明　細　書

発明の名称 ：

ポリマー分散液の製造方法及び吸水性樹脂粒子の製造方法

技術分野

[0001]　本発明は、ポリマー分散液の製造方法及び吸水性樹脂粒子の製造方法に関する。

背景技術

[0002]　一般的に使い捨て衛生用品は、非透水カバーシートと透水性不織布との間にパルプ繊維と吸水性樹脂を内包し、この吸水性樹脂が水分を含んで膨潤することにより、排泄物を吸収することができるように構成されている。このような衛生用品を使用した後は、焼却するか埋め立てることにより処理されているが、最近では使用済み衛生用品からの部材回収や再利用に関する検討が行われるようになっている。例えば、特許文献１には、吸水性樹脂内の架橋部の切断に着目した吸水性樹脂の分解技術と、吸水性樹脂を分解して得られた水溶性リサイクルポリマーを金属多価イオンによる架橋で凝集物として回収する技術が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開２０２０－４９３９８号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004]　吸水性樹脂の架橋構造が開裂されたポリマーを含むポリマー溶液を逆相懸濁系によって再架橋して吸水性樹脂を再生する際、分散媒中でポリマーが理想的な形状（真球状）を示せば、該ポリマーから再生した吸水性樹脂も真球状になり易い。本発明者の知見によれば、ポリマー溶液をそのまま逆相懸濁系での再架橋に供して吸水性樹脂を再生しようとした場合、分散媒中でポリマーは真球状になり難いため、真球状の吸水性樹脂を再生することは困難で

ある。

[0005] そこで、本発明の一側面は、逆相懸濁系における分散媒中でポリマーが真球状となり易いポリマー分散液の製造方法に関する。

課題を解決するための手段

[0006] 本開示の一側面は、例えば、以下の［１］～［５］を含む。

［１］ ポリマー分散液の製造方法であって、

吸水性樹脂の架橋構造が開裂されたポリマーを含有するポリマー溶液を準備する工程と、

前記ポリマー溶液に、前記ポリマーに対する貧溶媒を接触させることにより固形ポリマーを析出させ、前記固形ポリマーが分散しているポリマー分散液を得る工程と、

を含み、

前記ポリマー分散液の波長４２５ｎｍの光の光路長１ｃｍにおける透過率が０．８５％以下である、製造方法。

［２］ 前記ポリマー分散液の２５℃における粘度が５０００ｍＰａ・ｓ以下である、［１］に記載の製造方法。

［３］ 前記貧溶媒が、炭素数１～１０のアルコール類、フェノール類、及びケトン類からなる群から選択される少なくとも一種を含む、［１］又は［２］に記載の製造方法。

［４］ 前記ポリマーの中和度が４０ｍｏｌ％以上である、［１］～［３］のいずれか一つに記載の製造方法。

［５］ ［１］～［４］のいずれか一つに記載の製造方法により得られる前記ポリマー分散液中の固形ポリマーを架橋させて吸水性樹脂を得る工程を備える、吸水性樹脂粒子の製造方法。

発明の効果

[0007] 本発明の一側面によれば、逆相懸濁系における分散媒中でポリマーが真球状となり易いポリマー分散液の製造方法を提供できる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]吸収体を有する吸収性物品の一例を示す断面図である。

[図2]実施例１で得られたポリマー粉末のＳＥＭ画像である。

[図3]比較例１で得られたポリマー粉末のＳＥＭ画像である。

[図4]比較例２で得られたポリマー粉末のＳＥＭ画像である。

[図5]比較例３で得られたポリマー粉末のＳＥＭ画像である。

発明を実施するための形態

[0009] 本発明は以下の例に限定されるものではない。

[0010] 本明細書において「（メタ）アクリル」はアクリル及びメタクリルの両方を意味する。「アクリレート」及び「メタクリレート」も同様に「（メタ）アクリレート」と表記する。他の類似の用語も同様である。「（ポリ）」とは、「ポリ」の接頭語がある場合及びない場合の双方を意味するものとする。本明細書に段階的に記載されている数値範囲において、ある段階の数値範囲の上限値又は下限値は、他の段階の数値範囲の上限値又は下限値と任意に組み合わせることができる。本明細書に記載されている数値範囲において、その数値範囲の上限値又は下限値は、実施例に示されている値に置き換えてもよい。本明細書に例示する材料は、一種単独で用いられてもよく、２種以上を組み合わせて用いられてもよい。「標準篩」とは、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定される試験用篩（金属製網篩）をいう。特に断りのない限り、実施例及び比較例は１気圧かつ常温常湿の環境で実施され、本明細書で開示された各種パラメータも同環境で測定された値であり、各種試料の温度は常温である。「１気圧」は１０１３２５Ｐａであり、「常温」は２５℃であり、「常湿」は５０％ＲＨである。

[0011] 球状ポリマーの製造方法の一例は、吸水性樹脂の架橋構造が開裂されたポリマーを含有するポリマー溶液を準備する工程（準備工程）と、ポリマー溶液に、ポリマーに対する貧溶媒を接触させポリマーを析出させることにより、固形ポリマーが分散しているポリマー分散液を得る工程（分散工程）と、を含む。

[0012] ＜吸水性樹脂＞

吸水性樹脂は、リサイクル用吸水性樹脂であってもよい。リサイクル用吸水性樹脂は、使用済みの吸水性樹脂（すなわち、吸液によりゲル状となった吸水性樹脂）であってもよく、未使用の吸水性樹脂（例えば、吸水性樹脂の製造工程中に生じる吸水性樹脂の廃棄物）であってもよく、両者の混合物であってもよい。

[0013] リサイクル用吸水性樹脂を含む吸収性物品としては、おむつ（例えば紙おむつ）、トイレトレーニングパンツ、失禁パッド、衛生材料（生理用ナプキン、タンポン等）、汗取りパッド、ペットシート、簡易トイレ用部材、及び動物排泄物処理材が挙げられる。吸収性物品は使用済みのものであってもよい。使用済みの吸水性物品から回収されたリサイクル用吸水性樹脂は、使用時の吸液によってゲルを形成していてもよい。

[0014] リサイクル用吸水性樹脂は、水及び吸水性樹脂を含む。リサイクル用吸水性樹脂は、セルロース系繊維、合成繊維等の繊維状物を含有してもよい。

[0015] 吸水性樹脂は、例えば、エチレン性不飽和単量体の重合体（架橋重合体）を含有する。エチレン性不飽和単量体としては、例えば、（メタ）アクリル酸及びその塩、２－（メタ）アクリルアミド－２－メチルプロパンスルホン酸及びその塩、（メタ）アクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチル（メタ）アクリルアミド、２－ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、Ｎ－メチロール（メタ）アクリルアミド、ポリエチレングリコールモノ（メタ）アクリレート、Ｎ，Ｎ－ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、Ｎ，Ｎ－ジエチルアミノプロピル（メタ）アクリレート、並びにジエチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミドが挙げられる。エチレン性不飽和単量体は、アクリル酸及びその塩、メタクリル酸及びその塩、アクリルアミド、メタクリルアミド、並びに、Ｎ，Ｎ－ジメチルアクリルアミドからなる群より選ばれる少なくとも一種の化合物を含んでいてもよい。

[0016] 架橋重合体は、エチレン性不飽和単量体単位以外の単量体単位を含んでいてもよい。架橋重合体におけるエチレン性不飽和単量体単位（特に、（メタ）アクリル酸及びその塩）の割合は、単量体単位の全量に対し７０ｍｏｌ％

～１００ｍｏｌ％であってもよい。エチレン性不飽和単量体のうち、（メタ）アクリル酸及びその塩の占める割合が、７０ｍｏｌ％～１００ｍｏｌ％であってもよい。

[0017] 吸水性樹脂は、例えば、ポリ（メタ）アクリル酸構造を有する架橋重合体を含有する。このような架橋重合体としては、例えば、（メタ）アクリル酸と、（メタ）アクリル酸のカルボキシル基と反応して共有結合を形成し得る架橋剤と、を含有する単量体組成物を重合して得られる重合体；（メタ）アクリル酸を含有する単量体組成物を重合して重合体を得た後、重合体のカルボキシル基と反応して共有結合を形成し得る架橋剤により重合体の表面を処理して得られる重合体；（メタ）アクリル酸と、（メタ）アクリル酸のカルボキシル基と反応して共有結合を形成し得る架橋剤とを含有する単量体組成物を重合して重合体を得た後、重合体のカルボキシル基と反応して共有結合を形成し得る架橋剤により重合体の表面を処理して得られる重合体が挙げられる。

[0018] リサイクル用吸水性樹脂の形状については、特に限定はなく、使用済みのゲルであれば不定形塊状であってよく、未使用のもの（一般的には乾粉）であれば不定形破砕状、鱗片状、粒状等であってよい。

[0019] ＜準備工程＞

準備工程では、吸水性樹脂の架橋構造が開裂されたポリマーを含有するポリマー溶液を準備する。準備工程では、例えば、吸水性樹脂と塩基成分とを接触させることにより、吸水性樹脂の架橋構造が開裂されたポリマーを含有するポリマー溶液を得る。ポリマー溶液は、ポリマー（架橋構造が開裂した架橋重合体）と、塩基成分との混合物であってもよい。ポリマー溶液は、吸水性樹脂（架橋構造が未開裂の架橋重合体）を含有してもよく、含有していなくてもよい。吸水性樹脂が含有する架橋重合体が、ポリ（メタ）アクリル酸構造を有する架橋重合体である場合、ポリマーは、ポリ（メタ）アクリル酸構造を有する重合体であってもよく、ポリマー溶液は、ポリ（メタ）アクリル酸構造を有する重合体と、塩基成分との混合物であってもよい。

[0020] 塩基成分は、無機塩基成分であってよく、例えば、水酸化ナトリウム、アンモニア、水酸化カリウム、及び水酸化カルシウムからなる群から選択される少なくとも一種の無機塩基成分であってよく、架橋構造を開裂させた後のポリマーの凝集を抑制する観点から一価の無機塩基成分であってよく、例えば、水酸化ナトリウム、アンモニア、及び水酸化カリウムからなる群から選択される少なくとも一種の一価の無機塩基成分であってよい。

[0021] ポリマー溶液は、ポリマー溶液を酸成分等と接触させ、ポリマーの中和度を調整してもよい。ポリマーの中和度とは、ポリマー中の酸性基の総量（中和されている酸性基を含む）に対する中和されている酸性基（塩を形成している酸性基）の割合を意味する。例えば、ポリマーがポリアクリル酸の部分中和物である場合、ポリマーの中和度は、ポリアクリル酸の部分中和物に含まれるカルボキシル基及びカルボン酸塩基の総量に対するカルボン酸塩基の割合を意味する。

[0022] ポリマー溶液に含まれるポリマーの中和度は、ポリマーの中和度が高ければ貧溶媒に対する親和性が低下する傾向にあり、固形ポリマーを析出させる貧溶媒の使用量を抑制し易い観点から、４０ｍｏｌ％以上、５０ｍｏｌ％以上、６０ｍｏｌ％以上、又は７０ｍｏｌ％以上であってもよく、再生した吸水性樹脂の肌馴染みをよくする観点から、１００ｍｏｌ％以下、９０ｍｏｌ％以下、８０ｍｏｌ％以下、又は７５ｍｏｌ％以下であってもよい。これらの観点から、ポリマー溶液に含まれるポリマーの中和度は、４０ｍｏｌ％～１００ｍｏｌ％、５０ｍｏｌ％～１００ｍｏｌ％、６０ｍｏｌ％～１００ｍｏｌ％、又は７０ｍｏｌ％～１００ｍｏｌ％であってもよい。

[0023] ポリマー溶液中のポリマーの濃度は、例えば、０．１質量％以上、０．５質量％以上、又は１質量％以上であってもよく、１０質量％以下、７質量％以下、又は５質量％以下であってもよい。ポリマー溶液中のポリマーの濃度は、０．１質量％～１０質量％、０．５質量％～７質量％、又は１質量％～５質量％であってもよい。

[0024] ＜分散工程＞

分散工程では、ポリマー溶液に、ポリマーに対する貧溶媒を接触させ、固形ポリマーを析出させ、固形ポリマーが分散しているポリマー分散液を得る。このとき、ポリマー分散液の波長４２５ｎｍの光の光路長１ｃｍにおける透過率（以下、単に透過率と称する場合がある）は０．８５％以下である。貧溶媒とは、２５℃の１００ｇの溶媒に対するポリマーの溶解度が０．１ｇ未満となる溶媒を意味する。貧溶媒は、水溶性の有機溶媒であってもよい。

[0025] ポリマー溶液に貧溶媒を接触させると、固形ポリマーが析出することにより、ポリマー分散液の透過率が低下する。本発明者の知見によれば、最終的に得られるポリマー分散液の透過率が０．８５％以下となるように接触させる貧溶媒の種類及び／又は使用量を調整することで、逆相懸濁系における分散媒中でポリマーが真球状となり易いポリマー分散液が得られる。

[0026] ポリマー溶液に、ポリマーに対する貧溶媒を接触させる方法は、例えば、ポリマー溶液に貧溶媒を添加する方法、又は貧溶媒にポリマー溶液を添加する方法が挙げられる。波長４２５ｎｍの光の光路長１ｃｍにおける透過率を調整し易くする観点から、ポリマー溶液に貧溶媒を添加する場合、ポリマー溶液に貧溶媒を経時的に添加してもよい。同様の観点から、貧溶媒にポリマー溶液を添加する場合、貧溶媒にポリマー溶液を経時的に添加してもよい。なお、「経時的に添加」とは、所定時間をかけて連続的又は断続的にポリマー溶液（又は貧溶媒）に貧溶媒（又はポリマー溶液）を添加することを意味する。

[0027] 貧溶媒としては、炭素数１～１０のアルコール類、フェノール類、ケトン類、エーテル類、ニトリル類等が挙げられる。貧溶媒は、より高純度の球状ポリマーを得やすい観点から、炭素数１～１０のアルコール類、フェノール類、及びケトン類からなる群から選択される少なくとも一種であってもよい。

[0028] 炭素数１～１０のアルコール類としては、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノール、エチレングリコール、グリセリン等が挙げられる。フェノール類としては、フェノール、クレゾール、ジブチル

ヒドロキシトルエン、オイゲノール等が挙げられる。ケトン類としては、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン等が挙げられる。エーテル類としては、ジメチルエーテル、エチルメチルエーテル、ジエチルエーテル、フラン、テトラヒドロフラン等が挙げられる。ニトリル類としては、アクリロニトリル等が挙げられる。貧溶媒は、メタノール、エタノール、及びアセトンからなる群から選択される少なくとも一種であってもよい。

[0029] 最終的に得られるポリマー分散液における貧溶媒の濃度は、ポリマーの過剰な析出による凝集沈殿物の発生によってポリマー分散液の透過率が高くなることを抑制する観点から、６０質量％以下、５５質量％以下、又は５０質量％以下であってもよい。ポリマー分散液における貧溶媒の濃度は、十分な量のポリマーを析出させる観点から１０質量％以上又は２０質量％以上であってもよい。ポリマー分散液における貧溶媒の濃度は、１０質量％～６０質量％又は２０質量％～５５質量％であってもよい。

[0030] ポリマー分散液の波長４２５ｎｍの光の光路長１ｃｍにおける透過率は、０．８５％以下であり、逆相懸濁系における分散媒中で真球状の粒子を形成し易い固形ポリマーを十分に析出させる観点から、０．８０％以下、０．７０％以下、又は０．７０％未満であってもよい。ポリマー分散液の波長４２５ｎｍの光の光路長１ｃｍにおける透過率は、析出した固形ポリマーの凝集を抑制することにより逆相懸濁系における分散媒中で真球状の粒子を形成し易くする観点から、０．０１％以上、０．１０％以上、０．２０％以上、又は０．３０％以上であってもよい。これらの観点から、ポリマー分散液の透過率は、０．０１％～０．８０％、０．０１％～０．７０％、又は０．０１％以上０．７０％未満であってもよい。ポリマー分散液の波長４２５ｎｍの光の光路長１ｃｍにおける透過率は、後述の実施例に記載の方法により測定される。

[0031] ポリマー分散液の２５℃における粘度は、逆相懸濁系における分散媒に分散し易くすることにより分散媒中で固形ポリマーが凝集することを抑制し、真球状の粒子を形成し易くする観点から、５０００ｍＰａ・ｓ以下、３００

０ｍＰａ・ｓ以下、又は２０００ｍＰａ・ｓ以下であってもよい。ポリマー分散液の２５℃における粘度は、１０ｍＰａ・ｓ以上、５０ｍＰａ・ｓ以上、１００ｍＰａ・ｓ以上、５００ｍＰａ・ｓ以上、１０００ｍＰａ・ｓ以上、１５００ｍＰａ・ｓ以上、３０００ｍＰａ・ｓ以上、５０００ｍＰａ・ｓ以上、又は１００００ｍＰａ・ｓ以上であってもよい。これらの観点から、ポリマー分散液の２５℃における粘度は、５０ｍＰａ・ｓ～５０００ｍＰａ・ｓ、５０ｍＰａ・ｓ～３０００ｍＰａ・ｓ、又は５０ｍＰａ・ｓ～２０００ｍＰａ・ｓ、１００ｍＰａ・ｓ～５０００ｍＰａ・ｓ、１００ｍＰａ・ｓ～３０００ｍＰａ・ｓ、又は１００ｍＰａ・ｓ～２０００ｍＰａ・ｓであってもよい。ポリマー分散液の２５℃における粘度は、後述の実施例に記載の方法により測定される。

[0032] ポリマー分散液を逆相懸濁系における分散媒中に添加した後における、固形ポリマーの乾燥物の中位粒子径は、１００μｍ以上、１５０μｍ以上、又は２００μｍ以上であってもよく、３００μｍ未満又は２９０μｍ以下であってもよく、１００μｍ以上３００μｍ未満であってもよい。なお、固形ポリマーの中位粒子径は、後述の実施例に記載の方法（ポリマー粉末の中位粒子径の測定方法）により測定される。

[0033] ＜架橋工程＞

ポリマー分散液は、逆相懸濁系における分散媒中で真球状となり易いため、逆相懸濁重合に好適に用いることができる。そのため、ポリマー分散液を得た後、得られたポリマー分散液中の固形ポリマーを架橋させて吸水性樹脂を得てもよい。すなわち、本発明の他の実施形態は、上記の製造方法により得られるポリマー分散液中の固形ポリマーを架橋させて吸水性樹脂を得る工程（架橋工程）を備える、吸水性樹脂粒子の製造方法である。

[0034] 固形ポリマーを得た後、架橋工程を実施する前に、ポリマー分散液の粘度を下げる観点から、ポリマー分散液に対して希釈、加熱、塩（１価の陽イオンを含む塩）の添加等を行ってもよい。また、固形ポリマーを得た後、固形ポリマーを架橋する前に、固形ポリマーに対して殺菌処理を行ってもよい。

[0035] 架橋工程では、例えば、固形ポリマーが有する官能基と共有結合を形成し得る架橋剤を含有する溶液を調製し、架橋剤を含有する溶液をポリマー分散液に添加して、共有結合を介して固形ポリマーを架橋させて架橋重合体を得る。架橋工程において、ポリマー分散液がゲル化してもよい。また、ポリマー分散液と、ポリマー分散液を得る際に用いた貧溶媒以外の貧溶媒を含む分散媒とを混合した後、架橋剤を含有する溶液と混合して、球状ポリマーを架橋させて架橋重合体を得てもよい。また、ポリマー分散液を得る際に用いた貧溶媒以外の貧溶媒を含む分散媒に架橋剤を添加した後、ポリマー分散液と混合して、球状ポリマーを架橋させて架橋重合体を得てもよい。固形ポリマーを架橋させることにより、ポリマー分散液全体が流動性を失い、架橋重合体及び水を含むゲルが形成される。ゲルが形成される程度に架橋が進行すると、高い吸水性能を有し、且つ溶解分の少ない吸水性樹脂粒子が特に得られ易い。

[0036] 固形ポリマーが有する官能基としては、カルボキシル基等が挙げられる。固形ポリマーがカルボキシル基を有する場合、固形ポリマーは、カルボキシル基と架橋剤との反応、及び／又はカルボキシル基同士の反応によって架橋される。共有結合は、エステル結合、チオエステル結合、アミド結合、エーテル結合、及び炭素－炭素結合からなる群から選択される少なくとも一種であってもよい。球状ポリマーは、例えば、カルボン酸エステル基、チオエステル基、アミド基、酸無水物基、オキシアルキレン基、及びオキシアリーレン基からなる群から選択される少なくとも一種の基を介して架橋されてもよい。

[0037] 架橋剤としては、例えば、（ポリ）エチレングリコール、（ポリ）プロピレングリコール、（ポリ）グリセリン、ペンタエリスリトール等の脂肪族多価アルコール；（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）プロピレングリコールジグリシジルエーテル、及び（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテル等のグリシジル化合物；Ｎ，Ｎ’－メチレンビス（メタ）アクリルアミド等のビスアクリルアミド化合物；アリル化澱粉；ジアリル

フタレート；Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリアリルイソシアヌレート；ジビニルベンゼン；エチレンジアミン、ポリエチレンイミン、グリシジル（メタ）アクリレート等が挙げられる。

[0038] 架橋剤の量は、固形ポリマー１００質量部に対して、０．０００１質量部以上、０．００１質量部以上、又は０．００５質量部以上であってもよく、１０質量部以下、１０質量部以下、又は５質量部以下であってもよい。架橋剤の量は、固形ポリマー１００質量部に対して、０．０００１質量部～１５質量部、０．００１質量部～１０質量部、又は０．００５質量部～５質量部であってもよい。

[0039] 固形ポリマーを架橋させる際の反応温度は、使用する架橋剤の種類、量等に応じて適宜設定されるが、５０℃以上、８０℃以上、又は１００℃以上であってもよく、２２０℃以下、２００℃以下、又は１８０℃以下であってもよい。固形ポリマーを架橋させる際の反応温度は、５０℃～２２０℃、８０℃～２００℃、又は１００℃～１８０℃であってもよい。

[0040] 固形ポリマーを架橋させる際の反応時間は、使用する架橋剤の種類、量、反応温度等に応じて適宜設定されるが、１分～２００分、又は５分～１５０分であってもよい。

[0041] 架橋工程を経て架橋重合体を得た後、架橋重合体の表面架橋を行う表面架橋工程を実施してもよい。表面架橋は、例えば、表面架橋を行うための架橋剤（表面架橋剤）を架橋重合体に対して添加して反応させることにより行うことができる。

[0042] 表面架橋剤は、架橋重合体との反応性を有する反応性官能基を２個以上有する化合物であってよい。表面架橋剤は、架橋工程における架橋剤と同一であってもよく、異なっていてもよい。

[0043] 表面架橋剤の反応性官能基は、カーボネート基、アルコール性水酸基、エポキシ基、ハロエポキシ化合物中のハロゲノ基、イソシアネート基、オキセタニル基、オキサゾリン基、又はこれらの組み合わせであってもよい。カーボネート基は、他の２分子と反応し得るため、２個の反応性官能基とみなさ

れる。

[0044] カーボネート基を有する表面架橋剤の例は、アルキレンカーボネート（エチレンカーボネート等）を含む。アルコール性水酸基を有する表面架橋剤の例は、エチレングリコール、プロピレングリコール、１，４－ブタンジオール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール、及びポリグリセリンのようなポリオール化合物、並びにヒドロキシアルキルアミド化合物（ビス［Ｎ，Ｎ－ジ（β－ヒドロキシエチル）］アジプアミド等）を含む。２個以上のエポキシ基を有する表面架橋剤の例は（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリントリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル（ポリ）プロピレングリコールポリグリシジルエーテル、及び（ポリ）グリセロールポリグリシジルエーテルを含む。エポキシ基及びハロゲノ基を有するハロエポキシ化合物の例は、エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、及びα－メチルエピクロロヒドリンを含む。イソシアネート基を有する表面架橋剤の例は、２，４－トリレンジイソシアネート、及びヘキサメチレンジイソシアネートを含む。オキセタニル基を有する表面架橋剤の例は、３－メチル－３－オキセタンメタノール、３－エチル－３－オキセタンメタノール、３－ブチル－３－オキセタンメタノール、３－メチル－３－オキセタンエタノール、３－エチル－３－オキセタンエタノール、及び３－ブチル－３－オキセタンエタノールを含む。

[0045] 表面架橋剤の量は、架橋重合体１００質量部に対して、０．００１質量部以上、０．００５質量部以上、又は０．０１質量部以上であってもよく、５質量部以下、３質量部以下、又は１質量部以下であってもよい。架橋剤の量は、架橋重合体１００質量部に対して、０．００１質量部～５質量部、０．００５質量部～３質量部、又は０．０１質量部～１質量部であってもよい。

[0046] ポリマー分散液を分散媒と混合する場合、使用される分散媒は主として疎水性の物質から構成される液体であり、例えば、分散媒は炭化水素系の分散

媒である。炭化水素系の分散媒としては、例えば、ｎ－ヘキサン、ｎ－ヘプタン、２－メチルヘキサン、３－メチルヘキサン、２，３－ジメチルペンタン、３－エチルペンタン、及びｎ－オクタン等の鎖状脂肪族炭化水素；シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、シクロペンタン、メチルシクロペンタン、ｔｒａｎｓ－１，２－ジメチルシクロペンタン、ｃｉｓ－１，３－ジメチルシクロペンタン、及びｔｒａｎｓ－１，３－ジメチルシクロペンタン等の脂環族炭化水素；ベンゼン、トルエン、及びキシレン等の芳香族炭化水素が挙げられる。炭化水素系の分散媒は、１種単独で用いてもよく２種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0047] 分散媒には、固形ポリマーの分散性を向上させる観点から、高分子分散剤、界面活性剤等を含有させてもよい。

[0048] 高分子分散剤としては、例えば、ポリビニルアルコール（ＰＶＡ）、ポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）、ポリエチレングリコール（ＰＥＧ）、ポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコールブロック共重合体、ポリグリセリン、ポリオキシエチレングリセリン、ポリオキシプロピレングリセリン、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレングリセリン共重合体、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル等の親水性高分子分散剤；無水マレイン酸変性ポリエチレン、無水マレイン酸変性ポリプロピレン、無水マレイン酸変性エチレン・プロピレン共重合体、無水マレイン酸変性ＥＰＤＭ（エチレン・プロピレン・ジエン三元共重合体）、無水マレイン酸変性ポリブタジエン、無水マレイン酸・エチレン共重合体、無水マレイン酸・プロピレン共重合体、無水マレイン酸・エチレン・プロピレン三元共重合体、無水マレイン酸・ブタジエン共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・プロピレン共重合体、酸化型ポリエチレン、酸化型ポリプロピレン、酸化型エチレン・プロピレン共重合体、エチレン・アクリル酸共重合体、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース等の疎水性高分子分散剤が挙げられる。

[0049] 界面活性剤としては、例えば、ソルビタン脂肪酸エステル、（ポリ）グリ

セリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、アルキルアリルホルムアルデヒド縮合ポリオキシエチレンエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロック共重合体、ポリオキシエチレンポリオキシプロピルアルキルエーテル、及びポリエチレングリコール脂肪酸エステル等のノニオン系界面活性剤；脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルメチルタウリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸エステル塩、及びポリオキシエチレンアルキルアリルエーテルリン酸エステル塩等のアニオン系界面活性剤が挙げられる。

[0050] 逆相懸濁系において、ポリマー分散液を分散媒と混合する場合、ポリマー分散液と分散媒との体積比率（ポリマー分散液／分散媒）は、分散媒中での固形ポリマーの中位粒子径が大きくなり易い（即ち、得られる架橋重合体の中位粒子径が大きくなることが期待できる）観点から、０．１以上、０．１５以上、０．３以上、又は０．４以上であってもよい。ポリマー分散液と分散媒との体積比率（ポリマー分散液／分散媒）は、逆相懸濁系で架橋しやすい観点から、０．７以下、０．６以下、又は０．５５以下であってもよい。ポリマー分散液と分散媒との体積比率（ポリマー分散液／分散媒）は、０．１～０．７、０．１５～０．６、又は０．１５～０．５５であってもよい。

[0051] 任意の表面架橋工程を経て得られた架橋重合体から水を除去することを含む方法によって、架橋重合体を含む再生吸水性樹脂が形成される。架橋工程に供される反応液が水溶液である場合、反応液自体がゲル化することによって形成された塊状の架橋重合体から水を除去して、架橋重合体を乾燥させて乾燥物を形成する乾燥工程と、乾燥物を粉砕する粉砕工程とを含む方法によ

って、吸水性樹脂粒子が形成される。

[0052] 架橋重合体を乾燥させる方法は、例えば遠心分離のような圧搾法、有機溶剤を利用した脱水、自然乾燥、加熱乾燥、送風乾燥、凍結乾燥、又はこれらの組み合わせのような一般的な方法であってよい。乾燥のための加熱温度は、水を効率的に除去する観点から、８０℃～２２０℃、９０℃～２００℃、又は１００℃～１８０℃であってもよい。

[0053] 乾燥物の含水率は、例えば２０質量％以下、１０質量％以下、又は５質量％以下であってもよい。乾燥物の含水率は、乾燥物の全量を基準とする、乾燥物における水分量の割合を意味する。乾燥物の含水率は、水を含む架橋重合体を２００℃で２時間加熱したときに、加熱前後での架橋重合体の質量の差を、乾燥物の含水率とみなすことができる。

[0054] 架橋重合体を乾燥させる前に、架橋重合体を粗砕することによって、ある程度小さいサイズの構造体を含む粗砕物を形成してもよい。粗砕物を形成することにより、水を効率的に除去することができる。粗砕物を構成する構造体は、例えば、細長い構造体、粒状の構造体（粒子）、又はこれらの組み合わせであることができる。粗砕物は、直径１０ｍｍ又は７ｍｍの円形孔を通過可能な形状を有する複数の構造体を含んでいてもよい。細長い構造体は、曲がっていてもよく、その最大幅が１０ｍｍ以下であれば、直径１０ｍｍの円形孔を通過可能な形状を有するといえる。粒状の構造体（粒子）は不定形であってもよく、向きを変えながら直径１０ｍｍの円形孔を通過可能な形状を有していてもよい。架橋重合体を粗砕する粗砕装置の例としては、ニーダー（例えば、加圧式ニーダー、双腕型ニーダー）、ミートチョッパー、カッターミル、及びファーマミルが挙げられる。

[0055] 乾燥物を粉砕することにより、吸水性樹脂粒子が形成される。粉砕の方法は特に限定されない。例えば、遠心粉砕機、ローラーミル、スタンプミル、ジェットミル、高速回転粉砕機、及び容器駆動型ミル等の粉砕機を用いて乾燥物を粉砕することができる。

[0056] 粉砕により得られた吸水性樹脂粒子を分級してもよい。分級は、粒子群（

粉体）を、粒度分布の異なる２以上の粒子群に分ける操作のことを意味する。分級後の吸水性樹脂粒子の一部を再度、粉砕及び分級してもよい。

[0057] 分級の方法は、特に限定されないが、例えば、スクリーン分級、又は風力分級であってもよい。スクリーン分級は、スクリーンを振動させることによって、スクリーン上の粒子を、スクリーンの網目を通過する粒子と通過しない粒子とに分級する方法である。スクリーン分級は、例えば振動篩、ロータリシフタ、円筒撹拌篩、ブロワシフタ、又はロータップ式振とう器を用いて行うことができる。風力分級は、空気の流れを利用して粒子を分級する方法である。

[0058] 粉砕、及び必要により分級を経て得られる架橋重合体の粉体の中位粒子径が、例えば２００μｍ～５００μｍ、又は２００μｍ～５００μｍであってもよい。分級によって得られた、中位粒子径の異なる２以上の粉体を混ぜ合わせることによって、粒度分布を調整してもよい。架橋重合体の粉末の中位粒子径は、ポリマー分散液と分散媒との混合比率、界面活性剤の添加等により調整することができる。

[0059] ＜吸収性物品＞

図１は、吸水性樹脂粒子を含む吸収体を有する吸収性物品の一例を示す断面図である。図１に示される吸収性物品１００は、膜状の吸収体１０を有する吸水シート５０と、液体透過性シート３０と、液体不透過性シート４０とを備える。

[0060] 吸水シート５０は、吸水性樹脂粒子１の粉体を含む吸収体１０と、２枚のコアラップシート２０ａ，２０ｂとを有する。吸収体１０は、コアラップシート２０ａ，２０ｂの内側に配置されている。吸収体１０は、２枚のコアラップシート２０ａ，２０ｂの間に挟まれることにより、保形されている。コアラップシート２０ａ，２０ｂは、２枚のシートであってもよいし、折り返された１枚のシート、又は１枚の袋体であってもよい。吸収体１０を包むコアラップシート２０ａ，２０ｂの外側に他の構成部材が設けられていないシート部材を、特に吸水シートと称することがある。

[0061] 吸収体１０は、主として吸水性樹脂粒子１の粉体を含み、一定の形状を有するように保形された構成部材である。吸収体１０は、吸水性樹脂粒子１の粉体の他に、繊維状物３を含んでいてもよく、繊維状物３を含んでいなくてもよい。吸収体１０における吸水性樹脂粒子１の含有量が、吸収体１０の質量を基準として５０質量％以上１００質量％以下、６０質量％以上１００質量％以下、７０質量％以上１００質量％以下、８０質量％以上１００質量％以下、又は９０質量％以上１００質量％以下であってもよい。

[0062] 吸収体１０の厚さは、例えば２０ｍｍ以下、１５ｍｍ以下、１０ｍｍ以下、５ｍｍ以下、４ｍｍ以下、又は３ｍｍ以下であってよく、０．１ｍｍ以上、又は０．３ｍｍ以上であってもよい。吸収体１０の厚さが、０．１ｍｍ以上２０ｍｍ以下であってもよい。吸収体１０の単位面積当たりの質量は、１０００ｇ／ｍ^{2}以下、８００ｇ／ｍ^{2}以下、又は６００ｇ／ｍ^{2}以下であってもよく、１００ｇ／ｍ^{2}以上であってもよい。

[0063] 繊維状物３は、例えば、セルロース系繊維、合成繊維、又はこれらの組み合わせであることができる。セルロース系繊維の例としては、粉砕された木材パルプ、コットン、コットンリンター、レーヨン、及びセルロースアセテートが挙げられる。合成繊維の例としては、ポリアミド繊維、ポリエステル繊維、及びポリオレフィン繊維が挙げられる。繊維状物が親水性繊維（例えばパルプ）であってもよい。

[0064] 吸収体１０は、無機粉体（例えば非晶質シリカ）、消臭剤、抗菌剤、香料等を更に含んでもよい。吸水性樹脂粒子１が無機粒子を含む場合、吸収体１０は吸水性樹脂粒子１中の無機粒子とは別に無機粉体を含んでいてもよい。

[0065] 吸水シート５０は、コアラップシート２０ａと吸収体１０との間に介在する接着剤２１を更に有していてもよい。両側のコアラップシート２０ａ，２０ｂと吸収体１０との間に接着層が介在してもよい。接着剤２１は特に限定されず、例えばホットメルト接着剤であってもよい。

[0066] コアラップシート２０ａ，２０ｂは、例えば不織布であってもよい。２枚のコアラップシート２０ａ，２０ｂが、同一又は異なる不織布であることが

できる。不織布は、短繊維（すなわちステープル）で構成される不織布（短繊維不織布）であってもよく、長繊維（すなわちフィラメント）で構成される不織布（長繊維不織布）であってもよい。ステープルは、これに限定されないが、一般的には数百ｍｍ以下の繊維長を有していてよい。

[0067] コアラップシート２０ａ，２０ｂは、サーマルボンド不織布、エアスルー不織布、レジンボンド不織布、スパンボンド不織布、メルトブロー不織布、エアレイド不織布、スパンレース不織布、ポイントボンド不織布、又はこれらから選ばれる２種以上の不織布を含む積層体であってよい。

[0068] コアラップシート２０ａ，２０ｂとして用いられる不織布は、合成繊維、天然繊維、又はこれらの組み合わせによって形成された不織布であることができる。合成繊維の例としては、ポリエチレン（ＰＥ）及びポリプロピレン（ＰＰ）等のポリオレフィン、ポリエチレンテレフタレート（ＰＥＴ）、ポリトリメチレンテレフタレート（ＰＴＴ）及びポリエチレンナフタレート（ＰＥＮ）等のポリエステル、ナイロン等のポリアミド、並びにレーヨンから選ばれる合成樹脂を含む繊維が挙げられる。天然繊維の例としては、綿、絹、麻、又はパルプ（セルロース）を含む繊維が挙げられる。不織布を形成する繊維が、ポリオレフィン繊維、ポリエステル繊維又はこれらの組み合わせであってよい。コアラップシート２０ａ，２０ｂがティッシュペーパーであってもよい。

[0069] 吸水シート５０を、各種の他の吸収性物品を製造するために用いてもよい。吸収性物品の例としては、おむつ（例えば紙おむつ）、トイレトレーニングパンツ、失禁パッド、衛生材料（生理用ナプキン、タンポン等）、汗取りパッド、ペットシート、簡易トイレ用部材、及び動物排泄物処理材が挙げられる。これらの吸収性物品を構成する吸収体は、吸収性物品の使用者の動き等に起因して移動又は変形することが多い。

[0070] 液体透過性シート３０は、吸収対象の液が浸入する側の最外層の位置に配置されている。液体透過性シート３０は、コアラップシート２０ｂに接した状態でコアラップシート２０ｂの外側に配置されている。液体不透過性シー

ト４０は、吸収性物品１００において液体透過性シート３０とは反対側の最外層の位置に配置されている。液体不透過性シート４０は、コアラップシート２０ａに接した状態でコアラップシート２０ａの外側に配置されている。液体透過性シート３０及び液体不透過性シート４０は、吸水シート５０の主面よりも広い主面を有しており、液体透過性シート３０及び液体不透過性シート４０の外縁部は、吸収体１０及びコアラップシート２０ａ，２０ｂの周囲に延在している。ただし、吸収体１０、コアラップシート２０ａ，２０ｂ、液体透過性シート３０、及び、液体不透過性シート４０の大小関係は、特に限定されず、吸収性物品の用途等に応じて適宜調整される。

[0071] 液体透過性シート３０は、不織布であってもよい。液体透過性シート３０として用いられる不織布は、吸収性物品の液体吸収性能の観点から、適度な親水性を有していてもよい。その観点から、液体透過性シート３０は、紙パルプ技術協会による紙パルプ試験方法Ｎｏ．６８（２０００）の測定方法に従って測定される親水度が５～２００の不織布であってもよい。不織布の親水度は、１０～１５０であってもよい。紙パルプ試験方法Ｎｏ．６８の詳細については、例えばＷＯ２０１１／０８６８４３号を参照することができる。

[0072] 親水性を有する不織布は、例えば、レーヨン繊維のように適度な親水度を示す繊維によって形成されたものでもよいし、ポリオレフィン繊維、ポリエステル繊維のような疎水性の化学繊維を親水化処理して得た繊維によって形成されたものであってもよい。親水化処理された疎水性の化学繊維を含む不織布を得る方法としては、例えば、疎水性の化学繊維に親水化剤を混合したものを用いてスパンボンド法にて不織布を得る方法、疎水性化学繊維でスパンボンド不織布を作製する際に親水化剤を同伴させる方法、疎水性の化学繊維を用いて得たスパンボンド不織布に親水化剤を含浸させる方法が挙げられる。親水化剤としては、脂肪族スルホン酸塩、高級アルコール硫酸エステル塩等のアニオン系界面活性剤、第４級アンモニウム塩等のカチオン系界面活性剤、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エス

テル、ソルビタン脂肪酸エステル等のノニオン系界面活性剤、ポリオキシアルキレン変性シリコーン等のシリコーン系界面活性剤、及びポリエステル系、ポリアミド系、アクリル系、ウレタン系の樹脂からなるステイン・リリース剤等が用いられる。

[0073] 液体透過性シート３０として用いられる不織布の目付量（単位面積当たりの質量）は、吸収性物品に、良好な液体浸透性、柔軟性、強度及びクッション性を付与できる観点、及び吸収性物品の液体浸透速度を速める観点から、５ｇ／ｍ^2～２００ｇ／ｍ^2、８ｇ／ｍ^2～１５０ｇ／ｍ^2、又は１０ｇ／ｍ^2～１００ｇ／ｍ^{2}であってもよい。液体透過性シート３０の厚さは、２０μｍ～１４００μｍ、５０μｍ～１２００μｍ、又は８０μｍ～１０００μｍであってもよい。

[0074] 液体不透過性シート４０は、吸収体１０に吸収された液体が液体不透過性シート４０側から外部へ漏れ出すのを防止する。液体不透過性シート４０は、樹脂シート、又は不織布であってもよい。樹脂シートは、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル等の合成樹脂からなるシートであってもよい。不織布は、耐水性のメルトブロー不織布を高強度のスパンボンド不織布で挟んだスパンボンド／メルトブロー／スパンボンド（ＳＭＳ）不織布であってもよい。液体不透過性シート４０が、樹脂シートと不織布（例えば、スパンボンド不織布、スパンレース不織布）との複合シートであってもよい。液体不透過性シート４０は、装着時のムレが低減されて、着用者に与える不快感を軽減することができる等の観点から、通気性を有していてもよい。通気性を有する液体不透過性シート４０として、例えば低密度ポリエチレン（ＬＤＰＥ）樹脂のシートを用いることができる。

[0075] 吸収性物品の着用感を損なわないよう、柔軟性を確保する観点から、液体不透過性シート４０の目付量（単位面積当たりの質量）が１０ｇ／ｍ^2～５０ｇ／ｍ^{2}であってもよい。

実施例

[0076] 以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明する。

[0077] ＜評価方法＞

以下の評価方法に従って、透過率、粘度、形状、及び中位粒子径を測定した。測定結果は表１に示すとおりである。

[0078] ［透過率］

透過率の測定には、島津製作所社製の分光光度計（型番：ＵＶ－１８５０）を用いた。ポリマー分散液をＵＶ測定用のセル（光路長１ｃｍ）に入れ、コクサン製の卓上遠心機（型番：Ｈ－３６）にて毎分２０００回転で１分間の操作により脱泡した。脱泡が完了していない場合は卓上遠心機にて同様の操作を行い、脱泡させた。次いで、セルを分光光度計にセットし、測定波長を４２５ｎｍとして透過率を測定した。なお、透過率の測定に際して、蒸留水の透過率が１００％になるように校正した。

[0079] ［粘度］

ポリマー分散液を１００ｍｌの遠沈管に入れ、遠心分離機（国産株式会社製、卓上遠心機　Ｈ－３６）にて脱気した。Ｂ型粘度計（ＢｒｏｏｋＦｉｅｌｄ社製、型番：ＤＶ１ＭＲＶＴＪ０）を用い、回転速度を毎分２０回転として、１分後の２５℃における粘度を測定した。測定に使用したローターは、粘度が８０００ｍＰａ・ｓ未満の場合はローターＮｏ．４、粘度が１００００ｍＰａ・ｓ～４００００ｍＰａ・ｓの場合はローターＮｏ．６、粘度が４００００ｍＰａ・ｓ以上の場合はローターＮｏ．７とした。

[0080] ［形状］

ＳＥＭ（走査型電子顕微鏡）を用いてポリマー粉末の形状を観察した。実施例１で得られたポリマー粉末のＳＥＭ画像を図２に、比較例１で得られたポリマー粉末のＳＥＭ画像を図３に、比較例２で得られたポリマー粉末のＳＥＭ画像を図４に、比較例３で得られたポリマー粉末のＳＥＭ画像を図５に示す。

[0081] ［中位粒子径（ロボットシフター法）］

ポリマー粉末の中位粒子径を音波ふるい分け式自動粒度分布測定機（株式会社セイシン企業社製ロボットシフター、ＲＰＳ－０１）を用いて測定した

。測定条件は、音波強度：５０Ｌｖ、周波数：５１Ｈｚ、分級時間：５ｍｉｎ、スイープ時間：０．１ｍｉｎ、パルス間隔：１秒とした。測定に用いた標準篩の目開きは７１０、４００、１５０、１０６、７５、６３、４５、３８μｍとした。

[0082]（実施例１）

直径７．５ｃｍの４枚傾斜パドル翼を有する撹拌機を備えた容量５００ｍｌのポリビーカーにイオン交換水を９４ｇ仕込んだ。常温で溶液を４００ｒｐｍで攪拌しながら未架橋ポリアクリル酸部分中和物（住友精化社製、アクパーナＡＰ－７０）を６ｇ添加した。溶液が増粘し攪拌軸への巻き付きが見られたら攪拌回転数を１００ｒｐｍにして６時間攪拌して溶解し、６質量％ポリアクリル酸ナトリウム水溶液（中和度７０ｍｏｌ％）をポリマー溶液として調製した。得られたポリマー溶液（１００ｇ）を上記撹拌機を用いて１０００ｒｐｍで攪拌しながら、貧溶媒として７０質量％エタノール水溶液１００ｇを送液ポンプを用いて１０ｍｌ／ｍｉｎで滴下し、固形ポリマーが析出したポリマー分散液を調製した。直径５．０ｃｍの４枚傾斜パドル翼を有する撹拌機及び還流冷却管、窒素管を備えた容量２０００ｍｌのセパラブルフラスコに炭化水素分散媒としてノルマルヘプタン３００ｇを量り取り、高分子系分散剤として無水マレイン酸変性エチレン－プロピレン共重合体（商品名：ハイワックス１１０５Ａ、三井化学株式会社製）０．１ｇ、及び、界面活性剤としてショ糖ステアリン酸エステル（商品名：リョートーシュガーエステルＳ－３７０、ＨＬＢ値３、三菱化学フーズ株式会社製）０．１ｇを添加し、５００ｒｐｍで攪拌しつつ加温溶解した後、７０℃まで放冷した。その後、攪拌回転数を１０００ｒｐｍにしてロートを用いてポリマー分散液（２００ｇ）を添加した。ポリマー分散液と分散媒との体積比率（ポリマー分散液／分散媒）は０．５０であった。７０℃で３０分保持した後、１２５℃の油浴を用いてポリマー分散液を加熱することで分散媒及び溶媒を除去し、粉末を得た。得られた粉末を目開き３００μｍの標準篩を用いて分級し、ポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0083]（実施例２）

貧溶媒として９８質量％メタノール水溶液を用いたこと、ポリマー分散液を炭化水素分散媒を含む液に添加後の保持温度を６０℃にしたこと以外は実施例１と同様の操作を行いポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0084]（実施例３）

貧溶媒として７０質量％イソプロピルアルコール水溶液を用いたこと以外は実施例１と同様の操作を行いポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0085]（実施例４）

貧溶媒として８０質量％アセトン水溶液を用いたこと、ポリマー分散液を炭化水素分散媒を含む液に添加後の保持温度を６０℃にしたこと、得られた粉末を分級した標準篩の目開きを８５０μｍにしたこと以外は実施例１と同様の操作を行いポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0086]（実施例５）

イオン交換水を９６ｇとしたこと、未架橋ポリアクリル酸部分中和物を４ｇとしたこと、貧溶媒として８０質量％エタノール水溶液を用いたこと以外は実施例１と同様の操作を行いポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0087]（実施例６）

未架橋ポリアクリル酸部分中和物を住友精化社製アクパーナＡＰ－４０Ｆに変更して６質量％ポリアクリル酸ナトリウム水溶液（中和度４０ｍｏｌ％）をポリマー溶液として調製したこと、貧溶媒として８０質量％エタノール水溶液を用いたこと、得られた粉末を分級した標準篩の目開きを８５０μｍにしたこと以外は実施例１と同様の操作を行いポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0088]（実施例７）

イオン交換水を９０．６７ｇとしたこと、未架橋ポリアクリル酸部分中和物に３０質量％水酸化ナトリウム水溶液を３．３３ｇ添加して中和度１００ｍｏｌ％のポリアクリル酸ナトリウム水溶液をポリマー溶液としたこと、貧溶媒として４２質量％エタノール水溶液を用いたこと、得られた粉末を分級

した標準篩の目開きを８５０μｍにしたこと以外は実施例１と同様の操作を行いポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0089]（実施例８）

ポリマー分散液と分散媒との体積比率（ポリマー分散液／分散媒）を０．１５に変更したこと以外は実施例１と同様の操作を行いポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0090]（実施例９）

ポリマー分散液と分散媒との体積比率（ポリマー分散液／分散媒）を０．３０に変更したこと以外は実施例１と同様の操作を行いポリマー粉末（架橋重合体）を得た。

[0091]（比較例１）

イオン交換水を１９４ｇとしたこと、貧溶媒を添加せずにポリアクリル酸ナトリウム水溶液（ポリマー溶液）のままノルマルヘプタンと混合したこと、得られたポリマーは形状が大き過ぎたため分級できなかったこと以外は実施例１と同様の操作を行った。

[0092]（比較例２）

貧溶媒として６０質量％エタノール水溶液を用いたこと以外は実施例１と同様の操作を行ったところポリマーの凝集体を得た。得られた凝集体は不定形であった。

[0093]（比較例３）

イオン交換水を１７１ｇとしたこと、未架橋ポリアクリル酸部分中和物を１９ｇとしたこと以外は実施例１と同様の操作を行い１０質量％ポリアクリル酸ナトリウム水溶液（中和度７０ｍｏｌ％）をポリマー溶液として調製した。次いで、得られたポリマー溶液を上記撹拌機を用いて１０００ｒｐｍで攪拌しながら、貧溶媒として１００質量％エタノール水溶液１０ｇを送液ポンプを用いて１０ｍｌ／ｍｉｎで滴下したが、固形ポリマーは析出せず、ポリマー溶液と貧溶媒を含む混合液が得られた。次いで、直径５．０ｃｍの４枚傾斜パドル翼を有する撹拌機及び還流冷却管、窒素管を備えた容量２００

０ｍｌのセパラブルフラスコに炭化水素分散媒としてノルマルヘプタン３００ｇを量り取り、高分子系分散剤として無水マレイン酸変性エチレン－プロピレン共重合体（商品名：ハイワックス１１０５Ａ、三井化学株式会社製）０．３ｇ、及び、界面活性剤としてショ糖ステアリン酸エステル（商品名：リョートーシュガーエステルＳ－３７０、ＨＬＢ値３、三菱化学フーズ株式会社製）０．３ｇを添加し、５００ｒｐｍで攪拌しつつ加温溶解した後、７０℃まで放冷した。その後、攪拌回転数を１０００ｒｐｍにして加圧ろ過機を用いて上記混合液（１４０ｇ）を添加した。７０℃で３０分保持した後、１２５℃の油浴を用いて混合液を加熱することで溶媒を留去し、ポリマーの凝集体を得た。得られた凝集体は不定形であり、また、形状が大き過ぎたため分級できなかった。

[0094]

[表1]

	ポリマーの中和度 [mol%]	ポリマー分散液（比較例3は混合液）				ポリマー分散液／分散媒の体積比率	ポリマー粉末の形状	ポリマー粉末の中位粒子径 [μm]
		ポリマー濃度 [質量%]	貧溶媒濃度 [質量%]	粘度 [mPa・s]	透過率 [%]			
実施例 1	70	3	35	1,810	0.63	0.50	真球状の粒子	284
実施例 2	70	3	49	1,150	0.70	0.52	真球状の粒子	275
実施例 3	70	3	35	1,200	0.66	0.50	真球状の粒子	267
実施例 4	70	3	40	1,110	0.10	0.51	真球状の粒子	631
実施例 5	70	2	40	70	0.40	0.51	真球状の粒子	270
実施例 6	40	3	40	4,360	0.51	0.51	真球状の粒子	607
実施例 7	100	3	21	730	0.29	0.49	ほぼ真球状の粒子	545
実施例 8	70	3	35	1,810	0.63	0.15	真球状の粒子	165
実施例 9	70	3	35	1,810	0.63	0.30	真球状の粒子	273
比較例 1	70	3	0	27,800	4.40	0.46	楕円形状の粒子	–
比較例 2	70	3	30	4,020	7.82	0.50	不定形の凝集体	–
比較例 3	70	9.5	5	183,400	0.90	0.33	不定形の凝集体	–

[0095] 実施例１～９では、ポリマー溶液に貧溶媒を接触させることにより、透過率が０．８５％以下となるように固形ポリマーを析出させたため、逆相懸濁系の分散媒中において真球状又はほぼ真球状となるポリマー粉末を得ることができた。一方で、比較例１では貧溶媒と混合しなかったため固形ポリマーが析出されておらず、逆相懸濁系の分散媒中において真球状のポリマー粉末を得ることができなかった。比較例２及び比較例３ではポリマー溶液と貧溶媒との混合によりポリマーが殆ど析出せず、ポリマー分散液の透過率が０．８５％を上回ったため、逆相懸濁系の分散媒中において真球状又はほぼ真球状となるポリマー粉末を得ることができなかった。

符号の説明

[0096] １…吸水性樹脂粒子、１０…吸収体、２０ａ，２０ｂ…コアラップシート、３０…液体透過性シート、４０…液体不透過性シート、５０…吸水シート、１００…吸収性物品。

請求の範囲

[請求項1] ポリマー分散液の製造方法であって、

吸水性樹脂の架橋構造が開裂されたポリマーを含有するポリマー溶液を準備する工程と、

前記ポリマー溶液に、前記ポリマーに対する貧溶媒を接触させることにより固形ポリマーを析出させ、前記固形ポリマーが分散しているポリマー分散液を得る工程と、

を含み、

前記ポリマー分散液の波長４２５ｎｍの光の光路長１ｃｍにおける透過率が０．８５％以下である、製造方法。

[請求項2] 前記ポリマー分散液の２５℃における粘度が５０００ｍＰａ・ｓ以下である、請求項１に記載の製造方法。

[請求項3] 前記貧溶媒が、炭素数１～１０のアルコール類、フェノール類、及びケトン類からなる群から選択される少なくとも一種を含む、請求項１に記載の製造方法。

[請求項4] 前記ポリマーの中和度が４０ｍｏｌ％以上である、請求項１に記載の製造方法。

[請求項5] 請求項１～４のいずれか一項に記載の製造方法により得られる前記ポリマー分散液中の固形ポリマーを架橋させて吸水性樹脂を得る工程を備える、吸水性樹脂粒子の製造方法。