

明 細 書

発明の名称：

吸水性樹脂粒子の製造方法、吸収体、及び吸収性物品

技術分野

[0001] 本発明は、吸水性樹脂粒子の製造方法、吸収体、及び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、
重量平均分子量が30万以上であるポリマーと、溶媒と、を含有するポリマー溶液を準備する準備工程と、
前記ポリマーを架橋させる架橋工程と、
を備える、製造方法。

[2] 前記準備工程が、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開裂工程を含み、

前記開裂工程が、前記吸水性樹脂を含む反応液を収容した処理槽で実施され、且つ、前記処理槽の気相における酸素濃度を18体積%以下とする操作を含む、[1]に記載の製造方法。

[3] 前記開裂工程が、前記反応液を50℃以上にする操作を含む、[1]又は[2]に記載の製造方法。

[4] 前記反応液が、酸成分及びアルカリ性成分のうち少なくとも一方を含む、[1]～[3]のいずれか一つに記載の製造方法。

[5] 前記架橋工程が、共有結合を介して前記ポリマーを架橋させることを含む、[1]～[4]のいずれか一つに記載の製造方法。

[6] [1]～[5]のいずれか一つに記載の製造方法により得られる吸水性樹脂粒子を含む、吸収体。

[7] [6]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]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

[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。

[0011] 吸水性樹脂粒子の製造方法の一例は、重量平均分子量が30万以上であるポリマーと、溶媒と、を含有するポリマー溶液を準備する準備工程と、ポリマーを架橋させる架橋工程と、を備える方法である。当該方法において吸水性樹脂粒子は、架橋重合体を含有する。当該方法によれば、例えば、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] 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。

[0013] 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に由来する構成単位を含む重合体（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。

[0014] 架橋重合体は、エチレン性不飽和単量体以外の単量体に由来する構成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に由来する構成単位（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に由来する構成単位の占める割合が、70～100モル%であってもよい。

[0015] 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。

[0016] 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。

[0017] 準備工程は、リサイクル用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る開裂工程を含むことができる。開裂工程は、例えば、リサイクル用吸水性樹脂を含む反応液を収容した処理槽で実施され、且つ、処理槽の気相における酸素濃度を18体積％以下とする操作を含み得る。換言すると、準備工程におけるポリマーは、処理槽内に収容されたりサイクル用吸水性樹脂（架橋重合体を含む）を含む反応液中で、反応液と、酸素濃度が18体積％以下である処理槽内の気相とを接触させながら、当該架橋重合体の架橋構造を開裂させることにより得ることができる。

[0018] この方法によれば、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得られるポリマーの重量平均分子量を30万以上とすることが容易となり、当該ポリマーから、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（再生）することができる。

[0019] 処理槽の気相における酸素濃度は、得られるポリマーの重量平均分子量が大きくなりやすくなると共に、当該ポリマーから製造される吸水性樹脂粒子の溶解分がより少なくなる観点から、気相の全体積に対して、16体積％以

下、14体積%以下、12体積%以下、10体積%以下、8体積%以下、6体積%以下、4体積%以下、2体積%以下、1体積%以下、0.5体積%以下、0.1体積%以下、又は0.05体積%以下であってもよい。気相における酸素濃度は、実質的に0体積%であってもよく、0体積%超、又は0.01体積%以上であってもよい。処理槽の気相における酸素濃度は、0~16体積%、0~12体積%、0~8体積%、0~6体積%、0~4体積%、0~1体積%、0~0.5体積%、0~0.1体積%、0~0.05体積%、0.01~0.5体積%以下、0.01~0.1体積%以下、又は0.01~0.05体積%以下であってもよい。処理槽の気相における酸素濃度を18体積%以下とするには、例えば、処理槽の気相を不活性ガス（例えば、窒素）によって置換すればよい。

[0020] 反応液は、少なくとも架橋重合体を含む吸水性樹脂を含む。架橋重合体は、例えば、溶媒中に溶解されている。反応液の溶媒は、架橋重合体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。

[0021] 反応液における吸水性樹脂の含有量は、反応液の全量に対して、30質量%以下、20質量%以下、15質量%以下、12質量%以下、又は10質量%以下であってもよく、0.1質量%以上、0.5質量%以上、1質量%以上、又は1.5質量%以上であってもよい。反応液における架橋重合体の含有量は、0.1~30質量%、0.5~20質量%、1~15質量%、又は1~10質量%であってもよい。

[0022] 反応液は、吸水性樹脂以外の成分を含んでもよい。例えば、反応液は、酸成分及びアルカリ性成分（塩基成分）のうち少なくとも一方を含んでもよい。反応液は、得られるポリマーの重量平均分子量が大きくなりやすくなると共に、当該ポリマーから製造される吸水性樹脂粒子の溶解分がより少なくなる観点から、アルカリ性成分を含んでもよい。

[0023] 酸成分は、無機酸であってもよく、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もよい。

[0024] アルカリ性成分（塩基成分）は、無機アルカリ性成分（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1種の無機アルカリ性成分（無機塩基成分）、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（無機塩基成分）であってもよい。

[0025] 反応液における酸成分又はアルカリ性成分（塩基成分）の含有量は、反応液の全量に対して、 0.003 mol/kg 以上、 0.01 mol/kg 以上、 0.1 mol/kg 以上、 0.2 mol/kg 以上、 0.4 mol/kg 以上、 0.5 mol/kg 以上、 0.6 mol/kg 以上、 0.7 mol/kg 以上、又は 0.8 mol/kg 以上であってもよく、 2 mol/kg 以下、 1.5 mol/kg 以下、 1 mol/kg 以下、 0.9 mol/kg 以下、又は 0.8 mol/kg 以下であってもよい。反応液における酸成分又はアルカリ性成分（塩基成分）の含有量は、反応液の全量に対して、 $0.003\sim 2\text{ mol/kg}$ 、 $0.01\sim 1.5\text{ mol/kg}$ 、 $0.1\sim 1\text{ mol/kg}$ 、 $0.2\sim 0.9\text{ mol/kg}$ 、又は $0.5\sim 0.8\text{ mol/kg}$ であってもよい。

[0026] 反応液のpHは、反応液が酸成分を含む場合、 0.1 以上、 0.2 以上、 0.3 以上、 0.5 以上、 1.0 以上、 1.5 以上、又は 2.0 以上であってよく、 5.0 以下、 4.5 以下、 4.0 以下、 3.5 以下、 3.0 以下、又は 2.5 以下であってよい。反応液のpHは、反応液が酸成分を含む場合、例えば、 $0.1\sim 5.0$ 、 $0.2\sim 4.5$ 、 $0.3\sim 4.0$ 、 $0.5\sim 4.0$ 、 $1.0\sim 3.5$ 、 $1.5\sim 3.0$ 、又は $2.0\sim 2.5$ であってよい。

[0027] 反応液のpHは、反応液がアルカリ性成分（塩基成分）を含む場合、 7.0 以上、 7.5 以上、 8.0 以上、 8.5 以上、 9.0 以上、 9.5 以上、又は 10.0 以上であってよく、 14.0 以下、 13.5 以下、 13.0 以下、 12.5 以下、 12.0 以下、 11.5 以下、又は 11.0 以下であってよい。

てよい。反応液のpHは、反応液がアルカリ性成分（塩基成分）を含む場合、例えば、7.0～14.0、7.5～13.5、8.0～13.0、8.5～12.5、9.0～12.0、9.5～11.5、又は10.0～11.0であってよい。

[0028] 開裂工程は、得られるポリマーの重量平均分子量が大きくなりやすくなると共に、当該ポリマーから製造される吸水性樹脂粒子の溶解分がより少なくなる観点から、反応液の温度を調整する操作を含んでもよい。例えば、反応液を50℃以上、60℃以上、70℃以上、80℃以上、又は90℃以上に調整する操作を含んでもよく、反応液を150℃以下、120℃以下、110℃以下、又は100℃以下に調整する操作を含んでもよく、反応液を50～150℃、60～120℃、又は70～100℃に調整する操作を含んでもよい。反応液の温度調整は、例えば、処理槽を加熱／冷却することで実現し得る。

[0029] 反応液の温度調整は、処理槽内において、反応液と気相とが平衡な状態に達してから開始してもよい。例えば、反応液と気相とを10分以上接触させてから反応液の温度調整を実施してもよい。反応液は、吸水性樹脂の堆積と温度ムラの発生を抑制する観点から、攪拌しながら実施してもよい。

[0030] 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くする観点から、リサイクル用吸水性樹脂をアルカリ性成分（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。

[0031] 開裂工程で得られるポリマー（準備工程におけるポリマー）の重量平均分子量は、製造される吸水性樹脂粒子の溶解分がより少なくなる観点から、3

0万以上、40万以上、50万以上、70万以上、100万以上、130万以上、150万以上、170万以上、190万以上、200万以上、210万以上、220万以上、230万以上、240万以上、又は250万以上であってよい。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、350万以下、300万以下、又は260万以下であってよい。ポリマーの重量平均分子量は、30～1000万、40～800万、50～600万、70～400万、100～350万、130万～300万、150～260万、200万～350万、又は200万～300万であってよい。ポリマーの重量平均分子量は、後述の実施例に記載の方法により測定することができる。

[0032] ポリマー溶液の溶媒は、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。

[0033] 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。

[0034] 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。

[0035] 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。

[0036] 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、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。

。

- [0037] 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。
- [0038] 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。
- [0039] 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、0.0001～15質量部、0.001～10質量部、又は0.005～5質量部であってもよい。
- [0040] 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。

[0041] 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、1～200分、又は5～150分であってもよい。

[0042] 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。

[0043] 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もよい。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。

[0044] 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。

[0045] 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。オキセタン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。

[0046] 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、0.001～5質量部、0.005～3質量部、又は0.01～1質量部であってもよい。

[0047] 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、乾燥物を粉碎する粉碎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。

[0048] 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。

[0049] 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。

[0050] 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。

[0051] 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。

[0052] 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。

[0053] 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。

[0054] 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によって、粒度分布を調整してもよい。

[0055] 吸水性樹脂粒子の生理食塩水に対する保水量は、吸水性樹脂粒子が高い吸水性能を有する観点から、70g/g以下、68g/g以下、66g/g以下、64g/g以下、62g/g以下、60g/g以下、又は58g/g以下であってもよい。吸水性樹脂粒子の生理食塩水に対する保水量は、40g/g以上、44g/g以上、48g/g以上、52g/g以上、又は56g/g以上であってもよい。吸水性樹脂粒子の生理食塩水に対する保水量は、40～70g/g、44～66g/g、48～62g/g、52～60g/g、又は56～58g/gであってもよい。吸水性樹脂粒子の生理食塩水に対する保水量は、後述の実施例に記載の方法で測定される値である。

[0056] 吸水性樹脂粒子の溶解分は、0.45g/g以下、0.4g/g以下、0.35g/g以下、0.3g/g以下、0.28g/g以下、0.26g/g以下、0.24g/g以下、0.22g/g以下、0.2g/g以下、又は0.2g/g未満であってもよい。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0.45g/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、0.01g/g以上、0.02g/g以上、又は0.03g/g以上であってもよい。吸水性樹脂粒子の溶解分は、0.01～0.45g/g、0.02～0.4g/g、又は0.03～0.35g/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。

[0057] 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。

[0058] 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。

[0059] 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。

[0060] 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。

[0061] 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。

- [0062] 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。
- [0063] 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。
- [0064] 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。
- [0065] 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。
- [0066] 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。

[0067] 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。

[0068] 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。

[0069] 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。

[0070] 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。

[0071] 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。

[0072] 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。

[0073] 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

[0074] 以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明する。

[0075] <評価方法>

以下の評価方法に従って、重量平均分子量Mw、保水量、及び溶解分を測定した。測定結果は表1、2に示すとおりである。

[0076] [重量平均分子量Mw]

測定方法：光散乱GPC。

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 mol/L ）／メチルパラベン（ 2 mol/L ）／蒸留水。

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

300mL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100mLとなるよう上記溶離液を添加し250

r p mで1時間攪拌した。試料液のp Hが中性ではなかった場合には、1 m o l / L 塩酸（ナカライテスク）又は1 m o l / L 水酸化ナトリウム水溶液（ナカライテスク）を用いてp H 7へ調整した。攪拌後の試料液を0. 8 μ mのフィルターシリンジを通した濾液を用いてG P Cで測定した。

[0077] [保水量]

再生吸水性樹脂粒子の生理食塩水の保水量（室温、25 ± 2℃）を下記手順で測定した。まず、再生吸水性樹脂粒子2. 0 gを量り取った綿袋（メンブロード60番、横100 mm×縦200 mm）を内容積500 mLのビーカー内に設置した。再生吸水性樹脂粒子の入った綿袋内に生理食塩水500 gを、ママコができないように一度に注ぎ込んだ後、綿袋の上部を輪ゴムで縛り、30分静置させることで再生吸水性樹脂粒子を膨潤させた。30分経過後の綿袋を、遠心力が167 Gとなるように設定した脱水機（株式会社コクサン製、品番：H-122）を用いて1分間脱水した後、脱水後の膨潤ゲルを含んだ綿袋の質量W a [g]を測定した。再生吸水性樹脂粒子を添加せずに同様の操作を行い、綿袋の湿潤時の空質量W b [g]を測定し、下記式から再生吸水性樹脂粒子の生理食塩水の保水量を算出した。

$$\text{保水量 [g/g]} = (W a - W b) / 2. 0$$

[0078] [溶解分]

再生吸水性樹脂の溶解分を、温度25℃ ± 2℃、湿度50% ± 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 r p m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℃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 μ 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℃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℃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 c (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_d (g) を測定した。以下式に従って溶解分を算出した。

$$\text{溶解分 [g/g]} = ((W_c - W_d) / 80) \times 500 / 2.000$$

[0079] (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を紙おむつ内より採取した。

[0080] 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 40 mm の 4 枚傾斜パドル翼を有する攪拌翼を備えた 150 mL 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紙おむつから採取した吸水性樹脂を 1 g 量り取り、イオン交換水を 50 g 加えて 5 分静置することで吸水性樹脂を膨潤させた。次いで、1.6 mol/kg の硫酸 50 g をセパラブルフラスコに加えて、300 rpm で攪拌を開始した。セパラブルフラスコ内に酸素濃度が 0.02 体積% である窒素ガスを 200 mL/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 100℃ で 24 時間保持しつつ、吸水性樹脂の架橋重合体の架橋構造を開裂させた。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、pH 0.3）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 2,292,000 であった。

[0081] (実施例 2)

1.6 mol/kg の硫酸 50 g の代わりに、1.6 mol/kg の塩酸 50 g を使用したこと以外は実施例 1 と同様の操作を行い、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）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 2,378,000 であ

った。

[0082] (実施例3)

1. 6 mol/kg の硫酸 50 g の代わりに、1. 6 mol/kg の水酸化ナトリウム水溶液 50 g を使用した以外は実施例 1 と同様の操作を行い、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、pH 13.3）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 2,594,000 であった。

[0083] (実施例4)

還流冷却器、窒素ガス導入管、攪拌機（翼径 50 mm の 4 枚傾斜パドル翼を 2 段で有する攪拌翼を備えた 4 L 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を 90 g 量り取り、イオン交換水を 1710 g 加えて 5 分静置することで吸水性樹脂を膨潤させた。次いで、1.5 mol/kg の水酸化ナトリウム水溶液 1200 g をセパラブルフラスコに加えて、160 rpm で攪拌を開始した。セパラブルフラスコ内に窒素ガスを 200 mL/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、内温を 80℃ で 24 時間保持しつつ、吸水性樹脂の架橋重合体の架橋構造を開裂させた。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、pH 13.1）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 2,490,000 であった。

[0084] (実施例5)

実施例 4 で得られた水溶性リサイクルポリマーの水溶液 100 g を 500 mL のポリビーカーに量り取り、イオン交換水 200 g を加えた。翼径 50 mm の 4 枚傾斜パドル翼を 2 段で有する攪拌翼を備えた攪拌機を用いて 300 rpm で攪拌を開始した。陽イオン交換樹脂（DOWEX 50W×8 強酸性イオン交換樹脂（H 型）、デュポン社製）25 g を加え、30 分間攪

拌した後、目開き $25\mu\text{m}$ のナイロンメッシュで濾過し、陽イオン交換樹脂を取り除いた。得られた水溶性リサイクルポリマーの水溶液は $\text{pH}6.8$ であった。

[0085] 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得られた水溶性リサイクルポリマーの水溶液（重量平均分子量 M_w 2,490,000、 $\text{pH}6.8$ ）を 100g 量り取り、 300rpm で攪拌した。セパラブルフラスコ内に窒素ガスを $200\text{mL}/\text{min}$ 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 70°C で24時間保持した。加熱後の水溶性リサイクルポリマーの水溶液中のポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱GPCにより測定したところ、重量平均分子量 M_w は2,530,000であった。

[0086]（実施例6）

セパラブルフラスコ内を窒素置換する際に、窒素ガスの代わりに酸素濃度が3.1体積%である空気を吹き込んだ以外は実施例1と同様の操作を行い、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）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱GPCにより測定したところ、重量平均分子量 M_w は1,939,000であった。

[0087]（実施例7）

セパラブルフラスコ内を窒素置換する際に、窒素ガスの代わりに酸素濃度が5.3体積%である空気を吹き込んだ以外は実施例1と同様の操作を行い、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、 $\text{pH}0.2$ ）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱GPCにより測定したところ、重量平均分子量 M_w は1,153,000であった。

[0088] (実施例 8)

セパラブルフラスコ内を窒素置換する際に、窒素ガスの代わりに酸素濃度が 10.3 体積%である空気を吹き込んだ以外は実施例 1 と同様の操作を行い、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、pH 0.2）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 1,036,000 であった。

[0089] (実施例 9)

セパラブルフラスコ内を窒素置換する際に、窒素ガスの代わりに酸素濃度が 15.1 体積%である空気を吹き込んだ以外は実施例 1 と同様の操作を行い、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、pH 0.3）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 860,510 であった。

[0090] (実施例 10)

セパラブルフラスコ内を窒素置換する際に、窒素ガスの代わりに酸素濃度が 17.3 体積%である空気を吹き込んだ以外は実施例 1 と同様の操作を行い、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、pH 0.2）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 538,236 であった。

[0091] (実施例 11)

セパラブルフラスコ内を窒素置換する際に、窒素ガスの代わりに酸素濃度が 20.1 体積%である空気を吹き込んだ以外は実施例 1 と同様の操作を行い、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）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 480,296 であった。

[0092] (比較例 1)

セパラブルフラスコ内を窒素置換する際に、窒素ガスの代わりに酸素濃度が 20.1 体積%である空気を吹き込んだ以外は実施例 2 と同様の操作を行い、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）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 144,006 であった。

[0093] (比較例 2)

セパラブルフラスコ内を窒素置換する際に、窒素ガスの代わりに酸素濃度が 20.1 %である空気を吹き込んだ以外は実施例 5 と同様の操作を行い、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）を得た。得られたポリマーの重量平均分子量 M_w を光散乱 GPC により測定したところ、重量平均分子量 M_w は 285,786 であった。

[0094] (実施例 1 2)

市販のポリアクリル酸部分中和物（アクパーナ AP-70、住友精化株式会社製）20.0 g を 500 mL ポリビーカーに量り取り、イオン交換水 180.0 g で溶かして 10 質量%水溶液とした。光散乱 GPC により重量平均分子量 M_w を測定したところ、重量平均分子量 M_w が 3,136,000 であった。この水溶液に 2 質量%エチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液を 1.00 g 添加し、ハンドミキサー（パナソニック社製、MK-H4）を用いて 650 rpm で 5 分間攪拌した。攪拌後の水溶液を PTFE コーティング加工された SUS 製のバット（135×170 mm）に移し、熱風乾燥機（ADVANTEC 社製、FV-320）にて 115℃で 1 時間乾燥させてゲルを得た。得られたゲルを 3 cm 程度に分断し、熱風乾燥機にて 115℃で 2 時間乾燥させた。その後、乾燥物を遠心粉碎機（ヴァーダー・サイエンティフィック社製、ZM200、スクリーン口径 1 mm、6000 rpm）を用いて粉碎した。篩を用いて粉碎物を分級し、粒径 180～8

50 μ mの再生吸水性樹脂粒子を回収した。この再生吸水性樹脂粒子について保水量、溶解分を測定したところ、保水量57.2 g/g、溶解分0.199 g/gであった。

[0095] (実施例13)

市販のポリアクリル酸部分中和物（アクパーナ AP-70、住友精化株式会社製）20.0 gを500 mLポリビーカーに量り取り、イオン交換水180.0 gで溶かして10質量%水溶液とした。この溶液をSUS製のバット（250×185 mm）に均一に広げ、UVランプ（Spectro-UV Fluorescent Bench & Display Lamps: xx-15 NF、波長254 nm）を用いて照射距離5 cmで紫外線を60分間照射した後、光散乱GPCにより重量平均分子量Mwを測定したところ、重量平均分子量Mwが535,228であった。この水溶液を500 mLポリビーカーに戻し、2質量%エチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液を4.48 g添加し、ハンドミキサー（パナソニック社製、MK-H4）を用いて650 rpmで5分間攪拌した。攪拌後の水溶液をPTFEコーティング加工されたSUS製のバット（135×170 mm）に移し、熱風乾燥機（ADVANTEC社製、FV-320）にて115℃で1時間乾燥させてゲルを得た。得られたゲルを3 cm程度に分断し、熱風乾燥機にて115℃で2時間乾燥させた。その後、乾燥物を遠心粉碎機（ヴァーダー・サイエンティフィック社製、ZM200、スクリーン口径1 mm、6000 rpm）を用いて粉碎した。篩を用いて粉碎物を分級し、粒径180~850 μ mの再生吸水性樹脂粒子を回収した。この再生吸水性樹脂粒子について保水量、溶解分を測定したところ、保水量57.9 g/g、溶解分0.251 g/gであった。

[0096] (比較例3)

市販のポリアクリル酸部分中和物（アクパーナ AP-70、住友精化株式会社製）20.0 gを500 mLポリビーカーに量り取り、イオン交換水180.0 gで溶かして10質量%水溶液とした。低分子量化のために、この

溶液をSUS製のバット(250×185mm)に均一に広げ、UVランプ(Spectro-UV Fluorescent Bench & Display Lamps:xx-15NF、波長254nm)を用いて照射距離5cmで紫外線を230時間照射した後、光散乱GPCにより重量平均分子量Mwを測定したところ、重量平均分子量Mwが260,968であった。この水溶液を500mLポリビーカーに戻し、2質量%エチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液を8.40g添加し、ハンドミキサー(パナソニック社製、MK-H4)を用いて650rpmで5分間攪拌した。攪拌後の水溶液をPTFEコーティング加工されたSUS製のバット(135×170mm)に移し、熱風乾燥機(ADVANTEC社製、FV-320)にて115℃で1時間乾燥させてゲルを得た。得られたゲルを3cm程度に分断し、熱風乾燥機にて115℃で2時間乾燥させた。その後、乾燥物を遠心粉砕機(ヴァーダー・サイエンティフィック社製、ZM200、スクリーン口径1mm、6000rpm)を用いて粉砕した。篩を用いて粉砕物を分級し、粒径180~850 μ mの再生吸水性樹脂粒子を回収した。この再生吸水性樹脂粒子について保水量、溶解分を測定したところ、保水量78.9g/g、溶解分0.492g/gであった。

[0097]

[表1]

	架橋重合体の架橋構造を開裂させる工程の条件					重量平均分子量Mw
	吸水性樹脂濃度 [質量%]	酸・塩基成分	酸・塩基成分濃度 [mol/kg]	反応温度(内温) [°C]	酸素濃度 [体積%]	
実施例1	1.0	硫酸	0.8	100	0.02	2292000
実施例2	1.0	塩酸	0.8	100	0.02	2378000
実施例3	1.0	水酸化ナトリウム	0.8	100	0.02	2594000
実施例4	3.0	水酸化ナトリウム	0.6	80	0.02	2490000
実施例5	1.0	-	-	70	0.02	2530000
実施例6	1.0	硫酸	0.8	100	3.1	1939000
実施例7	1.0	硫酸	0.8	100	5.3	1153000
実施例8	1.0	硫酸	0.8	100	10.3	1036000
実施例9	1.0	硫酸	0.8	100	15.1	860510
実施例10	1.0	硫酸	0.8	100	17.3	538236
実施例11	1.0	硫酸	0.8	100	20.1	480296
比較例1	1.0	塩酸	0.8	100	20.1	144006
比較例2	1.0	-	-	70	20.1	285786

[0098] [表2]

	重量平均分子量Mw	保水量 [g/g]	溶解分 [g/g]
実施例12	3136000	57.2	0.199
実施例13	535228	57.9	0.251
比較例3	260968	78.9	0.492

[0099] 実施例12、13、及び比較例3の結果から、重量平均分子量が30万以上のポリマーを用いて得られる再生吸水性樹脂粒子は、保水量が適度に大きく、溶解分も少ないため、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であることがわかる。

また、実施例1～10、及び比較例1～2の結果から、架橋重合体の架橋構造を開裂させる工程の酸素濃度を低くすることで重量平均分子量が大きなポリマーが得られることがわかり、特に、酸素濃度が18体積%以下であることにより、重量平均分子量が50万以上のポリマーが得られることがわかる。

符号の説明

[0100] 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

、 1 0 0 … 吸収性物品、 1 1 0 … 丸底円筒型セパラブルフラスコ、 1 2 0 … 4 枚傾斜パドル翼、 1 3 0 … 窒素ガス導入管、 1 4 0 … 還流冷却器、 1 5 0 … 酸素濃度計、 1 6 0 … ガス排出管、 1 7 0 … 攪拌モーター、 1 8 0 … シャフトホルダー、 1 8 5 … 攪拌軸、 1 9 0、 1 9 5 … 三方コック、 2 0 0 … 処理槽。

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、
重量平均分子量が30万以上であるポリマーと、溶媒と、を含有するポリマー溶液を準備する準備工程と、
前記ポリマーを架橋させる架橋工程と、
を備える、製造方法。
- [請求項2] 前記準備工程が、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開裂工程を含み、
前記開裂工程が、前記吸水性樹脂を含む反応液を収容した処理槽で実施され、且つ、前記処理槽の気相における酸素濃度を18体積%以下とする操作を含む、請求項1に記載の製造方法。
- [請求項3] 前記開裂工程が、前記反応液を50℃以上にする操作を含む、請求項2に記載の製造方法。
- [請求項4] 前記反応液が、酸成分及びアルカリ性成分のうち少なくとも一方を含む、請求項2又は3に記載の製造方法。
- [請求項5] 前記架橋工程が、共有結合を介して前記ポリマーを架橋させることを含む、請求項1～3のいずれか一項に記載の製造方法。
- [請求項6] 請求項1～3のいずれか一項に記載の製造方法により得られる吸水性樹脂粒子を含む、吸収体。
- [請求項7] 請求項6に記載の吸収体を含む、吸収性物品。