202432692

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 202432692 A

(43)公開日： 中華民國 113 (2024) 年 08 月 16 日

(21)申請案號：112148266 (22)申請日： 中華民國 112 (2023) 年 12 月 12 日

(51)Int. Cl.： *C08J11/16 (2006.01)* *C07C29/09 (2006.01)*
C07C31/08 (2006.01) *C07C31/12 (2006.01)*
C07C31/125 (2006.01) *C08F220/18 (2006.01)*
C08F220/06 (2006.01) *C09J133/08 (2006.01)*

(30)優先權：2022/12/13 日本 2022-198281

(71)申請人：日商日東電工股份有限公司 (日本) NITTO DENKO CORPORATION (JP)
日本

(72)發明人：山田洋佑 YAMADA, YOSUKE (JP) ；大路勝也 OJI, KATSUNARI (JP) ；山根聖久 YAMANE, TOSHIHISA (JP) ；川竹郁佳 KAWATAKE, FUMIKA (JP) ；山本晃好 YAMAMOTO, AKIYOSHI (JP) ；小谷知央 KOTANI, CHIHIRO (JP)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：13 項 圖式數：0 共 32 頁

(54)名稱

親水性聚合物之製造方法及醇之製造方法

(57)摘要

本發明提供一種在實質上不使用溶劑等處理液之情況下，由丙烯酸系黏著劑製造作為可成為再生黏著劑之原料之再生丙烯酸系聚合物的親水性聚合物、及作為水解反應之副產物之醇之方法。本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法係由丙烯酸系黏著劑製造親水性聚合物之方法，且包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。本發明之實施方式之醇之製造方法係由丙烯酸系黏著劑製造醇之方法，且包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。

【發明摘要】

【中文發明名稱】

親水性聚合物之製造方法及醇之製造方法

【中文】

本發明提供一種在實質上不使用溶劑等處理液之情況下，由丙烯酸系黏著劑製造作為可成為再生黏著劑之原料之再生丙烯酸系聚合物的親水性聚合物、及作為水解反應之副產物之醇之方法。

本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法係由丙烯酸系黏著劑製造親水性聚合物之方法，且包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。本發明之實施方式之醇之製造方法係由丙烯酸系黏著劑製造醇之方法，且包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。

【指定代表圖】

無

【代表圖之符號簡單說明】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

親水性聚合物之製造方法及醇之製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種親水性聚合物之製造方法。又，本發明係關於一種醇之製造方法。

【先前技術】

【0002】 黏著帶被大量用於對物品或包裝材貼附標籤等、對包裝材進行包裝、於電子構件或光學構件之製造步驟中使用、及遮蔽用途等。尤其是近年來，於電子構件或光學構件之製造步驟中之使用增加，而於製造現場等產生大量黏著帶之廢棄物。

【0003】 黏著帶之廢棄物通常進行燃燒來進行廢棄處理，或者運入廢棄物處理廠來進行廢棄處理。然而，就降低環境負荷之觀點而言，進而就資源循環之觀點而言，此種廢棄處理欠佳。

【0004】 因此，需要儘量減少黏著帶之廢棄物之如上所述之廢棄處理，以對資源加以再利用。作為此種減少黏著帶之廢棄處理之方法，想到黏著帶之素材之再生。若確立黏著帶之素材之再生技術，則例如抑制化石資源開採產生之CO_2排放量，對於解決氣候變動問題亦可期待較大之效果。

【0005】 作為黏著帶之素材，具代表性者可例舉：黏著劑、基材。黏著帶具代表性的是以如下方式獲得：使聚合物(有時稱為基礎聚合物)及交聯劑等視目的添加之添加劑溶解於溶劑中而製成黏著劑組合物，將其塗佈於基材，視需要進行加熱、乾燥等而進行交聯反應，藉此於基材上形成

黏著劑而獲得黏著帶(例如，專利文獻1)。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0006】 專利文獻1：日本專利特開2021-175796號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之問題]

【0007】 作為代表性之黏著劑之丙烯酸系黏著劑具有主鏈與側鏈複雜纏結之交聯結構。因此，再利用時之操作性或加工性較差。因此，本發明人等最近正研究製造可成為再生黏著劑之原料之再生丙烯酸系聚合物，以作為用以再利用丙烯酸系黏著劑之技術，作為其中一種技術，正研究利用鹼性化合物使側鏈水解。為了進行此種水解，需要鬆弛纏結之分子鏈，提高反應點與鹼性化合物相遇之機率。為了實現此種分子鏈之鬆弛，想到使用疏水性丙烯酸系黏著劑及親和性較高之有機溶劑，而使黏著劑膨潤之方法。另一方面，水解所需之鹼性化合物呈親水性，因此不溶於有機溶劑。因此，重要的是選定可使鹼性化合物溶解且可與有機溶劑溶混之處理液，以使黏著劑膨潤。

【0008】 本發明人等於進行如上所述之處理液之研究時，注意到為了使黏著劑膨潤，需要相對大量之處理液之情況。而且，認為若處理液之量變多，則不僅其成本變大，實現用以再利用之再生工藝所耗費之成本亦變大，譬如若欲回收所使用之處理液以降低環境負荷，則需要與之匹配之能量等。又，認為亦有可能於所回收之處理液中殘存目標物，亦有可能導致目標物之產率降低。

【0009】 綜上所述，本發明之課題在於提供一種在實質上不使用溶

劑等處理液之情況下，由丙烯酸系黏著劑製造作為可成為再生黏著劑之原料之再生丙烯酸系聚合物的親水性聚合物、及作為水解反應之副產物之醇之方法。

[解決問題之技術手段]

【0010】 發明人等為了解決上述課題而進行了銳意研究，結果認為，採用物理性方法作為用以鬆弛分子鏈之技術方法。而且，藉由使用例如行星式混合機或捏合機之類之可對黏著劑有效率地賦予高剪力之裝置，在實質上不使用溶劑等處理液之情況下，使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應，可解決上述課題。

【0011】 又，亦確認到，藉由此種固相反應，可物理性地提昇水解反應之反應點與鹼性化合物相遇之機率，因此，推定鹼性化合物會於高濃度之狀態下直接接觸於水解反應之反應點，其結果，可呈現出水解之反應時間急遽地縮短之效果、或所獲得之作為再生丙烯酸系聚合物之親水性聚合物之產率較高之效果，又，關於與親水性聚合物一起生成之醇，亦確認到可呈現出可獲得高產率之效果。

【0012】 進而，亦確認到，藉由水解亦生成醇，藉由將其回收(較佳為減壓回收)，可呈現出以高效率獲得高純度醇之效果。又，亦確認到，藉由強制性地回收(較佳為減壓回收)醇，從而作為平衡反應之水解反應根據勒沙特列原理而變得於生成親水性聚合物之方向上有利，而可呈現出作為再生丙烯酸系聚合物之親水性聚合物之產率變得更高之效果。

【0013】〔1〕本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法係一種由丙烯酸系黏著劑製造親水性聚合物之方法，且包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。

〔2〕如上述〔1〕所記載之親水性聚合物之製造方法，其中上述固相反應可藉由對丙烯酸系黏著劑及鹼性化合物賦予剪力並進行混練而進行。

〔3〕如上述〔1〕或〔2〕所記載之親水性聚合物之製造方法，其中可藉由上述反應步驟而生成醇。

〔4〕如上述〔1〕至〔3〕中任一項所記載之親水性聚合物之製造方法，其可包括將藉由上述反應步驟所生成之醇進行回收之醇回收步驟。

〔5〕如上述〔4〕所記載之親水性聚合物之製造方法，其中上述醇回收步驟可對藉由上述反應步驟所生成之醇進行減壓回收。

〔6〕如上述〔1〕至〔5〕中任一項所記載之親水性聚合物之製造方法，其可包括分離雜質之雜質分離步驟。

〔7〕如上述〔1〕至〔6〕中任一項所記載之親水性聚合物之製造方法，其可包括對親水性聚合物進行乾燥之乾燥步驟。

〔8〕如上述〔1〕至〔7〕中任一項所記載之親水性聚合物之製造方法，其中上述丙烯酸系黏著劑可為含有有機溶劑之膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑。

〔9〕如上述〔8〕所記載之親水性聚合物之製造方法，其中上述膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑中之有機溶劑之含有比率可為50重量%以下。

〔10〕本發明之實施方式之醇之製造方法係一種由丙烯酸系黏著劑製造醇之方法，且包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。

〔11〕如上述〔10〕所記載之醇之製造方法，其中上述固相反應可

藉由對丙烯酸系黏著劑及鹼性化合物賦予剪力並進行混練而進行。

〔12〕如上述〔10〕或〔11〕所記載之醇之製造方法中，其中上述丙烯酸系黏著劑可為含有有機溶劑之膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑。

〔13〕如上述〔12〕所記載之醇之製造方法中，其中上述膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑中之有機溶劑之含有比率可為50重量%以下。

[發明之效果]

【0014】根據本發明之一實施方式，能夠提供一種在實質上不使用溶劑等處理液之情況下，由丙烯酸系黏著劑製造作為可成為再生黏著劑之原料之再生丙烯酸系聚合物的親水性聚合物、及作為水解反應之副產物之醇之方法。又，根據本發明之一實施方式，能夠物理性地提昇水解反應之反應點與鹼性化合物相遇之機率，因此，推定鹼性化合物會於高濃度之狀態下直接接觸於水解反應之反應點，其結果，可呈現出水解之反應時間急遽地縮短之效果、或所獲得之親水性聚合物之產率較高之效果，並且與親水性聚合物一起生成之醇亦可呈現出可獲得高產率之效果。進而，根據本發明之一實施方式，藉由水解亦生成醇，將其進行回收(較佳為減壓回收)，藉此可呈現出以高效率獲得高純度之醇之效果。又，根據本發明之一實施方式，藉由強制性地回收(較佳為減壓回收)藉由水解所生成之醇，從而作為平衡反應之水解反應根據勒沙特列原理而變得於生成親水性聚合物之方向上有利，而可呈現出作為再生丙烯酸系聚合物之親水性聚合物之產率變得更高之效果。

【實施方式】

【0015】於本說明書中，於出現「重量」這一表達之情形時，亦可改稱為慣用作表示重量之SI系(International System of Units，國際單位

制)單位之「質量」。

【0016】 於本說明書中，於出現「(甲基)丙烯酸」這一表達之情形時，意指「丙烯酸及/或甲基丙烯酸」，於出現「(甲基)丙烯酸酯」這一表達之情形時，意指「丙烯酸酯及/或甲基丙烯酸酯」，於出現「(甲基)烯丙基」這一表達之情形時，意指「烯丙基及/或甲基烯丙基」，於出現「(甲基)丙烯醛」這一表達之情形時，意指「丙烯醛及/或甲基丙烯醛」。

【0017】 《1.親水性聚合物之製造方法》

本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法係由丙烯酸系黏著劑製造親水性聚合物之方法，且包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。

【0018】 丙烯酸系黏著劑可藉由使包含作為基礎聚合物之丙烯酸系聚合物及交聯劑的丙烯酸系黏著劑組合物進行交聯反應而獲得，且具有主鏈與側鏈複雜地纏結之交聯結構。於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中，藉由使此種丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應，而極為順利地進行丙烯酸系黏著劑中所含之作為主聚合物成分之交聯聚合物之交聯結構之斷裂及水解反應，可在不使分子量較基礎聚合物大幅降低之情況下，製造側鏈具有羧基之親水性聚合物。

【0019】 又，於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中，藉由採用固相反應，可物理性地提昇水解反應之反應點與鹼性化合物相遇之機率。因此，推定鹼性化合物會於高濃度之狀態下直接接觸 於水解反應之反應點，其結果，可呈現出水解之反應時間急遽地縮短之效果、或所獲得之親水性聚合物之產率較高之效果。

【0020】 ＜1-1.丙烯酸系黏著劑＞

作為於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中所使用之丙烯酸系黏著劑，於不損害本發明之效果之範圍內，可採用任意適當之丙烯酸系黏著劑。作為此種丙烯酸系黏著劑，具代表性者可例舉：作為廢棄物之丙烯酸系黏著劑(有時稱為「廢丙烯酸系黏著劑」)。作為廢丙烯酸系黏著劑，例如可例舉：使用後被回收之丙烯酸系黏著帶中所含之丙烯酸系黏著劑、自貼附有丙烯酸系黏著帶之被黏著體將丙烯酸系黏著帶剝離時糊劑殘留於被黏著體上之丙烯酸系黏著劑、附著於丙烯酸系黏著劑之製造裝置之丙烯酸系黏著劑、切成特定之製品寬度後無法成為丙烯酸系黏著帶之製品之邊角材料部分之丙烯酸系黏著劑。

【0021】 丙烯酸系黏著劑可藉由任意適當之方法形成。作為此種方法，例如可例舉：由丙烯酸系黏著劑組合物形成之方法，更具體而言，可例舉如下方法：將丙烯酸系黏著劑組合物塗佈於任意適當之基材上，視需要進行加熱、乾燥，視需要進行硬化，而於該基材上形成黏著劑(具體而言，黏著劑層)之方法。作為此種塗佈之方法，例如可例舉：凹版輥式塗佈、逆輥塗佈、接觸輥塗佈、浸漬輥塗、棒式塗佈、刮刀塗佈、氣刀塗佈、噴霧塗佈、缺角輪塗佈、直接塗佈、輥刷塗佈、模嘴塗佈等方法。

【0022】 就更加呈現出本發明之效果之方面而言，丙烯酸系黏著劑組合物較佳為包含丙烯酸系聚合物及交聯劑。丙烯酸系聚合物係於丙烯酸系黏著劑之領域中可稱為所謂基礎聚合物者。丙烯酸系聚合物可僅為一種，亦可為兩種以上。

【0023】 丙烯酸系黏著劑組合物中之丙烯酸系聚合物之含有比率以固形物成分換算，較佳為50重量%～100重量%，更佳為60重量%～100重量%，進而較佳為70重量%～100重量%，特佳為80重量%～100重量%，

最佳為90重量%～100重量%。

【0024】 作為丙烯酸系聚合物，於不損害本發明之效果之範圍內，可採用任意適當之丙烯酸系聚合物。

【0025】 丙烯酸系聚合物之重量平均分子量較佳為100,000～3,000,000，更佳為150,000～2,000,000，進而較佳為200,000～1,500,000，特佳為250,000～1,000,000。丙烯酸系聚合物之Tg(玻璃轉移溫度)較佳為-100℃～30℃，更佳為-95℃～20℃，進而較佳為-90℃～10℃，特佳為-80℃～0℃。

【0026】 作為丙烯酸系聚合物，例如為由組合物(A)藉由聚合所形成之丙烯酸系聚合物，上述組合物(A)包含(a成分)烷基酯部分之烷基之碳數為1～12之(甲基)丙烯酸烷基酯、以及(b成分)選自由具有OH基之(甲基)丙烯酸酯及(甲基)丙烯酸所組成之群中之至少一種。(a成分)、(b成分)分別獨立地可僅為一種，亦可為兩種以上。

【0027】 作為烷基酯部分之烷基之碳數為1～12之(甲基)丙烯酸烷基酯(a成分)，例如可例舉：(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸丙酯、(甲基)丙烯酸正丁酯、(甲基)丙烯酸異丁酯、(甲基)丙烯酸第二丁酯、(甲基)丙烯酸第三丁酯、(甲基)丙烯酸戊酯、(甲基)丙烯酸己酯、(甲基)丙烯酸庚酯、(甲基)丙烯酸辛酯、(甲基)丙烯酸2-乙基己酯、(甲基)丙烯酸異辛酯、(甲基)丙烯酸壬酯、(甲基)丙烯酸異壬酯、(甲基)丙烯酸癸酯、(甲基)丙烯酸異癸酯、(甲基)丙烯酸十一烷基酯、(甲基)丙烯酸十二烷基酯等。其等中，就更加呈現出本發明之效果之方面而言，較佳為(甲基)丙烯酸正丁酯、(甲基)丙烯酸2-乙基己酯，更佳為丙烯酸正丁酯、丙烯酸2-乙基己酯。

【0028】 作為選自由具有OH基之(甲基)丙烯酸酯及(甲基)丙烯酸所組成之群中之至少一種(b成分)，例如可例舉：(甲基)丙烯酸羥基乙酯、(甲基)丙烯酸羥基丙酯、(甲基)丙烯酸羥基丁酯等具有OH基之(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸等。其等中，就更加呈現出本發明之效果之方面而言，較佳為(甲基)丙烯酸羥基乙酯、(甲基)丙烯酸，更佳為丙烯酸羥基乙酯、丙烯酸。

【0029】 組合物(A)可包含除(a)成分及(b)成分以外之共聚性單體。共聚性單體可僅為一種，亦可為兩種以上。作為此種共聚性單體，例如可例舉：伊康酸、馬來酸、富馬酸、丁烯酸、異丁烯酸、其等之酸酐(例如，馬來酸酐、伊康酸酐等含酸酐基單體)等含羧基單體(其中，不包括(甲基)丙烯酸)；(甲基)丙烯醯胺、N,N-二甲基(甲基)丙烯醯胺、N-羥甲基(甲基)丙烯醯胺、N-甲氧基甲基(甲基)丙烯醯胺、N-丁氧基甲基(甲基)丙烯醯胺、N-羥乙基(甲基)丙烯醯胺等含醯胺基單體；(甲基)丙烯酸胺基乙酯、(甲基)丙烯酸二甲基胺基乙酯、(甲基)丙烯酸第三丁基胺基乙酯等含胺基單體；(甲基)丙烯酸縮水甘油酯、(甲基)丙烯酸甲基縮水甘油酯等含環氧基單體；丙烯腈或甲基丙烯腈等含氰基單體；N-乙烯基-2-吡咯啶酮、(甲基)丙烯醯味啉、N-乙烯基哌啶酮、N-乙烯基哌呾、N-乙烯基吡咯、N-乙烯基咪唑、乙烯基吡啶、乙烯基嘧啶、乙烯基噁唑等含雜環之乙烯系單體；乙烯基磺酸鈉等含磺酸基單體；2-羥乙基丙烯醯磷酸酯等含磷酸基單體；環己基馬來醯亞胺、異丙基馬來醯亞胺等含醯亞胺基單體；異氰酸2-甲基丙烯醯氧基乙酯等含異氰酸基單體；(甲基)丙烯酸環戊酯、(甲基)丙烯酸環己酯、(甲基)丙烯酸異萓酯等具有脂環式烴基之(甲基)丙烯酸酯；(甲基)丙烯酸苯酯、(甲基)丙烯酸苯氧基乙酯、(甲基)丙烯酸苄酯等

具有芳香族烴基之(甲基)丙烯酸酯；乙酸乙烯酯、丙酸乙烯酯等乙烯酯；苯乙烯、乙烯基甲苯等芳香族乙烯系化合物；乙烯、丁二烯、異戊二烯、異丁烯等烯類或二烯類；乙烯基烷基醚等乙烯醚類；氯乙烯等。

【0030】 作為共聚性單體，亦可採用多官能性單體。多官能性單體係指於1分子中具有2個以上乙烯性不飽和基之單體。作為乙烯性不飽和基，於不損害本發明之效果之範圍內，可採用任意適當之乙烯性不飽和基。作為此種乙烯性不飽和基，例如可例舉：乙烯基、丙烯基、異丙烯基、乙烯醚基(乙烯氧基)、烯丙醚基(烯丙氧基)等自由基聚合性官能基。作為多官能性單體，例如可例舉：己二醇二(甲基)丙烯酸酯、丁二醇二(甲基)丙烯酸酯、(聚)乙二醇二(甲基)丙烯酸酯、(聚)丙二醇二(甲基)丙烯酸酯、新戊二醇二(甲基)丙烯酸酯、季戊四醇二(甲基)丙烯酸酯、季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇六(甲基)丙烯酸酯、三羥甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯、四羥甲基甲烷三(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸烯丙酯、(甲基)丙烯酸乙烯酯、二乙烯苯、環氧丙烯酸酯、丙烯酸聚酯、胺基甲酸酯丙烯酸酯等。此種多官能性單體可僅為一種，亦可為兩種以上。

【0031】 作為共聚性單體，亦可採用(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯。作為(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯，例如可例舉：(甲基)丙烯酸2-甲氧基乙酯、(甲基)丙烯酸2-乙氧基乙酯、(甲基)丙烯酸甲氧基酯三乙二醇、(甲基)丙烯酸3-甲氧基丙酯、(甲基)丙烯酸3-乙氧基丙酯、(甲基)丙烯酸4-甲氧基丁酯、(甲基)丙烯酸4-乙氧基丁酯等。(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯可僅為一種，亦可為兩種以上。

【0032】 就更加呈現出本發明之效果之方面而言，烷基酯部分之烷基之碳數為1～12之(甲基)丙烯酸烷基酯(a成分)之含量相對於構成丙烯酸

系聚合物之單體成分總量(100重量%)，較佳為50重量%以上，更佳為60重量%～100重量%，進而較佳為70重量%～100重量%，特佳為80重量%～100重量%。

【0033】 就更加呈現出本發明之效果之方面而言，選自由具有OH基之(甲基)丙烯酸酯及(甲基)丙烯酸所組成之群中之至少一種(b成分)之含量相對於構成丙烯酸系聚合物之單體成分總量(100重量%)，較佳為0.1重量%以上，更佳為1.0重量%～50重量%，進而較佳為1.5重量%～40重量%，特佳為2.0重量%～30重量%。

【0034】 於不損害本發明之效果之範圍內，組合物(A)可含有任意適當之其他成分。作為此種其他成分，例如可例舉：聚合起始劑、鏈轉移劑、溶劑等。於不損害本發明之效果之範圍內，該等其他成分之含量可採用任意適當之含量。此種其他成分可僅為一種，亦可為兩種以上。

【0035】 丙烯酸系黏著劑組合物可包含交聯劑。藉由使用交聯劑，可提昇丙烯酸系黏著劑之凝集力，可更加呈現出本發明之效果。交聯劑可僅為一種，亦可為兩種以上。

【0036】 作為交聯劑，可例舉：多官能異氰酸酯系交聯劑、環氧系交聯劑、三聚氰胺系交聯劑、過氧化物系交聯劑，此外還可例舉：脲系交聯劑、金屬醇鹽系交聯劑、金屬螯合物系交聯劑、金屬鹽系交聯劑、碳二醯亞胺系交聯劑、噁唑啉系交聯劑、氮丙啶系交聯劑、胺系交聯劑等。其等中，就更加呈現出本發明之效果之方面而言，較佳為選自由多官能異氰酸酯系交聯劑及環氧系交聯劑所組成之群中之至少一種。

【0037】 作為多官能異氰酸酯系交聯劑，例如可例舉：1,2-伸乙基二異氰酸酯、1,4-伸丁基二異氰酸酯、1,6-六亞甲基二異氰酸酯等低級脂

肪族多異氰酸酯類；伸環戊基二異氰酸酯、伸環己基二異氰酸酯、異佛爾酮二異氰酸酯、氫化甲苯二異氰酸酯、氫化二甲苯二異氰酸酯等脂環族多異氰酸酯類；2,4-甲苯二異氰酸酯、2,6-甲苯二異氰酸酯、4,4'-二苯基甲烷二異氰酸酯、苯二甲基二異氰酸酯等芳香族多異氰酸酯類等。作為多官能異氰酸酯系交聯劑，例如亦可例舉：三羥甲基丙烷/甲苯二異氰酸酯加成物(三井化學股份有限公司製造，商品名「Takenate D101A」)、三羥甲基丙烷/六亞甲基二異氰酸酯加成物(東曹公司製造，商品名「Coronate HL」、商品名「Coronate HX」)、三羥甲基丙烷/苯二甲基二異氰酸酯加成物(三井化學股份有限公司製造，商品名「Takenate 110N)等市售品。

【0038】 作為環氧系交聯劑(多官能環氧化合物)，例如可例舉：N,N,N',N'-四縮水甘油基間苯二甲胺、二縮水甘油基苯胺、1,3-雙(N,N-二縮水甘油胺甲基)環己烷、1,6-己二醇二縮水甘油醚、新戊二醇二縮水甘油醚、乙二醇二縮水甘油醚、丙二醇二縮水甘油醚、聚乙二醇二縮水甘油醚、聚丙二醇二縮水甘油醚、山梨醇聚縮水甘油醚、甘油聚縮水甘油醚、季戊四醇聚縮水甘油醚、聚甘油聚縮水甘油醚、山梨醇酐聚縮水甘油醚、三羥甲基丙烷聚縮水甘油醚、己二酸二縮水甘油酯、鄰苯二甲酸二縮水甘油酯、異氰尿酸三(2-羥乙基)三縮水甘油基酯、間苯二酚二縮水甘油醚、雙酚-S-二縮水甘油醚，除此以外還可例舉：於分子內具有2個以上環氧基之環氧系樹脂等。作為環氧系交聯劑，亦可例舉：商品名「Tetrad C」(Mitsubishi Gas Chemical股份有限公司製造)等市售品。

【0039】 於不損害本發明之效果之範圍內，丙烯酸系黏著劑組合物中之交聯劑之含量可採用任意適當之含量。作為此種含量，例如相對於丙烯酸系聚合物之固形物成分(100重量份)，較佳為0.1重量份～20重量份，

更佳為0.3重量份～10重量份，進而較佳為0.5重量份～8.0重量份，特佳為1.0重量份～6.0重量份。

【0040】 於不損害本發明之效果之範圍內，丙烯酸系黏著劑組合物可含有任意適當之其他成分。作為此種其他成分，例如可例舉：除丙烯酸系聚合物以外之聚合物成分、交聯促進劑、交聯觸媒、矽烷偶合劑、黏著賦予樹脂(松香衍生物、聚萜烯樹脂、石油樹脂、油溶性酚等)、防老化劑、無機填充劑、有機填充劑、金屬粉、著色劑(顏料或染料等)、箔狀物、紫外線吸收劑、抗氧化劑、光穩定劑、鏈轉移劑、塑化劑、軟化劑、界面活性劑、抗靜電劑、導電劑、穩定劑、潤滑劑、調平劑、防腐劑、耐熱穩定劑、聚合抑制劑、滑劑、溶劑、觸媒等。

【0041】 ＜1-2.鹼性化合物＞

作為鹼性化合物，於不損害本發明之效果之範圍內，可採用任意適當之固體之鹼性化合物。作為此種鹼性化合物，例如可例舉：氫氧化鉀、氫氧化鈉、氫氧化鈣等鹼金屬或鹼土族金屬之氫氧化物或碳酸鹽等；甲醇鈉、乙醇鈉、第三丁醇鉀等金屬醇鹽，較佳為選自由氫氧化鉀、氫氧化鈉及乙醇鈉所組成之群中之至少一種。

【0042】 ＜1-3.反應步驟＞

於反應步驟中，使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應。

【0043】 作為相對於丙烯酸系黏著劑之鹼性化合物之使用量，理論上而言，只要設定為丙烯酸系黏著劑之水解所需之量即可。若產物中存在較多之未反應鹼，則需要用以處理其等之後處理。為了使親水性聚合物及醇之回收量最大化，作為相對於丙烯酸系黏著劑之鹼性化合物之使用量，具代表性的是，相對於丙烯酸系黏著劑基礎聚合物1莫耳當量，較佳為0.5

莫耳當量～1.2莫耳當量，更佳為0.8莫耳當量～1.1莫耳當量，進而較佳為0.9莫耳當量～1.1莫耳當量。

【0044】 固相反應係固體狀態下之反應，即在實質上不使用溶劑等液體之情況下，使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物(具代表性的是固體狀之鹼性化合物)進行反應。再者，此處所謂「實質上不使用」意指不刻意為了參與反應而自外部添加之情況，上述「實質上不使用」包括：液體非刻意且不可避免地混入至反應系統中之情況，例如由來源於反應氛圍之濕氣產生之水之混入。

【0045】 再者，針對於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中所使用之丙烯酸系黏著劑，於不阻礙其固體狀態之範圍內，丙烯酸系黏著劑中原本可包含之溶劑等液體並不屬於上述「實質上使用溶劑等處理液」。

【0046】 又，上述「實質上不使用」亦包括向丙烯酸系黏著劑中添加有機溶劑以調整丙烯酸系黏著劑之柔軟性之情況。於此情形時，於固相反應中與鹼性化合物發生固相反應之丙烯酸系黏著劑為含有有機溶劑之膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑。膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑中之有機溶劑之含有比率可採用任意適當之含有比率，只要可呈現出膨潤凝膠狀態即可。作為此種膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑中之有機溶劑之含有比率，較佳為50重量%以下。再者，於本說明書中，膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑中之有機溶劑之含有比率可視為與所添加之有機溶劑之量相對於添加有機溶劑之前之丙烯酸系黏著劑及所添加之有機溶劑之合計量的比率相同之比率。

【0047】 作為可添加至丙烯酸系黏著劑中之上述有機溶劑，於不損

害本發明之效果之範圍內，可採用任意適當之有機溶劑。有機溶劑可僅為一種，亦可為兩種以上。作為此種有機溶劑，較佳為醇類。作為醇類，於不損害本發明之效果之範圍內，可採用任意適當之醇類。作為此種醇類，例如可例舉：甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇、1-丁醇、1-戊醇、1-己醇、環己醇、苄醇、1-庚醇、1-辛醇、2-乙基己醇。又，作為有機溶劑，亦可使用除醇以外之有機溶劑。作為此種有機溶劑，例如可選擇：烴系溶劑(己烷、庚烷、辛烷、壬烷、癸烷、甲苯、甲基環己烷等)、酮系溶劑(丙酮、甲基乙基酮等)、醚系溶劑(二乙醚、環戊基甲醚等)等與丙烯酸系黏著劑之親和性較高之溶劑。當然，可添加至丙烯酸系黏著劑中之上述有機溶劑並不限定於其等。

【0048】 如上所述，丙烯酸系黏著劑之具代表性者可例舉：作為廢棄物之丙烯酸系黏著劑(有時稱為「廢丙烯酸系黏著劑」)，作為廢丙烯酸系黏著劑，例如可例舉：使用後被回收之丙烯酸系黏著帶中所含之丙烯酸系黏著劑、自貼附有丙烯酸系黏著帶之被黏著體將丙烯酸系黏著帶剝離時糊劑殘留於被黏著體上之丙烯酸系黏著劑、附著於丙烯酸系黏著劑之製造裝置之丙烯酸系黏著劑。於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中，在實質上不使用溶劑等液體之情況下，直接使用此種丙烯酸系黏著劑。

【0049】 固相反應可於不損害本發明之效果之範圍內藉由任意適當之方法進行反應，只要可在實質上不使用溶劑等液體之情況下使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物於固體狀態下進行反應即可。就更加呈現出本發明之效果之方面而言，固相反應較佳為對丙烯酸系黏著劑及鹼性化合物賦予剪力並進行混練而進行。

【0050】 作為賦予剪力並進行混練之方法之一較佳選定指標，可例舉：使用可賦予與丙烯酸系黏著劑之儲存彈性模數〔Pa〕(具代表性的是10^3 Pa～10^9 Pa)同等之剪力〔Pa〕的混練裝置。作為此種混練裝置，例如可例舉：行星式混合機、捏合機、KNEADEX、單軸擠出機、雙軸擠出機。

【0051】 作為賦予剪力並進行混練之方法之另一較佳選定指標，可例舉：使用攪拌強度〔kW/m^3〕較高之混練裝置。作為此種攪拌強度〔kW/m^3〕，較佳為25 kW/m^3以上，更佳為40 kW/m^3以上，進而較佳為60 kW/m^3以上，特佳為80 kW/m^3以上。作為具有此種攪拌強度之混練裝置，例如可例舉：行星式混合機、捏合機、KNEADEX、單軸擠出機、雙軸擠出機。

【0052】 攪拌強度亦可根據裝置之額定電流值〔A〕及材料容量〔L〕之比來計算出。作為此種攪拌強度，較佳為0.9 A/L以上，更佳為1.0 A/L以上，進而較佳為1.1 A/L以上，特佳為1.2 A/L以上。作為具有此種攪拌強度之混練裝置，例如可例舉：行星式混合機、捏合機、KNEADEX、單軸擠出機、雙軸擠出機。

【0053】 於固相反應中，較佳為向如上所述之混練裝置中投入丙烯酸系黏著劑及鹼性化合物並進行混練。作為丙烯酸系黏著劑及鹼性化合物向混練裝置中之投入順序，可將任一者先行投入，亦可同時投入。就更加呈現出本發明之效果之方面而言，作為丙烯酸系黏著劑及鹼性化合物向混練裝置中之投入順序，較佳為將丙烯酸系黏著劑投入至混練裝置中之後，再將鹼性化合物投入至混練裝置中，更佳為將丙烯酸系黏著劑投入至混練裝置中以進行事前攪拌後，再將鹼性化合物投入至混練裝置中。藉由如此

投入，可更加物理性地提昇水解反應之反應點與鹼性化合物相遇之機率，可更加呈現出本發明之效果。再者，事前攪拌之時間只要於不損害本發明之效果之範圍內設定為任意適當之時間即可。作為此種事前攪拌之時間，較佳為10秒～30分鐘，更佳為30秒～20分鐘，進而較佳為1分鐘～10分鐘。

【0054】 鹼性化合物亦可於投入至混練裝置中之前進行粉碎。

【0055】 固相反應進行而使得於反應系統內(代表性的是混練裝置內)水解反應進行，醇以液體或其蒸氣之形式生成，並且生成包含親水性聚合物之固體混合物。

【0056】 如上所述，於反應步驟中，藉由丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物之固相反應，於反應系統內(具代表性的是混練裝置內)水解反應進行，醇以液體或其蒸氣之形式生成，並且可獲得包含親水性聚合物之固體混合物。

【0057】 ＜1-4.醇回收步驟＞

於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中，亦可包括將藉由反應步驟所生成之醇進行回收之醇回收步驟。

【0058】 於醇回收步驟中，將藉由反應步驟所生成之醇進行回收。作為回收醇之方法，可於不損害本發明之效果之範圍內採用任意適當之方法。就更加呈現出本發明之效果之方面而言，作為此種方法，可例舉：減壓回收。作為此種減壓回收之方法，例如藉由對反應系統內(具代表性的是混練裝置內)進行減壓，截留反應系統內(具代表性的是混練裝置內)所產生之醇並進行回收。

【0059】 藉由設置醇回收步驟，可自反應系統內(代表性的是混練裝

置內)強制性地去除醇。藉此，作為平衡反應之水解反應根據勒沙特列原理而變得於親水性聚合物生成之方向上有利，可呈現出親水性聚合物之產率變得更高之效果。

【0060】 ＜1-5.雜質分離步驟＞

於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中，可包括分離雜質之雜質分離步驟。

【0061】 於雜質分離步驟中，自包含藉由反應步驟所獲得之親水性聚合物的固體混合物將雜質分離。作為自包含親水性聚合物之固體混合物將雜質分離之方法，可於不損害本發明之效果之範圍內採用任意適當之方法。就更加呈現出本發明之效果之方面而言，作為此種方法，例如可例舉：(1)使包含親水性聚合物之固體混合物溶解於任意適當之液體(具代表性的是水)中，視需要使用酸(例如，乙酸)將殘存之鹼性化合物加以中和後，藉由離心分離將雜質分離之方法；以及(2)藉由向包含親水性聚合物之固體混合物中添加任意適當之洗淨液(例如，乙酸乙酯/甲醇混合溶劑)並進行洗淨，而將雜質分離之方法。

【0062】 藉由雜質分離步驟，自包含親水性聚合物之固體混合物分離出雜質，而獲得親水性聚合物。

【0063】 ＜1-6.乾燥步驟＞

於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中，可包括對親水性聚合物進行乾燥之乾燥步驟。

【0064】 於乾燥步驟中，對藉由雜質分離步驟所獲得之親水性聚合物進行乾燥。作為乾燥條件，可於不損害本發明之效果之範圍內採用任意適當之條件。作為此種條件，例如：作為乾燥溫度為80℃～150℃、作為

乾燥時間為0.5小時～20小時。

【0065】 ＜1-7.其他步驟＞

本發明之實施方式之醇之製造方法可於不損害本發明之效果之範圍內包括任意適當之其他步驟。

【0066】 《2.醇之製造方法》

於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法中，如上所述，藉由水解反應而生成醇。因此，若改變視點，則本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法可理解為醇之製造方法。即，本發明之實施方式之醇之製造方法係由丙烯酸系黏著劑製造醇之方法，且包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。

【0067】 丙烯酸系黏著劑藉由使包含作為基礎聚合物之丙烯酸系聚合物及交聯劑之丙烯酸系黏著劑組合物進行交聯反應而獲得，且具有主鏈與側鏈複雜地纏結之交聯結構。於本發明之實施方式之醇之製造方法中，藉由使此種丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應，而極為順利地進行丙烯酸系黏著劑中所含之作為主聚合物成分之交聯聚合物之交聯結構之斷裂及水解反應，而可製造醇。

【0068】 又，於本發明之實施方式之醇之製造方法中，藉由採用固相反應，可物理性地提昇水解反應之反應點與鹼性化合物相遇之機率。因此，推定鹼性化合物會於高濃度之狀態下直接接觸於水解反應之反應點，其結果，可呈現出水解之反應時間急遽地縮短之效果、或所生成之醇之產率較高之效果。

【0069】 於本發明之實施方式之醇之製造方法中所用之丙烯酸系黏著劑可引用＜1-1.丙烯酸系黏著劑＞中之說明。

【0070】 於本發明之實施方式之醇之製造方法中所用之鹼性化合物可引用＜1-2.鹼性化合物＞中之說明。

【0071】 本發明之實施方式之醇之製造方法中之反應步驟可引用＜1-3.反應步驟＞中之說明。

【0072】 於本發明之實施方式之醇之製造方法中，亦可包括將藉由反應步驟所生成之醇回收之醇回收步驟。此種醇回收步驟可引用＜1-4.醇回收步驟＞中之說明。

【0073】 本發明之實施方式之醇之製造方法亦可於不損害本發明之效果之範圍內包括任意適當之其他步驟。

[實施例]

【0074】 以下，藉由實施例，具體地對本發明進行說明，但本發明不受該等實施例任何限定。再者，實施例等中之試驗及評價方法如下所述。

【0075】 ＜羧酸化率之計算＞

羧酸化率係根據產物中之^{13}C-NMR(^{13}C -nuclear magnetic resonance，^{13}C -核磁共振)之(甲基)丙烯酸及(甲基)丙烯酸酯之峰強度之比計算出。

【0076】 〔製造例1〕

作為本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法及醇之製造方法中所用之丙烯酸系黏著劑之模型，如下所述，製造丙烯酸系黏著劑(A)。

向具備攪拌翼、溫度計、氮氣導入管、冷凝器之四口燒瓶中添加作為單體之丙烯酸丁酯(BA)：95重量份及丙烯酸(AA)5重量份、作為聚合起始劑之2,2'-偶氮二異丁腈：0.2重量份、以及乙酸乙酯：233重量份，一面

緩慢地攪拌一面導入氮氣，加熱至60℃，將燒瓶內之液溫保持為60℃附近，進行7小時聚合反應，獲得重量平均分子量60萬之丙烯酸系聚合物(a)之溶液。

調配丙烯酸系聚合物(a)：100重量份(固形物成分)、作為交聯劑之異氰酸酯化合物(Takenate D101A，三井化學股份有限公司製造)：5重量份、及作為觸媒之Enbilizer OL-1(Tokyo Fine Chemical公司製造)：0.03重量份，使用乙酸乙酯進行稀釋以使總體之固形物成分成為20重量%，獲得丙烯酸系黏著劑組合物。

將所獲得之丙烯酸系黏著劑組合物以乾燥後之厚度成為10 μm之方式塗佈於聚對苯二甲酸乙二酯膜(商品名「T100」，厚度50 μm，Mitsubishi Chemical股份有限公司製造)，於乾燥溫度130℃、乾燥時間30秒之條件下進行固化並乾燥，製作丙烯酸系黏著劑(A)。

【0077】〔製造例2〕

如下所述，製造丙烯酸系黏著劑(B)作為於本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法及醇之製造方法中所用之丙烯酸系黏著劑之模型。

向具備攪拌翼、溫度計、氮氣導入管、冷凝器之四口燒瓶中添加作為單體之丙烯酸乙酯(EA)：64重量份、丙烯酸-2-乙基己酯(2EHA)28重量份、甲基丙烯酸甲酯(MMA)：5重量份、丙烯酸羥基乙酯(HEA)：4重量份、作為聚合起始劑之過氧化苯甲醯：0.2重量份、及乙酸乙酯：233重量份，一面緩慢地攪拌一面導入氮氣，加熱至60℃，將燒瓶內之液溫保持為60℃附近，進行7小時之聚合反應，獲得重量平均分子量46萬之丙烯酸系聚合物(b)之溶液。

調配丙烯酸系聚合物(b)：100重量份(固形物成分)、作為交聯劑之異

氰酸酯化合物(Takenate D101A，三井化學股份有限公司製造)：1.45重量份、及作為觸媒之Enbilizer OL-1(Tokyo Fine Chemical公司製造)：0.053重量份，使用乙酸乙酯進行稀釋以使總體之固形物成分成為20重量%，獲得丙烯酸系黏著劑組合物。

將所獲得之丙烯酸系黏著劑組合物以乾燥後之厚度成為10 μm之方式，塗佈於經剝離處理之聚對苯二甲酸乙二酯膜(商品名「Diafoil MRF」，厚度38 μm，Mitsubishi Chemical股份有限公司製造)，於乾燥溫度130℃、乾燥時間30秒之條件下進行固化並乾燥，製作丙烯酸系黏著劑(B)。

【0078】〔實施例1〕

準備製造例1中所獲得之丙烯酸系黏著劑(A)100 g，投入至作為反應裝置之行星式混合機(HIVIS DISPER MIX 3D-2型，primix股份有限公司製造)中，實施5分鐘之事前攪拌。

其次，投入已粉碎之氫氧化鉀(KOH，純度85%)54 g，一面提高攪拌轉速一面繼續進行0.5小時之攪拌。

當反應進行時，於反應裝置內產生蒸氣及液體，藉由對反應裝置內進行減壓，而將所產生之蒸氣及液體減壓回收至經5℃之冷卻水冷卻過之截留罐中。所回收之液體之重量為50 g。再者，藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)，對所減壓回收之回收液確認主成分之結構，結果確認到為1-丁醇。藉由GC/MS(gas chromatograph/mass spectrometry，氣相層析質譜法)分析，回收液體中來源於聚合物之液體存在1-丁醇及原材料BA，1-丁醇之純度為97%。

反應結束後，反應裝置內殘存有固體狀物。向該固體狀物中投入水

而使其溶解，投入乙酸，進行中和。其後，放置於離心分離機中，使雜質離心分離，於130℃下對上清液進行2小時乾燥，結果獲得作為親水性聚合物之聚丙烯酸鉀85 g。再者，所獲得之聚丙烯酸鉀之結構解析係藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)來進行。

將結果示於表1中。

【0079】〔實施例2〕

準備製造例1中所獲得之丙烯酸系黏著劑(A)3.5 kg，投入至作為反應裝置之雙臂式捏合機(TK5-2型，Toshin公司製造)中，實施5分鐘之事前攪拌。

其次，投入已粉碎之氫氧化鉀(KOH，純度85%)1.87 kg，一面提高攪拌轉速一面繼續進行0.5小時之攪拌。

當反應進行時，則於反應裝置內產生蒸氣及液體，藉由對反應裝置內進行減壓，而將所產生之蒸氣及液體減壓回收至經5℃之冷卻水冷卻過之截留罐中。所回收之液體之重量為1.7 kg。再者，藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)，對所減壓回收之回收液確認主成分之結構，結果確認到為1-丁醇。藉由GC/MS分析，回收液體中來源於聚合物之液體存在1-丁醇及原材料BA，1-丁醇之純度為97%。

反應結束後，反應裝置內殘存有固體狀物。將該固體狀物投入至加壓式捏合機中，進行粉碎，添加乙酸乙酯/甲醇＝1/1(體積比)之溶劑，進行攪拌並洗淨，於130℃下對獲得之固體狀物進行2小時之乾燥，結果獲得作為親水性聚合物之聚丙烯酸鉀3 kg。再者，所獲得之聚丙烯酸鉀之結構解析係藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo

Probe)來進行。

將結果示於表1中。

【0080】〔實施例3〕

準備製造例1中所獲得之丙烯酸系黏著劑(A)3.5 kg，投入至作為反應裝置之Trimix(井上製作所製造，相當於行星式混合機)中，實施5分鐘之事前攪拌。

其次，投入已粉碎之氫氧化鈉(NaOH，純度97%)1.17 kg，一面提高攪拌轉速一面繼續進行0.9小時之攪拌。

當反應進行時，於反應裝置內產生蒸氣及液體，藉由對反應裝置內進行減壓，而將所產生之蒸氣及液體減壓回收至經5℃之冷卻水冷卻過之截留罐中。所回收之液體之重量為1.7 kg。再者，藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)，對所減壓回收之回收液確認主成分之結構，結果可確認，為1-丁醇。藉由GC/MS分析，回收液體中來源於聚合物之液體存在1-丁醇及原材料BA，1-丁醇之純度為97%。

反應結束後，反應裝置內殘存有固體狀物。直接將該固體狀物於Trimix中進行粉碎，添加乙酸乙酯/甲醇＝1/1(體積比)之溶劑，進行攪拌並洗淨，於130℃下對所獲得之固體狀物進行2小時乾燥，結果獲得作為親水性聚合物之聚丙烯酸鈉2.5 kg。再者，所獲得之聚丙烯酸鈉之結構解析係藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)來進行。

將結果示於表1中。

【0081】〔實施例4〕

準備製造例1中所獲得之丙烯酸系黏著劑(A)3.5 kg，投入至作為反應裝置之Trimix(井上製作所製造，相當於行星式混合機)中，實施5分鐘之事前攪拌。

其次，投入已粉碎之氫氧化鉀(KOH，純度85%)1.87 kg，一面提高攪拌轉速一面繼續進行0.5小時之攪拌。

當反應進行時，於反應裝置內產生蒸氣及液體，藉由對反應裝置內進行減壓，而將所產生之蒸氣及液體減壓回收至經5℃之冷卻水冷卻過之截留罐中。所回收之液體之重量為1.7 kg。再者，藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)，對所減壓回收之回收液確認主成分之結構，結果確認到為1-丁醇。藉由GC/MS分析，回收液體中來源於聚合物之液體存在1-丁醇及原材料BA，1-丁醇之純度為97%。

反應結束後，反應裝置內殘存有固體狀物。直接將該固體狀物於Trimix中進行粉碎，添加乙酸乙酯/甲醇＝1/1(體積比)之溶劑，進行攪拌並洗淨，於130℃下對所獲得之固體狀物進行2小時之乾燥，結果獲得作為親水性聚合物之聚丙烯酸鉀3 kg。再者，所獲得之聚丙烯酸鉀之結構解析係藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)來進行。

將結果示於表1中。

【0082】〔實施例5〕

準備製造例2中所獲得之丙烯酸系黏著劑(B)3 kg，投入至作為反應裝置之Trimix(井上製作所製造，TX-15)中，實施5分鐘之事前攪拌。

其次，投入已粉碎之氫氧化鉀(KOH，純度85%)1.6 kg，一面提高攪

拌轉速一面繼續進行5小時之攪拌。

當反應進行時，於反應裝置內產生蒸氣及液體，藉由對反應裝置內進行減壓，而將所產生之蒸氣及液體減壓回收至經15℃之冷卻水冷卻過之溶劑回收裝置(KOBEX公司製造，CA103)中。所回收之液體之重量為0.1 kg。再者，藉由GC/MS分析，對所減壓回收之回收液確認來源於黏著劑之成分之結構，結果確認到為乙醇及2-乙基己醇。

反應結束後，反應裝置內殘存有固體狀物。藉由粉碎機(FORCE MILL FM1)對該固體狀物進行粉碎，添加乙酸乙酯/甲醇＝1/1(體積比)之溶劑，進行攪拌並洗淨，於130℃下對所獲得之固體狀物進行2小時乾燥，結果獲得作為親水性聚合物之聚丙烯酸鉀。再者，所獲得之聚丙烯酸鉀之結構解析係藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)來進行。

將結果示於表1中。

【0083】〔實施例6〕

準備製造例1中所獲得之丙烯酸系黏著劑(A)5 kg，分開投入至作為反應裝置之行星式混合機(井上製作所製造，PLM-15)中，一面分開投入作為黏度調整劑之1-丁醇2.5 kg一面繼續進行攪拌，進行混合直至變得均勻。藉此，丙烯酸系黏著劑(A)藉由1-丁醇而膨潤，成為膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑。

其次，投入已粉碎之氫氧化鉀(KOH，純度85%)2.8 kg，一面提高攪拌轉速一面繼續進行3小時之攪拌。

當反應進行時，於反應裝置內產生蒸氣及液體，藉由對反應裝置內進行減壓，而將所產生之蒸氣及液體減壓回收至經15℃之冷卻水冷卻過之

溶劑回收裝置(KOBEX公司製造，CA103)中。所回收之液體之重量為2.5 kg。再者，藉由GC/MS分析，對所減壓回收之回收液確認主成分之結構，結果確認到為1-丁醇。

反應結束後，反應裝置內殘存有固體狀物。直接將該固體狀物於行星式混合機中進行粉碎，添加乙酸乙酯/甲醇＝1/1(體積比)之溶劑，進行攪拌並洗淨，於130℃下對所獲得之固體狀物進行2小時之乾燥，結果獲得作為親水性聚合物之聚丙烯酸鉀。再者，所獲得之聚丙烯酸鉀之結構解析係藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)來進行。

將結果示於表1中。

【0084】〔比較例1〕

使氫氧化鉀溶解於甲醇中以使總體計達到1.3重量%之氫氧化鉀(KOH)濃度後，將環戊基甲醚(CPME)與甲醇(MeOH)以體積比計成為7/3之方式進行混合，而製備處理液。

準備製造例1中所獲得之丙烯酸系黏著劑(A)3 kg，將其及所製備之處理液60 kg投入至100 kg之聚合釜(螺旋帶型攪拌翼)中，實施10小時之攪拌以使內浴溫度達到50℃。

當反應進行時，丙烯酸系黏著劑(A)一度溶解於反應液中，其後，藉由改質為親水性而析出。又，所生成之醇係溶解於溶液中。再者，利用NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)，對所生成之醇確認主成分之結構，結果確認到為1-丁醇。

利用乙酸乙酯將析出物洗淨後，於130℃下進行2小時乾燥，結果獲得作為親水性聚合物之聚丙烯酸。再者，所獲得之聚丙烯酸之結構解析係

利用NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)來進行。

將結果示於表1中。

【0085】〔比較例2〕

使氫氧化鉀溶解於1-丁醇中以使總體計達到3.0重量%之氫氧化鉀(KOH)濃度後，將甲基環己烷(MCH)與1-丁醇(BuOH)以體積比計成為7/3之方式進行混合，製備處理液。

將製造例1中所獲得之丙烯酸系黏著劑(A)2 g、及上述所製備之處理液20 g投入至50 cc之螺旋管中，使內浴溫度成為40℃，與攪拌棒一起進行8小時之攪拌。

當反應進行時，則丙烯酸系黏著劑(A)一度溶解於反應液，其後，藉由改質為親水性而析出。又，所生成之醇係溶解於溶液中。再者，對所生成之醇使用NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)，而確認主成分之結構，結果確認到為1-丁醇。

使用乙酸乙酯對析出物進行洗淨後，於130℃下進行2小時之乾燥，結果獲得作為親水性聚合物之聚丙烯酸。再者，所獲得之聚丙烯酸之結構解析係藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)來進行。

將結果示於表1中。

【0086】〔比較例3〕

向50 cc之螺旋管中添加製造例1中所獲得之丙烯酸系黏著劑(A)2 g，進而添加已粉碎之氫氧化鉀(KOH)0.6 g。

將螺旋管密封後，直接於實驗室環境下放置24小時。

液體並未產生，且亦未觀察到丙烯酸系黏著劑(A)之狀態發生變化。藉由NMR(Bruker Biospin製造，AVANCEIII-600 with Cryo Probe)進行螺旋管中之固形物之結構解析。

將結果示於表1中。

【0087】

[表1]

	丙烯酸系黏著劑	鹼性化合物	處理液之使用	處理液中之溶劑	處理液/丙烯酸系黏著劑(重量比)	丙烯酸系黏著劑膨潤用有機溶劑(I)	有機溶劑(I)/丙烯酸系黏著劑(重量比)	鹼濃度[wt%]	攪拌、混練方法	反應時間[小時]	回收醇種類	羧酸化率[%]
實施例1	(A)	KOH	無	無	-	無	-	固體	行星式混合機	0.5	1-丁醇	95
實施例2	(A)	KOH	無	無	-	無	-	固體	捏合機	0.5	1-丁醇	96
實施例3	(A)	NaOH	無	無	-	無	-	固體	Trimix	0.9	1-丁醇	96
實施例4	(A)	KOH	無	無	-	無	-	固體	Trimix	0.5	1-丁醇	96
實施例5	(B)	KOH	無	無	-	無	-	固體	Trimix	5	乙醇及2-乙基己醇	95
實施例6	(A)	KOH	無	無	-	BuOH	0.5	固體	行星式混合機	3	1-丁醇	95
比較例1	(A)	KOH	有	CPME/MeOH=7/3	20	無	-	1.3	螺旋帶型攪拌翼	10	1-丁醇	54
比較例2	(A)	KOH	有	MCH/BuOH=7/3	10	無	-	3.0	攪拌棒	8	1-丁醇	57
比較例3	(A)	KOH	無	無	-	無	-	固體	無	未反應	無	0

【0088】根據實施例、比較例之結果可知，根據本發明之實施方式，藉由在實質上不使用溶劑等處理液之情況下，使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應，可於非常短之反應時間內產率良好地獲得親水性聚合物及高純度之醇。又，所獲得之親水性聚合物之羧酸化率亦非常高。

[產業上之可利用性]

【0089】本發明之實施方式之親水性聚合物之製造方法及醇之製造方法例如可較好地用於黏著帶之素材之再生技術。

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種親水性聚合物之製造方法，其係由丙烯酸系黏著劑製造親水性聚合物之方法，且

包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。

【請求項2】

如請求項1之親水性聚合物之製造方法，其中上述固相反應係藉由對丙烯酸系黏著劑及鹼性化合物賦予剪力並進行混練而進行。

【請求項3】

如請求項1之親水性聚合物之製造方法，其中藉由上述反應步驟而生成醇。

【請求項4】

如請求項3之親水性聚合物之製造方法，其包括將藉由上述反應步驟所生成之醇進行回收之醇回收步驟。

【請求項5】

如請求項4之親水性聚合物之製造方法，其中上述醇回收步驟係將藉由上述反應步驟所生成之醇進行減壓回收。

【請求項6】

如請求項1之親水性聚合物之製造方法，其包括將雜質進行分離之雜質分離步驟。

【請求項7】

如請求項1之親水性聚合物之製造方法，其包括對親水性聚合物進行乾燥之乾燥步驟。

【請求項8】

如請求項1之親水性聚合物之製造方法，其中上述丙烯酸系黏著劑為含有有機溶劑之膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑。

【請求項9】

如請求項8之親水性聚合物之製造方法，其中上述膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑中之有機溶劑之含有比率為50重量%以下。

【請求項10】

一種醇之製造方法，其係由丙烯酸系黏著劑製造醇之方法，且

包括使丙烯酸系黏著劑與鹼性化合物進行固相反應之反應步驟。

【請求項11】

如請求項10之醇之製造方法，其中上述固相反應係藉由對丙烯酸系黏著劑及鹼性化合物賦予剪力並進行混練而進行。

【請求項12】

如請求項10之醇之製造方法，其中上述丙烯酸系黏著劑為含有有機溶劑之膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑。

【請求項13】

如請求項12之醇之製造方法，其中上述膨潤凝膠狀態之丙烯酸系黏著劑中之有機溶劑之含有比率為50重量%以下。