

明 細 書

発明の名称：

吸水性樹脂粒子及びその製造方法、吸収体、並びに吸収性物品

技術分野

[0001] 本発明は、吸水性樹脂粒子及びその製造方法、吸収体、並びに吸収性物品に関する。

背景技術

[0002] 一般的に使い捨て衛生用品は、非透水力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きている。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] 使用済み衛生用品から回収した吸水性樹脂の再生方法として開示されている技術の多くにおいては、吸水性樹脂の吸水能力を所定の処理の前後で比較し、吸水能力が処理前と同程度以上であれば再生できたとみなされているが、所定の処理により吸水性樹脂の架橋構造が破壊されたことによりポリマー成分が溶出しやすくなるため、吸水能力だけでなく、ポリマー溶解分の増加を抑制する必要がある。しかしながら、特許文献1では、吸水能力の維持と

ポリマーの溶解の抑制とが両立できているとは言い難い。

- [0005] 本発明の一側面は、吸水性樹脂を化学的に分解することによって形成されたポリマーから吸水性樹脂粒子を再生するために適用できる、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を製造する方法に関する。

課題を解決するための手段

- [0006] 本開示の一側面は、例えば、以下の手段を含む。

[1] 架橋重合体を含有する吸水性樹脂粒子の製造方法であって、
ポリマー及び溶媒を含有するポリマー溶液を準備する準備工程と、
共有結合を介して前記ポリマーを架橋させることにより前記架橋重合体を形成する架橋工程と、
を備える、製造方法。

[2] 前記準備工程が、架橋重合体を含有するリサイクル用吸水性樹脂の前記架橋重合体の架橋構造を開裂させて前記ポリマーを得ることを含む、[1]に記載の製造方法。

[3] 前記準備工程が、吸収性物品から前記リサイクル用吸水性樹脂を回収することを更に含む、[2]に記載の製造方法。

[4] 前記ポリマーの重量平均分子量が10万以上である、[1]～[3]のいずれか一つに記載の製造方法。

[5] 前記架橋工程において、前記ポリマー溶液をゲル化させる、[1]～[4]のいずれか一つに記載の製造方法。

[6] 前記ポリマーが、カルボキシル基を有し、前記ポリマーが、前記カルボキシル基と架橋剤との反応、及び／又は前記カルボキシル基同士の反応によって架橋される、[1]～[5]のいずれか一つに記載の製造方法。

[7] 前記ポリマーが、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る、[1]～[6]のいずれか一つに記載の製造方法。

[8] 下式で表される溶解成分指数が $2 \times 10^{-3} \sim 6 \times 10^{-3}$ である、吸

水性樹脂粒子。

溶解成分指数＝溶解分（g／g）／CRC（g／g）

〔9〕 〔8〕に記載の吸水性樹脂粒子を含む、吸収体。

〔10〕 〔9〕に記載の吸収体を含む、吸収性物品。

発明の効果

〔0007〕 本発明の一側面によれば、吸水性樹脂を化学的に分解することによって形成されたポリマーから吸水性樹脂粒子を再生するために適用できる、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を製造する方法を提供できる。

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〕遠心分離機保持容量を測定する際に作成した不織布バックを示す模式図である。

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、1種単独で用いられてもよく、2種以上を組み合わせ用いられてもよい。「生理食塩水」とは、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液をいう。「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気圧且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] 吸水性樹脂粒子を製造する方法の一例は、ポリマー及び溶媒を含有するポリマー溶液を準備する準備工程と、ポリマー溶液中で共有結合を介してポリマーを架橋させることにより架橋重合体を形成する架橋工程と、を備える。吸水性樹脂粒子は、架橋重合体を含有する。当該方法によれば、吸水性樹脂を化学的に分解する（具体的には、吸水性樹脂の架橋構造を開裂させる）ことによって形成されたポリマーから吸水性樹脂粒子を再生することができると共に、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を製造することができる。化学的な分解に供される吸水性樹脂（以下、「リサイクル用吸水性樹脂」と称することがある）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）が望ましいが、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。
- [0012] 準備工程において、ポリマー溶液中のポリマーは、例えば、架橋重合体を含有する吸水性樹脂の架橋重合体の架橋構造を開裂されることにより得ることができる。ポリマー溶液中の溶媒は、ポリマーを溶解させることができるものであればよく、例えば、水、有機溶媒が挙げられる。
- [0013] 吸水性樹脂は、例えば、吸収性物品を破碎することにより得られたリサイクル用吸水性樹脂であることができる。すなわち、準備工程は、架橋重合体を含有するリサイクル用吸水性樹脂の架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得ることを含んでもよく、吸収性物品からリサイクル用吸水性樹脂を回収することを更に含んでもよい。
- [0014] 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

回収されたり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。

[0015] リサイクル用吸水性樹脂は、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1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以外の単量体を含んでいてもよい。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70～100mol%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、70～100mol%であってもよい。

[0017] リサイクル用吸水性樹脂は、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、不定形破砕状、鱗片状、粒状等であってもよい。

[0019] リサイクル用吸水性樹脂の架橋重合体の架橋構造は、リサイクル用吸水性樹脂を酸性成分（例えば、硫酸）、アルカリ性成分（例えば、水酸化ナトリウム）、酸化剤、還元剤等と接触させることにより開裂させることができる。すなわち、準備工程は、リサイクル用吸水性樹脂を酸性成分、アルカリ性成分、酸化剤、及び還元剤からなる群から選択される少なくとも一種と接触させることにより架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得てもよい。

[0020] 酸性成分は、無機酸性成分であってよく、例えば、酢酸、硝酸、硫酸、塩酸、リン酸、及びホウ酸からなる群から選択される少なくとも1種の無機酸性成分、又は、硫酸及び塩酸から選択される少なくとも1種の無機酸性成分であってよい。

[0021] アルカリ性成分は、無機アルカリ性成分であってよく、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1種の無機アルカリ性成分、又は、水酸化ナトリウム、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1種の無機アルカリ性成分であってもよい。

[0022] リサイクル用吸水性樹脂と酸性成分とを接触させる場合、リサイクル用吸水性樹脂と酸性成分とを含む溶液の温度は80℃～140℃であってもよい。リサイクル用吸水性樹脂とアルカリ性成分とを接触させる場合、リサイクル用吸水性樹脂とアルカリ性成分とを含む溶液の温度は50℃～150℃であってもよく、50℃～120℃であってもよい。

[0023] 架橋重合体の架橋構造の開裂は、具体的には、例えば、架橋構造をアルカリ性成分により開裂させる場合、リサイクル用吸水性樹脂とアルカリ性成分とを含む溶液を温度50℃～150℃、pH10以上の環境下において、1

時間～50時間攪拌することにより架橋構造を開裂させることができる。

[0024] リサイクル用吸水性樹脂がポリ（メタ）アクリル酸構造を有する架橋重合体を含有する場合、架橋重合体を開裂させて得られるポリマーは、ポリ（メタ）アクリル酸構造を有する。リサイクル用吸水性樹脂がポリ（メタ）アクリル酸構造を有する架橋重合体を含有する場合、ポリ（メタ）アクリル酸構造の切断を避けることにより、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を製造し易い観点から、リサイクル用吸水性樹脂をアルカリ性成分と接触させることにより架橋重合体を開裂させてもよい。

[0025] 準備工程で得られるポリマーの重量平均分子量は、10万以上、30万以上、50万以上、70万以上、100万以上、130万以上、150万以上、170万以上、又は190万以上であってもよい。ポリマーの重量平均分子量は、1000万以下、800万以下、600万以下、400万以下、300万以下、又は200万以下であってもよい。ポリマーの重量平均分子量は、10万～1000万、50万～600万、又は100万～300万であってもよい。ポリマーの重量平均分子量は、下記条件に基づきGPC（ゲルパーミエーションクロマトグラフィ）により測定することができる。

・装置：HLC-8320GPC（東ソー株式会社製）

・カラム：TSKgel Guard ColumnPWXL、G6000PWXL、GMPWL、G3000PWXL（いずれも東ソー株式会社製）をこの順に接続し測定する。

・検出器：示差屈折率計（RI検出器）

・溶離液：0.2M NaNO₃水溶液

・流速：1.0mL/min.

・カラム温度：60℃

・試料注入量：100μL

・検量線：ポリアクリル酸ナトリウム標準（アジレント・テクノロジー株式会社製）

・サンプルの調製手順及び測定手順

300 mL ビーカーに、0.01 g のポリマーを含むように調整された試料液を入れ、ここに全量が100 mL となるよう溶離液である0.2 M NaNO_3 水溶液を添加し250 rpm で1時間攪拌する。試料液のpH が中性ではなかった場合には、この時に塩酸（例えば、ナカライテスク、1 mol / L 塩酸）を用いてpH 7 へ調整する。攪拌後の試料液を0.8 μm のフィルターシリンジを通した濾液を用いてGPC で測定する。

- [0026] 架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得た後、架橋工程を実施する前に、ポリマー溶液中の不純物を除去するために、固液分離を行ってもよい。例えば、ポリマー溶液に対して濾過を行ってもよく、限外濾過を行ってもよい。ポリマー溶液に対して濾過を行う前に、ポリマー溶液のpH を中性付近に調整してもよい。
- [0027] 架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得た後、架橋工程を実施する前に、ポリマー溶液の粘度を下げる観点から、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。
- [0028] 架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得た後、架橋工程を実施する前に、ポリマー溶液に対して殺菌処理を行ってもよい。
- [0029] 架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得た後、架橋工程を実施する前に、ポリマー溶液からポリマーを回収するために、ポリマー溶液に対する貧溶媒を接触させ、ポリマー溶液に溶解しているポリマーを析出させることにより、ポリマー分散液を得てもよい。このような操作を経ることで、ポリマーの純度を上げることができる。貧溶媒とは、25℃の100 g の溶媒に対するポリマーの溶解度が0.1 g 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。
- [0030] 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、及び貧溶媒にポリマー溶液を添加する方法が挙げられる。ポリマー溶液に貧溶媒を添加する場合、貧溶媒の使用予定量の全てをポリマー溶液に一度に添加してもよく、ポリマー溶液に経時的に添加してもよい。同様に、貧溶媒に貧ポリマー溶液を添加する場合、ポ

リマー溶液の全てを貧溶媒に一度に添加してもよく、貧溶媒に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。貧溶媒の使用量を抑制する観点から、ポリマー溶液に貧溶媒を経時的に添加する方法を採用してもよい。

[0031] 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。

[0032] 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。

[0033] ポリマー溶液と貧溶媒との接触に、ポリマー溶液に貧溶媒を経時的に添加する方法を用いた場合、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、ポリマーをより短時間で得やすい観点から、60質量%以下、50質量%以下、40質量%以下、30質量%以下、又は20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、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含有量は、10質量%～60質量%又は20質量%～50質量%であってもよい。

[0034] また、ポリマー溶液と貧溶媒との接触に、ポリマー溶液に貧溶媒を経時的に添加する方法を用いた場合、貧溶媒の添加速度は、ポリマーが小粒子状で析出しやすくなることにより、析出したポリマーの内部に不純物が残存し難

くなる（即ち、ポリマーの純度が高くなる）観点から、ポリマー溶液に対して、20質量%/min以下、10質量%/min以下であってもよく、滴下に要する時間を低減させる観点から、0.1質量%/min以上、1質量%/min以上であってもよい。貧溶媒の滴下速度は0.1質量%/min～20質量%/min、1質量%/min～10質量%/minであってもよい。

[0035] 分散工程におけるポリマー収率は、75質量%以上、80質量%以上、85質量%以上、又は90質量%以上であってもよい。

[0036] ポリマー分散液中で分散しているポリマーの形状は粒子状であってもよく、塊状であってもよい。

[0037] 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。

[0038] 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、3000mPa・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、50mPa・s以上、100mPa・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、50mP

$a \cdot s \sim 5000 \text{ mPa} \cdot s$ 、 $50 \text{ mPa} \cdot s \sim 3000 \text{ mPa} \cdot s$ 、又は
 $50 \text{ mPa} \cdot s \sim 2000 \text{ mPa} \cdot s$ 、 $100 \text{ mPa} \cdot s \sim 5000 \text{ mPa}$
 $\cdot s$ 、 $100 \text{ mPa} \cdot s \sim 3000 \text{ mPa} \cdot s$ 、又は $100 \text{ mPa} \cdot s \sim 2$
 $000 \text{ mPa} \cdot s$ であってもよい。

[0039] ポリマー分散液中のポリマーの重量平均分子量は、170万以上、180
万以上、又は190万以上であってもよく、250万以下又は240万以下
であってもよい。ポリマー分散液中のポリマーの重量平均分子量は、170
万～250万又は180万～240万であってもよい。

[0040] ポリマー分散媒を逆相懸濁系における分散媒中に添加した後における、ポ
リマーの乾燥物の中位粒子径は、 $100 \mu\text{m}$ 以上、 $150 \mu\text{m}$ 以上、又は2
 $00 \mu\text{m}$ 以上であってもよく、 $300 \mu\text{m}$ 未満又は $290 \mu\text{m}$ 以下であって
もよく、 $100 \mu\text{m}$ 以上 $300 \mu\text{m}$ 未満であってもよい。

[0041] 架橋工程では、例えば、ポリマーと、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と、を含有する溶液を調製し、ポリマーを架橋させる。
架橋工程において、ポリマー溶液がゲル化してもよい。その場合、ポリマー
溶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。

[0042] 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。ポリ
マーがカルボキシル基を有する場合、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。
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。

[0043] 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、ポリエチレンジアミン、グリシジル（メタ）アクリレート等が挙げられる。

[0044] 架橋剤の量は、ポリマーを十分に架橋させる観点から、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、15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、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。

[0045] 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、ポリマーを十分に架橋させる観点から、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。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。

[0046] 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、ポリマーを十分に架橋させる観点から、1分～200分、又は5分～150分であってもよい。

[0047] 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備えてもよい。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。

[0048] 表面架橋剤は、架橋重合体が有する官能基（例えば、カルボキシル基）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、異なってもよい。

よい。

[0049] 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、オキセタン基、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。

[0050] カーボネート基を有する表面架橋剤の例としては、アルキレンカーボネート（エチレンカーボネート等）が挙げられる。アルコール性水酸基を有する表面架橋剤の例としては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール、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シルアミド化合物（ビス[N,N'-ジ(β-ヒドロキシエチル)]アジプアミド等）が挙げられる。2個以上のエポキシ基を有する表面架橋剤の例としては、（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が挙げられる。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としては、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が挙げられる。イソシアネート基を有する表面架橋剤の例としては、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が挙げられる。オキセタン基を有する表面架橋剤の例としては、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が挙げられる。

[0051] 表面架橋剤の量は、架橋重合体の表面架橋を十分に達成する観点から、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、ポリマー 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。

[0052] 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、架橋重合体を含む吸水性樹脂粒子（再生吸水性樹脂粒子）が形成される。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。

[0053] 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。

[0054] 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。すなわち、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。

[0055] 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 10 mm 又は 7 mm 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 10 mm 以下であれば、直径 10 mm 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。

[0056] 乾燥物を粉碎することにより、吸水性樹脂粒子が形成される。粉碎の方法は特に限定されない。例えば、遠心粉碎機、ローラーミル、スタンプミル、ジェットミル、高速回転粉碎機、及び容器駆動型ミル等の粉碎機を用いて乾燥物を粉碎することができる。

[0057] 粉碎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、粉碎及び分級してもよい。

[0058] 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、円筒攪拌篩、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。

[0059] 粉碎、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は、例えば200 μm ～500 μm 、又は300 μm ～500 μm 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。

[0060] 吸水性樹脂粒子の遠心分離機保持容量（CRC）は、15g/g以上、20g/g以上、25g/g以上、30g/g以上、35g/g以上、40g/g以上、45g/g以上、又は50g/g以上であってもよい。吸水性樹脂粒子のCRCが大きいほど良好な保水能を有し、CRCが15g/g以上であれば十分な吸水能力を有するといえる。吸水性樹脂粒子のCRCの上限

は特に制限されないが、例えば、70 g/g以下、60 g/g以下、又は55 g/g以下であってもよい。吸水性樹脂粒子のCRCは、15 g/g～70 g/g、15 g/g～60 g/g、又は15 g/g～55 g/gであってもよい。吸水性樹脂粒子のCRCは、後述の実施例に記載の方法で測定される値である。

[0061] 吸水性樹脂粒子の溶解分は、0.2 g/g以下、0.15 g/g以下、0.12以下、0.1以下、0.09以下、又は0.08以下であってもよい。吸水性樹脂粒子の溶解分が小さいほどポリマーの溶解を抑制でき、溶解分が0.2 g/g以下であればポリマーの溶解を十分に抑制できているといえる。吸水性樹脂粒子の溶解分の下限は特に限定されないが、例えば、0.01 g/g以上、0.02 g/g以上、又は0.03 g/g以上であってもよい。吸水性樹脂粒子の溶解分は、0.01 g/g～0.2 g/g、0.02 g/g～0.2 g/g、又は0.03 g/g～0.2 g/gであってもよい。吸水性樹脂粒子の溶解分は、後述の実施例に記載の方法で測定される値である。

[0062] 以下式に従って算出される吸水性樹脂粒子の溶解成分指数は、 9×10^{-3} 以下、 8×10^{-3} 以下、 7×10^{-3} 以下、 6×10^{-3} 以下、 5.5×10^{-3} 以下、 5×10^{-3} 以下、 4.5×10^{-3} 以下、 4×10^{-3} 以下、 3.9×10^{-3} 以下、 3.8×10^{-3} 以下、 3.7×10^{-3} 以下、 3.6×10^{-3} 以下、又は 3.5×10^{-3} 以下であってもよい。吸水性樹脂粒子の溶解成分指数が小さいほど十分な吸水能力を有し、且つポリマーの溶解を抑制できているといえる。吸水性樹脂粒子の溶解成分指数は、 1×10^{-3} 以上、 1.5×10^{-3} 以上、 2×10^{-3} 以上、 2.5×10^{-3} 以上、 3×10^{-3} 以上、 3.1×10^{-3} 以上、 3.2×10^{-3} 以上、 3.3×10^{-3} 以上、 3.4×10^{-3} 以上、又は 3.5×10^{-3} 以上であってもよい。吸水性樹脂粒子の溶解成分指数は、 $1 \times 10^{-3} \sim 9 \times 10^{-3}$ 、 $2 \times 10^{-3} \sim 6 \times 10^{-3}$ 、又は $3 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}$ であってもよい。溶解分指数は下式で表される。

$$\text{溶解分指数} = \text{溶解分} [\text{g/g}] / \text{CRC} [\text{g/g}]$$

[0063] 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。

[0064] 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。

[0065] 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。

[0066] 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/m²以下、800g/m²以下、又は600g/m²以下であってもよく、100g/m²以上であってもよい。

[0067] 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、粉碎された木材パルプ、コットン、コットンリントー、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。

[0068] 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。

[0069] 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。

[0070] 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よい。

[0071] 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もよい。

[0072] 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。

[0073] 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。

[0074] 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。

[0075] 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N o. 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N o. 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。

。

[0076] 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。

[0077] 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、 $5\text{ g/m}^2 \sim 200\text{ g/m}^2$ 、 $8\text{ g/m}^2 \sim 150\text{ g/m}^2$ 、又は $10\text{ g/m}^2 \sim 100\text{ g/m}^2$ であってもよい。液体透過性シート30の厚さは、 $20\text{ }\mu\text{m} \sim 1400\text{ }\mu\text{m}$ 、 $50\text{ }\mu\text{m} \sim 1200\text{ }\mu\text{m}$ 、又は $80\text{ }\mu\text{m} \sim 1000\text{ }\mu\text{m}$ であってもよい。

[0078] 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спанボンド／メルトブロー／спан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、спанボンド不織布、спан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。

- [0079] 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 $10\text{ g/m}^2 \sim 50\text{ g/m}^2$ であってもよい。

実施例

- [0080] 以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明する。

- [0081] （実施例1）

市販の紙おむつ（花王株式会社製、メリーズパンツ 素肌さらさらエアスルー Lサイズ）を準備し、アクリル酸及びアクリル酸塩を単量体単位として含む架橋重合体を含有する吸水性樹脂粒子を紙おむつ内より採取した。

- [0082] 還流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管、攪拌機（翼径50mmの4枚傾斜パドル翼を2段で有する攪拌翼を備えた4L丸底円筒型セパラブルフラスコ、DURAN社製）を準備した。セパラブルフラスコに紙おむつから採取した吸水性樹脂粒子を45g量り取り、イオン交換水を855g加えて5分静置することで吸水性樹脂粒子を膨潤させた。次いで、 1.5 mol/kg の水酸化ナトリウム水溶液1200gをセパラブルフラスコに加えて、内温を80℃で24時間保持しつつ、攪拌翼により160rpmで攪拌しながら、吸水性樹脂粒子の架橋重合体の架橋構造を開裂させた。架橋構造の開裂によって可溶化された吸水性樹脂であるポリマーを含む分解液（水溶性リサイクルポリマーの水溶液、pH13）を得た。なお、上述の方法により水溶性リサイクルポリマーの重量平均分子量を測定した結果、 $M_w = 1,950,000$ であった。

- [0083] 得られた分解液に対し、濾過器（ADVANTEC社製、UHP-150K）と限外濾過膜（日東電工株式会社製、分画分子量50万）により濾過を行った。次いで、濾過膜上の濾物を乾燥させることで、分解液から39gの水溶性リサイクルポリマーを得た。なお、濾過を行う際には、限外濾過膜へのダメージを小さくするため、濾過前に硫酸（林純薬工業株式会社、特級）を用いて分解液のpHを7に調整した。
- [0084] 500mLのポリビーカーにイオン交換水を285g量り取り、ジャーテスター（株式会社大同工業所製、MJS-10-700）に取り付けた2枚パドル（翼径75mm）によりポリビーカー内のイオン交換水を400rpmで攪拌した。次いで、イオン交換水に水溶性リサイクルポリマーを15g加え、60分攪拌することで5質量%の水溶性リサイクルポリマーの水溶液であるポリマー溶液を作製した。
- [0085] 作製したポリマー溶液を高速攪拌機（パナソニック製、MK-H4）によって650rpmで20分攪拌し、架橋剤として1質量%のエチレングリコールジグリシジルエーテルを含む水溶液を0.75g（0.043mmol）加えながら5分攪拌した。
- [0086] 高速攪拌機により攪拌された後のポリマー溶液をテフロン（登録商標）コーティングされたバット（20cm×16cm）に移し、送風乾燥機（ADVANTEC製、FV-320）にて115℃で60分加熱することで、架橋剤により水溶性リサイクルポリマーを架橋させた。水溶性リサイクルポリマーの架橋の進行にともなって、ポリマー溶液全体がゲル化した。バットから、架橋重合体及び水を含む塊状のゲルを取り出し、乾燥を効率的に行うため、ゲルを3cm角に荒く裁断した。裁断されたゲルを、再びバットに移し、送風乾燥機により115℃で120分の加熱をすることで乾燥を行い、水溶性リサイクルポリマー架橋物を得た。
- [0087] 得られた水溶性リサイクルポリマー架橋物を遠心粉碎機（RetSCH製、ZM-2000）で1mmのスクリーンにより6000rpmで粉碎処理することで、中位粒子径が384 μ mである再生吸水性樹脂粒子を11.5

g 得た。

[0088] (実施例 2)

架橋剤として 1 質量%のエチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液を 1.2 g (0.069 mmol) 加えたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、中位粒子径が 388 μm である再生吸水性樹脂粒子 11.0 g を得た。

[0089] (実施例 3)

架橋剤として 5 重量%のエチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液を 7.6 g (2.19 mmol) 加えたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、中位粒子径が 396 μm である再生吸水性樹脂粒子 10.8 g を得た。

[0090] (実施例 4)

送液ポンプ、攪拌機として翼径 70 mm の 4 枚傾斜パドル翼を 2 段で有する攪拌翼（フッ素樹脂を表面にコートしたもの）を備えた 1 リットルポリビーカーを準備した。このポリビーカーにポリマー溶液として 6.0 質量%のポリアクリル酸ナトリウム（中和度 70 mol%）水溶液 50.00 g を添加し、攪拌機の回転数を 1000 r/min とした。このポリビーカーに 70.0 質量%のエタノール水溶液 50.00 g を送液ポンプを用いてポリマー溶液に対して 7.9 質量%/min (10 ml/min) で滴下し、白濁したコロイド溶液（ポリマー分散液）を得た。このポリビーカーに架橋剤として 0.1 質量%のエチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液 1.50 g (0.0086 mmol) を添加した。

[0091] 還流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管、攪拌機として翼径 50 mm の 4 枚傾斜パドル翼を 3 段で有する攪拌翼（フッ素樹脂を表面にコートしたもの）を備えた内径 100 mm の丸底円筒型セパラブルフラスコを準備した。このフラスコに、界面活性剤として HLB 3 のショ糖ステアリン酸エステル（HLB : 3、三菱化学フーズ株式会社、リョートーシュガーエステル S-370）0.50 g、及び高分子系分散剤として無水マレイン酸変性エチレ

ン・プロピレン共重合体（三井化学株式会社、ハイワックス 1105A）0.50g を添加し、攪拌機の回転数を 500 r/min とした。このセパブルフラスコに n-ヘプタン 500.00g を添加し、85℃まで昇温し、界面活性剤と分散剤を溶解させたのち、内温を 75℃にした。攪拌機の回転数を 1000 r/min とし、このセパブルフラスコに架橋剤添加後のコロイド溶液を添加し、60 分間架橋反応を行った。その後、125℃に設定した油浴にフラスコを浸漬し、n-ヘプタンと水を蒸発させて乾燥させ、さらに目開き 300 μm の標準篩に通過させることで、中位粒子径 197 μm の吸水性樹脂粒子 1.14 g を得た。

[0092] （実施例 5）

架橋剤として 0.1 質量%のエチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液を 4.3 g (0.024 mmol) 加えたこと以外は、実施例 4 と同様の操作を行い、中位粒子径 176 μm の再生吸水性樹脂粒子 1.88 g を得た。

[0093] （実施例 6）

架橋剤として 2.0 質量%のエチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液を 0.55 g (0.063 mmol) 加えたこと以外は、実施例 4 と同様の操作を行い、中位粒子径 150 μm の再生吸水性樹脂粒子 1.40 g を得た。

[0094] （比較例 1）

1 質量%のエチレングリコールジグリシジルエーテルを含む水溶液を、架橋剤として塩化カルシウム 2 水和物（関東化学株式会社製、特級）を含む 5 質量%水溶液 7.2 g (2.45 mmol) に変更したこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、水溶性リサイクルポリマーを、カルシウムイオンによるイオン結合を介して架橋させた。架橋の進行にともない、ポリマー溶液は高粘度化したものの、流動性は維持され、ゲル化はしていなかった。ポリマー溶液中に凝集体の生成も認められなかった。高粘度化したポリマー溶液をバット内で送風乾燥機により 115℃で 120 分の加熱により乾燥し、水

溶性リサイクルポリマー架橋物を得た。得られた水溶性リサイクルポリマー架橋物を遠心粉碎機（R e t s c h製、Z M-2000）で1mmのスクリーンにより6000rpmで粉碎処理することで、中位粒子径が $398\mu\text{m}$ である再生吸水性樹脂粒子10.5gを得た。

[0095]（比較例2）

架橋剤として塩化カルシウム2水和物（関東化学株式会社製、特級）の5質量%水溶液30g（10.2mmol）を用いたこと以外は、比較例1と同様の操作を行い、中位粒子径が $378\mu\text{m}$ である再生吸水性樹脂粒子10.6gを得た。架橋の進行にともない、ポリマー溶液中に凝集体の生成が認められた。

[0096]（比較例3）

架橋剤を硫酸アルミニウム（関東化学株式会社製、鹿特級）の5質量%水溶液15g（2.19mmol）としたこと以外は、実施例1と同様の操作を行い、中位粒子径が $377\mu\text{m}$ である再生吸水性樹脂粒子11.1gを得た。

[0097]（比較例4）

架橋剤として硫酸アルミニウム（関東化学株式会社製、鹿特級）の5質量%水溶液30g（4.38mmol）を用いたこと以外は、比較例1と同様の操作を行い、中位粒子径が $399\mu\text{m}$ である再生吸水性樹脂粒子11.2gを得た。架橋の進行にともない、ポリマー溶液中に凝集体の生成が認められた。

[0098]（参考例1）

実施例で使用した紙おむつ（花王株式会社製、メリーズパンツ 素肌さらさらエアスルー Lサイズ）から吸水性樹脂粒子を採取した。

[0099]＜評価方法＞

以下の評価方法に従って、得られた吸水性樹脂粒子の遠心分離機保持容量（CRC）、溶解分、溶解成分指数、及び中位粒子径（粒度分布）を測定した。吸水性樹脂粒子の遠心分離機保持容量（CRC）、溶解分、及び溶解成

分指数の測定結果を表 1 に示す。なお、表 1 において、結合手の量 (mmol) は、架橋剤の量 (mmol) と、架橋剤の架橋点となる官能基の数との積で算出される。

[0100] [遠心分離機保持容量 (CRC)]

EDANA 法 (NWSP 241.0.R2 (19)) を参考に遠心分離機保持容量 (CRC) を下記の手順で測定した。測定は、温度 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 10\%$ の環境下で行った。

[0101] 60 mm × 85 mm の大きさの 2 枚の不織布を、3 辺それぞれに沿う幅 5 mm の端部において不織布同士をヒートシールで圧着することにより、60 mm × 85 mm の大きさの不織布バッグを作製した。不織布バッグに、精秤された再生吸水性樹脂粒子約 0.2 g を収容した。次いで、開口している 1 辺の端部において不織布同士をヒートシールで圧着することにより、図 2 に示される不織布バッグを閉じた。

[0102] 再生吸水性樹脂粒子が収容された複数の不織布バッグを、ステンレス製バット (240 mm × 320 mm × 45 mm) に収容された生理食塩水 500 g 上に、互いに折り重ならないように浮かべ、それにより不織布バッグの全体を完全に湿らせた。不織布バッグを生理食塩水に浮かべてから 1 分後、スパチュラを用いて不織布バッグの全体を生理食塩水に浸漬させた。

[0103] 不織布バッグを生理食塩水に浮かべ始めてから 30 分、すなわち不織布バッグを浮かべた時間 1 分、及び、浸漬時間 29 分の合計の時間が経過した後、生理食塩水の中から、不織布バッグを取り出した。取り出された不織布バッグを、遠心分離機 (株式会社コクサン製、型番：H-122) により、250 G の遠心力で 3 分間、脱水させた。脱水後、ゲルの質量を含む不織布バッグの質量 W_c [g] を秤量した。測定対象の再生吸水性樹脂粒子が収容されない不織布バッグに対して上述の操作を施し、脱水後の不織布バッグの質量 B [g] を測定した。下記式に従って CRC [g/g] を算出した。 S_c [g] は、測定対象の再生吸水性樹脂粒子の質量 0.2 g の精秤値である。

$$CRC [g/g] = \{ (W_c - B) - S_c \} / S_c$$

[0104] [溶解分、溶解成分指数]

再生吸水性樹脂の溶解分を、温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $50\% \pm 10\%$ の環境下で測定した。500 mL ビーカー内の生理食塩水 500 g を、600 rpm で回転する攪拌子（直径 8 mm × 長さ 30 mm の円柱状、リング無し）により攪拌した。生理食塩水の温度は 25°C であった。そこに再生吸水性樹脂粒子 2.000 g を入れ、再生吸水性樹脂粒子を含む分散液を、3 時間攪拌した。分散液を目開き $75\text{ }\mu\text{m}$ 標準篩で濾過し、濾液を回収した。得られた濾液を、事前に 140°C で恒量した秤量済みの 100 mL ビーカーに 80 g 量り取った。ビーカー内の濾液を 140°C の送風乾燥機（ADVANTEC 社製、FV-320）中で 15 時間加熱することにより水分を除去し、残った固体成分の質量 W_a (g) を測定した。再生吸水性樹脂粒子を生理食塩水に入れることなく上記操作と同様の操作で空試験を行い、ビーカー内に残った固体成分の質量 W_b (g) を測定した。以下式に従って溶解分を算出した。さらに、上述の CRC と溶解分から、以下式に従って溶解成分指数を算出した。

$$\text{溶解分 [g/g]} = ((W_a - W_b) / 80) \times 500 / 2$$

$$\text{溶解成分指数} = \text{溶解分 [g/g]} / \text{CRC [g/g]}$$

[0105] [中位粒子径（粒度分布）]

再生吸水性樹脂粒子の中位粒子径を、下記手順により常温常湿の環境下で測定した。

連続全自動音波振動式ふるい分け測定器（ロボットシフター RPS-205、株式会社セイシン企業製）を用いて、JIS 規格の目開き $850\text{ }\mu\text{m}$ 、目開き $600\text{ }\mu\text{m}$ 、目開き $500\text{ }\mu\text{m}$ 、目開き $425\text{ }\mu\text{m}$ 、目開き $300\text{ }\mu\text{m}$ 、目開き $250\text{ }\mu\text{m}$ 、及び目開き $180\text{ }\mu\text{m}$ の標準篩、並びに受け皿を用いて、再生吸水性樹脂粒子 2 g の粒度分布を測定した。組み合わせた最上の標準篩に再生吸水性樹脂粒子を投入し、5 分間振とうさせることで分級した。粒子径の大きい側から順に標準篩上の粒子質量を積算することにより、標準篩の目開きと標準篩上に残った粒子の質量百分率の積算値との関係に対

数確率紙にプロットした。確率紙上のプロットを直線で結ぶことにより、積算質量百分率50質量%に相当する粒子径を中位粒子径として得た。

[0106]

[表1]

	架橋剤	架橋剤量 (mmol)	結合手の量 (mmol)	架橋剤添加後の ポリマー溶液の外観	CRC (g/g)	溶解分 (g/g)	溶解成分指数
実施例 1	エチレングリコール グリシジルエーテル	0.043	0.086	ゲル化	51.6	0.197	3.8×10^{-3}
実施例 2	エチレングリコール グリシジルエーテル	0.069	0.138	ゲル化	40.6	0.141	3.5×10^{-3}
実施例 3	エチレングリコール グリシジルエーテル	2.19	4.38	ゲル化	17.1	0.077	4.5×10^{-3}
実施例 4	エチレングリコール グリシジルエーテル	0.0086	0.017	n-ヘプタン中でゲル化	56.5	0.192	3.4×10^{-3}
実施例 5	エチレングリコール グリシジルエーテル	0.024	0.049	n-ヘプタン中でゲル化	30.0	0.137	4.6×10^{-3}
実施例 6	エチレングリコール グリシジルエーテル	0.063	0.126	n-ヘプタン中でゲル化	21.9	0.112	5.1×10^{-3}
比較例 1	塩化カルシウム	2.45	4.90	凝集体は 見られなかった	1.1	0.868	7.9×10^{-1}
比較例 2	塩化カルシウム	10.2	20.2	僅かな凝集体が 見られた	9.7	0.874	9.0×10^{-2}
比較例 3	硫酸アルミニウム	2.19	6.57	凝集体が散見された	22.2	0.217	9.8×10^{-3}
比較例 4	硫酸アルミニウム	4.38	13.1	凝集体が散見された	12.6	0.152	1.2×10^{-2}
参考例 1	実施例に使用した紙おむつから採取した吸水性樹脂粒子				34.1	0.233	6.8×10^{-3}

[0107] 実施例で得られた再生吸水性樹脂粒子を用いた吸収性物品は、高い吸水性を有し、且つポリマーの溶解を抑制できることが示された。

符号の説明

[0108] 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、150…ヒートシール部、200…不織布バック。

請求の範囲

- [請求項1] 架橋重合体を含有する吸水性樹脂粒子の製造方法であって、
ポリマー及び溶媒を含有するポリマー溶液を準備する準備工程と、
共有結合を介して前記ポリマーを架橋させることにより前記架橋重合体を形成する架橋工程と、
を備える、製造方法。
- [請求項2] 前記準備工程が、架橋重合体を含有するリサイクル用吸水性樹脂の前記架橋重合体の架橋構造を開裂させて前記ポリマーを得ることを含む、請求項1に記載の製造方法。
- [請求項3] 前記準備工程が、吸収性物品から前記リサイクル用吸水性樹脂を回収することを更に含む、請求項2に記載の製造方法。
- [請求項4] 前記ポリマーの重量平均分子量が10万以上である、請求項1～3のいずれか一項に記載の製造方法。
- [請求項5] 前記架橋工程において、前記ポリマー溶液をゲル化させる、請求項1～3のいずれか一項に記載の製造方法。
- [請求項6] 前記ポリマーが、カルボキシル基を有し、
前記ポリマーが、前記カルボキシル基と架橋剤との反応、及び／又は前記カルボキシル基同士の反応によって架橋される、請求項1～3のいずれか一項に記載の製造方法。
- [請求項7] 前記ポリマーが、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る、請求項1～3のいずれか一項に記載の製造方法。
- [請求項8] 下式で表される溶解成分指数が $2 \times 10^{-3} \sim 6 \times 10^{-3}$ である、
吸水性樹脂粒子。
$$\text{溶解成分指数} = \text{溶解分 (g/g)} / \text{CRC (g/g)}$$
- [請求項9] 請求項8に記載の吸水性樹脂粒子を含む、吸収体。
- [請求項10] 請求項9に記載の吸収体を含む、吸収性物品。