 등에서 사용하는 호퍼나 분체 저장조 등의 간소화에 유용하게 된다. 또한, PIW의 상세한 산출방법은 후술하는 실시예에서 상세하게 설명한다.

<247> <무가압하 흡수배율(CRC)>

<248> 본 발명의 입자상 수분흡수제의 0.90중량% 염화나트륨 수용액에 대한 무가압하 흡수배율(CRC/Centrifuge Retention Capacity)의 30분간의 값(CRC1)은 바람직하게는 25g/g 이상, 보다 바람직하게는 28g/g 이상, 더욱 바람직하게는 30g/g 이상이다. 흡수배율이 이들 범위에서 벗어나면, 기저귀에 사용했을 때 고물성을 나타내지 않는 경우가 있다.

<249> 또한, 본 발명에서는 상기 표면가교에 의해 그 흡수배율(CRC1)을 저하, 바람직하게는 표면가교 전의 흡수배율(CRC1)의 95~50%, 나아가 90~60%까지 저하시키는 것이 가능하다. 또한, 흡수배율의 저하는 가교제의 종류나 양, 반응온도나 시간 등으로 적절히 조정하면 된다.

<250> <흡수배율의 5분값의 도달율>

<251> 흡수배율의 5분값의 도달율이란, 실시예에서 후술하는 바와 같이, 무가압하 흡수배율 30분값(CRC1)에 대한 무가압하 흡수배율의 5분값(CRC2)의 비율(백분율)로 표현되는 파라미터이며, 수분흡수제가 첨가제로 개질된 경우의 수분흡수속도로의 영향을 나타내는 파라미터이다. 따라서, 흡수배율의 5분값의 도달율이 높을수록 흡수속도가 빠른 것을 나타내고 있으며, 뛰어난 흡수특성을 가지고 있다고 판단된다. 본 발명에서 얻어지는 입자상 수분흡수제는 흡수속도의 저하가 거의 없는 것이 특징이며, 5분값의 도달율은 30% 이상 100% 이하, 보다 바람직하게는 40% 이상 100% 이하, 더욱 바람직하게는 50% 이상 100% 이하, 가장 바람직하게는 55% 이상 100% 이하이다. 30% 이하에서는 흡수속도가 너무 느리기 때문에, 기저귀 등의 위생재료에 사용할 경우에 오줌의 누설 등이 발생할 가능성이 높아진다.

<252> <표면장력>

<253> 표면장력이란, 실시예에서 후술하는 바와 같이, 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제가 흡수액과 접촉했을 경우, 흡수액의 표면장력을 저하시키는 정도를 측정하는 것이다. 표면장력의 저하가 큰 경우에는 기저귀 등의 위생재료에 사용한 경우에 리웨트량(re-wet: 기저귀에 흡수된 오줌의 되돌아오는 양)이 많아지고, 착용자에게 불쾌감을 갖게 하는 등의 문제가 발생한다. 본 발명에서 얻어지는 입자상 수분흡수제는 표면장력의 저하가 적은 것이 특징이며, 실시예에서 후술하는 측정법으로 측정한 경우에, 20℃의 측정조건에서, 50mN/m 이상의 표면장력을 갖는 것이 바람직하며, 55mN/m 이상의 표면장력을 갖는 것이 보다 바람직하고, 60mN/m 이상의 표면장력을 갖는 것이 더욱 바람직하며, 65mN/m이 특히 바람직하고, 68mN/m 이상의 표면장력을 갖는 것이 가장 바람직하다.

<254> <이완벌크밀도(벌크비중)>

<255> “이완벌크밀도”(단위:g/㎖)는, 실시예에서 후술하는 바와 같이, 입자의 집합체를 일정 용적의 용기에 조용히 충전했을 때의 전체 질량을 단위용적당 질량으로 표시한 값이다. 즉, 이완벌크밀도가 클수록, 단위용적당 차지하는 입자의 질량이 커진다. 또한, 용기에 입자를 충전한 경우, 입자 사이에 틈새(공극)가 존재하기 때문에, 이완벌크밀도는 입자의 체적당 질량으로 나타낸 값인 ‘진밀도’(단위:g/㎤)보다도 거의 공극만큼 낮은 값이 된다. 예를 들면, 수분흡수성 수지의 진밀도는 폴리아크릴산나트륨에서는 약 1.5~1.7g/㎤이다.

<256> 본 발명의 입자상 수분흡수제에서의 이완벌크밀도는 0.45~0.85g/㎖의 범위인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 0.50~0.80g/㎖, 더욱 바람직하게는 0.55~0.80g/㎖, 특히 바람직하게는 0.70~0.80g/㎖의 범위이다.

<257> 이완벌크밀도를 증대시킴으로써, 예를 들면 용기로의 입자상 수분흡수제의 충전량을 안정시키고 동시에 증대시킬 수 있다. 이 때문에, 용기 비용을 저감하는 것이나, 호퍼 등의 저장조에 의해 다량으로 일정량 저장 내지 수송하는 것이 가능해진다. 게다가, 입자상 수분흡수제와 섬유를 사용한 흡수체로서, 입자상 수분흡수제의 사용비율이 높은 흡수체에서는 이 흡수체의 두께를 보다 얇게 하는 것이 가능해진다.

<258> <압축벌크밀도>

<259> ‘압축벌크밀도’(단위:g/㎖)는 일정 질량의 입자의 집합체를 용기에 충전한 후에, 용기를 태핑하여 입자를 굳혔을 때의 용적을 측정하여, 입자 전체의 질량을 단위용적당 질량으로서 나타낸 값이다. 태핑에 의해, 입자가 보다 빽빽하게 충전되기 때문에, 일반적으로, 압축벌크밀도는 이완벌크밀도보다도 커진다. 그리고 ‘압축도’의 항에서 후술하는 바와 같이, 압축벌크밀도와 이완벌크밀도의 차가 입자의 유동성에 커다란 영향을 미친다.

<260> 본 발명의 입자상 수분흡수제에서의 압축벌크밀도는 0.65~0.85g/㎖의 범위인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 0.68~0.80g/㎖, 더욱 바람직하게는 0.70~0.80g/㎖의 범위이다.

<261> <압축도>

<262> ‘압축도’(단위:%)는 이완벌크밀도와 압축벌크밀도로부터 다음 식에 의해 계산되는 값이다.

<263> 압축도=(P-A)/P×100

<264> 단, P는 압축벌크밀도, A는 이완벌크밀도.

<265> 압축도가 큰 입자는 장치의 호퍼 출구에서 브릿지를 일으키기 쉬워지는 등, 유동성이 나빠진다. 또한, 충전에 따라 벌크밀도가 변하기 쉽기 때문에, 안정된 공급이 곤란해지고, 수분흡수제의 제조나 실제 사용시의 물성 저하를 수반한다.

<266> 본 발명의 입자상 수분흡수제의 압축도는 0~18%의 범위인 것이 바람직하며, 0~15%의 범위인 것이 보다 바람직하고, 0~10%의 범위인 것이 더욱 바람직하다.

<267> <유하속도>

<268> ‘유하속도’란 분체의 유동성을 나타내는 값이다. 본 발명의 입자상 수분흡수제는 입자간의 마찰저항이 저감되고 있다. 이로써, 수분흡수특성을 저하시키는 일 없이, 유하속도를 증대시키는 것이 가능해지고 있다. 특히 계면활성제의 사용량이 미량이기 때문에, 그 효과는 크다고 할 수 있다.

<269> 본 발명의 입자상 수분흡수제에서의 유하속도는 5~15g/s의 범위인 것이 바람직하며, 7~15g/s의 범위인 것이 보다 바람직하고, 10~15g/s의 범위인 것이 더욱 바람직하다. 유하속도가 5g/s 이상임으로 인해, 분체의 취급성을 좋게 할 수 있다. 유하속도가 5g/s 미만인 경우에는 분체가 유동하기 어렵기 때문에, 취급성이 나빠지므로 바람직하지 않다.

<270> <교반저항>

<271> 입자상 수분흡수제의 교반저항은 회전형의 점도계를 사용하고, 입자상 수분흡수제를 충전한 용기 중에서 점도계의 로터를 회전시킴으로써 평가하였다. 본 발명의 입자상 수분흡수제는 입자와 장치간의 마찰저항이 저감되어 있기 때문에, 표면처리시의 장치의 부하나 입자상 수분흡수제의 손상, 공기 수송시의 장치의 부하나 입자상 수분흡수제의 손상을 저감하는 것이 가능해지며, 입자상 수분흡수제의 품질이 안정적이다. 특히 계면활성제의 사용량이 미량인 것에 비해서는 그 효과는 큰 것으로 되어 있다.

<272> 본 발명에서 얻어지는 입자상 수분흡수제는, 실시예에서 후술하는 측정법으로 측정한 경우에, 바람직하게는 0.37N·㎝ 이하(하한 0N·㎝), 보다 바람직하게는 0.30N·㎝, 더욱 바람직하게는 0.25N·㎝ 이하의 교반저항인 것이 바람직하다.

<273> <생리식염수 흐름유도성(SFC)>

<274> 생리식염수 흐름유도성은 입자상 수분흡수제의 팽윤시의 액투과성을 나타내는 값이며, 그 값이 클수록 높은 액투과성을 갖는 것을 나타내고 있다.

<275> 본 발명에서 얻어지는 입자상 수분흡수제는 실시예에서 후술하는 측정법으로 측정한 경우에, 바람직하게는 20(10^{-7}·cm^3·s·g^{-1}) 이상, 보다 바람직하게는 30(10^{-7}·cm^3·s·g^{-1}) 이상, 더욱 바람직하게는 50(10^{-7}·cm^3·s·g^{-1}) 이상, 특히 바람직하게는 80(10^{-7}·cm^3·s·g^{-1}) 이상의 생리식염수 흐름유도성(SFC/Saline Flow Conductivity)을 갖는 것이 바람직하다.

<276> (Ⅳ) 흡수체 및/또는 흡수성 물품

<277> 본 발명의 입자상 수분흡수제는 수분흡수를 목적으로 한 용도에 사용되며, 흡수체나 흡수성 물품으로서 널리 사용되는데, 특히 오줌이나 혈액 등과 같은 체액의 흡수를 위한 위생재료로서 바람직하게 사용된다. 본 발명에서 흡수체나 흡수성 물품은 본 발명의 입자상 수분흡수제를 포함하여 된 것이다.

<278> 여기서, 상기 흡수체란, 수분흡수성 수지와 친수성 섬유를 주성분으로 하여 성형된 흡수재를 말한다. 이러한 흡수체는 상기한 본 발명의 입자상 수분흡수제와 친수성 섬유를 사용하여, 예를 들면 필름형상, 통형상, 시트형상으로 성형되어 제조된다. 상기 흡수체는 입자상 수분흡수제와 친수성 섬유와의 합계 질량에 대한 입자상 수분흡수제의 함유량(코어 농도)이 20~100중량%인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 30~100중량%, 보다 더욱 바람직하게는 40~100중량%의 범위이다. 상기 흡수체는 입자상 수분흡수제의 코어 농도가 높을수록, 흡수체나 종이 기저귀 등의 작성시 입자상 수분흡수제의 흡수특성저하효과가 현저하게 나타나는 것이 된다. 또한, 상기 흡수체는 흡수체의 두께가 0.1~5㎜의 박형인 것이 바람직하다.

<279> 또한, 이 흡수체는 불포화 단량체를 중합함으로써 얻어지는 분자 내부에 가교구조를 갖는 수분흡수성 수지 및 고체의 활제를 포함하는 입자상 수분흡수제와, 친수성 섬유를 포함하는 흡수체이다.

<280> 특히, 본 발명에 기재된 고분자 첨가제를 첨가한 입자상 수분흡수제를 사용하면, 친수성 섬유와 입자상 수분흡수제를 혼합하여 성형한 후, 입자상 수분흡수제에 첨가되어 있는 상기 고분자 첨가제의 융점, 유리전이점 또는 연화점 이상으로 가열함으로써, 친수성 섬유와 입자상 수분흡수제가 고착된, 강도가 높고 또한 입자상 수분흡수제의 탈락이 적은 흡수체를 얻을 수 있다는 점이 특징이다.

<281> 또한, 상기 흡수성 물품이란, 상기 흡수체, 액투과성을 갖는 표면시트, 및 액불투과성을 갖는 배면 시트를 구비하는 흡수성 물품이다. 상기 흡수성 물품의 제조방법은 예를 들면 섬유기재와 입자상 수분흡수제를 블랜딩 내지 샌드위치함으로써 흡수체(흡수코어)를 작성하고, 흡수 코어를 액투과성을 갖는 기재(표면시트)와 액불투과성을 갖는 기재(배면시트)로 샌드위치하여, 필요에 따라 탄성부재, 확산층, 점착테이프 등을 장비함으로써, 흡수성 물품, 특히 성인용 종이기저귀나 생리대로 제조된다. 이러한 흡수코어는 밀도 0.06~0.50g/cc, 평량 0.01~0.20g/㎠의 범위로 압축성형된다. 또한, 사용되는 섬유기재로서는 친수성 섬유, 예를 들면 분쇄된 목재 펄프, 기타 코튼 린터(cotton linter)나 가교셀룰로오스섬유, 레이온, 면, 양모, 아세테이트, 비닐론 등을 예시할 수 있다. 바람직하게는 이들을 에어레이드한 것이다.

<282> 본 발명의 수분흡수성 물품은 뛰어난 흡수특성을 나타내는 것이다. 이와 같은 흡수성 물품으로서는, 구체적으로는 근래 현저하게 성장한 성인용 종이기저귀를 비롯하여, 어린이용 기저귀나 생리대, 소위 실금 패드 등과 같은 위생재료 등을 들 수 있으며, 이들에 한정되는 것은 아니지만, 흡수성 물품 중에 존재하는 입자상 수분흡수제의 뛰어난 흡수특성으로 인해 리웨트량도 적고, 드라이감이 현저함으로 인해, 착용하고 있는 본인, 간병인 등의 부담을 크게 저감할 수 있다.

<283> 이하, 실시예 및 비교예에 기초하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다. 그러나, 본 발명은 그 요지를 넘지 않는 한 이들 실시예 등에 한정되는 것은 아니다. 또한, 특별히 기재하지 않을 경우, '부'는 중량부를 의미한다.

<284> 또한, 입자상 수분흡수제의 모든 성능은 이하의 방법으로 측정하였다. 또한, 실시예에 있어서 사용되는 전기기기는 모두 100V, 60Hz의 조건에서 사용하였다. 게다가, 입자상 수분흡수제는 함수율이 6중량% 이하로

조정되는 것을 사용하고, 특별히 지정이 없는 한 25℃±2℃, 상대습도 50%RH의 조건 하에서 사용하였다. 또한, 생리식염수로서 0.90중량% 염화나트륨 수용액을 사용하였다.

<285> (1) 흡수배율(0.90중량% 염화나트륨 수용액에 대해 무가압 하에서의 5분, 30분의 흡수배율(CRC2, CRC1))

<286> 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제 0.2g을 부직포제의 주머니(60mm×60mm)에 균일하게 넣고, 25℃로 온도 조절한 매우 과잉(예를 들면 100g이상)의 0.9중량% 염화나트륨 수용액(생리식염수) 중에 침지하였다. 5분 또는 30분 후에 주머니를 끌어올리고, 원심분리가를 사용하여 250G로 3분간 물을 뺀 후, 주머니의 중량 W2(g)을 측정하였다.

<287> 또한, 동일한 조작을 수분흡수성 수지를 사용하지 않고 수행하며, 그 때의 중량W1(g)을 측정하였다. 따라서, 이들 중량 W1, W2로부터, 하기(식 1)에 따라 흡수배율(g/g)을 산출하였다.

<288> 흡수배율(g/g)=(중량W2(g)-중량W1(g))/수분흡수성 수지의 중량(g) ...(식 1)

<289> 이상과 같은 계산식으로부터 구해진 5분과 30분의 흡수배율(g/g)의 결과를 이용하여 하기 (식 2)에 따라 흡수배율의 5분값의 도달율(%)을 산출하였다.

<290> 흡수배율의 5분값의 도달율(%)=5분의 흡수배율(g/g)/30분의 흡수배율(g/g)×100 ..(식2)

<291> 또한, 상기 30분의 흡수배율을 무가압하 흡수배율 CRC1이라 하였다. 또한, 5분의 흡수배율을 CRC2라 하였다.

<292> (2) 가압하 흡수배율(0.90중량% 염화나트륨 수용액 2.03kPa(AAP1))

<293> 도 1의 장치를 사용하여, 가압하 흡수배율(AAP)를 측정하였다. 2.03kPa(0.3psi)의 압력이 되도록 조정한 하중(208)을 준비하였다. 바닥에 400메쉬(메쉬크기 38㎛)의 철망(202)을 부착한 직경 60mm의 플라스틱 원통(204)의 철망 상에, 상기 메쉬 상에 수분흡수성 수지 내지 입자상 수분흡수제 0.90g(Wp2)을 균일하게 살포하였다. 그 위에, 상기 하중(208)(0.3psi일 때)을 올려놓고, 이 측정장치 일습의 질량Wa(g)을 측정하였다.

<294> 직경 150mm의 페트리디쉬(209)의 내측에, 직경 90mm의 유리필터(210)(가부시키가이샤 소고리카가쿠가라스세이사쿠쇼 제품, 미세직경 100~120㎛)를 놓고, 0.90중량%의 염화나트륨 수용액(20~25℃)을 유리필터의 상면과 동일한 레벨이 되도록 첨가하였다.

<295> 그 위에 직경 90mm의 여과지 1장(ADVANTAEC 토요가부시키가이샤, 품명:(JIS P 3801, No.2), 두께 0.26mm, 보류입자직경 5㎛)을 올려놓고, 표면이 모두 젖도록 하고 동시에 과잉의 액을 제거하였다.

<296> 상기 측정장치 일습을 상기 축축한 여과지 위에 올려놓고, 액체를 하중 하에서 흡수시켰다. 1시간(60분) 후, 측정장치 일습을 들어올리고, 그 중량 Wb(g)를 측정하였다. 그리고, Wa, Wb로부터, 하기 (식 3)에 따라 가압하 흡수배율 AAP1(g/g)을 산출하였다.

<297> 가압하 흡수배율AAP1(g/g)=(Wb(g)-Wa(g))/수분흡수성 수지 내지 입자상 수분흡수제의 질량(0.9)g) ...(식 3)

<298> 또한, 2.03kPa와 1.9kPa에서는 거의 동일한 값이 되는데, 2.03kPa에서 측정한다.

<299> (3) 가압하 흡수배율;(0.90중량% 염화나트륨 수용액 4.83kPa(AAP2))

<300> 상기 (2)의 2.03kPa의 하중을 4.83kPa(0.7Psi)로 변경하는 것 이외에는 동일한 조작을 수행하여, 하기(식 4)에 따라 가압하 흡수배율 AAP2(g/g)을 산출하였다.

<301> 가압하 흡수배율 AAP2(g/g)=(Wb(g)-Wa(g)/수분흡수성 수지 내지 입자상 수분흡수제의 질량(0.9)g) ...(식 4)

<302> (4) 중량(질량) 평균입경

<303> 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제를 850㎛, 710㎛, 600㎛, 500㎛, 425㎛, 300㎛, 212㎛, 150㎛, 106㎛, 75㎛ 등의 JIS 표준시이브(z8801)로 스크리닝하였으며, 각 입도의 잔류 백분율을 대수 확률지로 플롯하였다. 이로써, R=50%에 상당하는 입경으로부터 중량평균입경(D50)을 판독하였다.

<304> 또한, 입경 분포에 대해서는 그 지표로서 하기 (식 5)로 표시되는 대수 표준편차값(σζ)을

사용하였다. 여기에서는 σζ의 값이 0에 가까울수록, 입경 분포가 좁다는 것을 의미한다.

<305> σζ=1/2Ln(X2/X1) ...(식 5)

<306> 상기 식에 있어서, X1, X2는 각각 X1은 R=84.1중량%, X2는 R=15.9중량%일 때의 입경을 나타낸다.

<307> 또한, 스크리닝은 수분흡수성 수지분말 또는 입자상 수분흡수제 10g을 실온(20~25℃), 상대습도 50%RH의 조건하에서 상기의 JIS 표준시이브(The IIDA TESTING SIEVE: 내경 80mm)에 넣고, Ro-tap(rotating and tapping)형 체진탕기(sieve shaker)(가부시키가이샤 이이다세이사쿠쇼제 ES-65형 체진탕기)에 의해 5분간 내지 10분간 분급하였다.

<308> 또한, 질량평균입경(D50)이란, 미국특허 제5051259호 공보 등에 있는 바와 같이 일정 메쉬크기의 표준시이브로 입자 전체의 50중량%에 대응하는 표준시이브의 입경을 말한다.

<309> (5) 흡습시의 유동성 지수 및 흡습율

<310> 직경 52mm의 알루미늄 컵의 중량을 측정하여 기록한다(A(g)). 그 알루미늄 컵에, JIS 20메쉬(메쉬크기 850㎛) 통과물의 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제를 균일하게 약 2g 살포하고, 알루미늄 컵과 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 합계 중량(B(g))을 기록한다. 그 후, 온도 25℃에서 상대습도 90%RH 하의 항온항습기(PLATINOUS LUCIFER PL-2G, 타바이에스펙사 제품) 중에서 1시간 방치하였다. 1시간 후, 흡습한 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제가 든 알루미늄 컵의 전체중량을 측정한다(C(g)). 알루미늄 컵에 든 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제를 JIS 8.6 메쉬(메쉬크기 2000㎛)의 JIS 표준시이브(The IIDA TESTING SIEVE: 내경 80mm) 상으로 조용히 이동하여, Ro-tap형 체진탕기(가부시키가이샤 이이다세이사쿠쇼제 ES-65형 체진탕기; 회전수 230rpm, 충격수 130rpm)를 사용하여, 실온(20~25℃), 상대습도 50%RH의 조건에서 5초간 분급하고, 2000㎛ 메쉬 상에 잔존한 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 중량(D(g))과 이 메쉬를 통과한 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 중량(E(g))을 측정하였다. 본 발명에서는 흡습시의 유동성 지수는 하기 (식 6)으로 정의되며, 흡습율은 하기 (식 7)로 정의되고, 각각 하기(식 6), 하기(식 7)에 따라 산출하였다.

<311> 흡습시의 유동성 지수(중량%)=(E(g))/(C(g)-A(g))×100 ...(식 6)

<312> 흡습율(%)={C(g)-B(g)}/(B(g)-A(g))×100 ...(식 7)

<313> (6) 수가용분 성분량(가용분량)

<314> 250㎖ 용량의 덮개가 달린 플라스틱 용기에, 0.9중량% 염화나트륨 수용액의 184.3g을 달아 취하고, 그 수용액 중에 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제 1.00g을 첨가하여 전체 길이 40mm×8mm의 크기인 테프론(등록상표) 교반자(예를 들면, 가부시키가이샤 소고리카가쿠가라스제의 교반자 A)를 사용하여 소용돌이의 깊이가 2cm가 되도록(예를 들면 250~350rpm), 자석교반기(magnetic stirrer)에 의해 16시간 교반함으로써 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제 중의 가용분(주로 미가교 수용성 폴리머)을 추출하였다. 이 추출액을 여과지 1장(ADVANTEC 토요가부시키가이샤, 품명:(JIS P3801, No.2), 두께 0.26mm, 보류입자직경 5㎛)을 사용하여 여과함으로써 얻어진 여액의 50.0g을 달아 측정용액으로 하였다.

<315> 이어, 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제가 첨가되어 있지않은 생리식염수 50.0g을 달아 취해, 먼저, 0.1N의 NaOH 수용액을 사용하여 pH10까지 적정을 실시하고, 그 후 0.1N의 HCl 수용액으로 pH2.7까지 적정하여, 공(空)적정량[bNaOH]㎖, [bHCl]㎖)을 얻었다.

<316> 상기와 동일한 적정(滴定) 조작을 상기의 측정용액에 대해서도 수행함으로써, 적정량([NaOH]㎖, [HCl]㎖)을 구하였다.

<317> 그 후, 상기 공적정량, 및 측정용액의 적정량에 기초하여, 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 가용분량을 산출하였다. 즉, 예를 들면 기지(旣知)량의 아크릴산과 그 나트륨염으로 이루어진 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 경우, 그 모노머의 평균분자량과 상기 조작에 의해 얻어진 적정량을 기초로, 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제 중의 가용분량을 하기 (식 8)에 의해 산출할 수 있다.

<318> 가용분(중량%)=

<319> 0.1×(평균분자량)×184.3×100×([HCl]-[bHCl])/1000/1.0/50.0 ...(식 8)

<320> 또한, 미지(未知)량의 성분으로 이루어진 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제를 사용할 경우에는 상기 적정(滴定)으로부터, 하기 (식 9)에 기초하여 구한 중화율을 이용하여 모노머의 평균분자량을 산출하고, 수분흡수

성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 가용분량을 상기 (식 8)에 의해 산출한다.

<321> 중화율(mol%)=(1-([NaOH]-[bNaOH])/([HCl]-[bHCl]))×100 ...(식 9)

<322> 또한, 예를 들면, 카르복실기를 함유하지 않는 등의 불포화 단량체를 이용하여 얻어지는 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제, 상기의 방법으로 측정할 수 없는 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제인 경우에는 미국 재발행 특허 Re37021호 공보의 컬럼 23의 10~55행에 기재된 중량 측정에 의해 수가용분 성분량을 측정한다.

<323> (7) 표면장력

<324> 충분히 세정된 100㎖의 비이커에 20℃로 조정된 생리식염수 50㎖을 넣고, 먼저 생리식염수의 표면장력을 표면장력계(K11 자동표면장력계, KRUSS사)를 사용하여 측정한다. 이 측정에 있어 표면장력의 값이 71~75mN/m의 범위이어야만 한다. 이어, 20℃로 조정한 표면장력 측정 후의 생리식염수를 포함한 비이커에, 충분히 세정된 25㎜ 길이의 불소수지제 회전자, 및 입자상 수분흡수제 0.5g을 투입하고, 500rpm의 조건에서 4분간 교반한다. 4분 후, 교반을 멈추고, 함수한 입자상 수분흡수제가 침강한 후에, 상청액의 표면장력을 재차 동일한 조작을 통해 측정하였다. 또한, 본 발명에서는 백금 플레이트를 사용하는 플레이트법을 채용하고, 플레이트는 각 측정 전에 충분히 물로 세정하고 또한 버너로 가열세정하여 사용하였다.

<325> (8) 함수율 및 고형분의 측정

<326> 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제 1.000g을 상기 알루미늄컵(직경 52㎜)에 넣은 후, 180의 무풍 오븐으로 3시간 가열하고, 그 건조 감량에 기초하여 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 고형분 또는 함수율을 산출하였다.

<327> 여기서, 상기 고형분이란 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제로부터 휘발성분(주로 물)을 제거했을 때의 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제, 즉 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 수지 순분을 말하며, 휘발성분을 포함한 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제의 질량에 대한 상기 고형분의 질량(고형분량)의 비율을 고형분(중량%)으로 한다.

<328> 상기 함수율이란, 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제 중, 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제에 포함되는 휘발성분의 주성분인 물의 비율(중량%)이며, 100%로부터 상기 고형분(중량%)을 뺀 값에 해당한다.

<329> (9) 유하시간(Flowability)

<330> EDANA(European Disposables and Nonwovens Association)이 규정하는 Flowability(450.2-02)의 방법에 따라 측정하였다.

<331> 상기 EDANA에 규정하는 호퍼 내에 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지를 100g 넣고, 호퍼 하부의 개구부를 연 순간을 0초로 하여, 넣은 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지가 전량 배출될 때까지의 시간을 측정하였다. 또한, 측정은 25℃ 상대습도 50%RH의 조건에서 수행하였다.

<332> (10) 삽입거리(PID), 삽입작업량(PIW)의 측정

<333> <측정 샘플>

<334> 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제 27~30g을 유리제 원기둥형 샘플관(외경 35㎜, 내경 33㎜, 높이 78㎜, 예를 들면 마루엠사 제품, 스크류관 No.7 등)에 넣어 잘 진탕한 후, 철제 판 위에서 1분간, 상하로 탭핑(3회/초, 진폭 10㎜)하여, 상기 원기둥형 샘플관 내의 수분흡수성 수지 또는 입자상 수분흡수제가 빽빽하게 채워 넣어진 상태가 되게 하였다. 이어, 상기 원기둥형 샘플관에 빽빽하게 채워 넣어진 상태로 충전된 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지(이하, 입자층이라 기재한다)의 높이가 45㎜±1.5㎜가 되도록 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지의 양을 적절히 증감하여 조정하였다. 이와 같이, 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지의 양을 조정한 경우에는 재차 잘 진탕한 후, 철제 판의 위에서 1분간, 상하로 탭핑(3회/초, 진폭 10㎜)하여 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지를 빽빽하게 충전한 상태로 하였다. 또한, 탭핑에 대해서는 탭핑 후의 입자층의 상면이 평평하고 또한 수평한 상태가 되도록 탭핑을 실시하였다.

<335> 또한, PIW, PID의 측정시에는 3회의 측정값의 평균값을 채용하기 때문에, 1회의 측정마다 상기 입자층이 형성된 원기둥형 샘플관에 덮개를 해서 잘 진탕하고,재차 철제 판 상에서 1분간 상기와 마찬가지로 상하로 탭핑(3회/초, 진폭 10㎜)을 실시하여, 입자층의 상면이 평평하고 수평한 상태의 측정 샘플을 얻었다.

<336> <측정장치>

<337> PIW, PID의 측정은 도 2에 나타낸 측정장치(10)로 실시하였다. 상기 측정장치(10)(카토텍가부시키가이샤제, KES-G5 핸디압축시험기, 본사 일본국 교토시 미나미쿠)는 압축장치(11), 압축장치(11)의 제어를 행하는 제어장치(12), 압축장치(11)와 제어장치(12)로부터 얻어지는 데이터를 도입하는 컴퓨터(13)를 구비하며, 상기 압축장치(11), 제어장치(12), 컴퓨터(13)는 케이블로 연결되어 있다.

<338> 상기 압축장치(11)는, 도 3에 나타낸 바와 같이, 가동식 스테이지(3), 삽입 프로브(삽입부재)(4), 가동식 로드셀(역계(力計))(5), 변위거리검출기(6)를 구비하고 있다.

<339> 상기 스테이지(3)는 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지(이하, 입자층)(1)이 충전된 측정샘플(2)을 올려놓는 대이며, 삽입 프로브(4)에 대해 진퇴가능하게 되어 있다. 또한, 상기 삽입 프로브(4)는 측정샘플(2) 내의 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지로 이루어진 입자층(1)에 삽입되는 금속 막대이다. 본 실시예에서는 상기 삽입 프로브(4)는, 도 4에 나타낸 바와 같이, 직경이 12.7㎜이고 길이가 40㎜이며, 선단부 5㎜가 구면 다듬질에 의해 둥그스름한 양극 산화알루미늄이다. 또한, 상기 삽입 프로브(4)의 JISB0601-1994에 따라 규격화된 표면거칠기는, 통상, 최대높이가 0~10㎛, 바람직하게는 0~10㎛, 10점 평균거칠기가 0~10㎛, 바람직하게는 0~1㎛이며, 중심선 평균거칠기가 0~5㎛, 바람직하게는 0~1㎛가 사용된다. 상기 삽입 프로브(4)는, 도 4에 나타낸 바와 같이, 로드 셀(5)(도 3)에 나사로 고정되어 설치되며, 로드 셀(5)과 함께 일체가 되어 가동한다.

<340> 또한, 상기 로드셀(5)은 삽입 프로브(4)를 통해, 측정샘플(2) 내의 입자층(1)에 대해, 10kg의 하중을 상한으로 하여 여러 가지 크기의 하중을 부여하는 것이다. 상기 로드 셀(5)은 도 3에 나타낸 바와 같이, 변위거리검출기(6)에 연결되며, 측정샘플(2)에 대해 진퇴 가능하게 형성되어 있다. 상기 변위거리검출기(6)는 로드 셀(5)의 이동거리인 변위거리를 검출한다.

<341> 또한, 도 2에 나타낸 상기 제어장치(12)는 삽입 프로브(4)의 삽입속도를 조정하는 삽입 스피드 조정기, 삽입 프로브(4)로부터 측정 샘플(2)의 입자층에 부여되는 하중을 조정하는 하중 조정기, 로 드셀(5)의 변위거리를 조정하는 변위거리 조정기, 로드 셀(5)의 변위거리를 표시하는 변위거리표시기, 측정샘플(2)의 입자층에 주어지는 하중을 표시하는 하중표시기, 적분계를 구비하고 있다.

<342> 또한, 도 2에 나타낸 컴퓨터(13)는 압축장치(11), 제어장치(12)로부터 얻어지는 데이터를 디지털 데이터로서 도입한다. 이 컴퓨터(13)에는 측정 샘플(2)의 입자층(1)의 상면에 접촉되는 삽입 프로브(4)(즉, 로드 셀(5))의 변위거리나 상기 입자층(1)에 주어지는 하중이 기록된다.

<343> <측정조건 및 측정방법>

<344> 상기 측정장치(10)를 수평하고 진동이 없는 실험대 위에 설치하고, 25℃±1℃, 상대습도 50±5%의 조건으로 조정된 환경 하에서 PID, PIW의 측정을 이하의 수순으로 실시하였다.

<345> 즉, 상기한 수순으로 측정 샘플(2)을 준비하고, 진동을 주지 않으며 상기 측정샘플(2)을 측정장치(10)의 압축장치(11)(도 2)의 스테이지(3) 상에 설치하였다. 계속해서, 도 3에 나타낸 삽입 프로브(4)의 선단이, 측정 샘플(2) 내의 입자층(1)의 상면과 접촉하는 위치까지 스테이지(3)를 상승시켜 고정하였다. 이 상태를 시점(0㎜)으로 하였다.

<346> 그 후, 1㎜/초의 삽입 속도로 삽입 프로브(4)의 선단을 입자층(1)에 침입시켰다. 이 삽입 프로브(4)의 침입개시와 동시에 데이터의 도입을 0.1초 간격으로 하여 측정을 개시하고, 삽입 프로브(4)의 삽입거리와, 삽입 프로브(4)의 삽입에 요한 하중을 측정하였다. 또한, 삽입 프로브(4)의 삽입거리는 상기 시점(0㎜)~20㎜(오차3% 이내)까지의 범위 내로 하였다.

<347> 또한, 도 5에 나타낸 바와 같이, 상기에서 측정된 삽입 거리(㎜)를 횡축으로 하고, 측정된 하중(g중 또는 gf)을 종축으로 하여 그래프를 작성하고, 얻어진 하중의 값을 잇는 곡선과 횡축과의 영역(도면 중, 사선으로 표시한 영역)을, 삽입 거리 0~20㎜의 범위에서 적분하여, 삽입 거리 0~20㎜에서의 삽입 프로브(4)의 삽입에 의한 삽입작업량(PIW)으로 하였다. 또한, 삽입거리가 20㎜에 도달할 때까지 상한하중 10kg에 도달한 경우에는 상한하중 10kg에 도달한 시점에서의 삽입거리를 PID값으로 하고, 삽입하중이 10kg에 도달하지 않고 최대삽입거리 20㎜에 도달한 경우에는 20㎜를 PID값으로 하였다.

<348> 이상과 같은 조작을 3회 반복해서 측정을 하고, 얻어진 3개의 값의 평균치를 측정값으로 하였다. 상기와 같이 하여 결정된 PID, PIW는 PID가 최대삽입거리 20㎜에 도달하고, 또한 PIW의 값이 작을수록 입자층(1)의 입자상 수분흡수제 또는 수분흡수성 수지의 입자로서의 미끄럼성이 높고, 취급성이 뛰어나다고 간주할 수 있다.

<349> 또한, 삽입 프로브(4)의 삽입 거리가 20㎜에 도달하기 전에 하중이 10,000g 중에 도달한 경우에는 분체의 유동

성이 매우 낮다고 간주할 수 있기 때문에, PIW는 구하지 않고, 삽입 프로브(4)의 삽입거리(PID)만으로 평가를 실시하였다.

<350> (11) 생리식염수 흐름유도성(SFC)

<351> 0.69중량% 생리식염수 흐름유도성(SFC)은 입자상 수분흡수제의 팽윤시의 액투과성을 나타내는 값이다. SFC의 값이 클수록 액투과성을 갖는 것을 나타내고 있다. 미국 공개특허 US2004-0106745-A의 생리식염수 흐름유도성(SFC) 시험에 준해 실시하였다.

<352> 도 6에 나타낸 장치를 사용하고, 셀(308)에 균일하게 넣은 입자상 수분흡수제(0.900g)를 인공 오줌 속에서 0.3psi(2.07kPa)의 가압 하, 60분간 팽윤시키고, 겔(310)의 겔층의 높이를 기록하였다. 이어 0.3psi(2.07kPa)의 가압 하, 0.69중량% 염화나트륨 수용액(306)을 일정 정수압으로 탱크(302)로부터 팽윤한 겔층에 통과시켰다.

<353> 도 6에 나타낸 장치의 탱크(302)에는 유리관(304)이 삽입되어 있다. 유리관(304)은 셀(308) 중의 0.69중량% 염화나트륨 수용액(306)의 액면이, 팽윤 겔(310)의 저부로부터 5cm 위의 높이로 유지되도록, 하단의 위를 조정하여 배치되어 있다. 탱크(302) 중의 0.69중량% 염화나트륨 수용액(306)은 콕크 부착 L자관(312)을 통해 셀(308)로 공급되었다. 셀(308)의 아래에는 통과한 액을 포집하는 포집용기(314)가 배치되어 있으며, 포집용기(314)는 상부접시천칭(316) 위에 설치되어 있다. 셀(308)의 내경은 6cm이며, 하부의 바닥면에는 No.400 스테인레스제 철망(메쉬크기 38㎛)(318)이 설치되어 있다. 피스톤(320)의 하부에는 액이 통과하기에 충분한 구멍(322)이 있으며, 저부에는 입자상 수분흡수제 혹은 그 팽윤 겔이, 구멍(322)에 들어가지 않도록 투과성이 좋은 유리필터(324)가 설치되어 있다. 셀(308)은 셀(308)을 올려놓기 위한 대 위에 놓여지며, 이 대는 액의 투과를 방해하지 않는 스테인레스제 철망(326) 위에 설치되어 있다.

<354> 상기 인공 오줌은 염화칼슘의 2수화물 0.25g, 염화칼륨 2.0g, 염화마그네슘의 6수화물 0.50g, 황산나트륨 2.0g, 인산2수소암모늄 0.85g, 인산수소2암모늄 0.15g, 및 순수 994.25g을 첨가한 것을 사용하였다.

<355> 또한, SFC 시험은 실온(20~25℃)에서 실시하였다. 컴퓨터와 천칭을 사용하여, 시간의 함수로서 20초 간격으로 겔층을 통과하는 액체량을 10분간 기록하였다. 팽윤된 겔(310)(의 주로 입자간)을 통과하는 유속 Fs(t)는 증가중량(g)을 증가시간(s)으로 나눔으로써 g/s의 단위로 결정하였다. 일정한 정수압과 안정된 유속이 얻어진 시간을 ts로 하고, ts와 10분간의 사이에 얻은 유속을 사용하여, Fs(t=0)의 값, 즉 겔층을 통과하는 최초의 유속을 계산하였다. Fs(t=0)은 Fs(t)의 시간에 대한 최소자승법의 결과를 t=0으로 외삽함으로써 계산하였다. 그리고, 이하의 식(10)을 사용하여 생리식염수 흐름유도성(가압하 액통과속도)을 구하였다. 또한, 가압하 액통과속도의 단위는 ($10^{-7}\cdot cm^{3}\cdot s\cdot g^{-1}$)이다.

<356>
$$\text{가압하액통과속도}=\frac{Fs(t=0)\times Lo}{\rho\times A\times\Delta P}=\frac{Fs(t=0)\times Lo}{139506}$$

<357> ...(10)

<358> 여기서,

<359> Fs(t=0) : g/s로 나타낸 유속

<360> Lo : cm으로 표시한 겔층의 높이

<361> ρ : NaCl 용액의 밀도(1.003g/㎤)

<362> A : 셀(41)중의 겔층 상측의 면적(28.27㎠)

<363> △P : 겔층에 걸리는 정수압(4920dyne/㎠)이다.

<364> (12) 이완벌크밀도(벌크비중)

<365> JIS K3362에 따라 측정하였다. 구체적으로는 도 7에 나타낸 측정기를 사용하여 하기의 방법에 따라 측정하였다.

<366> 1) 측정기를 안정적인 대의 위에 놓고, 삼각 나사를 조절하여 수평으로 유지하며, 건조한 깔때기(101)를 스탠드에 수직으로 올려놓고, 아래의 구멍에 댐퍼(102)를 가볍게 대고 막는다.

<367> 2) 깔때기(101)의 바로 아래에, 미리 세정건조하여 질량을 0.1g까지 잰 컵(103)을 두고, 이어 축분한 시료 100.0g을 조용하게 깔때기(101) 내에 넣는다.

<368> 3) 댐퍼(102)를 신속하게 완전개방하여, 깔때기(101) 내의 시료를 컵(103) 중에 자연낙하시킨다. 시료가 덩어리 형태로 깔때기(101)에 부착될 경우에는 미리 유리막대로 잘게 해체해 둔다. 컵(103)으로부터 솟아오른 부분은 유리막대(지름 약 8㎜, 길이 약 150㎜)로 미끄러져 떨어지도록 한 후, 시료가 든 컵(103)의 질량을 0.1g까지 잰다.

<369> 그리고, 다음 식에 따라 이완벌크밀도를 구하였다.

<370> $A=(W_2-W_1)/V$

<371> 여기서,

<372> A : 이완벌크밀도(g/㎖)

<373> W_2 : 시료가 든 컵의 질량(g)

<374> W_1 : 빈 컵의 질량(g)

<375> V : 컵의 용량(㎖)이다.

<376> 또한, 이완벌크밀도는 단순히 벌크밀도, 혹은 벌크비중이라 불리우고 있는 것이 대부분이며, 그들과 동일한 것이다.

<377> (13) 유하속도

<378> 이완벌크밀도 측정시에 동시에 측정하였다. 구체적으로는 상기 이완벌크밀도를 측정하는 조작의 3)에 있어서, 댐퍼(102)를 가볍게 완전개방으로 한 순간부터, 시료 전량이 깔때기(101)로부터 완전히 낙하할 때까지의 시간을 측정하였다. 이 시간을 t(s)로 하여, 다음 식에 따라 유하속도를 구하였다.

<379> $Ve=100/t$

<380> 여기서,

<381> Ve : 유하속도(g/s)이다.

<382> (14) 압축벌크밀도

<383> 이하의 방법으로 측정하였다.

<384> 1) 미리 충분히 세정, 건조하여 질량을 0.1g의 단위까지 잰 용량 250㎖, 내경 약 38㎜의 메스실린더에, 스파툴라(spatula)로 약 100g의 입자상 수분흡수제를 넣고, 시료함유 메스실린더의 질량을 측정하여 그 차로부터 시료의 질량 m(g)을 계산한다.

<385> 2) 시료함유 메스실린더를 평평한 실험대 상에서 약 3㎜의 높이로부터 100회 태핑하고, 시료의 체적을 1㎖까지 정확하게 읽는다.

<386> 3) 다시 탭핑을 100회 반복하고, 재차 시료의 체적을 판독하고, 2개의 판독값의 차가 1㎖ 이하이면, 작은 쪽의 체적V(㎖)을 채용하여 실험을 종료한다.

<387> 2개의 판독값의 차가 1㎖를 초과할 경우에는 다시 100회 탭핑을 반복하고, 연속하는 2개의 탭핑 후에 측정한 체적의 차가 1㎖을 초과하지 않게 될 때까지 계속한다.

<388> 2개의 판독값의 차가 1㎖ 이하가 된다면, 작은 쪽의 체적V(㎖)을 채용하여 실험을 종료하고, 다음 식에 따라 압축벌크밀도를 구한다.

<389> $P=m/V$

<390> 여기서

<391> P : 압축벌크밀도(g/㎖)이다.

<392> (15) 압축도

<393> 이완벌크밀도(A, g/mℓ) 및 압축벌크밀도(P, g/mℓ)의 값으로부터, 다음 식에 따라 압축도를 계산하였다.

<394> C=(P-A)/P×100

<395> 여기서,

<396> C : 압축도(%)이다.

<397> (16) 교반저항

<398> RV12형 점도계(HAAKE사)에 SV2PSt형 로터 및 MV 용기를 설치하고, 로터의 저항측정부가 완전히 보이지 않게 되는 양의 입자상 수분흡수제(약 80g)를, 스파툴라로 MV용기 내에 투입하고, 로터를 16rpm으로 회전시켰다. 회전개시 1분 후의 토크T(N·cm)을 읽어들여, 입자상 수분흡수제의 교반저항으로 하였다.

<399> [참고예 1]

<400> 75몰%의 중화율을 갖는 아크릴산나트륨의 수용액 5500g(단량체 농도 38중량%)에, 폴리에틸렌글리콜디아크릴레이트(에틸렌옥사이드의 평균부가몰수 8) 5.9g을 용해하여 반응액으로 만들었다. 이어, 이 반응액을 질소가스 분위기 하에서 30분간 탈기하였다. 그 후, 시그마형 날개를 2개 갖는 내용적 10L의 쟈켓 구비 스테인레스제 쌍완형 니이더에 덮개를 부착하여 형성한 반응기에, 상기 반응액을 공급하고, 반응액을 30℃로 유지하면서 시스템을 질소가스 치환하였다. 계속해서, 반응액을 교반하면서, 과황산나트륨 2.46g 및 L-아스코르빈산 0.10g을 첨가하였더니, 약 1분 후에 중합이 개시하였다. 그리고, 30℃~90℃에서 중합을 실시하고, 중합개시 60분 후에 함수겔형 중합체를 꺼내었다. 얻어진 함수 겔형 중합체는 그 지름이 약 5㎜로 세분화되어 있었다. 이 세분화된 함수 겔형 중합체를 50메쉬(메쉬크기 300㎛)의 철망 위에 펼치고, 150℃에서 90분간 열풍건조시켰다. 그 후, 건조물을 진동 밀을 사용하여 분쇄하고, 다시 20메쉬(메쉬크기 850㎛)의 철망에서 분급, 조제함으로써, 부정형 파쇄상의 수분흡수성 수지(a)를 얻었다. 얻어진 수분흡수성 수지(a) 100부에, 에틸렌글리콜글리시딜에테르 0.03부, 프로필렌글리콜 0.5부와, 1,4-부탄디올 0.3부와, 물 3부로 이루어진 표면가교제를 혼합하였다. 상기의 혼합물을 200℃에서 45분간 가열처리함으로써 수분흡수성 수지(A)를 얻었다. 얻어진 (A)의 σζ는 0.35, D50은 370㎛, 150㎛ 미만의 입자의 비율은 2중량%이고, 가용분량은 17중량%이었다.

<401> 수분흡수성 수지(A)의 5분, 30분의 흡수배율, 흡수배율의 5분 도달율, 2.03kPa, 4.83kPa 하에서의 가압하 흡수배율, 표면장력의 측정결과를 표 1에 나타내었으며, 흡습시의 유동성 지수, 흡습율, 유하시간, PID, PIW의 측정결과를 표 2에 나타내었다.

<402> [참고예 2]

<403> 냉각관과 교반날개, 교반날개를 회전시키는 모터를 설치한 용량 500mℓ의 세퍼러블 플라스크에 아크릴산 14g, 스테아릴아크릴레이트 6g, 개시제로서 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN) 0.1g 및 용매로서 에틸알콜 80g을 넣고 완전히 용해하여 반응액으로 만들었다. 그 후, 이 반응액을 질소가스분위기 하에서 15분간 탈기하였다. 이어, 질소기류 하, 65℃의 탕욕에 상기 반응액을 포함한 세퍼러블 플라스크를 침지하고, 교반하 2시간 중합반응을 실시하였다. 2시간 후 온도를 75℃로 올리고, 다시 1시간 반응을 실시하였다. 그 후, 반응액을 냉각하고, 고분자 첨가제인 아크릴산-스테아릴아크릴레이트 공중합체를 20중량% 함유하는 고분자 첨가제 함유 용액(B-1)을 얻었다.

<404> [실시예 1]

<405> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제 함유 용액(B-1, 20중량% 에탄올 용액)을 1.5부(고분자 첨가제로서 0.3부), 5부(고분자 첨가제로서 1부) 각각 첨가, 혼합하고, 그 후 60℃에서 3시간 진공건조함으로써, 입자상 수분흡수제(1), (2)를 얻었다.

<406> 얻어진 입자상 수분흡수제 (1) 및 (2)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<407> [참고예 3]

<408> 냉각관과 교반날개, 교반날개를 회전시키는 모터를 설치한 용량 500mℓ의 세퍼러블 플라스크에 아크릴산 10g, 라우릴아크릴레이트 10g, 개시제로서 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN) 0.1g 및 용매로서 에틸알콜 80g을 넣고 완전히 용해하여 반응액으로 만들었다. 그 후, 이 반응액을 질소가스 분위기하에서 15분간 탈기하였다. 이어, 질소기류 하, 65℃의 탕욕에 상기 반응액을 포함한 세퍼러블 플라스크를 침지하고, 교반하 2시간 중합반응을 실시하였다. 2시간 후 온도를 75℃로 올리고, 다시 1시간 반응을 실시하였다. 그 후, 반응액을 냉각하고,

고분자 첨가제인 아크릴산-라우릴아크릴레이트 공중합체를 20중량% 함유하는 고분자 첨가제 함유 용액(B-2)을 얻었다.

<409> [실시예 2]

<410> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제 함유 용액(B-2, 20중량% 에탄올 용액)을 5부(고분자 첨가제로서 1부) 첨가, 혼합하고, 그 후 60℃에서 3시간 진공건조함으로써, 입자상 수분흡수제(3)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(3)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<411> [실시예 3]

<412> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제 함유 용액(B-2, 20중량% 에탄올 용액) 5부(고분자 첨가제로서 1부), 및 에틸렌글리콜디글리시딜에테르 0.1부의 혼합용액을 5.1부 혼합하고, 그 후 120℃에서 30시간 진공건조함으로써, 입자상 수분흡수제(4)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(4)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<413> [참고예 4]

<414> 사용하는 단량체를 아크릴산으로 바꿔 2-하이드록시에틸아크릴레이트 14g을 사용하는 것 이외에는 참고예 2와 동일한 방식으로 하여, 고분자 첨가제로서 하이드록시에틸아크릴레이트-스테아릴아크릴레이트 공중합체를 20% 함유하는, 고분자 첨가제 함유 용액(B-3)을 얻었다.

<415> [실시예 4]

<416> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제 함유 용액(B-3, 20중량% 에탄올 용액)을 5부(고분자 첨가제로서 1부) 첨가, 혼합하고, 그 후 60℃에서 3시간 진공건조함으로써, 입자상 수분흡수제(5)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(5)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<417> [참고예 5]

<418> 냉각관과 교반날개, 교반날개를 회전시키는 모터를 설치한 용량 500㎖의 세퍼러블 플라스크에 아크릴산 16g, 스테아릴아크릴레이트 4g, 개시제로서 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN) 0.1g 및 용매로서 초산알콜 80g을 넣고 완전히 용해하여 반응액으로 만들었다. 그 후, 이 반응액을 질소가스 분위기하에서 15분간 탈기하였다. 이어, 질소기류 하, 70℃의 탕욕에 상기 반응액을 포함한 세퍼러블 플라스크를 침지하였다. 침지개시 10분 후에는 중합에 의해 생성된 폴리머가 석출됨으로써 반응용액이 흐려지기 시작하고, 20분 후에는 교반을 멈추고 반응을 실시하였다. 40분 후에는 반응시스템 전체가 고화하였다. 침지개시 3시간 후, 냉각하고, 반응에서 얻어진 고화물을 진공하 60℃에서 5시간 건조시켰다. 건조한 고형물은 미립자의 응집체이며, 탁상형 분쇄기로 분쇄하여 75㎛ pass함으로써, 고분자 첨가제 미립자(B-4)를 얻었다.

<419> 주사전자현미경(SEM)에 의해 입자를 관찰한 결과, 직경 1~5㎛의 입자가 모여 생긴 입경 5~50㎛의 응집물이었다.

<420> [실시예 5]

<421> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제 미립자(B-4) 분체를 1부 첨가, 혼합하여 입자상 수분흡수제(6)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(6)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<422> [참고예 6]

<423> 냉각관과 교반날개, 교반날개를 회전시키는 모터를 설치한 용량 500㎖의 세퍼러블 플라스크에 아크릴산 14g, 라우릴아크릴레이트 6g, 개시제로서 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN) 0.1g 및 용매로서 초산에틸 80g을 넣고 완전히 용해하여 반응액으로 하였다. 그 후, 이 반응액을 질소가스 분위기하에서 15분간 탈기하였다. 이어, 질소기류 하, 70℃의 탕욕에, 상기 반응액을 포함한 세퍼러블 플라스크를 침지하였다. 침지개시 10분 후에는 중합에 의해 생성된 폴리머가 석출됨으로써 반응용액이 흐려지기 시작하고, 20분 후에는 교반을 멈추고 반응을 실시하였다. 40분 후에는 반응시스템 전체가 고화하였다. 침지개시 3시간 후, 냉각하고, 반응에서 얻어진 고화물을 진공하 60℃에서 5시간 건조시켰다. 건조한 고형물은 미립자의 응집체이며, 탁상형 분쇄기로 분쇄하여 75㎛ pass함으로써, 고분자 첨가제 미립자(B-5)를 얻었다.

<424> 주사전자현미경(SEM)에 의해 입자를 관찰한 결과, 직경 1~5㎛의 입자가 모여 생긴 입경 5~50㎛의 응

집물이었다.

<425> [실시예 6]

<426> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제 미립자(B-5) 분체를 1부 첨가, 혼합하여 입자상 수분흡수제(7)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(7)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<427> [참고예 7]

<428> 냉각관과 교반날개, 교반날개를 회전시키는 모터를 설치한 용량 500㎖의 세퍼러블 플라스크에 아크릴산 14g, 2-에틸-헥실아크릴레이트 6g, 메틸렌비스아크릴아미드 0.15g, 개시제로서 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN) 0.1g 및 용매로서 초산에틸 80g을 넣고 완전히 용해하여 반응액으로 하였다. 그 후, 이 반응액을 질소가스 분위기하에서 15분간 탈기하였다. 이어, 질소기류 하, 70℃의 탕욕에, 상기 반응액을 포함한 세퍼러블 플라스크를 침지하였다. 침지개시 10분 후에는 중합에 의해 생성된 폴리머가 석출됨으로써 반응용액이 흐려지기 시각하고, 20분 후에는 교반을 멈추고 반응을 실시하였다. 40분 후에는 반응시스템 전체가 고화하였다. 침지개시 3시간 후, 냉각하고, 반응에서 얻어진 고화물을 진공하 60℃에서 5시간 건조시켰다. 건조한 고형물은 미립자의 응집체이며, 탁상형 분쇄기로 분쇄하여 75㎛ pass함으로써, 고분자 첨가제 미립자(B-6)를 얻었다.

<429> 주사전자현미경(SEM)에 의해 입자를 관찰한 결과, 직경 1~5㎛의 입자가 모여 생긴 입경 5~50㎛의 응집물이었다.

<430> [실시예 7]

<431> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제 미립자(B-6) 분체를 1부 첨가, 혼합하여 입자상 수분흡수제(8)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(8)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<432> [참고예 8]

<433> 냉각관과 교반날개, 교반날개를 회전시키는 모터를 설치한 용량 500㎖의 세퍼러블 플라스크에 아크릴산 10g, 스테아릴아크릴레이트 5g, 운데사일레녹시폴리에틸렌글리콜메타크릴레이트(NK에코노머, ML-12G : 신나카무라카가쿠코교가부시키가이사 제품) 5g, 개시제로서 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN) 0.1g 및 용매로서 에틸알콜 80g을 넣고 완전히 용해하여 반응액으로 하였다. 그 후, 이 반응액을 질소가스 분위기하에서 15분간 탈기하였다. 이어, 질소기류 하, 65℃의 탕욕에 상기 반응액을 포함한 세퍼러블 플라스크를 침지하고, 교반하 2시간 중합반응을 실시하였다. 2시간 후, 온도를 75℃로 올리고, 다시 1시간 반응을 실시하였다. 그 후, 반응액을 냉각하고, 고분자 첨가제인 아크릴산-스테아릴아크릴레이트-운데사일레녹시폴리에틸렌글리콜메타크릴레이트 공중합체를 20중량% 함유하는, 고분자 첨가제 함유 용액(B-7)을 얻었다.

<434> [실시예 8]

<435> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제 함유 용액(B-7, 20중량% 에탄올 용액)을 5부(고분자 첨가제로서 1부) 첨가, 혼합하고, 그 후 60℃에서 3시간 진공건조함으로써, 입자상 수분흡수제(9)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(9)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<436> [비교참고예 1]

<437> 냉각관과 교반날개, 교반날개를 회전시키는 모터를 설치한 용량 500㎖의 세퍼러블 플라스크에 아크릴산 10g, 부틸아크릴레이트 10g, 개시제로서 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN) 0.1g 및 용매로서 에틸알콜 80g을 넣고 완전히 용해하여 반응액으로 하였다. 그 후, 이 반응액을 질소가스 분위기하에서 15분간 탈기하였다. 이어, 질소기류 하, 65℃의 탕욕에, 상기 반응액을 포함한 세퍼러블 플라스크를 침지하고, 교반하 2시간 중합반응을 실시하였다. 2시간 후, 온도를 75℃로 올리고, 다시 1시간 반응을 실시하였다. 그 후, 반응액을 냉각하고, 탄소수 7 미만의 탄화수소기밖에 측쇄에 갖지 않는 비교용 고분자 첨가제인 아크릴산-부틸아크릴레이트 공중합체를 20중량% 함유한 비교용 고분자 첨가제 용액(C-1)을 얻었다.

<438> [비교예 1]

<439> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 비교용 고분자 첨가제 용액(C-1, 20중량% 에틸알콜 용액)을 5부(비교 고분자 첨가제로서 1부) 첨가, 혼합하고, 그 후 60℃에서 3시간 진공건조함으로써, 비교

입자상 수분흡수제(CC-1)를 얻었다. 얻어진 비교 입자상 수분흡수제(CC-1)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<440> [비교참고예 2]

<441> 냉각관과 교반날개, 교반날개를 회전시키는 모터를 설치한 용량 500㎖의 세퍼러블 플라스크에 디메틸아미노에틸아크릴레이트염산염 10g, 부틸아크릴레이트 10g, 개시제로서 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN) 0.1g 및 용매로서 이소프로필알콜 80g을 넣고 완전히 용해하여 반응액으로 하였다. 그 후, 이 반응액을 질소가스 분위기하에서 15분간 탈기하였다. 이어, 질소기류 하, 65℃의 탕욕에, 상기 반응액을 포함한 세퍼러블 플라스크를 침지하고, 교반하 2시간 중합반응을 실시하였다. 2시간 후, 온도를 75℃로 올리고, 다시 1시간 반응을 실시하였다. 그 후, 반응액을 냉각하고, 탄소수 7 미만의 탄화수소기밖에 측쇄에 갖지 않는 비교용 고분자 첨가제인 디메틸아미노에틸아크릴레이트염산염-부틸아크릴레이트 공중합체를 20중량% 함유한 비교용 고분자 첨가제 용액(C-2)을 얻었다.

<442> [비교예 2]

<443> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 비교용 고분자 첨가제 용액(C-2, 20중량% 이소프로필알콜 용액)을 5부(비교용 고분자 첨가제로서 1부) 첨가, 혼합하고, 그 후 60℃에서 3시간 진공건조함으로써, 비교 입자상 수분흡수제(CC-2)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(CC-2)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다. 유하시간은 호퍼로부터 흘러내리지 않았기 때문에 측정 불가능하였다. 이 분체는 유동성이 나쁘고, 점착성을 가지며, 용기 등으로의 부착이 다량으로 관찰되었다.

<444> [비교예 3]

<445> 비교예 2에서 얻어진 비교흡수제(CC-2) 100부에, 추가로 첨가제로서 친수성 이산화규소 미분체(아에로질 200(1차 입자의 평균입경 12nm : 닛폰아에로질가부시키가이샤 제품)을 0.5부 첨가, 혼합하여 비교 입자상 수분흡수제(CC-3)를 얻었다. 얻어진 비교 입자상 수분흡수제(CC-3)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타내었다.

<446> [비교예 4]

<447> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에 대해, 고분자 첨가제로서 가교형 폴리아크릴산 폴리머 미분체(상품명: 쥰롱 PW-150: 닛폰쥰야쿠가부시키가이샤 제품: SEM 관찰에 의한 입경 5~50㎛ : 1중량% 수용액 점도 95,000cp)를 1부 첨가 혼합하여, 비교 입자상 수분흡수제(CC-4)를 얻었다. 얻어진 비교 입자상 수분흡수제(CC-4)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타낸다.

<448> [비교예 5]

<449> 참고예 1에서 얻어진 수분흡수성 수지(A) 100부에, 첨가제로서 친수성 이산화규소 미분체(아에로질 200(1차 입자의 평균입경 12nm : 닛폰아에로질가부시키가이샤 제품)을 1부 첨가, 혼합하여 비교 입자상 수분흡수제(CC-5)를 얻었다. 얻어진 비교 입자상 수분흡수제(CC-5)의 물성을 표 1, 표 2-1, 표 2-2에 나타내었다.

<450> 실시예 1~8에서 얻어진 입자상 수분흡수제(1)~(9) 및 비교예 1~5에서 얻어진 비교 입자상 수분흡수제(CC1)~(CC-5)의 5분, 30분의 흡수배율, 흡수배율의 5분 도달률, 2.03kPa, 4.83kPa 하에서의 가압하 흡수배율, 표면장력의 측정결과를 표 1에 나타내었으며, 흡습시의 유동성 지수, 흡습율, 유하시간, PID, PIW, 이완벌크밀도, 압축벌크밀도, 압축도의 측정결과를 표 2-1, 표 2-2에 나타내었다.

표 1

<451>

		GV			AAP1 2.03kPa (g/g)	AAP2 4.83kPa (g/g)	표면장력 (mN/m)
		5분 (g/g)	30분 (g/g)	도달률 (%)			
참고예1	(A)	25	34	74	31	23	73

실시예1	(1)	24	34	71	31	23	73
실시예1	(2)	23	34	68	30	22	74
실시예2	(3)	24	34	71	31	21	64
실시예3	(4)	21	32	66	28	21	66
실시예4	(5)	24	34	71	31	22	75
실시예5	(6)	24	34	71	31	22	72
실시예6	(7)	24	34	71	29	21	66
실시예7	(8)	24	34	71	29	21	55
실시예8	(9)	24	34	71	29	22	69
비교예1	(CC-1)	24	34	71	25	12	44
비교예2	(CC-2)	24	34	71	30	21	33
비교예3	(CC-3)	24	34	71	26	16	35
비교예4	(CC-4)	24	34	71	24	11	73
비교예5	(CC-5)	24	34	71	26	13	73

표 2-1

<452>

		유하시간 (sec)	PID (㎜)	PIW (g중×㎜)	흡습율 (중량%)	흡습유동성 지수(중량%)
참고예1	(A)	10	8	-	12	1
실시예1	(1)	11	20	14300	10	99
실시예1	(2)	11	20	9100	8	100
실시예2	(3)	11	20	39200	10	95
실시예3	(4)	11	20	34700	10	100
실시예4	(5)	12	20	19500	9	100
실시예5	(6)	12	20	12200	10	100
실시예6	(7)	12	20	45300	10	96
실시예7	(8)	12	20	47500	10	95
실시예8	(9)	11	20	11400	9	100
비교예1	(CC-1)	12	9	-	11	2
비교예2	(CC-2)	흘러내리지 않음	20	9800	10	60
비교예3	(CC-3)	15	10	-	10	100
비교예4	(CC-4)	11	7	-	12	2
비교예5	(CC-5)	12	7	-	12	100

표 2-2

<453>

		이완벌크밀도 (g/㎖)	압축벌크밀도 (g/㎖)	압축도 (%)	D50 (㎛)	σ ζ	850/150 (%)
참고예1	(A)	0.65	0.82	21	370	0.35	98.0
실시예1	(1)	0.69	0.81	15	370	0.36	98.0
실시예1	(2)	0.70	0.80	13	380	0.37	98.5
실시예2	(3)	0.68	0.77	12	380	0.37	98.5
실시예3	(4)	0.68	0.78	13	385	0.38	98.5
실시예4	(5)	0.70	0.81	14	375	0.37	98.5
실시예5	(6)	0.72	0.82	12	360	0.34	97.0
실시예6	(7)	0.71	0.82	13	375	0.35	97.0
실시예7	(8)	0.71	0.81	12	375	0.35	97.0
실시예8	(9)	0.72	0.81	11	375	0.37	98.5

비교예1	(CC-1)	0.66	0.82	19	375	0.35	97.0
비교예2	(CC-2)	0.65	0.82	21	400	0.40	99.0
비교예3	(CC-3)	0.63	0.79	20	370	0.35	98.0
비교예4	(CC-4)	0.68	0.84	19	370	0.35	97.0
비교예5	(CC-5)	0.62	0.77	19	370	0.35	98.0

<454> [합성예 1: 수분흡수성 수지의 합성]

<455> 48.5중량% 가성소다 수용액을 4.95g/초, 아크릴산을 6.12g/초, 30중량% 폴리에틸렌글리콜디아크릴레이트(수평균분자량 523) 수용액(Ⅰ)을 0.0672g/초, 20중량% 아크릴산 수용액 97.9중량부에 2-하이드록시메틸-2-메틸프로피오페논을 0.989중량부, 디에틸렌트리아민5초산3나트륨을 1.08중량부 용해한 용액(Ⅱ)을 0.0758g/초, 물을 5.23g/초의 유량이 되도록 설정하여, 연속적으로 믹서에 공급하여 혼합하였다. 이 때의 단량체 수용액 온도는 95℃이었다. 추가로 3중량% 과황산나트륨 수용액을 0.223g/초의 유량으로 첨가한 후, 약 100℃로 유지된 1.7m/분의 속도로 주행하는 유효길이(모노머 공급구로부터 벨트 말단까지의 거리) 3.2m의 엔들리스 벨트 상에 4.9㎜의 두께가 되도록 연속적으로 공급하였다. 벨트 상에 공급된 단량체 수용액은 신속하게 중합하고, 수증기를 발생하면서 팽창하며, 중합개시 약 1분 후에 수축하였다. 수축한 함수 중합체를 벨트 말단에서 회수하고, 미트쵸퍼(meatchopper)로 안내하여, 연속적으로 잘게 절단하였다. 잘게 절단한 함수 중합체를 180℃로 온도 조절한 열풍건조기로 40분간 건조한 후, 롤 밀로 분쇄하였다. 이어 분쇄물을 메쉬크기 850㎛의 JIS 표준시이브와 메쉬크기 150㎛의 JIS 표준시이브로 분급하여, 850㎛을 통과하고 150㎛를 통과하지 않는 수분흡수성 수지(베이스 폴리머)를 얻었다.

<456> [실시예 9]

<457> 상기 합성예 1에서 얻은 수분흡수성 수지의 분체 100중량부에, 1,4-부탄디올 0.34 중량부, 프로필렌글리콜 0.56중량부, 물 3.0중량부, 폴리옥시에틸렌(20) 소르비탄모노스테아레이트(카오우가부시키가이샤 제품) 0.0010중량부의 혼합액으로 이루어진 표면처리제를 혼합하였다. 그 후, 혼합물을 210℃에서 30분간 가열처리함으로써, 표면이 가교된 입자상 수분흡수제(10)를 얻었다. 입자상 수분흡수제의 물성을 표 3에 나타낸다.

<458> [실시예 10]

<459> 폴리옥시에틸렌(20) 소르비탄모노스테아레이트의 양을 0.0015중량부로 한 것 이외에는 상기 실시예 9와 동일한 조작을 하여 입자상 수분흡수제(11)를 얻었다. 입자상 수분흡수제의 물성을 표 3에 나타낸다.

<460> [실시예 11]

<461> 폴리옥시에틸렌(20) 소르비탄모노스테아레이트의 양을 0.0020중량부로 한 것 이외에는 상기 실시예 9와 동일한 조작을 하여 입자상 수분흡수제(12)를 얻었다. 입자상 수분흡수제의 물성을 표 3에 나타낸다.

<462> [실시예 12]

<463> 폴리옥시에틸렌(20) 소르비탄모노스테아레이트의 양을 0.0050중량부로 한 것 이외에는 상기 실시예 9와 동일한 조작을 하여 입자상 수분흡수제(13)를 얻었다. 입자상 수분흡수제의 물성을 표 3에 나타낸다.

<464> [실시예 13]

<465> 폴리옥시에틸렌(20) 소르비탄모노스테아레이트의 양을 0.010중량부로 한 것 이외에는 상기 실시예 9와 동일한 조작을 하여 입자상 수분흡수제(14)를 얻었다. 입자상 수분흡수제의 물성을 표 3에 나타낸다.

<466> [비교예 6]

<467> 상기 합성예 1에서 얻은 수분흡수성 수지의 분체 100중량부에, 1,4-부탄디올 0.34중량부, 프로필렌글리콜 0.56중량부, 물 3.0중량부의 혼합액으로 이루어진 표면처리제를 혼합하였다. 그 후, 혼합물을 210℃에서 30분간 가열처리함으로써, 표면이 가교된 비교 입자상 수분흡수제(CC-6)를 얻었다. 입자상 수분흡수제의 물성을 표 3에 나타낸다.

<468> [비교예 7]

<469> 폴리옥시에틸렌(20) 소르비탄모노스테아레이트의 양을 0.015중량부로 한 것 이외에는 상기 실시예 9와 동일한 조작을 하여, 비교 입자상 수분흡수제(CC-7)를 얻었다. 입자상 수분흡수제의 물성을 표 3에 나타낸다.

표 3

<470>

	실시예					비교예	
	9	10	11	12	13	6	7
입자상 수분흡수제	(10)	(11)	(12)	(13)	(14)	(CC-6)	(CC-7)
계면활성제 사용량 (중량부)	0.0010	0.0015	0.0020	0.0050	0.010	-	0.015
표면장력(mN/m)	72.5	73.0	71.0	61.4	58.4	72.5	52.7
CRC1(g/g)	30	30	31	31	31	30	31
AAP2(g/g)	26	25	25	25	24	25	24
SFC($10^{-7}\cdot cm^{3}\cdot s\cdot g^{-1}$)	43	45	42	42	39	45	39
질량평균입경(㎛)	430	440	420	420	420	430	430
대수 표준편차	0.37	0.35	0.38	0.38	0.36	0.37	0.37
이완벌크밀도(g/㎖)	0.60	0.64	0.67	0.67	0.68	0.59	0.68
유하속도(g/s)	8.7	9.0	8.7	8.8	8.9	7.6	9.0
압축벌크밀도(g/㎖)	0.73	0.72	0.73	0.72	0.73	0.73	0.73
압축도(%)	17	11	8	6	7	20	6
교반저항(N*cm)	0.36	0.35	0.23	0.21	0.20	0.39	0.20
PIW(g중×mm)	37400	24200	7900	8500	7800	-	7400
PID(mm)	20	20	20	20	20	9	20
850/150㎛(%)	100	100	100	100	100	100	100

<471> [합성예 2 : 수분흡수성 수지의 합성]

<472> 시그마형 날개를 2개 갖는 쟈켓 구비 스테인레스제 쌍완형 니이더 중에서, 71.3몰%의 중화율을 갖는 아크릴산나트륨의 수용액에, 폴리에틸렌글리콜디아크릴레이트 0.10몰%를 용해시켜 반응액으로 하였다. 이어, 이 반응액을 질소가스로 탈기하였다. 그 후, 반응액에 10중량% 과황산나트륨 수용액 및 0.1중량% L-아스코르빈산 수용액을 교반하면서 첨가하였더니, 약 1분 후에 중합이 개시되었다. 그리고, 생성한 겔을 분쇄하면서, 20~95%로 중합을 실시하여, 중합개시 20분 후에 겔형의 함수 중합체를 꺼내었다. 얻어진 함수 중합체는 그 지름이 약 5mm 이하로 세분화되어 있었다.

<473> 이 세분화된 함수 중합체를 170℃에서 50분간 열풍건조시켰다. 건조물을 롤 밀을 사용하여 분쇄하고, 또한 메쉬크기 850㎛ JIS 표준시이브와 메쉬크기 150㎛의 JIS 표준시이브로 분급하여, 850㎛를 통과하고 150㎛를 통과하지 않는 베이스 폴리머의 분체를 얻었다. 얻어진 베이스 폴리머의 분체 100중량부에, 1,4-부탄디올 0.5중량부, 프로필렌 글리콜 1.0중량부, 물 3.0중량부의 혼합액으로 이루어진 표면처리제를 혼합하였다. 그 후, 혼합물을 210℃에서 약 30분간 가열처리함으로써, 표면이 가교된 수분흡수성 수지를 얻었다.

<474> [실시예 14]

<475> 상기 합성예 2에서 얻은 수분흡수성 수지 100g 및 스테아린산 아연 0.6mg을 500㎖의 폴리용기에 넣고, 폴리용기를 흔들어 섞음으로써 혼합하여 입자상 수분흡수제(15)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(15)의 이완벌크밀도를 JIS K3362를 따라 측정하였다. 또한, 입자상 수분흡수제의 수분흡수특성(CRC2, AAP1, SFC)도 측정하였다. 그 결과를 표 4에 나타낸다.

<476> [실시예 15]

<477> 상기 스테아린산아연의 양을 0.15mg으로 한 것 이외에는 상기 실시예 14와 동일한 조작을 하여 입자상 수분흡수제(16)를 얻었다. 또한, 실시예 14와 마찬가지로 하여, 얻어진 입자상 수분흡수제(16)의 이완벌크밀도 및 수분흡수특성(CRC2, AAP1, SFC)을 측정하였다. 그 결과를 표 4에 나타낸다.

<478> [비교예 8]

<479> 상기 합성예 2에서 얻은 수분흡수성 수지 100g에 대해, 스테아린산아연을 첨가 혼합하지 않고, 실시예 4와 동일한 조작을 하여, 비교 입자상 수분흡수제(cc-8)를 얻었다. 그리고, 실시예 14와 마찬가지로 하여, 비교 입자상 수분흡수제(cc-8)의 이완벌크밀도 및 수분흡수특성(CRC2, AAP1, SFC)을 측정하였다. 그 결과를 표 4

에 나타낸다.

<480> [실시예 16]

<481> 상기 합성예 2에서 얻은 수분흡수성 수지 100g 및 에루크산아미드 1mg를 스테인리스제 비이커에 넣고, 150℃의 대류식 건조기 중에 5분간 두었다. 비어커를 꺼내고, 온도계를 넣어 온도를 측정하면 약 75℃이었다. 온도측정 후, 천천히 흔들어 섞었다. 실온까지 방냉하여 입자상 수분흡수제(17)를 얻었다. 얻어진 입자상 수분흡수제(17)의 이완벌크밀도 및 유하속도를 JIS K3362에 따라 측정하였다. 또한, 입자상 수분흡수제(17)의 수분흡수특성(CRC2, AAP1, SFC)도 측정하였다. 그 결과를 표 4에 나타낸다.

<482> [비교예 9]

<483> 상기 합성예 2에서 얻은 수분흡수성 수지 100g에 대해, 에루크산아미드를 첨가혼합하지 않고, 실시예 16과 동일한 조작을 하여, 비교 입자상 수분흡수제(cc-9)를 얻었다. 그리고, 실시예 16과 마찬가지로 하여, 비교 입자상 수분흡수제(cc-9)의 이완벌크밀도 및 수분흡수특성(CRC2, AAP1, SFC)을 측정하였다. 그 결과를 표 4에 나타낸다.

<484> 또한, 상기 실시예 14~16, 및 비교예 8, 9 각각에서 얻어진 입자상 수분흡수제에 관해, PID, PIW, 표면장력을 측정하였다. 그 측정결과도 표 4에 나타낸다.

표 4

<485>

		실시예			비교예	
		14	15	16	8	9
입자상 수분흡수제		(15)	(16)	(17)	(cc-8)	(cc-9)
수분흡수성수지	사용량(g)	100	100	100	100	100
활제	종류	스테아린산아연	스테아린산아연	에루크산 아미드	-	-
	사용량(mg)	0.6	1.5	1.0	-	-
이완벌크밀도 (벌크비중)(g/㎖)		0.70	0.72	0.70	0.67	0.66
유하속도(g/s)		-	-	11.4	-	10.2
흡수배율(CRC1)(g/g)		30	30	31	30	31
가압하 흡수배율 (AAP2)(g/g)		25	26	25	25	25
생리식염수흐름유도성 (SFC)($10^{-7}\cdot cm^{3}\cdot s\cdot g^{-1}$)		42	39	40	40	43
PIW(g중×mm)		22400	8100	1350	-	-
PID(mm)		20	20	20	7	7
표면장력(mN/m)		73	73	72	74	73
압축벌크밀도(g/㎖)		0.82	0.83	0.83	0.83	0.82
압축도(%)		15	12	16	19	20
850/150㎛(%)		100	100	100	100	100

<486> [실시예 17]

<487> <수분흡수성 물품의 작성>

<488> 평가용 수분흡수성 물품은 하기의 방법에 의해 작성하였다.

<489> 먼저, 상기 실시예 1에서 얻어진 입자상 수분흡수제(1) 50중량부와, 목재분쇄펄프 50중량부를, 믹서를 이용하여 건식 혼합하였다. 이어, 얻어진 혼합물을 400메쉬(메쉬크기 38㎛)로 형성한 와이어 스크린 상에 패치형 공기초조(抄造)장치에 의해 공기를 이용하여 가공함으로써, 120mm×400mm 크기의 웨브(web)로 형성하였다. 또한, 이 웨브를 압력 2kg/㎠(196.14kPa)으로 60초간 프레스함으로써, 평량이 약 500g/㎡인 수분흡수체를 얻었다. 그 후, 불투액성의 폴리프로필렌으로 이루어지고, 소위 레그 개더를 갖는 백 시트(액투과성 시트)를 양면 테이프를 이용해 그 순서대로 서로 점착함과 함께, 이 점착물에 2개의 소위 테이프 파스너를 부착함으로써, 수

분흡수성 물품(종이 기자귀)을 얻었다.

<490> <흡수성 물품의 성능평가>

<491> 상기 수분흡수성 물품을 톱 시트가 위가 되도록, 수평한 실험대 위에 놓고, 주름이 없도록 잘 펼친 상태에서 수분흡수성 물품의 네 모퉁이를 점착 테이프로 고정하였다. 이어, 그 위에 20메쉬(메쉬크기 850㎛)의 철망(140㎜×400㎜)을 놓고, 또한 중심부로부터 액체를 투입할 수 있도록 중심부에 직경 70㎜, 높이 50㎜의 원통을 부설한 아크릴판(140㎜×400㎜)을 설치하였다. 또한, 사용한 아크릴판의 질량은 1.5kg이었다. 계속해서, 아크릴판 상에서 동시에 원통의 양측에 4.25kg의 추를 하나씩(총 2개) 놓았다. 아크릴판의 질량과 추의 질량의 합계가 10kg이고, 수분흡수체에 걸리는 하중은 2.06kPa로 되어 있다. 이 상태에서 0.9중량% 염화나트륨 수용액(생리식염수)을 원통으로부터 75㎖를 한번에 투입하고, 원통으로부터 액체가 없어질 때까지의 시간을 측정하였다. 이 시간을 액흡수시간이라 정의하였다. 1시간 방치 후, 동일한 조작을 반복해 4회의 액 투입을 하여, 1회~4회째까지의 액투입시간을 측정하였다. 4회째의 액 투입으로부터 1시간 후, 추, 아크릴판, 철망을 신속히 철거하고, 계속해서, 질량을 이미 알고 있는 140㎜×400㎜의 크기로 30장 적층한 페이퍼 타올, 평평한 아크릴판, 10kg의 추 2개를 올려놓았다. 1분 후, 추를 없애고, 페이퍼 타올의 질량을 측정하여, 페이터 타올의 질량변화로부터 리웨트량을 측정하였다.

<492> 1회째부터 4회째까지의 액투입시간이 짧을수록, 수분흡수성 물품이 우수하다고 판단되며, 또한 리웨트량이 적을수록 수분흡수성능이 뛰어나다고 판단된다.

<493> [비교예 10]

<494> 상기 비교예 1에서 얻어진 비교 입자상 수분흡수제(CC-1)에 대해, 상기 실시예 17과 동일한 조작으로 수분흡수성 물품을 작성하여, 성능 평가를 실시하였다.

<495> [비교예 11]

<496> 상기 비교예 5에서 얻어진 비교 입자상 수분흡수제(CC-5)에 대해, 상기 실시예 17과 동일한 조작으로 수분흡수성 물품을 작성하여, 성능 평가를 실시하였다.

<497> 상기 실시예 17 및 상기 비교예 10, 11에서 얻어진 수분흡수성 물품 각각에 대해, 성능 평가를 실시한 결과를 표 5에 나타낸다.

표 5

<498>

	실시예 17	비교예 10	비교예 11
사용한 수분흡수제	입자상 수분흡수제 (1)	비교 입자상 수분흡수제 (CC-1)	비교 입자상 수분흡수제 (CC-5)
1회째의 액투입시간(초)	4	4	4
2회째의 액투입시간(초)	17	18	16
3회째의 액투입시간(초)	20	23	21
4회째의 액투입시간(초)	22	27	22
리웨트량(g)	12	18	16

<499> 또한, 이상 설명한 구체적인 실시형태 또는 실시예는 어디까지나, 본 발명의 기술내용을 밝히기 위한 것으로서, 그와 같은 구체예에만 한정하여 좁은 의미로 해석되어서는 안되며, 본 발명의 정신과 후술하는 특허청구범위 내에서 여러 가지 변경하여 실시할 수 있는 것이다.

산업상 이용 가능성

<500> 본 발명의 수분흡수제는 흡습시의 유동성이 뛰어나며, 뛰어난 흡수특성이나 벌크밀도를 나타내기 때문에, 여러 가지 흡수물품으로서 사용할 수 있다. 구체적으로는 근래 현저하게 성장한 성인용 종이 기저귀를 비롯하여, 어린이용 종이 기저귀나 생리대, 소위 실금 패드, 창상 보호재, 창상 치유재 등과 같은 위생재료(체액흡수물품) 등의 위생재료(체액 흡수물품); 애완동물용 오줌 등의 흡수물품; 건자재나 토양용 보수재, 지수재, 패킹재,겔 수낭(水囊) 등의 토목건축용 자재; 드립 흡수제나 신선도 유지재, 보냉재 등의 식품용 물품; 물과 기름 분리재, 결로방지제, 응고제 등의 각종 산업용 물품; 식물이나 토양 등의 보수재 등과 같은 농원예용 물품 등으로서 바람직하게 사용할 수 있다. 본 발명의 입자상 수분흡수제를 포함하는 흡수물품을 사용하면, 오줌 등

의 리웨트량도 적게 할 수 있으므로, 수분흡수 후도 드라이감이 뛰어나고, 흡수물품을 착용하고 있는 본인, 간병인 등의 부담을 크게 저감할 수 있다.

도면의 간단한 설명

<45> 도 1은 본 발명의 실시예에서 사용한 가압하 흡수배율을 측정하기 위한 장치의 개략적인 구성을 나타내는 단면도이다.

<46> 도 2는 본 발명의 입자상 수분흡수제에 대해, 삽입 거리 및 삽입 작업량을 측정하기 위한 측정장치의 구성을 나타내는 개략 사시도이다.

<47> 도 3은 상기 측정장치에 구비되는 압축장치의 요부를 나타내는 정면도이다.

<48> 도 4는 상기 측정장치에 구비되는 삽입 프로브(삽입부재)를 나타내는 정면도이다.

<49> 도 5는 삽입 프로브(삽입부재)의 각 삽입 거리에서의, 상기 삽입 프로브의 입자층으로의 삽입에 필요한 하중 변화의 일 예를 나타내는 그래프이다.

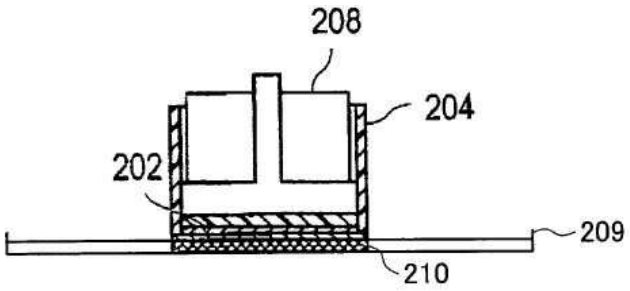
<50> 도 6은 본 발명의 실시예에서 사용한 생리식염수 흐름유도성(SFC)을 측정하기 위한 장치의 개략적인 구성을 나타내는 단면도이다.

<51> 도 7(a)는 본 발명의 실시예에서 사용한, 이완벌크밀도 및 유하속도를 측정하기 위한 장치의 개략적인 구성을 나타내는 단면도이다.

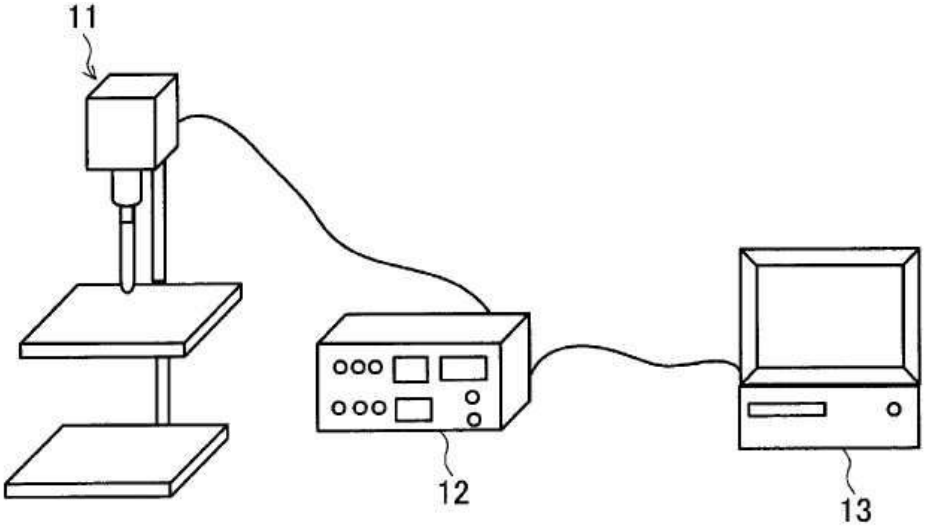
<52> 도 7(b)는 본 발명의 실시예에서 사용한, 이완벌크밀도 및 유하속도를 측정하기 위한 장치의 개략적인 구성을 나타내는 평면도이다.

도면

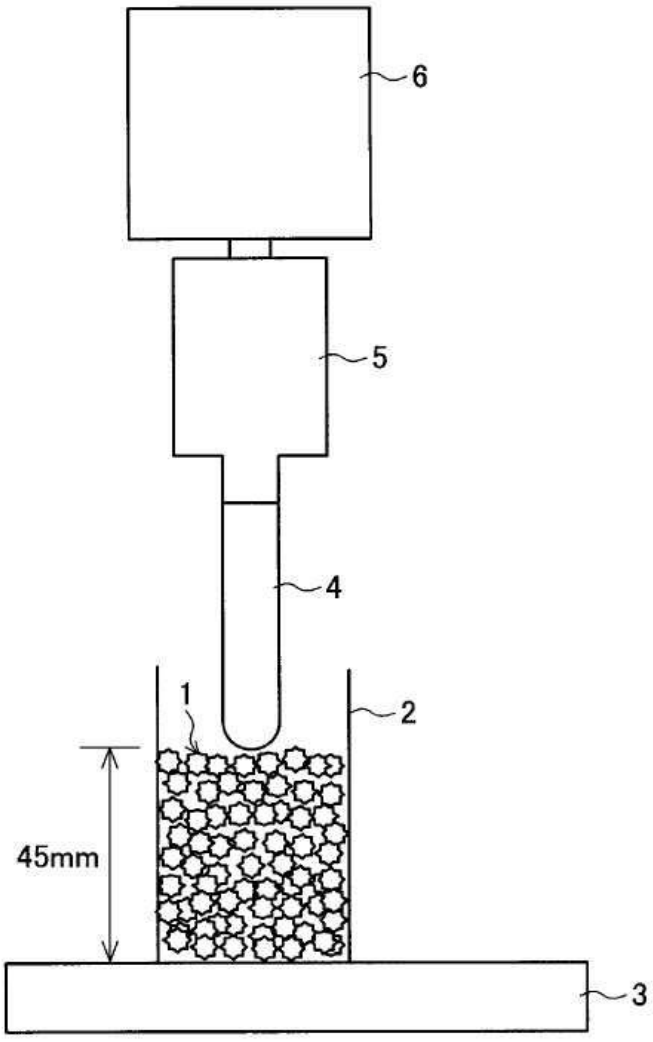
도면1



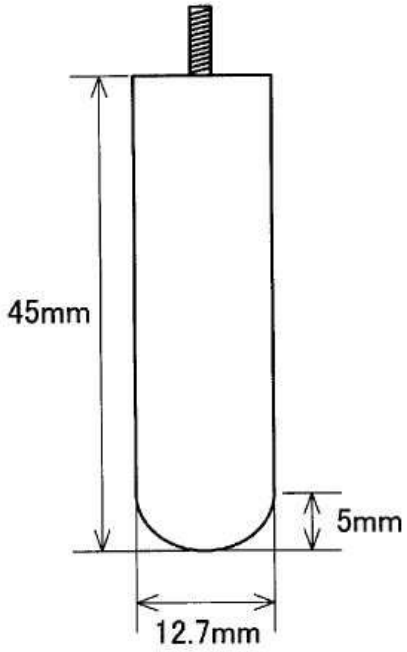
도면2



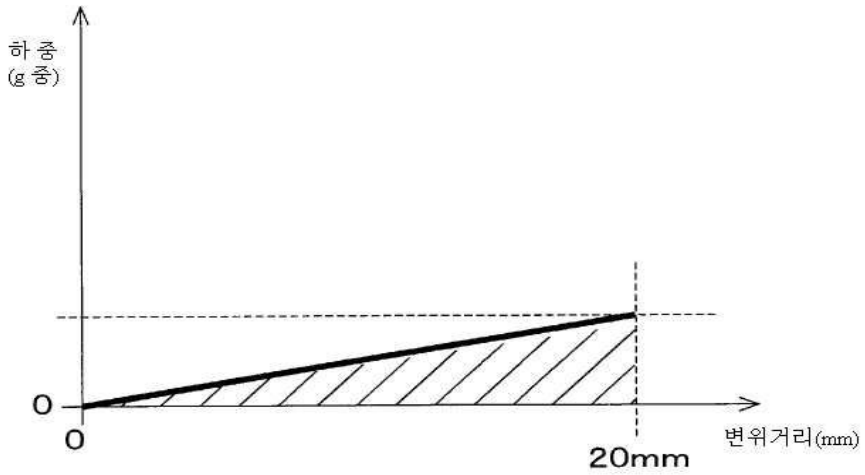
도면3



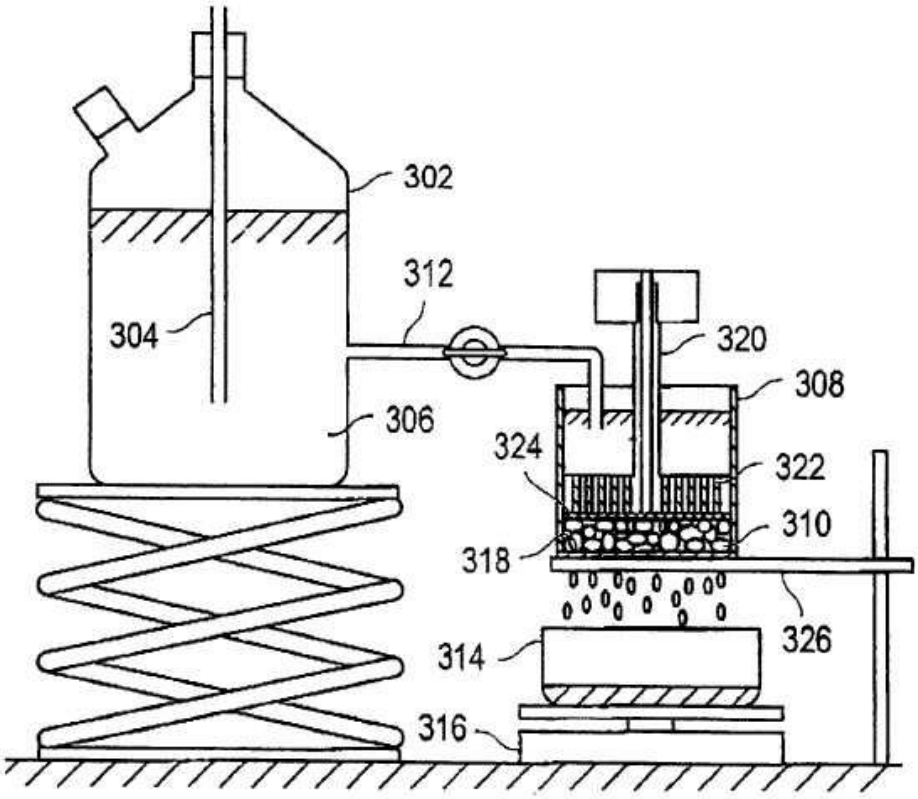
도면4



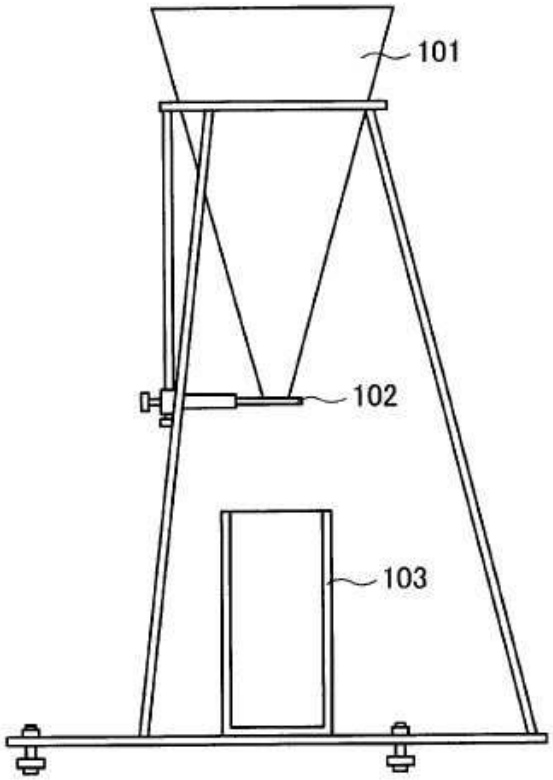
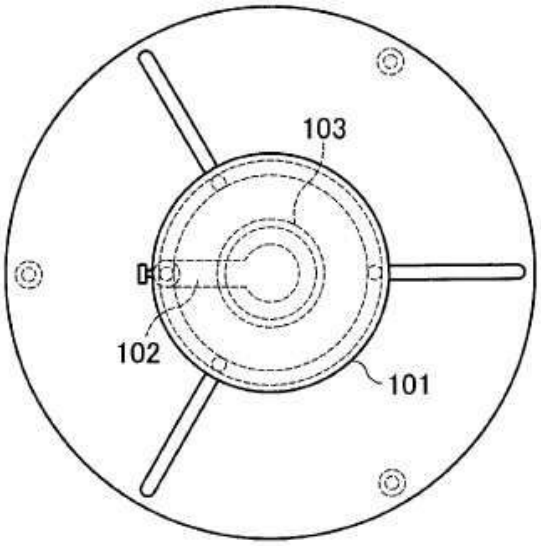
도면5



도면6



도면7a



도면7b