

明 細 書

発明の名称：

吸水性樹脂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、吸水性樹脂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リサイクル用吸水性樹脂を再生する際に、リサイクル用吸水性樹脂を脱水して不活性化させる。本発明者の知見によれば、このとき、脱水によりリサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造が破壊されると、脱水後に得られるリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量（リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂を可溶化（架橋構造を開裂）させて得られるポリマーの重量平均分子量）が小さくなりすぎる。

リサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなると、リサイクル用吸水性樹脂の架橋構造を開裂させたポリマーを再び架橋させて吸水性樹脂粒子を作製した際、吸水性樹脂粒子の架橋が不十分なことにより溶出分が増加したり、再度の架橋に用いられる架橋剤の使用量が増加したりする等して、再利用することが難しくなる。

[0005] また、脱水した後に得られるリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量がある程度大きくても、脱水時にリサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造がダメージを受けていると、徐々に吸水性樹脂の構造が破壊され、重量平均分子量が小さくなる。そのため、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を一定期間（例えば、7日間）保管すると、リサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎている場合があり、再利用することが難しくなる。

[0006] 本発明の一側面は、リサイクル用吸水性樹脂から再利用しやすい吸水性樹脂を製造する方法に関する。

課題を解決するための手段

[0007] 本開示の一側面は、例えば、以下の〔1〕～〔6〕を含む。

〔1〕 吸水性樹脂の製造方法であって、

水及び吸水性樹脂を含むリサイクル用吸水性樹脂を脱水する脱水工程を備え、

前記脱水工程が、前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が100万以上となるように実施され、

前記脱水工程後において、前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を、7日経過した時点での重量平均分子量が30万以上となる環境下におく、製造方法。

〔2〕 前記脱水工程が、前記リサイクル用吸水性樹脂と、酸成分、多価金属塩、及びアルコールからなる群から選択される少なくとも1種の物質と、を接触させる工程である、〔1〕に記載の製造方法。

〔3〕 前記環境の温度が、70℃以下である、〔1〕又は〔2〕に記載の

製造方法。

〔４〕 前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を保管する保管工程を更に備え、

前記保管工程において前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を保管する環境が、前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を、７日間保管した時点での重量平均分子量が３０万以上に維持される環境である、〔１〕～〔３〕のいずれか一つに記載の製造方法。

〔５〕 前記保管工程が、前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を前記脱水から１時間以上保管する工程である、〔４〕に記載の製造方法。

〔６〕 〔１〕～〔５〕のいずれか一つに記載の製造方法により吸水性樹脂を得る準備工程と、

前記吸水性樹脂に含まれる架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得る開裂工程と、

前記ポリマーを架橋させる架橋工程と、
を備える、吸水性樹脂粒子の製造方法。

発明の効果

〔０００８〕 本発明の一側面によれば、リサイクル用吸水性樹脂から再利用しやすい吸水性樹脂を製造する方法を提供できる。

図面の簡単な説明

〔０００９〕 〔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〕吸水性樹脂の架橋構造を開裂させる処理槽を示す模式図である。

発明を実施するための形態

〔００１０〕 本発明は以下の例に限定されるものではない。

〔００１１〕 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。

- [0012] 吸水性樹脂の製造方法の一例は、水及び吸水性樹脂を含むリサイクル用吸水性樹脂を脱水する脱水工程を備える。当該方法において、脱水工程は、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が100万以上となるように実施され、脱水工程後において、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を、7日経過した時点での重量平均分子量が30万以上になる環境下におく。リサイクル用吸水性樹脂は、使用済みの吸水性樹脂（即ち、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。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70~100モル%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、70~100モル%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) であれば不定形破碎状、鱗片状、粒状等であってよい。

[0019] 脱水工程では、リサイクル用吸水性樹脂を脱水し、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を得る。脱水工程では、リサイクル用吸水性樹脂を不活性化化

し、吸水性能を低下させてもよい。不活化により、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂と水とを接触させても、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂は、脱水前と比較して水を吸収しにくくなっている。

[0020] リサイクル用吸水性樹脂の脱水は、例えば、リサイクル用吸水性樹脂と、酸成分、多価金属塩、及びアルコールからなる群から選択される少なくとも1種の物質と、を接触させて行うことができる。リサイクル用吸水性樹脂の脱水は、リサイクル用吸水性樹脂を十分に不活性化させる観点から、酸成分及び多価金属塩のうち少なくとも1種の物質と、を接触させて行ってもよい。リサイクル用吸水性樹脂の脱水は、後述の開裂工程を実施しやすくなる観点から、リサイクル用吸水性樹脂と、酸成分とを接触させて行ってもよく、後述の保管工程において高温環境下での保管が可能となる観点から、リサイクル用吸水性樹脂と、多価金属塩とを接触させて行ってもよい。

[0021] 酸成分は、無機酸であってよく、有機酸であってよく、その両方を併用してもよい。無機酸は、例えば、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一種であってよい。有機酸は、例えば、酢酸、コハク酸、クエン酸、リンゴ酸、乳酸、及びフマル酸からなる群から選択される少なくとも一種であってよい。酸成分は、吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、脱水後及び脱水後から一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることを抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、クエン酸及び硫酸のうち少なくとも一種であってよく、キレート効果及び殺菌効果があることから、クエン酸であってよい。

[0022] リサイクル用吸水性樹脂と接触させる酸成分は、水溶液等の液体の状態であってもよく、粉末等の固体の状態であってもよい。

[0023] 酸成分が液体である場合、酸成分のpHは、リサイクル用吸水性樹脂を十分に脱水させる観点から、0.1以上、0.3以上、0.5以上、0.7以上、0.8以上、0.9以上、1.0以上、又は1.1以上であってもよく、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、脱

水後及び脱水後から一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることを抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、5.0以下、4.5以下、4.0以下、3.5以下、3.0以下、2.5以下、2.4以下、又は2.3以下であってもよい。酸成分のpHは、0.1～5.0、0.3～4.5、0.5～4.0、0.7～3.5、0.8～3.0、0.9～2.5、又は1.0～2.4であってもよい。

[0024] リサイクル用吸水性樹脂と接触させる酸成分の量（固形分量）は、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂100質量部に対して、リサイクル用吸水性樹脂を十分に脱水させる観点から、50質量部以上、100質量部以上、150質量部以上、又は200質量部以上であってもよく、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、脱水後及び脱水後から一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることを抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、4000質量部以下、3000質量部以下、又は2000質量部以下であってもよい。これらの観点から、リサイクル用吸水性樹脂と接触させる酸成分の量（固形分量）は、リサイクル用吸水性樹脂100質量部に対して、50～4000質量部、100～4000質量部、150～3000質量部、又は200～2000質量部であってもよい。

[0025] 酸成分を接触させてリサイクル用吸水性樹脂を脱水するときの温度は、リサイクル用吸水性樹脂を十分に脱水させる観点から、0℃以上、10℃以上、又は15℃以上であってもよく、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、脱水工程後及び脱水後から一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることを抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、100℃以下、80℃以下、60℃以下、40℃以下、又は30℃以下であってもよい。これらの観点から、酸成分を接触させてリサイクル用吸水性樹脂を脱水するときの温度は、0～100℃、10～60℃、10～40℃、又は15～

30℃であってもよい。酸成分を接触させてリサイクル用吸水性樹脂を脱水するときの温度は、20℃以上、30℃以上、40℃以上、50℃以上、60℃以上、70℃以上、又は80℃以上であってもよい。

[0026] 多価金属塩は、二価以上の金属の塩である。二価以上の金属は、例えば、カルシウム、アルミニウム、マグネシウム、チタン、クロム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、カドミウム、及び鉛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。

[0027] 多価金属塩は、多価金属の無機塩であってもよく、多価金属の有機塩であってもよい。多価金属の無機塩としては、例えば、塩化カルシウム、塩化アルミニウム、塩化マグネシウム等の多価金属の塩化物；水酸化カルシウム、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム等の多価金属の水酸化物；炭酸カルシウム、炭酸アルミニウム、炭酸マグネシウム等の多価金属の炭酸塩などが挙げられる。多価金属の有機塩としては、ギ酸カルシウム、酢酸カルシウム等の多価金属のカルボン酸塩が挙げられる。多価金属塩は、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、脱水後及び脱水後から一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることの抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、多価金属の塩化物であってもよく、塩化カルシウムであってもよい。多価金属塩は一種単独で用いてもよく、二種類以上を併用してもよい。

[0028] リサイクル用吸水性樹脂と接触させる多価金属塩は、水溶液等の液体の状態であってもよく、粉末等の固体の状態であってもよい。

[0029] 多価金属塩が液体である場合、多価金属塩のpHは、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、脱水後及び脱水後から一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることの抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、1.0以上、3.0以上、5.0以上、5.5以上、6.0以上、6.5以上、又は7.0以上であってもよく、同様の観点から、13.0以下、12.5以下、12.0以下、11.5以下、11.0以下、10.5以下

、又は10.0以下であってもよい。多価金属塩のpHは、1.0～13.0、3.0～12.5、5.0～12.0、5.5～11.5、6.0～11.0、6.5～10.5、又は7.0～10.0であってもよい。

[0030] リサイクル用吸水性樹脂と接触させる多価金属塩の量（固形分量）は、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂100質量部に対して、リサイクル用吸水性樹脂を十分に脱水させる観点から、50質量部以上、100質量部以上、150質量部以上、又は200質量部以上であってもよく、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、重量平均分子量を大きくすることにより、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、4000質量部以下、3000質量部以下、又は2000質量部以下であってもよい。これらの観点から、リサイクル用吸水性樹脂と接触させる多価金属塩の量（固形分量）は、リサイクル用吸水性樹脂100質量部に対して、50～4000質量部、100～4000質量部、150～3000質量部、又は200～2000質量部であってもよい。

[0031] 多価金属塩を接触させてリサイクル用吸水性樹脂を脱水するときの温度は、リサイクル用吸水性樹脂を十分に脱水させる観点から、0℃以上、10℃以上、又は15℃以上であってもよく、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、脱水後及び脱水後から一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることを抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、100℃以下、80℃以下、60℃以下、40℃以下、又は30℃以下であってもよい。これらの観点から、多価金属塩を接触させてリサイクル用吸水性樹脂を脱水するときの温度は、0～100℃、10～60℃、10～40℃、又は15～30℃であってもよい。

[0032] アルコールは、例えば、メタノール、エタノール、2-プロパノール、t-ブタノール、イソブタノール、ペンタノール、及びヘキサノール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。リサイクル用吸水性樹脂と接触させるアルコールの量は、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂

脂100質量部に対して、1000～1000000質量部、又は10000～100000質量部であってもよい。

[0033] 脱水工程は、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が100万以上となるように実施される。すなわち、脱水した時点のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量（脱水後の重量平均分子量）は、100万以上である。脱水した時点のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量とは、リサイクル用吸水性樹脂の脱水が完了した後、脱水後のリサイクル用吸水性樹脂を可溶化（架橋構造を開裂）させた後に測定されるポリマーの重量平均分子量を意味する。また、脱水した時点のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量（ポリマーの重量平均分子量）は、リサイクル用吸水性樹脂の脱水が完了した時点から24時間以内に測定される値であり、24時間以内に測定された一つ又は複数の重量平均分子量の測定値うち、少なくとも一つの測定値が100万以上であればよい。なお、通常、脱水によってリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量は減少するが、一実施形態に係る吸水性樹脂の製造方法における脱水工程では、脱水によって減少したりサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量を100万以上となる場合のみならず、脱水によってリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が増加して100万以上となる場合を含む。

[0034] 本明細書においてリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量は、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂を可溶化して、ポリマーを含む分解液を得た後、得られたポリマーに対して光散乱GPCにより測定される重量平均分子量を意味する。具体的には、後述の実施例に記載の方法により測定される。

[0035] 脱水後の重量平均分子量は、110万以上、120万以上、130万以上、140万以上、150万以上、160万以上、170万以上、180万以上、190万以上、又は200万以上であってもよく、300万以下、280万以下、260万以下、250万以下、又は240万以下であってもよい。脱水後の重量平均分子量は、100万～300万、120万～280万、

140万～260万、160万～250万、又は180万～240万であってもよい。

[0036] 脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の膨潤倍率は、2倍以上、4倍以上、6倍以上、8倍以上、10倍以上、12倍以上、14倍以上、16倍以上、18倍以上、20倍以上、又は22倍以上であってもよく、30倍以下、28倍以下、26倍以下、24倍以下、23倍以下、22倍以下、20倍以下、18倍以下、16倍以下、14倍以下、12倍以下、10倍以下、8倍以下、又は6倍以下であってもよい。脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の膨潤倍率は、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の質量[g]を、リサイクル用吸水性樹脂中の吸水性樹脂の純分[g]で除することにより算出することができ、具体的には後述の実施例に記載の方法により算出される。脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の膨潤倍率は、2～30倍、2～26倍、2～24倍、4～30倍、4～26倍、又は4～24倍であってもよい。

[0037] 脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂は、7日経過した時点での重量平均分子量が30万以上となる環境下におかれる。脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂がこのような環境下におかれることにより再利用しやすい吸水性樹脂を製造することができる。なお、通常、脱水した後の7日間経過によってリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量は減少するが、上記環境下は、脱水した後の7日経過によって減少したリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量を30万以上に維持する場合のみならず、脱水した後の7日間経過によってリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が増加して30万以上となる場合を含む。

[0038] 脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂がおかれる環境の温度（環境温度）は、リサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることを抑制できる観点から、90℃以下、80℃以下、70℃以下、60℃以下、又は50℃以下であってもよい。環境温度は、例えば、0℃以上、5℃以上、10℃以上、20℃以上、25℃以上、30℃以上、40℃以上、又は50℃以上であってもよい。環境温度は、0～90℃、0～80℃、5～90℃

、又は5～80℃であってもよい。

[0039] 脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂がおかれる環境の湿度（環境湿度）は、100RH%以下、80RH%以下、又は60RH%以下であってもよい。

[0040] 脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂がおかれる環境の雰囲気ガスは、例えば、空気、窒素等の不活性ガスなどであってもよい。

[0041] 吸水性樹脂粒子の製造方法は、リサイクル用吸水性樹脂を脱水工程に供した後、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を保管する保管工程を備えていてもよい。保管工程において脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂が保管される環境は、脱水工程後のリサイクル用吸水性樹脂が7日保管された時点でリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が30万以上に維持される環境であってよい。なお、保管とは、脱水から1時間以上特定の環境下において容器等でリサイクル用吸水性樹脂を保管することを意味する。特定の環境下とは、特定の温度及び特定の湿度の環境下を意味し、より具体的には、後述する保管温度±5℃及び後述する保管湿度±5%RHで維持される環境下を意味する。

[0042] 保管工程は、例えば、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を容器に充填し、特定の温度、特定の雰囲気下でリサイクル用吸水性樹脂を保管する。リサイクル用吸水性樹脂を保管する容器の材質は、例えば、金属、樹脂、ガラス等であってもよい。容器の材質が金属である場合、金属としては、例えば、ステンレス、銅等が挙げられる。容器の材質が樹脂である場合、樹脂としては、例えば、PE、PP、PS、PVC、フッ素系樹脂等が挙げられる。リサイクル用吸水性樹脂を保管する容器の外観形状は、例えば、角柱状、円柱状であってもよく、袋等のように不定形状であってもよい。

[0043] 脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を保管する環境の温度（保管温度）は、脱水工程において、リサイクル用吸水性樹脂と接触させた成分に応じて決定してもよい。脱水工程において、リサイクル用吸水性樹脂と酸成分とを接触させた場合、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破

壊を抑制し、一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることを抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、保管温度は、例えば、70℃以下であってもよい。脱水工程において、リサイクル用吸水性樹脂と多価金属塩とを接触させた場合、酸成分を接触させた場合よりもリサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制されるため、保管温度は、例えば、90℃以下であってもよい。

[0044] 保管温度は、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造の破壊を抑制し、一定期間保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなりすぎることを抑制し、再利用しやすい吸水性樹脂をより製造しやすくなる観点から、90℃以下、80℃以下、70℃以下、60℃以下、又は50℃以下であってもよい。保管温度は、例えば、0℃以上、5℃以上、10℃以上、20℃以上、25℃以上、30℃以上、40℃以上、又は50℃以上であってもよい。すなわち、保管される環境は、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を上記の保管温度で保管する環境であってもよい。保管温度は、0～90℃、0～80℃、5～90℃、又は5～80℃であってもよい。

[0045] 脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を保管する湿度（保管湿度）は、100RH%以下、80RH%以下、又は60RH%以下であってもよい。

[0046] 保管する雰囲気ガスは、例えば、空気、窒素等の不活性ガスなどであってもよい。

[0047] 脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を保管する時間（保管時間）は、後述の開裂工程を実施するまでの時間であってもよい。保管工程は、例えば、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を脱水から1時間以上、3時間以上、5時間以上、7時間以上、10時間以上、15時間以上、又は24時間以上保管してもよく、脱水から170時間以下、160時間以下、150時間以下、140時間以下、130時間以下、又は120時間以下保管してもよい。保管時間は、1～170時間であってもよい。

- [0048] 保管工程において脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂が保管される環境は、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂が7日保管された時点でリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が30万以上に維持される環境である。すなわち、保管工程において、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂が7日保管された時点のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量（保管後の重量平均分子量）は、30万以上である。7日保管した時点のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量とは、脱水工程後、リサイクル用吸水性樹脂を7日間保管してから24時間以内に測定されるリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量を意味し、24時間以内に測定された一つ又は複数の重量平均分子量の測定値うち、少なくとも一つの測定値が30万以上であればよい。保管後の重量平均分子量は、脱水後の重量平均分子量と同様の方法により測定される。
- [0049] 保管後の重量平均分子量は、50万以上、70万以上、80万以上、90万以上、100万以上、110万以上、120万以上、130万以上、140万以上、150万以上、160万以上、170万以上、180万以上、190万以上、又は200万以上であってもよく、300万以下、280万以下、260万以下、250万以下、240万以下、又は230万以下であってもよい。保管後の重量平均分子量は、50万～300万、50万～260万、50万～240万、70万～300万、70万～260万、70万～240万、80万～300万、80万～260万、又は80万～240万であってもよい。
- [0050] 脱水後の重量平均分子量（ Mw_1 ）に対する保管後の重量平均分子量（ Mw_2 ）の比率（ Mw_2/Mw_1 ）は、0.3以上、0.4以上、0.5以上、0.6以上、0.7以上、0.8以上、0.9以上、又は0.95以上であってもよい。 Mw_2/Mw_1 が大きいほど、リサイクル用吸水性樹脂の脱水後と、保管後とでリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が大きく変わらないことから、リサイクル用吸水性樹脂に含まれる吸水性樹脂の構造へのダメージが抑制されているため好ましい。

- [0051] 上述した吸水性樹脂の製造方法により、吸水性樹脂を得ることができる。得られた吸水性樹脂は、吸水性樹脂粒子の製造に用いることができる。すなわち、本発明の他の実施形態は、上述した製造方法により吸水性樹脂を得る準備工程を備える、吸水性樹脂粒子の製造方法である。
- [0052] 吸水性樹脂の架橋重合体の架橋構造は、吸水性樹脂を酸成分（例えば、硫酸）、塩基成分（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、開裂工程は、吸水性樹脂を酸成分、塩基成分、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。
- [0053] 酸成分は、無機酸であってよく、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、又は、硫酸及び塩酸から選択される少なくとも１種の無機酸であってよい。吸水性樹脂と酸成分とを接触させる場合、温度は８０～１４０℃であってよい。
- [0054] 塩基成分は、無機塩基であってよく、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種の無機塩基、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種の無機塩基であってよい。吸水性樹脂と塩基成分とを接触させる場合、温度は５０～１２０℃であってよい。
- [0055] 架橋重合体の架橋構造の開裂は、具体的には、例えば、架橋構造を塩基成分により開裂させる場合、吸水性樹脂と塩基成分とを含む溶液を温度５０～１５０℃、ｐＨ１０以上の環境下において、１～５０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。
- [0056] 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。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、吸水性樹脂を塩基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。

[0057] 開裂工程で得られるポリマーの重量平均分子量は、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、30～1000万、50～600万、又は100～300万であってもよい。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）により測定される。

（条件）

オートサンプラー：Autosampler AS-11（株式会社FLOM製）。

脱気装置：Gastorr AG-16（株式会社FLOM製）。

送液ユニット：LC-10AD（株式会社島津製作所製）。

カラム：OHpak SB-807HQ、SB-806HQ、SB-804HQ（Shodexシリーズ、株式会社レゾナック製）。

検出器：Triple Detector TDA 302（Viscotec社製）。

溶離液： NaNO_3 （0.2mol/L）／メチルパラベン（2mmol/L）／蒸留水。

測定条件：注入量500 μL 、流速0.5mL/min、カラム・検出器温度40℃、 dn/dC 0.2270。

300mLビーカーに、0.01g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100mLとなるよう上記溶離液を添加し250rpm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（ナカライテスク、1mol/L塩酸）又は水酸化ナトリウム水溶

液（ナカライテスク、 1 mol/L ）を用いて $\text{pH}7$ へ調整する。攪拌後の試料液を $0.8\text{ }\mu\text{m}$ 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。

[0058] 吸水性樹脂粒子の製造方法は、架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得た後、ポリマー溶液中の不純物を除去するために、固液分離する工程（固液分離工程）を備えていてもよい。固液分離工程では、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。固液分離工程では、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。

[0059] 吸水性樹脂粒子の製造方法は、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）の添加等を行う工程を備えていてもよい。

[0060] 吸水性樹脂粒子の製造方法は、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う工程を備えていてもよい。

[0061] 架橋工程では、例えば、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、共有結合を介して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。

[0062] 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。

[0063] 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。

[0064] 架橋剤の量は、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、ポリマー100質量部に対して、0.0001～15質量部、0.001～10質量部、又は0.005～5質量部であってもよい。

[0065] 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。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。

[0066] 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、1～200分、又は5～150分であってもよい。

[0067] 吸水性樹脂粒子の製造方法は、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備えていてもよい。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。

- [0068] 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、異なってもよい。
- [0069] 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。
- [0070] 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）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。

- [0071] 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、ポリマー100質量部に対して、0.001～5質量部、0.005～3質量部、又は0.01～1質量部であってもよい。
- [0072] 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。
- [0073] 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もよい。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。
- [0074] 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。
- [0075] 吸水性樹脂粒子の製造方法は、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する工程を備えていてもよい。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。

[0076] 乾燥物を粉碎する粉碎工程では、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。乾燥物を粉碎する粉碎工程では、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。

[0077] 吸水性樹脂粒子の製造方法は、粉碎により得られた吸水性樹脂粒子を分級する工程を備えていてもよい。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。

[0078] 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。

[0079] 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200～500 μm 、又は300～500 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で、粒度分布を調整してもよい。

[0080] 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。

- [0081] 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。
- [0082] 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。
- [0083] 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。
- [0084] 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。

- [0085] 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。
- [0086] 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。
- [0087] 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。
- [0088] 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。
- [0089] 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もよい。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。

[0090] 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。

[0091] 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。

[0092] 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。

[0093] 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。

[0094] 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、 $5 \sim 200 \text{ g/m}^2$ 、 $8 \sim 150 \text{ g/m}^2$ 、又は $10 \sim 100 \text{ g/m}^2$ であってもよい。液体透過性シート30の厚さは、 $20 \sim 1400 \mu\text{m}$ 、 $50 \sim 1200 \mu\text{m}$ 、又は $80 \sim 1000 \mu\text{m}$ であってもよい。

[0095] 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。

[0096] 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 $10 \sim 50 \text{ g/m}^2$ であってもよい。

実施例

[0097] 以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明する。

[0098] <評価方法>

以下の評価方法に従って、重量平均分子量、及び膨潤倍率を測定した。測定結果は表1に示すとおりである。

[0099] [重量平均分子量]

図2に示すように、還流冷却器、窒素ガス導入管、攪拌機（翼径40mmの4枚傾斜パドル翼を有する攪拌翼を備えた150mL丸底円筒型セパラブルフラスコ、EYELA社製）を準備した。セパラブルフラスコに脱水した直後のリサイクル用吸水性樹脂、又は、7日間保管直後のリサイクル用吸水性樹脂を固形分量で1g量り取り、30%水酸化ナトリウム4.0gを加えた。その後、セパラブルフラスコの内容物の全量が100gとなるようにイオン交換水を加えた。300rpmで攪拌を開始し、セパラブルフラスコ内に窒素ガスを200mL/minで15分間吹き込み、セパラブルフラスコ内を窒素置換した。その後、パーソナル有機合成反応装置（EYELA社製）を用いて昇温を開始し、内温を80℃で6時間保持して可溶化された（架橋構造が開裂された）吸水性樹脂であるポリマーを含む分解液を得た。なお、分解液を得た時点は、後述するように最後に目開き75μm標準篩で濾してリサイクル用吸水性樹脂を取得した時点、又は、リサイクル用吸水性樹脂を7日間保管した時点から、7時間経過していた。分解液を得たのち、すぐに該分解液に含まれるポリマーの重量平均分子量を光散乱GPCにより以下

の条件で測定し、得られた重量平均分子量をリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量とした。重量平均分子量の測定が完了した時点は、後述するように最後に目開き $75\ \mu\text{m}$ 標準篩で濾してリサイクル用吸水性樹脂を取得した時点、又は、リサイクル用吸水性樹脂を7日間保管した時点から、8.5時間経過していた。また、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量に対する保管した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量の比率（保管後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量／脱水後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量）を算出した。

（条件）

オートサンプラー：Autosampler AS-11（株式会社FLOM製）。

脱気装置：Gastorr AG-16（株式会社FLOM製）。

送液ユニット：LC-10AD（株式会社島津製作所製）。

カラム：OHpak SB-807HQ、SB-806HQ、SB-804HQ（Shodexシリーズ、株式会社レゾナック製）。

検出器：Triple Detector TDA 302（Viscotec社製）。

溶離液： NaNO_3 （ $0.2\ \text{mol/L}$ ）／メチルパラベン（ $2\ \text{mmol/L}$ ）／蒸留水。

測定条件：注入量 $500\ \mu\text{L}$ 、流速 $0.5\ \text{mL/min}$ 、カラム・検出器温度 40°C 、 dn/dc 0.2270 。

$300\ \text{mL}$ ビーカーに、 $0.01\ \text{g}$ 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 $100\ \text{mL}$ となるよう上記溶離液を添加し、 $250\ \text{rpm}$ で1時間攪拌した。試料液のpHが中性ではなかった場合には、塩酸（ナカライテスク、 $1\ \text{mol/L}$ 塩酸）又は水酸化ナトリウム水溶液（ナカライテスク、 $1\ \text{mol/L}$ ）を用いてpH7へ調整した。攪拌後の試料液を $0.8\ \mu\text{m}$ のフィルターシリンジを通した濾液を用いてGPCで測定した。

[0100] [膨潤倍率]

脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の質量を測定し、以下の式により膨潤倍率を算出した。

膨潤倍率 [倍] = 脱水後のリサイクル用吸水性樹脂の質量 [g] / リサイクル用吸水性樹脂中の吸水性樹脂の純分 [g]

[0101] (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リサイクル用吸水性樹脂を紙おむつ内より採取した。

[0102] リサイクル用吸水性樹脂 10 g（100 質量部）を 5 L 容のポリビーカーに含まれる生理用食塩水 4000 g（液温 25℃）に投入し、75 mm パドル翼を 2 段備えたスリーワンモーター（新東科学株式会社製、HEIDON BLH1200）を用いて 100 rpm で 10 分間攪拌後、目開き 75 μm 標準篩で濾し、篩上に残った膨潤したリサイクル用吸水性樹脂を回収した。続いて、膨潤したリサイクル用吸水性樹脂を 5 L 容のポリビーカーに含まれる 1 質量% クエン酸水溶液 4000 g（40000 質量部、液温 25℃）に投入し、上述のスリーワンモーターを用いて 100 rpm で 10 分間攪拌し、脱水（不活性化）処理を行った。目開き 75 μm 標準篩で濾した後、篩上のリサイクル用吸水性樹脂を 5 L 容のポリビーカーに含まれるイオン交換水 2 L に投入して上述のスリーワンモーターを用いて 100 rpm で 3 分間攪拌することで洗浄した。その後、目開き 75 μm 標準篩で濾し、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂 224.13 g を得た。リサイクル用吸水性樹脂の膨潤倍率（脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の質量） / （リサイクル用吸水性樹脂中の吸水性樹脂の純分（本実施例では、おむつより採取したリサイクル用吸水性樹脂の質量を吸水性樹脂の純分とみなした））は、22.4 倍（= 224.13 / 10）であった。また、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量は 197.9 万であった。

[0103] 次いで、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を100mL容のガラスビーカーに入れてラップをし、恒温恒湿機（エスペック社、LH-113、温度50℃、湿度50RH%）で7日間保管した。7日間保管した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量は171.9万であった。なお、7日間（保管期間）の起点は、上述のように最後に目開き75μm標準篩で濾してリサイクル用吸水性樹脂を得た時点とした。

[0104]（実施例2～9、比較例1～2）

実施例1と同様の操作を行い、表1に示される通りに、各条件を変更して脱水後の吸水性樹脂を取得した。また、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量、7日間保管した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量に対する保管した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量の比率、及び膨潤倍率を測定した。測定結果を表1に示す。

[0105]

[表1]

	脱水工程				保管工程		重量平均分子量		
	添加剤	添加量 [質量部]	pH	処理温度[℃]	膨潤倍率[倍]	保管温度[℃]	脱水後[万]	保管後[万]	比率
実施例1	1%クエン酸水溶液	40000	2.22	25	22.4	50	197.9	171.9	86.9
実施例2	5%クエン酸水溶液	40000	1.82	25	11.7	50	200.7	164.1	81.8
実施例3	1%クエン酸水溶液	40000	2.22	25	21.5	70	213.8	80.8	37.8
実施例4	1%硫酸水溶液	20000	1.04	25	11.1	50	204.5	181.4	88.7
実施例5	100%クエン酸粉末	400	—	25	14.3	25	233.6	225.3	96.4
実施例6	30%クエン酸水溶液	1300	1.16	90	15.8	70	224.1	130.5	58.2
実施例7	30%クエン酸水溶液	1300	1.16	25	14.7	5	238.3	189.5	79.5
実施例8	5%塩化カルシウム水溶液	40000	9.58	25	4.3	50	204.2	186.2	91.2
実施例9	1%塩化カルシウム水溶液	20000	7.48	25	6.1	80	201.8	189.4	93.9
比較例1	1%クエン酸水溶液	40000	2.22	25	22.9	80	209.5	4.0	1.9
比較例2	1%硫酸水溶液	20000	1.04	25	12.4	80	159.5	9.9	6.2

[0106] 実施例 1～9 では、リサイクル用吸水性樹脂の脱水した後及び脱水後から一定期間保管した後において、いずれも重量平均分子量が十分大きいのに対し、比較例 1～2 では、リサイクル用吸水性樹脂の脱水した後の重量平均分子量は十分に大きいものの、7 日保管した時点の重量平均分子量は小さいことがわかる。すなわち、実施例 1～9 では、リサイクル用吸水性樹脂から再利用しやすい吸水性樹脂を製造することができている。

[0107] また、実施例 1、3 及び比較例 1 との比較や実施例 4 と比較例 2 との比較から、添加剤として酸成分を用いた場合、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂がおかれる環境の温度（保管工程の保管温度）が高くなると、7 日保管した時点のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が小さくなる傾向があることがわかる。一方で、実施例 8 及び 9 から、添加剤として多価金属塩を用いた場合、脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂がおかれる環境の温度（保管工程の保管温度）が高くなっても、7 日保管した時点のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が十分に大きいことがわかる。

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、110…丸底円筒型セパラブルフラスコ、120…4 枚傾斜パドル翼、130…窒素ガス導入管、140…還流冷却器、150…酸素濃度計、160…ガス排出管、170…攪拌モーター、180…シャフトホルダー、185…攪拌軸、190、195…三方コック、200…処理槽。

請求の範囲

- [請求項1] 吸水性樹脂の製造方法であって、
水及び吸水性樹脂を含むリサイクル用吸水性樹脂を脱水する脱水工程を備え、
前記脱水工程が、前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂の重量平均分子量が100万以上となるように実施され、
前記脱水工程後において、前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を、7日経過した時点での重量平均分子量が30万以上となる環境下におく、製造方法。
- [請求項2] 前記脱水工程が、前記リサイクル用吸水性樹脂と、酸成分、多価金属塩、及びアルコールからなる群から選択される少なくとも1種の物質と、を接触させる工程である、請求項1に記載の製造方法。
- [請求項3] 前記環境の温度が、70℃以下である、請求項1に記載の製造方法。
- [請求項4] 前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を保管する保管工程を更に備え、
前記保管工程において前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を保管する環境が、前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を、7日間保管した時点での重量平均分子量が30万以上に維持される環境である、請求項1に記載の製造方法。
- [請求項5] 前記保管工程が、前記脱水した後のリサイクル用吸水性樹脂を前記脱水から1時間以上保管する工程である、請求項4に記載の製造方法。
- [請求項6] 請求項1～5のいずれか一項に記載の製造方法により吸水性樹脂を得る準備工程と、
前記吸水性樹脂に含まれる架橋重合体の架橋構造を開裂させてポリマーを得る開裂工程と、
前記ポリマーを架橋させる架橋工程と、

を備える、吸水性樹脂粒子の製造方法。