



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110770394 B

(45) 授权公告日 2022.10.25

(21) 申请号 201880040344.1

(72) 发明人 小西孝义 平冈利夫 栗田范朋

(22) 申请日 2018.05.10

(74) 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事务所(普通合伙) 11277

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110770394 A

专利代理人 刘新宇 张会华

(43) 申请公布日 2020.02.07

(51) Int.CI.

D21C 5/02 (2006.01)

(30) 优先权数据

B09B 3/00 (2022.01)

2017-126793 2017.06.28 JP

B09B 5/00 (2006.01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

B29B 17/00 (2006.01)

2019.12.17

C08J 11/10 (2006.01)

(86) PCT国际申请的申请数据

C08J 11/16 (2006.01)

PCT/JP2018/018175 2018.05.10

C08J 11/26 (2006.01)

(87) PCT国际申请的公布数据

A61L 2/18 (2006.01)

W02019/003655 JA 2019.01.03

A61L 11/00 (2006.01)

A61L 101/10 (2006.01)

(73) 专利权人 尤妮佳股份有限公司

审查员 康素敏

地址 日本爱媛县

权利要求书2页 说明书23页 附图3页

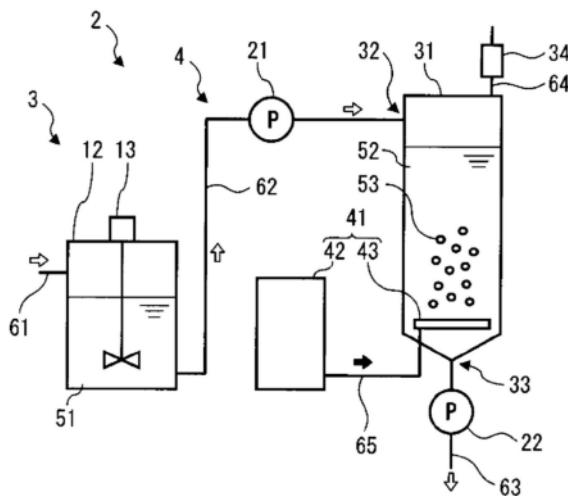
(54) 发明名称

维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.1质量%以下的木质素含量。

制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法及纤维素纳米纤维化用浆粕纤维

(57) 摘要

本公开的目的在于提供一种能够对木质素含量较低且其分布较窄且纤维素纳米纤维化性优异的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维进行制造的、利用使用过的卫生用品的浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法。本公开的制造方法如下。该方法的特征在于，包括以下的步骤：将含有源自使用过的卫生用品的高吸收性聚合物和浆粕纤维的混合液(51)从混合液供给口(32)向处理槽(31)供给的步骤；将含臭氧气体(53)从含臭氧气体供给口(43)向处理槽(31)内的处理液(52)供给的步骤；通过在处理槽(31)内使高吸收性聚合物和浆粕纤维下降并且使含臭氧气体(53)上升，从而使含臭氧气体(53)与高吸收性聚合物和浆粕纤维接触，利用浆粕纤维来形成纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的步骤；以及将处理液(52)从处理液排出口(33)排出的步骤，纤



1. 一种制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，该方法利用使用过的卫生用品的浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维，该方法的特征在于，

该方法包括以下的各步骤：

准备步骤，在该步骤中，准备包括混合液供给口以及配置在所述混合液供给口的下方的处理液排出口和含臭氧气体供给口在内的处理槽；

混合液供给步骤，在该步骤中，将包括水以及源自使用过的卫生用品的高吸收性聚合物和浆粕纤维在内的混合液从所述混合液供给口向所述处理槽供给；

含臭氧气体供给步骤，在该步骤中，将含臭氧气体从所述含臭氧气体供给口向所述处理槽内的处理液供给；

纤维素纳米纤维化用浆粕纤维形成步骤，在该步骤中，通过在所述处理槽内使所述高吸收性聚合物和浆粕纤维下降并且使所述含臭氧气体上升，从而使所述含臭氧气体与所述高吸收性聚合物和浆粕纤维接触，使所述高吸收性聚合物的至少一部分溶解于所述处理液，并且利用所述浆粕纤维来形成纤维素纳米纤维化用浆粕纤维；以及

处理液排出步骤，在该步骤中，将含有所述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的所述处理液从所述处理液排出口排出，

所述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.1质量%以下的木质素含量。

2. 根据权利要求1所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，其中，

所述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有300mL/h以上的叩解度降低速度。

3. 根据权利要求1或2所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，其中，

在所述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维形成步骤中，将所述含臭氧气体作为微米气泡或者纳米气泡而从所述含臭氧气体供给口供给。

4. 根据权利要求1或2所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，其中，

所述处理液为酸性。

5. 根据权利要求1或2所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，其中，

该方法还包括在所述混合液供给步骤之前利用酸使所述高吸收性聚合物非活性化的非活性化步骤。

6. 根据权利要求5所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，其中，

所述酸是能够与排泄物所含有的金属离子形成络合物的酸。

7. 根据权利要求1或2所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，其中，

所述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.65质量%以下的灰分率。

8. 根据权利要求1或2所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，其中，

在所述混合液供给步骤中，将所述混合液以第1流量从所述混合液供给口连续地向所述处理槽供给，在所述处理液排出步骤中，将所述处理液以第2流量从所述处理液排出口连续地排出。

9. 根据权利要求1或2所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法，其中，

还包括在所述处理液排出步骤之后利用所述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维来形成纤维素纳米纤维的纤维素纳米纤维形成步骤。

10. 一种纤维素纳米纤维化用浆粕纤维，其是根据权利要求1~9中任一项所述的制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法而制造的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维。

11. 根据权利要求10所述的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维,其中,
所述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有300mL/h以上的叩解度降低速度。
12. 根据权利要求10或11所述的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维,其中,
所述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.65质量%以下的灰分率。

制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法及纤维素纳米纤维化用浆粕纤维

技术领域

[0001] 本公开涉及利用使用过的卫生用品的浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法以及源自包含浆粕纤维和高吸收性聚合物在内的使用过的卫生用品的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维。

背景技术

[0002] 研究了一种用于对使用过的一次性尿布等卫生用品进行再循环的技术。

[0003] 例如,在专利文献1中公开了一种用于制造主要能够作为卫生用品而再利用的再循环浆粕的方法。具体地讲,在专利文献1中记载了一种方法,在该方法中,自包含浆粕纤维和高吸收性聚合物在内的使用过的卫生用品对浆粕纤维进行回收,制造能够作为卫生用品而再利用的再循环浆粕,该方法的特征在于,该方法包括以下的工序:通过在含有多价金属离子的水溶液或者pH为2.5以下的酸性水溶液中对使用过的卫生用品作用物理性的力,从而将使用过的卫生物品分解为浆粕纤维和其他的原材料的工序;从在分解工序中生成的浆粕纤维和其他的原材料的混合物分离浆粕纤维的工序;以及用pH为2.5以下的含臭氧的水溶液对分离出的浆粕纤维进行处理的工序。

[0004] 在专利文献1中,用含臭氧的水溶液对浆粕纤维进行处理的原因在于,在分离出的浆粕纤维中残留有很多高吸收性聚合物,通过对该高吸收性聚合物进行氧化分解并使其可溶化,从而自浆粕纤维除去该高吸收性聚合物。在专利文献1中,作为用含臭氧的水溶液对浆粕纤维进行处理的方法,公开了将含臭氧的水溶液加入到处理槽并且将分离出的浆粕纤维放入到该含臭氧的水溶液中的方法。在上述方法中,优选的是,在处理时适度地搅拌含臭氧的水溶液而制造水流,或者也可以向加入到容器的水溶液中吹入臭氧气体,在臭氧气体的泡的上升的作用下在含臭氧的水溶液中产生水流。

[0005] 现有技术文献

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献1:日本特开2016—881号公报

发明内容

[0008] 发明要解决的问题

[0009] 在专利文献1中并未记载为了将“再循环浆粕纤维”作为“纤维素纳米纤维化用浆粕纤维”而进行再利用而优选的制造方法。

[0010] 在使用过的卫生用品中,针对含有浆粕纤维和高吸收性聚合物的吸收体等而言,出于(i)高吸收性聚合物会随着吸收体液等液体而肥大化从而卷入浆粕纤维、(ii)肥大化的高吸收性聚合物彼此卷入浆粕纤维的同时会发生凝胶结块等原因,多个高吸收性聚合物和多个浆粕纤维形成连结结构体的情况较多。

[0011] 在那样的情况下可知,在专利文献1所记载的方法中,虽然能够将构成连结结构体

的高吸收性聚合物等分解为能够溶解的状态,但为了将构成连结结构体的浆粕纤维作为纤维素纳米纤维进行再利用则未必算得上合适。

[0012] 因而,本公开的目的在于提供一种能够对木质素含量较低且其分布较窄且纤维素纳米纤维化性优异的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维进行制造的、利用使用过的卫生用品的浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法。

[0013] 用于解决问题的方案

[0014] 本发明人等发现一种方法,其是利用使用过的卫生用品的浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法,该方法的特征在于,该方法包括以下的各步骤:准备步骤,在该步骤中,准备包括混合液供给口以及配置在上述混合液供给口的下方的处理液排出口和含臭氧气体供给口在内的处理槽;混合液供给步骤,在该步骤中,将包括水以及源自使用过的卫生用品的高吸收性聚合物和浆粕纤维在内的混合液从上述混合液供给口向上述处理槽供给;含臭氧气体供给步骤,在该步骤中,将含臭氧气体从上述含臭氧气体供给口向上述处理槽内的处理液供给;纤维素纳米纤维化用浆粕纤维形成步骤,在该步骤中,通过在上述处理槽内使上述高吸收性聚合物和浆粕纤维下降并且使上述含臭氧气体上升,从而使上述含臭氧气体与上述高吸收性聚合物和浆粕纤维接触,使上述高吸收性聚合物的至少一部分溶解于上述处理液,并且利用上述浆粕纤维形成纤维素纳米纤维化用浆粕纤维;以及处理液排出步骤,在该步骤中,将含有上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的上述处理液从上述处理液排出口排出,上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.1质量%以下的木质素含量。

[0015] 发明的效果

[0016] 本公开的利用使用过的卫生用品的浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法能够对木质素含量较低且其分布较窄且纤维素纳米纤维化性优异的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维进行制造。

附图说明

[0017] 图1是表示本公开的方法的实施方式的流程图。

[0018] 图2是表示图1的臭氧处理工序的装置的结构例的示意图。

[0019] 图3是表示图1的臭氧处理工序的装置的另一个结构例的示意图。

[0020] 图4是表示图1的臭氧处理工序的装置的又一个结构例的示意图。

具体实施方式

[0021] 具体地讲,本公开涉及以下的形态。

[0022] [形态1]

[0023] 一种方法,其是利用使用过的卫生用品的浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法,该方法的特征在于,

[0024] 该方法包括以下的各步骤:

[0025] 准备步骤,在该步骤中,准备包括混合液供给口以及配置在上述混合液供给口的下方的处理液排出口和含臭氧气体供给口在内的处理槽;

[0026] 混合液供给步骤,在该步骤中,将含有水以及源自使用过的卫生用品的高吸收性

聚合物和浆粕纤维的混合液从上述混合液供给口供给到上述处理槽；

[0027] 含臭氧气体供给步骤，在该步骤中，将含臭氧气体从上述含臭氧气体供给口供给到上述处理槽内的处理液；

[0028] 纤维素纳米纤维化用浆粕纤维形成步骤，在该步骤中，通过在上述处理槽内使上述高吸收性聚合物和浆粕纤维下降并且使上述含臭氧气体上升，从而使上述含臭氧气体与上述高吸收性聚合物和浆粕纤维接触，使上述高吸收性聚合物的至少一部分溶解于上述处理液，并且利用上述浆粕纤维来形成纤维素纳米纤维化用浆粕纤维；以及

[0029] 处理液排出步骤，在该步骤中，将含有上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的上述处理液从上述处理液排出口排出，

[0030] 上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.1质量%以下的木质素含量。

[0031] 在使用过的卫生用品中，针对含有浆粕纤维和高吸收性聚合物的吸收体等而言，出于(i)高吸收性聚合物会随着吸收体液等液体而肥大化从而卷入浆粕纤维、(ii)肥大化的高吸收性聚合物彼此卷入浆粕纤维的同时会发生凝胶结块等原因，多个高吸收性聚合物和多个浆粕纤维形成连结结构体的情况较多。

[0032] 在专利文献1所记载的方法中，含臭氧气体虽然能够对未形成连结结构体的游离的浆粕纤维进行处理并将该浆粕纤维所含有的木质素分解，但由于其难以与构成连结结构体的浆粕纤维、即被高吸收性聚合物包围的浆粕纤维相接触，因此有时无法充分地对构成该连结结构体的浆粕纤维进行处理，也就是说，有时难以对被该高吸收性聚合物包围的浆粕纤维所含有木质素进行分解。因而，利用专利文献1所记载的方法而制造的再循环浆粕纤维包含木质素含量的分布较窄且木质素含量较高的浆粕纤维。此外，在成为原料的使用过的卫生用品包含多种、例如不同的公司贩卖的同一种产品(成人用一次性尿布)、同一家公司贩卖的不同种类的商品(例如成人用一次性尿布以及儿童用一次性尿布)的情况下，上述木质素含量的分布具有变得更宽的倾向。此外，木质素含量较高的再循环浆粕纤维具有难以纤维素纳米纤维化的倾向。

[0033] 上述制造方法包括预定的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维形成步骤，在上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维形成步骤中，使高吸收性聚合物和浆粕纤维下降并且使含臭氧气体上升，使高吸收性聚合物和浆粕纤维与含臭氧气体接触。针对游离的高吸收性聚合物和游离的浆粕纤维以及连结结构体而言，与比重相对较低的游离的浆粕纤维相比，比重相对较高的游离的高吸收性聚合物以及连结结构体处于沉降性较高的倾向。另一方面，由于含臭氧气体消耗臭氧，并且会在对高吸收性聚合物和浆粕纤维进行处理的同时上升，因此与存在于上方位置的含臭氧气体相比，存在于下方位置的含臭氧气体处于臭氧的含量较高(即新鲜的)倾向。

[0034] 另外，在本说明书中，下降速度与处理槽31内的处理液52向下方的移动速度相关，一般来讲，下降速度根据第1流速、第2流速、处理槽的大小等唯一地确定。另一方面，在本说明书中，沉降性是指表示处理槽31内的处理液52所含有的浆粕纤维、高吸收性聚合物以及连结结构体的、在重力的作用下沿铅垂方向落下的难度的性质，浆粕纤维、高吸收性聚合物以及连结结构体分别与比重等相应地具有各不相同的沉降性。

[0035] 因而，在上述制造方法中，能够利用更新鲜的含臭氧气体恰当地对沉降性相对较高的、游离的高吸收性聚合物和连结结构体中的高吸收性聚合物进行氧化分解，使构成连

结结构体的浆粕纤维游离，并且含臭氧气体能够花费时间来对沉降性相对较低且直到到达处理液排出口为止较为花费时间的游离的浆粕纤维进行处理，对游离的浆粕纤维所含有的木质素进行分解。

[0036] 此外，一般来讲，浆粕纤维具有木质素含量越高则比重越高的倾向，因此在上述制造方法中，与木质素含量相对较低的浆粕纤维相比，木质素含量相对较高的浆粕纤维的沉降性相对较低，因此能够使更新鲜的含臭氧气体与木质素含量相对较高的浆粕纤维接触，将其所含有的木质素分解。

[0037] 在上述制造方法中，通过使利用上述制造方法制造的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的木质素含量的分布不容易变宽，从而使上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维进一步具有预定的低浓度的木质素含量。因而，在上述制造方法中，能够制造木质素含量的分布较窄且纤维素纳米纤维化性优异的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维。

[0038] [形态2]

[0039] 根据形态1所述的方法，其中，上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有300mL/h以上的叩解度降低速度。

[0040] 在上述制造方法中，由于纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有预定的叩解度降低速度，因此在接下来的纤维素纳米纤维形成步骤中，纤维素纳米纤维化用浆粕纤维易于起毛，易于被纤维素纳米纤维化。因而，上述制造方法能够制造纤维素纳米纤维化性优异的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维。

[0041] [形态3]

[0042] 根据形态1或2所述的方法，其中，在上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维形成步骤中，将上述含臭氧气体作为微米气泡或者纳米气泡而从上述含臭氧气体供给口供给。

[0043] 在上述制造方法中，由于在纤维素纳米纤维化用浆粕纤维形成步骤中将含臭氧气体作为微米气泡或者纳米气泡而从含臭氧气体供给口供给，因此即使在高吸收性聚合物和浆粕纤维形成连结结构体的情况下，微米气泡或者纳米气泡也会对高吸收性聚合物、连结结构体以及浆粕纤维施加浮力，从而使上述物质的沉降性下降。因而，针对高吸收性聚合物、连结结构体以及浆粕纤维而言，到达处理液排出口为止的时间较长，臭氧能够将游离的高吸收聚合物和构成连结结构体的高吸收性聚合物分解，而且能够对游离的浆粕纤维和构成连结结构体的浆粕纤维充分地进行处理。因而，上述制造方法能够制造纤维素纳米纤维化性优异的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维。

[0044] [形态4]

[0045] 根据形态1～3中任一项所述的方法，其中，上述处理液为酸性。

[0046] 在上述制造方法中，处理液为酸性（例如pH2.5以下）。因而，在能够利用酸使应处理的高吸收性聚合物非活性化或者应处理的高吸收性聚合物已经非活性化的情况下，能够继续保持高吸收性聚合物非活性化的状态。由此，即使在高吸收性聚合物和浆粕纤维形成连结结构体的情况下，含臭氧气体中的臭氧也能够除去构成连结结构体的高吸收性聚合物，并且含臭氧气体中的臭氧能够对构成连结结构体的浆粕纤维进行作用，使浆粕纤维的木质素含量下降（能够形成木质素含量较低的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维）。

[0047] [形态5]

[0048] 根据形态1～4中任一项所述的方法，其中，还包括在上述混合液供给步骤之前利

用酸使上述高吸收性聚合物非活性化的非活性化步骤。

[0049] 由于上述制造方法还包括预定的非活性化步骤,因此即使在高吸收性聚合物和浆粕纤维形成连结结构体的情况下也是,含臭氧气体中的臭氧能够在将包含水以及源自使用过的卫生用品的高吸收性聚合物、浆粕纤维在内的混合液向处理槽供给之后立即除去构成连结结构体的高吸收性聚合物,并且含臭氧气体中的臭氧能够对构成连结结构体的浆粕纤维进行作用,使浆粕纤维的木质素含量降低(能够形成木质素含量较低的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维)。

[0050] [形态6]

[0051] 根据形态5所述的方法,其中,上述酸是能够与排泄物所含有的金属离子形成络合物的酸。

[0052] 在上述制造方法中,由于上述酸是能够与排泄物所含有的金属离子形成络合物的酸,因此制造的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维不容易含有金属离子。因而,在利用纤维素纳米纤维化用浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维时,金属离子以及其析出物不容易对纤维素纳米纤维形成工序所使用的设备造成损伤,而且不容易阻碍纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的微细化。

[0053] [形态7]

[0054] 根据形态1~6中任一项所述的方法,其中,上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.65质量%以下的灰分率。

[0055] 在上述制造方法中,利用上述制造方法制造的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有预定的灰分率。因而,在利用纤维素纳米纤维化用浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维时,金属离子以及其析出物不容易对纤维素纳米纤维形成工序所使用的设备造成损伤,而且不容易阻碍纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的微细化。

[0056] [形态8]

[0057] 根据形态1~7中任一项所述的方法,其中,在上述混合液供给步骤中,将上述混合液以第1流量自上述混合液供给口向上述处理槽连续地供给,在上述处理液排出步骤中,将上述处理液以第2流量自上述处理液排出口连续地排出。

[0058] 在上述制造方法中,由于在混合液供给步骤中将混合液以第1流量自混合液供给口向处理槽连续地供给,在处理液排出步骤中将处理液以第2流量自处理液排出口连续地排出,因此,应处理的高吸收性聚合物和浆粕纤维的处理时间均匀化,处理液所含有的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的木质素含量的分布较窄(偏差较小)。因而,上述制造方法能够制造纤维素纳米纤维化性优异的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维。

[0059] [形态9]

[0060] 根据形态1~8中任一项所述的方法,其中,还包括在上述处理液排出步骤之后利用上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维来形成纤维素纳米纤维的纤维素纳米纤维形成步骤。

[0061] 上述制造方法能够高效地利用纤维素纳米纤维化用浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维。

[0062] [形态10]

[0063] 一种纤维素纳米纤维化用浆粕纤维,其源自包含浆粕纤维以及高吸收性聚合物的使用过的卫生用品,其特征在于,

[0064] 上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.1质量%以下的木质素含量。

[0065] 由于上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有预定的木质素含量,因此其纤维素纳米纤维化性优异。

[0066] [形态11]

[0067] 根据形态10所述的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维,其中,上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有300mL/h以上的叩解度降低速度。

[0068] 由于上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有预定的叩解度降低速度,因此纤维素纳米纤维化用浆粕纤维在接下来的纤维素纳米纤维形成步骤中易于起毛,易于被纤维素纳米纤维化。

[0069] [形态12]

[0070] 根据形态10或11所述的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维,其中,上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.65质量%以下的灰分率。

[0071] 由于上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有预定的灰分率,因此在利用纤维素纳米纤维化用浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维时,金属离子以及其析出物不容易对纤维素纳米纤维形成工序所使用的设备造成损伤,而且不容易阻碍纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的微细化。

[0072] 以下,对利用使用过的卫生用品的浆粕纤维来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的方法(以下,有时简称为“纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的制造方法”)进行说明。

[0073] 另外,使用过的卫生用品是使用者使用后的卫生用品,其包括吸收了使用者的液体排泄物的状态下的卫生用品,还包括虽使用过但未吸收排泄物的卫生用品和未使用的卫生用品等。

[0074] 首先,对卫生用品的结构例进行说明。卫生用品包括表面片、背面片、以及配置在表面片和背面片之间的吸收体。作为卫生用品,例如能够列举出纸尿布、隔尿垫、生理用卫生巾、床单、宠物护垫。

[0075] 作为表面片的构成构件,例如能够列举出无纺布或者膜,具体地讲能够列举出透液性的无纺布、具有透液孔的合成树脂膜、它们的复合片等。作为背面片的构成构件,例如能够列举出无纺布或者膜,具体地讲能够列举出不透液性的无纺布、不透液性的合成树脂膜、上述无纺布和合成树脂膜的复合片。

[0076] 作为吸收体的构成构件,能够列举出吸收芯(例如浆粕纤维和高吸收性聚合物)和芯包层。作为浆粕纤维,只要能够用于卫生用品就没有特别的限制,例如能够列举出纤维素系纤维。作为纤维素系纤维,例如能够列举出木材浆粕、交联浆粕、非木材浆粕、再生纤维素、半合成纤维素等。作为高吸收性聚合物(Super Absorbent Polymer:SAP),只要能够用于卫生用品就没有特别的限制,例如能够列举出聚丙烯酸盐系、聚磺酸盐系、马来酸酐盐系的物质。

[0077] 吸收体的一个面和另一个面分别借助粘接剂接合于表面片和背面片。在俯视图中,表面片中的、以包围吸收体的方式伸出到吸收体的外侧的部分(周缘部分)借助粘接剂接合于背面片中的、以包围吸收体的方式伸出到吸收体的外侧的部分(周缘部分)。因而,吸收体被包裹在表面片和背面片的接合体的内部。作为粘接剂,只要能够用于卫生用品并且能在后述的温水的作用下软化等而使接合力下降,就没有特别的限制,例如能够列举出热

熔型粘接剂。作为热熔型粘接剂,例如能够列举出苯乙烯—乙烯—丁二烯—苯乙烯、苯乙烯—丁二烯—苯乙烯、苯乙烯—异戊二烯—苯乙烯等橡胶系主体、或者聚乙烯等烯烃系主体的压敏型粘接剂或者热敏型粘接剂。

[0078] 图1是表示将使用过的卫生用品分离为构成材料的材料分离方法的流程图。该材料分离方法是将使用过的卫生用品分离为膜、无纺布、浆粕纤维、高吸收性聚合物的方法。该材料分离方法包括前处理工序S11、分解工序S12、分离工序S13。

[0079] 在前处理工序S11中,利用水使使用过的卫生用品溶胀。在分解工序S12中,对溶胀的使用过的卫生用品施加物理性的冲击,将使用过的卫生用品分解为膜、无纺布、芯包层等以及吸收芯(例如浆粕纤维和高吸收性聚合物)。在分离工序S13中,将膜、无纺布、浆粕纤维、高吸收性聚合物分离开。

[0080] 本公开的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的制造方法包含在该材料分离方法中的分离工序S13中。另外,在按照某种方法预先获取了浆粕纤维和高吸收性聚合物的混合物的情况下,不需要实施前处理工序S11、分解工序S12及分离工序S13中的、纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的制造方法之前的工序。以下,对各工序进行说明。

[0081] 在前处理工序S11中,使多个使用过的卫生用品保持着从外部回收等时的状态、即不进行破坏和切断等地、若是卷成团的状态或者折叠的状态则保持着该状态并且也不进行吸收体的高吸收性聚合物的非活性化地吸收水而溶胀。在本实施方式中,使使用过的卫生用品吸收温水而溶胀,或者使其吸收水而膨胀之后对吸收的水进行加热而形成温水。温水是指比常温($20^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ ($5^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$) : JIS Z 8703)高的温度的水。

[0082] 通常,与卫生用品能够吸收的最大吸收量相比,使用过的卫生用品实际吸收的液态排泄物的量非常小(例如是最大吸收量的约10质量%~20质量%)。在本实施方式中,在前处理工序S11中,通过将使用过的卫生用品浸入温水,从而使使用过的卫生用品吸收体在温水中吸收温水而膨胀。其结果,使用过的卫生用品的内压升高,对使用过的卫生用品作用欲朝向外侧打开的力,使卷成团的状态或者折叠的状态下的使用过的卫生用品朝向外侧打开,成为大致平坦的状态。即,能够使使用过的卫生用品在温水中成为平坦地展开的状态。由此,能够利用温水或者常温的水(以下也简称为“温水”。)使使用过的卫生用品成为非常膨胀的状态。其结果,在使用过的卫生用品中产生非常高的内压。另外,使水成为温水的目的主要在于如后所述地减弱粘接剂的粘接力。

[0083] 在此,通过将使用过的卫生用品在处于当初以背面片为外侧地(将表面片隐藏在内侧地)卷成团的状态或者折叠的状态的情况下浸入温水,从而使使用过的卫生用品的吸收体在温水中吸收温水而膨胀。其结果,使用过的卫生用品的内压升高,对使用过的卫生用品作用欲朝向外侧打开的力,使卷成团的状态或者折叠的状态下的使用过的卫生用品朝向外侧打开,成为大致平坦的状态。即,能够使使用过的卫生用品在温水中成为平坦地展开的状态。此时,针对使用过的卫生用品而言,由于吸收体吸收大量的温水而非常膨胀,因此该卫生用品成为其表面、即包裹吸收体的表面片和背面片的任一个部位容易撑破的状态。即,能够利用前处理工序S11使使用过的卫生用品成为任一个表面要破裂的状态。另外,在使用过的卫生用品从当初就是平坦地展开的状态的情况下,保持着该状态地成为表面的任一个部位容易撑破的状态。在使用过的卫生用品断裂等的情况下,不会产生该状态。

[0084] 并且,通过使使用过的卫生用品浸入温水和/或吸收温水,从而能够在温水的热的作用下使各构成构件之间的接合所使用的粘接剂(例如是热熔粘接剂)软化,降低粘接剂的

接合力。例如能够在温水的热的作用下使将表面片的周缘部分和背面片的周缘部分接合起来的粘接剂软化,降低该粘接剂的接合力。并且,能够在温水的热的作用下使将表面片和吸收体接合起来的粘接剂以及将背面片和吸收体接合起来的粘接剂软化,降低这些粘接剂的接合力。

[0085] 这样,在前处理工序S11中,在使用过的卫生用品的吸收体的膨胀的作用下,能够产生使用过的卫生用品的表面的任一个部位要撑破的状态,并且能够产生粘接剂的接合力下降的状态。通过使使用过的卫生用品成为这样的状态,从而在后述的分解工序中能够可靠地对使用过的卫生用品进行分解。

[0086] 只要能够使使用过的卫生用品的粘接剂软化,前处理工序S11的温水的温度就没有特别的限定,例如能够列举出60℃以上,优选为70℃以上且98℃以下。通过将温水的温度设为70℃以上,从而能够在温水的热的作用下使将构成构件之间接合起来的粘接剂进一步软化,能够进一步降低粘接剂的接合力。通过将温水的温度设为98℃以下,从而使温水可靠地作为液体而存在,因此能够使使用过的卫生用品更可靠地吸收温水。在吸收体的膨胀和温水的热的作用下,能够更可靠地产生使用过的卫生用品的表面要撑破的状态并且产生粘接剂的接合力下降的状态。针对温度的测量而言,对浸有使用过的卫生用品的状态下的温水的温度进行测量,或者对吸收水到接近最大吸收量的量的使用过的卫生用品的比其表面靠内侧5mm的部位处的温度(插入温度传感器的顶端)进行测量。

[0087] 此外,在使用过的卫生用品的再利用过程中,构成材料的杀菌极为重要。通过将温水的温度设为70℃以上,从而也能够起到对使用过的卫生用品进行杀菌(消毒)的效果,因此优选。

[0088] 只要能够使使用过的卫生用品的吸收体膨胀,前处理工序S11的处理时间、也就是将使用过的卫生用品浸入温水的时间就没有特别的限定,例如为2分钟~60分钟,优选为4分钟~30分钟。若时间过短则吸收体无法充分地膨胀,若时间过长则会浪费时间,不必要地增加处理成本。

[0089] 此外,只要吸收体能够膨胀到在后述的分解工序中能对使用过的卫生用品进行分解的程度,前处理工序S11中的吸收体的温水的吸收量就没有特别的限制,例如能够列举出使用过的卫生用品的最大吸收量的80质量%以上,优选为90质量%以上。由此,能够利用水使使用过的卫生用品成为最大限度地膨胀的状态。其结果,能够在使用过的卫生用品的吸收体中产生极高的内压。

[0090] 其中,按照以下的过程来测量最大吸收量。

[0091] (1) 在100℃以上的气氛中对未使用的卫生用品进行干燥处理,测量该卫生用品的质量。

[0092] (2) 在卫生用品配置有能够形成使水难以到达吸收体那样的袋部的伸缩材料(例如是腿围和腰围等的伸缩构件)的情况下,通过在其伸缩构件切出切口从而使卫生用品成为平坦。

[0093] (3) 使表面片朝下地将卫生用品浸入由足够的自来水充满的水浴中,放置30分钟。

[0094] (4) 在放置之后,使表面片朝下地将卫生用品载置在网上,在控水20分钟之后对卫生用品的质量进行测量。

[0095] 然后,将浸入自来水前后的质量差定义为最大吸收量。

[0096] 接着,在分解工序S12中,对利用前处理工序S11展开而溶胀的多个使用过的卫生用品施加物理性的冲击,将多个使用过的卫生用品分解为膜(背面片)、无纺布(表面片)以及芯包层与吸收芯(例如吸收体和高吸收性聚合物)。

[0097] 利用前处理工序S11使使用过的卫生用品展开而成为平坦,在膨胀的作用下,表面的任一个部位要撑破,在本实施方式中,特别是在温水的热的作用下成为粘接剂的接合力下降的状态。因而,在分解工序S12中,通过对该状态下的使用过的卫生用品施加物理性的冲击,从而使表面的任一个部位中的、特别是接合力下降了的表面片(无纺布)和背面片(膜)的接合部分撑破。由此,能够使该接合部分开裂(剥离)。作为物理性的冲击,并没有特别的限制,例如能够列举出将使用过的卫生用品摔砸于由比使用过的卫生用品硬的原材料做成的面的方法,使使用过的卫生用品以夹在互相面对地配置的一对辊之间的方式通过一对辊之间并且从两侧进行按压的方法。

[0098] 在本实施方式中,分解工序S12包含以下的工序:将溶胀的多个使用过的卫生用品投入到旋转轴水平的旋转筒的底部的工序;以及使旋转筒绕旋转轴旋转从而将多个使用过的卫生用品抬起到旋转筒的上部并摔砸于底部的工序。由此,能够稳定地持续(连续)且容易地对多个使用过的卫生用品施加物理性的冲击。作为旋转筒,例如能够列举出卧式洗衣机的洗涤槽的旋转筒,因而能够使用现有的卧式洗衣机(例如是株式会社稻本制作所制、ECO-22B)来实施分解工序S12。只要能够实现上述冲击,旋转筒的大小就没有特别的限制,内径和深度例如能够列举出50cm~150cm和30cm~120cm。只要能够实现上述冲击旋转筒的转速就没有特别的限制,例如能够列举出30次/分钟~100次/分钟。

[0099] 此外,在吸收到使用过的卫生用品内的温水的作用下,将使用过的卫生用品的温度保持在比较高的温度,但从抑制粘接剂的温度下降以及维持杀菌效果的方面考虑,旋转筒内的气氛的温度优选为70℃以上,更优选为75℃以上。从使用过的卫生用品的处理的方面考虑,旋转筒内的温度优选为98℃以下,更优选为90℃以下。旋转筒内的水优选尽量少,至少优选少到在底部处使用过的卫生用品不处于水面之下的程度。若使用过的卫生用品处于水面之下,则对使用过的卫生用品施加的冲击会被水吸收,难以对使用过的卫生用品施加期望的冲击。只要能够分解为表面片、背面片、芯包层等以及吸收芯,使旋转筒旋转的时间就没有特别的限定,例如为2分钟~40分钟,优选为4分钟~20分钟。

[0100] 在物理性的冲击的作用下,使用过的卫生用品的表面片(无纺布)和背面片(膜)的接合部分撑破而开裂。与此同时,在吸收体的内压的作用下,使用过的卫生用品内的吸收芯(例如是浆粕纤维和高吸收性聚合物)经由该裂缝向外喷出来(飞出来)。由此,能够将使用过的卫生用品更可靠地分解为表面片(无纺布)、背面片(膜)、芯包层等以及吸收芯(例如是浆粕纤维和高吸收性聚合物)。

[0101] 接着,在分离工序S13中,将多个膜(背面片)、多个无纺布(表面片)、芯包层等与吸收芯(例如是浆粕纤维和高吸收性聚合物)分离开。其中,无纺布也可以与膜接合在一起。作为上述分离方法,并没有特别的限定,例如能够列举出使用不使表面片、背面片、芯包层等通过而使吸收芯通过的筛子的方法。

[0102] 在本实施方式中,分离工序S13也可以包含以下的工序:非活性化工序S31,在该工序中,在将膜、无纺布、芯包层等与吸收芯分离开之前,利用含有非活性化剂的水溶液使高吸收性聚合物非活性化;以及第1分离工序S32,在该工序中,将膜和无纺布以及包含浆粕纤

维、非活性化的高吸收性聚合物及通过非活性化而从高吸收性聚合物排出的污水在内的混合物分离开。

[0103] 在非活性化工序S31中，在第1分离工序S32之前，将表面片(无纺布)、背面片(膜)及吸收体(浆粕纤维和高吸收性聚合物)浸入能够使高吸收性聚合物非活性化的非活性化剂在内的水溶液。由此，能够使附着于表面片、背面片及浆粕纤维的高吸收性聚合物非活性化。由此，能够通过由非活性化实现的脱水而使在非活性化之前粘度较高的状态下的高吸收性聚合物成为粘度较低的状态下的高吸收性聚合物。

[0104] 在此，非活性化剂并没有特别的限定，能够列举出酸(例如无机酸和有机酸)、石灰、氯化钙、硫酸镁、氯化镁、硫酸铝、氯化铝等。其中，由于上述酸不会使灰分残留于浆粕纤维，因此优选。在使用酸作为非活性化剂的情况下，pH优选为2.5以下，更优选为1.3～2.4。若pH过高，则无法充分地降低高吸收性聚合物的吸水能力。此外，杀菌能力也有可能下降。若pH过低，则有可能腐蚀设备，排水处理时的中和处理需要大量的碱性药品。

[0105] 作为上述无机酸，例如能够列举出硫酸、盐酸、硝酸，从不含氯、成本等方面考虑，优选为硫酸。另一方面，作为上述有机酸，能够列举出柠檬酸、酒石酸、乙醇酸、苹果酸、琥珀酸、醋酸、抗坏血酸等，特别优选为能够与排泄物所含有的金属离子形成络合物的酸、例如柠檬酸、酒石酸、葡萄糖酸等羟基碳酸盐系有机酸。另外，作为排泄物所含有的金属离子，能够列举出钙离子。在能够与排泄物所含有的金属离子形成络合物的酸的螯合效果的作用下，能够将排泄物中的金属离子等捕获而除去。此外，在柠檬酸的清洗效果的作用下，能够期待较高的污垢成分除去效果。

[0106] 另外，由于pH根据水温而变化，因此本公开的pH是指在水溶液温度20℃的条件下测量到的pH。

[0107] 只要非活性化的反应能进展，非活性化工序S31的处理温度、即含有非活性化剂的水溶液的温度就没有特别的限定。该处理温度既可以是室温，也可以比室温高，例如能够列举出15℃～30℃。此外，只要能对高吸收性聚合物进行非活性化、脱水，非活性化工序S31的处理时间、即将表面片、背面片及吸收体浸入含有非活性化剂的水溶液的时间就没有特别的限定，例如能够列举出2分钟～60分钟，优选为5分钟～30分钟。此外，只要非活性化的反应能进展，非活性化工序S31的水溶液的量、即含有非活性化剂的水溶液的量就没有特别的限定。例如，相对于使用过的卫生用品100质量份而言，水溶液的量优选为300质量份～3000质量份，更优选为500质量份～2500质量份，进一步优选为1000质量份～2000质量份。

[0108] 在第1分离工序S32中，将表面片(无纺布)、背面片(膜)及芯包层与包含浆粕纤维、非活性化的高吸收性聚合物以及通过非活性化而从高吸收性聚合物排出来的污水在内的混合物分离开。其中，污水含有在非活性化工序S31中通过由含有非活性化剂的水溶液实现的脱水而从高吸收性聚合物放出来的水分，即含有源自排泄物的液体和源自温水的水。

[0109] 在第1分离工序S32中，将表面片和背面片与浆粕纤维、高吸收性聚合物及污水分离开的方法并没有特别的限定。例如使利用非活性化工序生成的生成物(表面片、背面片、浆粕纤维、高吸收性聚合物、污水等)通过开口5mm～100mm、优选为开口10mm～60mm的筛网并将其排出。由此，通过使浆粕纤维、高吸收性聚合物及污水残留在排水中并且使表面片和背面片残留在筛网上，从而能够将上述的生成物分离开。另外，也可以是使其他的无纺布、膜等形状较大物体残留在筛网上。特别是，在非活性化之前，由于高吸收性聚合物处于粘度

较高的状态,因此将附着于表面片、背面片及浆粕纤维的高吸收性聚合物分离不算容易。但是,在非活性化之后,由于通过脱水而使高吸收性聚合物成为粘度较低的状态,因此能够容易地将附着于表面片、背面片及浆粕纤维的高吸收性聚合物自表面片、背面片及浆粕纤维分离。因而,能够有效地对卫生用品的构成构件进行分离、回收。

[0110] 在本实施方式中,分离工序S13也可以还包含利用使膜与其他的构件的接合部分的粘接剂溶解的溶剂对接合部分的粘接剂进行除去的第2分离工序S33。在本实施方式中,利用使膜、无纺布及吸收体的各接合部分的粘接剂溶解的溶剂对各接合部分的粘接剂进行除去。

[0111] 在第2分离工序S33中,利用溶剂对膜(背面片)与其他的构件(表面片的无纺布、残留在表面片的表面和背面片的表面的吸收体等)的接合部分的粘接剂进行除去。由此,能够不使膜与其他的构件断裂等地将膜与其他的构件维持着原本的形状地互相分离开。因而,能够有效地回收卫生用品的膜那样的构成构件。此外,由于能够不使粘接剂残留于膜地将膜与其他的构件分离开,因此能够将膜作为纯度较高的树脂而再利用。由此,能够抑制在对膜进行再利用时粘接剂产生不良影响的状况。无纺布也与膜相同。

[0112] 只要能够将粘接剂溶解,第2分离工序S33所使用的溶剂就没有特别的限制,例如能够列举出包含萜烯烃、萜烯醛以及萜烯酮中的至少一者的萜烯。在该工序中,使用含有萜烯的水溶液,水溶液中的萜烯的浓度例如能够列举出0.05质量%以上且2质量%以下。优选为0.075质量%~1质量%。若萜烯的浓度过低,则可能无法对接合部分的粘接剂进行溶解。若萜烯的浓度过高,则存在成本较高的问题。此外,萜烯不仅能溶解热熔粘接剂那样的粘接剂,还具有清洗油污的效果。因此,例如,在背面片等卫生用品的构成构件具有印刷物的情况下,萜烯也能够对其印刷油墨进行分解并除去。

[0113] 作为萜烯烃,能够列举出例如月桂烯、柠檬烯、蒎烯、樟脑、香桧烯、水芹烯、对聚伞花烃、罗勒烯、萜品烯、蒈烯、姜烯、石竹烯、红没药烯、雪松烯。其中优选的是柠檬烯、蒎烯、萜品烯、蒈烯。此外,作为萜烯醛,能够列举出例如香茅醛、柠檬醛、环柠檬醛、藏红花醛、水芹醛、紫苏醛、香叶醛、橙花醛。作为萜烯酮,能够列举出例如樟脑、崖柏酮。在萜烯中,优选萜烯烃,特别优选柠檬烯。柠檬烯包括d-柠檬烯、l-柠檬烯、二戊烯(d1-柠檬烯)这3种,均能够优选地使用。针对萜烯而言,能够单独使用1种,也能够组合使用两种以上。

[0114] 只要粘接剂的溶解能进展并将使用过的卫生用品分解为构成构件,第2分离工序S33的处理温度、即含有溶剂的水溶液的温度就没有特别的限定。其处理温度既可以是室温,也可以比室温高,例如能够列举出15℃~30℃。此外,只要粘接剂的溶解能进展并将使用过的卫生用品分解为构成构件,第2分离工序S33的处理时间、即将表面片、背面片及吸收体浸入含有溶剂的水溶液的时间就没有特别的限定。该处理时间例如能够列举出2分钟~60分钟,优选为5分钟~30分钟。只要粘接剂的溶解能进展并将使用过的卫生用品分解为构成构件,第2分离工序S33的水溶液的量、即含有溶剂的水溶液的量就没有特别的限定。例如,相对于使用过的卫生用品100质量份而言,水溶液的量优选为300质量份~3000质量份,更优选为500质量份~2500质量份。利用第2分离工序S33,能够将残留于膜、无纺布、吸收体等的粘接剂的量相对于膜、无纺布、吸收体等设为1质量%以下。

[0115] 另外,在本实施方式中,作为另一个优选的方式,也可以是,在上述非活性化工序S31中同时进行上述第2分离工序S33。即,也可以在使附着于表面片、背面片及浆粕纤维的

高吸收性聚合物非活性化的同时使附着于表面片、背面片及浆粕纤维的粘接剂溶解。在该情况下,作为浸渍表面片、背面片、浆粕纤维及高吸收性聚合物的水溶液,使用含有非活性化剂和溶剂这两者的水溶液。由此,在上述非活性化工序S31中,能够形成使背面片(膜)、表面片(无纺布)、吸收体(浆粕纤维和高吸收性聚合物)在水溶液中大致分离开的状态。而且,在之后的第1分离工序中,能够将背面片(膜)和表面片(无纺布)与吸收体(浆粕纤维和高吸收性聚合物)分离开,能够省略第2分离工序S33。在该情况下,通过除去粘接剂,从而将背面片(膜)和表面片(无纺布)实质上分离开。

[0116] 在本实施方式中,在分离工序S13中,也可以在对接合部分的粘接剂进行除去的工序之后还包含利用比室温高的温度的气氛或者热风对膜进行干燥并除去溶剂的第1干燥工序S34。在本实施方式中,在本工序中也对无纺布进行干燥。

[0117] 在对使用过的卫生用品进行再利用过程中,杀菌极为重要。在第1干燥工序S34中,进行利用高温的气氛或者热风等对分离的膜(背面片)和无纺布(表面片)进行干燥的工序。干燥温度例如能够列举出105℃～210℃,优选为110℃～190℃。干燥时间也取决于干燥温度,例如能够列举出10分钟～120分钟,优选为15分钟～100分钟。由此,不仅能使残留在膜的表面和无纺布的表面的溶剂蒸发并将其除去,还能够利用高温的气氛或者热风等对膜和无纺布进行杀菌。由此,在除去溶剂的同时也能够起到杀菌(消毒)的效果。

[0118] 另一方面,在本实施方式中,分离工序S13也可以包含自分离出的混合物分离浆粕纤维的第3分离工序S35。在第3分离工序S35中,作为自分离出的混合物(含有浆粕纤维、高吸收性聚合物及污水)分离浆粕纤维的方法,并没有特别的限定,例如使分离出的混合物通过开口0.1mm～4mm、优选为开口0.15mm～2mm的筛网并将其排出。由此,通过使高吸收性聚合物和污水残留在排水中并且使浆粕纤维(主要是在表面残留有高吸收性聚合物)残留在筛网上,从而能够将浆粕纤维自混合物分离。该浆粕纤维含有大量杂质,但能够根据用途以该状态进行使用。

[0119] 在分离出的浆粕纤维附着有高吸收性聚合物,分离出的浆粕纤维、附着于该浆粕纤维的高吸收性聚合物以及水以预定的比例混合,并作为混合液进入到臭氧处理工序S36。

[0120] 在本实施方式中,分离工序S13包含利用含有臭氧的水溶液对包含高吸收性聚合物和浆粕纤维、它们的连结结构体以及水在内的混合液进行处理,并使附着于浆粕纤维的高吸收性聚合物低分子量化、可溶化而将其除去的臭氧处理工序S36。

[0121] 在使用过的卫生用品中,针对含有浆粕纤维和高吸收性聚合物的吸收体等而言,出于(i)高吸收性聚合物会随着吸收体液等液体而肥大化从而卷入浆粕纤维、(ii)肥大化的高吸收性聚合物彼此卷入浆粕纤维的同时会发生凝胶结块等原因,多个高吸收性聚合物和多个浆粕纤维形成连结结构体的情况较多。在上述混合液中,除了含有游离的浆粕纤维和游离的高吸收性聚合物之外,还含有由多个高吸收性聚合物和多个浆粕纤维形成的连结结构体。

[0122] 在臭氧处理工序S36中,通过利用水溶液中的臭氧对混合液(处理液)所含有的高吸收性聚合物进行氧化分解而使其可溶于水溶液,从而除去该高吸收性聚合物。

[0123] 对高吸收性聚合物进行氧化分解而使其可溶于水溶液的状态是指高吸收性聚合物及连结结构体通过2mm的筛网的状态。由此,能够将高吸收性聚合物等杂质自混合液(处理液)除去,生成纯度较高的浆粕纤维。此外,能够利用臭氧处理对浆粕纤维进行二次杀菌、

漂白及除臭。

[0124] 图2是表示执行臭氧处理工序S36的装置2的结构的一个例子的示意图。装置2包括：混合液贮存部3，其用于贮存包括水、高吸收性聚合物以及在第3分离工序S35中分离出的浆粕纤维在内的混合液51；以及臭氧处理部4，其用于对混合液51中所含有的高吸收性聚合物进行氧化分解而将其自浆粕纤维除去。

[0125] 混合液贮存部3包括混合液容器12和搅拌机13。混合液容器12用于对借助配管61供给来的混合液51进行贮存。为了避免混合液51中的浆粕纤维和高吸收性聚合物与水分离而沉入混合液51的下方，搅拌机13对混合液容器12中的混合液51进行搅拌。

[0126] 另一方面，臭氧处理部4包含供给泵21、处理槽31、臭氧供给装置41、送出泵22、臭氧分解装置34。处理槽31具有酸性水溶液来作为处理液52。处理槽31包括混合液供给口32、处理液排出口33、含臭氧气体供给口43。混合液供给口32配置在混合槽31的上部，用于将混合液51向处理槽31供给。处理液排出口33配置在混合槽31的下部，用于排出处理液52。含臭氧气体供给口43配置在混合槽31的下部、具体地讲是处理液排出口33的上部，用于将含臭氧气体53向处理槽31内送出。

[0127] 具体地讲，供给泵21借助配管62将混合液容器12的混合液以第1流量连续地从混合液供给口32向处理槽31中供给。臭氧供给装置41用于向处理槽31供给含臭氧气体53。针对臭氧供给装置41的臭氧产生装置42而言，例如能够列举出Ecodesign株式会社制造的臭氧水暴露试验机ED—OWX—2、三菱电机株式会社制造的臭氧产生装置OS—25V等。含臭氧气体53是含有臭氧的其他种类的气体，例如能够列举出含有臭氧的氧气。含臭氧气体供给口43用于将借助配管65供给到处理槽31的含臭氧气体53向处理槽31内送出，其配置在处理槽31的下部（优选为底部）。含臭氧气体供给口43将含臭氧气体53作为多个细小的气泡从处理液52（处理槽31）的下部朝向上部连续地向处理液52中供给。送出泵22借助配管63将处理槽31内的处理液52以第2流量从处理液排出口33连续地向处理槽31外排出。臭氧分解装置34借助配管64接收在处理槽31的上部积蓄的含臭氧气体53，对臭氧进行无害化而将其放出到外部。另外，针对处理槽31内的处理液52而言，在臭氧处理工序S36开始之前仅是处理液52，在臭氧处理工序S36开始之后成为处理液52和混合液51混合而成的液体，但在本实施方式中，将处理槽31内的液体包括处理液52和混合液51混合而成的液体的情况也算在内，将处理槽31内的液体都记作处理液52。

[0128] 接着，对臭氧处理工序S36的具体的方法进行说明。

[0129] 将在第3分离工序S35中分离出的浆粕纤维和高吸收性聚合物以成为预先设定好的浓度的方式与水混合，成为混合液51。混合液51的浆粕纤维的浓度设定为，使得浆粕纤维在投入到处理槽31而与处理液52混合的状态下成为预先设定好的浓度那样的值。将混合液51经由配管61向混合液容器12供给而贮存。由于浆粕纤维和高吸收性聚合物的比重大于1，因此为了使浆粕纤维和高吸收性聚合物与水不分离而利用搅拌机13在混合液容器12内对混合液51进行搅拌。

[0130] 然后，利用供给泵21对混合液容器12内的混合液51的流量进行控制，借助配管62将混合液51以第1流量从混合液供给口32连续地向处理槽31供给。处理液52是酸性水溶液，比重约为1。因而，浆粕纤维和高吸收性聚合物从处理液52的上部朝向下部沉降。

[0131] 另一方面，将由臭氧产生装置42生成的含臭氧气体53经由配管65向处理槽31供

给,将含臭氧气体53以细小的气泡(例如是微米气泡或者纳米气泡)的状态从处理槽31的含臭氧气体供给口43向处理液52内放出。即,使含臭氧气体53从处理液52的下部朝向上部上升。

[0132] 然后,在处理液52内朝向下方移动、即下降的浆粕纤维和高吸收性聚合物与朝向上方移动、即上升的含臭氧气体53相对地行进并且互相碰上。然后,含臭氧气体53附着于浆粕纤维和高吸收性聚合物以及连结结构体的表面。含臭氧气体53中的臭氧将游离的高吸收性聚合物氧化分解而使其溶解于处理液52。由此,将浆粕纤维上的高吸收性聚合物自浆粕纤维除去。然后,浆粕纤维下降到处理槽31的底部,含臭氧气体53上升到处理槽31的上部空间。

[0133] 在游离的高吸收性聚合物和游离的浆粕纤维以及连结结构体中,与比重相对较低的游离的浆粕纤维相比,比重相对较高的游离的高吸收性聚合物和含有高吸收性聚合物的连结结构体处于沉降性较高的倾向。另一方面,由于含臭氧气体消耗臭氧并且在对高吸收性聚合物和浆粕纤维进行处理的同时上升,因此与存在于上方位置的含臭氧气体相比,存在于下方位置的含臭氧气体处于臭氧的含量较高的(即新鲜的)倾向。

[0134] 因而,能够利用更新鲜的含臭氧气体恰当地对向下方的移动相对较快的游离的高吸收性聚合物和连结结构体进行氧化分解从而形成游离的浆粕纤维。另一方面,由于游离的浆粕纤维的向下方的移动相对较慢,因此含臭氧气体能够花费时间来对游离的浆粕纤维及形成的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维进行处理。具体地讲,含臭氧气体中的臭氧能够通过与浆粕纤维相对并且碰上从而对浆粕纤维(以及纤维素纳米纤维化用浆粕纤维)的木质素进行分解。

[0135] 之后,利用送出泵22的流量控制,将处理槽31的底部的处理液52(含有纤维素纳米纤维化用浆粕纤维)经由配管63以第2流量从处理槽31的处理液排出口33连续地向处理槽31外排出。利用臭氧分解装置34对在处理槽31的上部积蓄的含臭氧气体53的臭氧进行无害化而将其放出到外部。

[0136] 这样,将混合液51以第1流量从处理槽31的上部连续地向处理槽31中供给,将处理液52以第2流量从处理槽31的下部(底部)连续地向处理槽31外排出。由此,能够在处理槽31内强制地产生从上部向下部的连续且稳定的流体(含有浆粕纤维)的流动。

[0137] 从处理槽31排出的处理液52含有除去了高吸收性聚合物后的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维,并且含有将高吸收性聚合物氧化分解而生成的低分子量的有机物。在送出泵22的下游侧的工序、例如后述的第4分离工序S37中对纤维素纳米纤维化用浆粕纤维进行回收。

[0138] 在本方法中,将至少含有浆粕纤维和高吸收性聚合物的混合液51以第1流量连续地向具有能够将高吸收性聚合物溶解的处理液52的处理槽31中供给并且将含有除去了高吸收性聚合物后的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维且含有将高吸收性聚合物氧化分解而生成的低分子量的有机物的处理液52以第2流量连续地向处理槽31外排出。通过具有这样的结构,从而能够从处理槽31的用于供给混合液51的混合液供给口32朝向用于排出处理液52的处理液排出口33强制地产生连续且稳定的流体(含有浆粕纤维)的流动。在该流体的流动、即水流的作用下,即使浆粕纤维和高吸收性聚合物的处理量较多,也能够对高吸收性聚合物进行处理(使其可溶化),而且能够对浆粕纤维进行处理。

[0139] 在此,优选的是,第1流量和第2流量相同。通过使第1流量和第2流量相同,从而能够将处理槽31内的处理液52的量保持为恒定,能够进行稳定且连续的处理。但是,若能够将处理槽31内的处理液52的量保持为大致恒定,即处理槽31内的处理液52的量不会大幅度地增加或者减少,则第1流量和第2流量也可以随时间变动。即,第1流量和第2流量不必始终完全相同,只要随时间平均地大致相同即可。在此,大致相同是指第1流量与第2流量之差在5质量%以内。在该情况下,也能够进行稳定且连续的处理。

[0140] 在向处理液52供给含臭氧气体53的情况下,处理液52中的臭氧浓度只要是能够将高吸收性聚合物氧化分解的浓度就没有特别的限定,例如能够列举出1质量ppm~50质量ppm,优选为2质量ppm~40质量ppm,更优选为3质量ppm~30质量ppm。若处理液52中的臭氧浓度过低,则无法使高吸收性聚合物完全地可溶化,有可能会在浆粕纤维残留高吸收性聚合物。相反,若处理液52中的臭氧浓度过高,则氧化能力也较高,因此有可能对浆粕纤维造成损伤,并且有可能在安全性上也产生问题。臭氧处理温度只要是能够将高吸收性聚合物氧化分解的温度就没有特别的限定,例如既可以是室温,也可以比室温高。

[0141] 利用以下的方法测量处理液52(水溶液)中的臭氧的浓度。

[0142] (1) 向加入了碘化钾约0.15g和10%的柠檬酸溶液5mL的100mL量筒中加入85mL的溶解有臭氧的处理液52进行反应。

[0143] (2) 将反应后的处理液52转移到200mL的锥形烧瓶,在向锥形烧瓶内加入淀粉溶液而使其着色为紫色之后,利用0.01mol/L硫代硫酸钠一边搅拌一边滴定至无色,记录添加量a(mL)。

[0144] (3) 使用以下的算式计算水溶液中的臭氧的浓度。

[0145] 利用以下的算式:

[0146] 水溶液中的臭氧的浓度(质量ppm)= $a\text{ (mL)} \times 0.24 \times 0.85\text{ (mL)}$

[0147] 计算水溶液中的臭氧的浓度(质量ppm)。

[0148] 含臭氧气体53中的臭氧浓度优选为40g/m³~200g/m³,更优选为40g/m³~150g/m³,进一步优选为40g/m³~100g/m³。若含臭氧气体53中的臭氧浓度过低,则无法使高吸收性聚合物完全地可溶化,有可能残留高吸收性聚合物。若含臭氧气体53中的浓度过高,则有可能导致浆粕纤维的损伤、安全性的下降、制造原价的增加。另外,能够利用例如紫外线吸收式的臭氧浓度计(例如是Ecodesign株式会社制造的臭氧监测器OZM-5000G)来测量含臭氧气体53中的臭氧浓度。

[0149] 针对处理液52中的浆粕纤维的浓度和高吸收性聚合物的浓度而言,只要是能够利用处理液52中的臭氧将高吸收性聚合物氧化分解的浓度,就没有特别的限定,例如能够列举出0.1质量%~20质量%,优选为0.2质量%~10质量%,更优选为0.3质量%~5质量%。若浆粕纤维的浓度过高,则无法使高吸收性聚合物完全地可溶化,有可能在浆粕纤维残留高吸收性聚合物。相反,若浆粕纤维的浓度过低,则氧化能力也会较高,因此有可能对浆粕纤维造成损伤,并且可能在安全性上也产生问题。根据上述处理液52中的浆粕纤维的浓度和高吸收性聚合物的浓度以及处理液52的量来恰当地设定混合液51中的浆粕纤维的浓度和高吸收性聚合物的浓度。

[0150] 在向含有浆粕纤维和高吸收性聚合物的处理液52供给臭氧的情况下,处理液52优选为酸性。更优选的是,处理液52的pH大于0且为5以下,进一步优选为1.5~2.5。通过在酸

性的状态下进行处理,从而抑制了臭氧的失活,臭氧对于高吸收性聚合物的氧化分解效果较高,能够在短时间内将高吸收性聚合物氧化分解。为了保持处理液的pH,也可以使混合液51的pH与处理液52的pH相同,从而将混合液51向处理槽31供给。或者,也可以利用pH传感器监测处理液52的pH,在pH变动到中性侧时,向处理液52添加与变动幅度相应的量的预定的酸性溶液。

[0151] 针对处理槽31中的处理液52(含有混合液51)的量而言,只要是能够将高吸收性聚合物氧化分解的量就没有特别的限定,处理槽31中的处理液52的体积V(单位:L)和浆粕纤维的质量W(单位:kg)优选满足 $30 \leq V/W \leq 1000$ 。更优选为 $50 \leq V/W \leq 400$,进一步优选为 $100 \leq V/W \leq 200$ 。若 V/W 过小,则无法使高吸收性聚合物完全地可溶化,有可能残留高吸收性聚合物。若 V/W 过大,则有可能导致制造原价的增加。另外,处理槽31的体积V并没有特别的限制,例如能够列举出50L~80L。

[0152] 含臭氧气体的流量 R_0 (单位:L/分钟)和处理槽31中的处理液52的体积V(单位:L)优选满足 $0.01 \leq R_0/V \leq 1.25$ 。更优选为 $0.03 \leq R_0/V \leq 1.0$,进一步优选为 $0.06 \leq R_0/V \leq 0.75$ 。若 R_0/V 过小,则无法使高吸收性聚合物完全地可溶化,有可能在浆粕纤维残留高吸收性聚合物。若 R_0/V 过大,则有可能导致浆粕纤维的损伤、安全性的下降、制造原价的增加。另外,含臭氧气体的流量 R_0 并没有特别的限制,例如能够列举出3L/分钟~6L/分钟。

[0153] 针对浆粕纤维存在于处理槽31内的时间、即在处理液52中对浆粕纤维进行处理的时间(以下也称为“槽内处理时间”。)而言,只要是能够将高吸收性聚合物氧化分解的时间就没有特别的限定。若处理液52的臭氧浓度较高,则使槽内处理时间较短即可,若处理液52的臭氧浓度较低,则需要较长的槽内处理时间。作为槽内处理时间,例如能够列举出2分钟~60分钟,优选为5分钟~30分钟。处理液52中的臭氧的浓度(质量ppm)与槽内处理时间(分钟)的乘积(以下也称为“CT值”。)优选为 $100 \text{ ppm} \cdot \text{分钟} \sim 6000 \text{ ppm} \cdot \text{分钟}$,更优选为 $200 \text{ ppm} \cdot \text{分钟} \sim 4000 \text{ ppm} \cdot \text{分钟}$,进一步优选为 $300 \text{ ppm} \cdot \text{分钟} \sim 2000 \text{ ppm} \cdot \text{分钟}$ 。若CT值过小,则无法使高吸收性聚合物完全地可溶化,有可能在回收到的浆粕纤维残留高吸收性聚合物。若CT值过大,则有可能导致浆粕纤维的损伤、安全性的下降、制造原价的增加。

[0154] 在浆粕纤维存在于处理槽31内的期间里,利用臭氧将高吸收性聚合物氧化分解为低分子量成分而使其溶解于处理液52。将溶解在处理液52中的低分子量成分与处理液52一起排出。并且,在该工序中,利用臭氧的杀菌作用对使用过的卫生用品进行一次消毒。

[0155] 在本实施方式中,作为优选的形态,臭氧处理工序S36(连续处理工序)包括从处理槽31的上部连续地供给混合液51并且从处理槽31的下部连续地排出处理液52的工序。由于混合液51中的浆粕纤维的比重和高吸收性聚合物的比重大于处理液52的水的比重,因此浆粕纤维和高吸收性聚合物以及连结结构体会自然地沉降。

[0156] 在本实施方式中,作为优选的形态,能够溶解高吸收性聚合物的处理液52是含有以能够溶解的方式对高吸收性聚合物进行氧化分解的含臭氧气体的水溶液。臭氧处理工序S36(连续处理工序)还包括从处理液52的下部朝向上部连续地送出含臭氧气体的多个气泡的送出工序。在这样的本方法的优选的形态中,在处理液52中,含臭氧气体上升并且浆粕纤维和高吸收性聚合物下降,即形成相对流。由此,能够使浆粕纤维和高吸收性聚合物与含臭氧气体的接触概率较高。此外,浆粕纤维和高吸收性聚合物沉降得越深,则越能够与高浓度的含臭氧气体相接触。因而,能够使仅利用在处理液52中的较浅的部位处接触到的含臭氧

气体而没有完全溶解于处理液52中的高吸收性聚合物在处理液52中的较深的部位处与高浓度的含臭氧气体接触。由此，能够可靠地将高吸收性聚合物溶解于处理液52。因而，能够可靠地使高吸收性聚合物溶解于处理液中而自纤维除去。

[0157] 在本实施方式中，作为优选的形态，上述的送出工序包含将含臭氧气体以微米气泡或者纳米气泡的状态送出的工序。其中，微米气泡是指直径为大致 $1\mu\text{m} \sim 1000\mu\text{m}$ 、优选为大致 $10\mu\text{m} \sim 500\mu\text{m}$ 的气泡，纳米气泡是指直径为大致 $100\text{nm} \sim 1000\text{nm}$ 、优选为大致 $100\text{nm} \sim 500\text{nm}$ 的气泡。微米气泡或者纳米气泡是这样微细的气泡，具有每单位体积的表面积较大、液体中的上升速度较慢这样的性质。因此，在本方法中，作为优选的形态，将那样的微细的气泡的含臭氧气体从处理槽31的处理液52的下部朝向上部送出。

[0158] 另一方面，使浆粕纤维和高吸收性聚合物从上部朝向下部移动。此时，由于微细的气泡的上升速度较慢，因此气泡与浆粕纤维接触的概率较高。并且，由于微细的气泡在浆粕纤维的表面上的占有区域较窄，因此能够使更多的气泡与浆粕纤维的表面接触。由此，能够利用微细的气泡没有遗漏地对浆粕纤维和高吸收性聚合物以及连结结构体进行包裹，能够进一步增加浆粕纤维和高吸收性聚合物以及连结结构体与含臭氧气体的接触面积。并且，通过使更多的气泡与浆粕纤维的表面接触，从而能够利用气泡的浮力来降低浆粕纤维和高吸收性聚合物以及连结结构体的沉降性，进一步增加浆粕纤维和高吸收性聚合物以及连结结构体与含臭氧气体的接触时间。由此，能够更可靠地使高吸收性聚合物溶解于处理液52中而将其自浆粕纤维除去。

[0159] 在本实施方式中，作为优选的形态，处理液52是酸性水溶液，例如是pH2.5以下的酸性水溶液。在该情况下，即使在混合液51中的高吸收性聚合物局部地残留有吸水能力的情况下，也能够抑制高吸收性聚合物的吸水膨胀。由此，能够在短时间内使高吸收性聚合物溶解于处理液52，能够更可靠地除去高吸收性聚合物。特别是，在处理液52是含臭氧的水溶液的情况下，由于能够使含臭氧的水溶液中的臭氧不容易失活，因此能够在更短时间内将高吸收性聚合物氧化分解，能够使其溶解，能够自纤维更可靠地除去高吸收性聚合物。

[0160] 此外，作为另一个优选的实施方式，处理槽31的结构也可以是除图2之外的其他的结构。图3是表示图1的臭氧处理工序的装置2的另一个结构例的示意图。与图2的装置2相比较，图3的装置2在如下的点有所不同，即，臭氧处理部4的配管63具有将两个U形管相互颠倒并且连续地连接而成的连续U形管构造，省略了送出泵22。在该情况下，在配管63被处理液52充满并且处理槽31内的处理液52的液面高度高于利用配管63连接的下一工序的槽内的液体的液面高度的情况下，在虹吸的原理的作用下，将处理液52经由配管63排出到下一工序的槽。因而，若在处理开始之前的初始时使处理槽31内的处理液52的液面高度与下一工序的槽内液体的液面高度相同，则在通过开始处理而将混合液51以第1流量向处理槽31内连续地供给时，在虹吸的原理的作用下，将处理液52经由配管63以第2流量=第1流量的条件向下一工序的槽排出。其中，针对下一工序的槽内的液体的液面高度而言，在处理过程中也将其维持为开始处理之前的高度。在该情况下，不需要送出泵22，并且不需要送出泵22的第2流量的控制。

[0161] 在本实施方式中，分离工序S13也可以还包括将浆粕纤维从自处理槽31排出来的处理液52分离的第4分离工序S37和对分离出的浆粕纤维进行干燥的第2干燥工序S38。

[0162] 在第4分离工序S37中，作为将浆粕纤维从自处理槽31排出来的处理液52分离的方

法，并没有特别的限定，例如能够列举出使含有纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的处理液52通过例如开口0.15mm～2mm的筛网网眼的方法。在使含有纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的处理液52通过开口0.15mm～2mm的筛网网眼时，含有因高吸收性聚合物的氧化分解而产生的生成物的排水会通过筛网。另一方面，纤维素纳米纤维化用浆粕纤维会残留在筛网上。

[0163] 接着，在第2干燥工序S38中，利用高温的气氛或者热风等对分离出的浆粕纤维进行干燥。干燥温度例如能够列举出105℃～210℃，优选为110℃～190℃。干燥时间也取决于干燥温度，例如能够列举出10分钟～120分钟，优选为15分钟～100分钟。由此，使残留于浆粕纤维的表面的溶剂蒸发而将其除去，能够对高吸收性聚合物混合率极低且纯度较高的浆粕纤维进行回收。因而，能够有效地回收卫生用品的构成构件。此外，能够利用高温的气氛或者热风等对浆粕纤维进行杀菌(消毒)。

[0164] 在本公开中，纤维素纳米纤维化用浆粕纤维具有0.1质量%以下的木质素含量，更优选具有0.08质量%以下的木质素含量，进一步优选具有0.06质量%以下的木质素含量。通过这样设置，从而使纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的纤维素纳米纤维化性优异。

[0165] 能够按照由爱媛县农林水产部农业指导课在昭和63年3月发行的“土壤诊断的入门记载的方法”的第85页～第87页所记载的方法对纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的木质素含量进行测量。以下转记其概要。

[0166] <试剂的准备>

[0167] (1) 在温度:20±5℃及湿度:65±5%RH的恒温恒湿室准备在120℃下干燥了60分钟的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维，静置24小时。

[0168] (2) 作为对照试剂，准备市面上销售的木质素(95%)。

[0169] (3) 在500mL烧杯中量取焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)22.3g，添加去离子水约400mL，使焦磷酸钠溶解，制成焦磷酸钠水溶液。

[0170] (4) 在另一个500mL烧杯中量取氢氧化钠10g，添加去离子水约200mL，使氢氧化钠溶解，制成氢氧化钠水溶液。

[0171] 将焦磷酸钠水溶液和氢氧化钠水溶液自然冷却，将这些水溶液添加到1L的容量瓶中，用去离子水进行定容，制成焦磷酸提出液。

[0172] <前操作>

[0173] (5) 在100mL的锥形烧瓶A中量取木质素2g。

[0174] (6) 在另一个100mL的锥形烧瓶B中量取纤维素纳米纤维化用浆粕纤维2g。

[0175] (7) 向锥形烧瓶A和锥形烧瓶B中分别添加焦磷酸提出液20mL，振动3分钟。

[0176] (8) 在将锥形烧瓶A和锥形烧瓶B静置了15分钟之后，分别用No.6滤纸进行过滤，得到木质素滤液和纤维素纳米纤维化用浆粕纤维滤液。

[0177] <分析>

[0178] (9) 使用定量移液管将木质素滤液5mL添加到50mL容量瓶中，用去离子水进行定容(木质素10000ppm)。

[0179] (10) 使用计量移液管将定容化的木质素滤液向4个100mL容量瓶中添加1mL、2mL、5mL及10mL，添加去离子水而进行定容，形成标准液(100ppm、200ppm、500ppm、1000ppm)。

[0180] (11) 将去离子水作为空白，以波长530nm测量标准液的透过率，以235页的吸光度换算表为参考地换算为吸光度。

- [0181] (12) 制成标准液浓度和吸光度的标准线。
- [0182] (13) 将去离子水作为空白, 测量纤维素纳米纤维化用浆粕纤维滤液的透过率, 以235页的吸光度换算表为参考地换算为吸光度, 根据标准线计算木质素浓度。
- [0183] (14) 根据木质素浓度计算木质素含量(质量%)。
- [0184] 另外, 也可以将上述市面上销售的木质素(95%)变更为木质素浓度等不同的市面上销售的木质素(例如nacalai tesque公司的木质素)。
- [0185] 在本公开的制造方法中, 纤维素纳米纤维化用浆粕纤维优选具有300mL以上的叩解度降低速度, 更优选具有320mL以上的叩解度降低速度, 进一步优选具有340mL以上的叩解度降低速度, 更进一步优选具有360mL以上的叩解度降低速度。通过这样设置, 从而使纤维素纳米纤维化用浆粕纤维在接下来的纤维素纳米纤维形成步骤中易于起毛, 易于被纤维素纳米纤维化。
- [0186] 在本公开的制造方法中, 纤维素纳米纤维化用浆粕纤维优选具有990mL以下的叩解度降低速度, 更优选具有800mL以下的叩解度降低速度, 进一步优选具有700mL以下的叩解度降低速度, 更进一步优选具有600mL以下的叩解度降低速度。通过这样设置, 从而能够抑制纤维素纳米纤维化用浆粕纤维以及制造出的纤维素纳米纤维的损伤。
- [0187] 另外, 能够通过使本公开的制造方法达成纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的木质素含量的较低的程度、木质素含量的分布的狭窄度等从而得到上述叩解度降低速度。
- [0188] 按照以下的叩解度降低试验测量上述叩解度降低速度。
- [0189] <叩解度降低试验>
- [0190] (1) 按照JIS P 8221-1:1998的浆粕一叩解方法—第1部分: 搅拌法将纤维素纳米纤维化用浆粕纤维叩解一小时以上、优选为两小时。
- [0191] (2) 在叩解开始之后, 每隔20分提取样本, 按照JIS P 8121-2:2012的浆粕一游离度试验方法—第2部分: 加拿大标准游离度法来测量各样本的叩解度(加拿大标准游离度, Canadian Standard freeness)。另外, 也可以在样本的叩解度突破100mL的时刻停止试验。
- [0192] (3) 在横轴上标记时间(h), 在纵轴上标记叩解度(mL), 按照最小二乘法近似为一次函数, 采用其斜率的绝对值作为叩解度降低速度(mL/m)。
- [0193] 另外, 针对叩解度降低速度而言, 其值越大, 则意味着每单位时间的叩解度的降低越快、即纤维素纳米纤维化用浆粕纤维越易于叩解(易于起毛)。
- [0194] 在本公开中, 纤维素纳米纤维化用浆粕纤维优选具有20°以下的水接触角, 更优选具有15°以下的水接触角, 进一步优选具有10°以下的水接触角。通过这样设置, 从而在将利用上述制造方法而制造的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维干燥地保管之后, 能够在纤维素纳米纤维化中简单地使其分散于水溶液。此外, 从上述的方面考虑, 上述纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的水接触角也可以是0°。
- [0195] 纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的水接触角能够如下地测量。
- [0196] (1) 在温度:20±5℃以及湿度:65±5%RH的恒温恒湿室中准备铝制环(外径:43mm, 内径:40mm, 高度:5mm)以及在120℃下干燥了60分钟的糖化用浆粕纤维, 静置24小时。
- [0197] (2) 将纤维素纳米纤维化用浆粕纤维1.5g均匀地填充到铝制环内, 针对每个铝制环使用底面平滑的压力机以3Mpa的压力将纤维素纳米纤维化用浆粕纤维压缩1分钟, 使纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的表面平滑化。

[0198] (3) 依据JIS R 3257:1999的“玻璃衬底材料湿润度的试验方法”的6.静滴法对压缩的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的水接触角进行测量。作为接触角测量装置,能够列举出协和界面科学株式会社制造的自动接触角测量仪CA-V型。上述水接触角是指在滴下去离子水之后200ms后的值。

[0199] (4) 针对不同的20个样本测量水接触角,采用它们的平均值。

[0200] 在本公开中,纤维素纳米纤维化用浆粕纤维优选具有0.65质量%以下的灰分率,更优选具有0.50质量%以下的灰分率,进一步优选具有0.30质量%以下的灰分率,更进一步优选具有0.20质量%以下的灰分率。通过这样设置,从而在利用纤维素纳米纤维化用浆粕纤维制造纤维素纳米纤维时,金属离子以及其析出物不容易对纤维素纳米纤维形成工序所使用的设备造成损伤,而且不容易阻碍纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的微细化。

[0201] 能够通过选择在使高吸收性聚合物非活性化的非活性化工序S31中作为非活性化剂而能与排泄物所含有的金属离子形成络合物的酸、特别是柠檬酸,从而降低上述灰分率。

[0202] 在本说明书中,灰分意味着在有机质灰化之后残留的无机质或者不燃性残留物的量,灰分率意味着应促成的材料所含有的灰分的比例(质量比)。按照生理处理用品材料标准的“2.一般试验法”的“5.灰分试验法”来测量上述灰分率。具体地讲,灰分率如下地测量。

[0203] (1) 预先将铂制、石英制或者磁制的坩埚在500℃～550℃下灼烧一小时,在自然冷却之后精密地测量其质量。

[0204] (2) 提取在120℃下干燥了60分钟的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维2g～4g放入坩埚,精密地测量其质量,必要的话取下或者错开坩埚的盖,先是较弱地进行加热,慢慢地提高温度,在500～550℃下灼烧4小时以上,灰化到不残留碳化物为止。

[0205] (3) 在自然冷却之后精密地测量其质量。再次将残留物灰化至使其成为恒量,在自然冷却之后精密地测量其质量,从而得到灰分率(质量%)。

[0206] 在本实施方式中,作为优选的形态,还包括在臭氧处理工序S36(连续处理工序)之前使用能够使高吸收性聚合物的吸水性能非活性化的水溶液对混合物进行处理而使混合物中的高吸收性聚合物的吸水性能非活性化的非活性化工序S31以及在臭氧处理工序S36(连续处理工序)之前使非活性化后的高吸收性聚合物和浆粕纤维自水溶液分离的第1分离工序S32。这样,在本方法中,作为优选的形态,由于在非活性化工序S31中利用能够使高吸收性聚合物的吸水性能非活性化的水溶液来抑制高吸收性聚合物的吸水性能,因此在后工序的臭氧处理工序S36(连续处理工序)的阶段能够更容易地使高吸收性聚合物在更短时间内溶解于处理液52。

[0207] 在本实施方式中,作为优选的形态,在非活性化工序S31中,能够使高吸收性聚合物的吸水性能非活性化的水溶液是酸性水溶液,例如是pH2.5以下的酸性水溶液。这样,在本方法中,作为优选的形态,由于能够使高吸收性聚合物的吸水性能非活性化的水溶液是酸性水溶液,因此高吸收性聚合物更易于非活性化,由此,在非活性化工序S31的阶段能够更可靠地抑制高吸收性聚合物的吸水性能。由此,在后工序的臭氧处理工序S36(连续处理工序)的阶段能够更容易地使高吸收性聚合物在更短时间内溶解于处理液。

[0208] 此外,作为另一个优选的实施方式,处理槽31也可以至少包含互相串联地连结在一起的第1处理槽31-1和第2处理槽31-2。图4是表示图1的臭氧处理工序的装置2的另一个结构例的示意图。与图2的装置2相比较,图4的装置2在两个臭氧处理部4串联地接合的方

面、换言之是第1处理槽31—1和第2处理槽31—2串联地接合的方面有所不同。在该情况下，例如以如下方式分多个阶段地对混合液51进行处理，即，在第1处理槽31—1供给有混合液51而将第1处理完毕的液体(第1处理槽31—1的处理液52—1)排出，在第2处理槽31—2供给有第1处理完毕的液体而将第2处理完毕的液体(第2处理槽31—2的处理液52—2)排出。在该情况下，与具备一个容量较大的处理槽31的情况相比较，由于在第1处理槽31—1、第2处理槽31—2分别利用新的处理液52—1、52—2进行处理，因此例如能够容易地使在第1处理槽(初级的处理槽)31—1中未完全溶解的高吸收性聚合物在第2处理槽(次级的处理槽)31—2中溶解等，能够更可靠地使高吸收性聚合物溶解，能够将其自纤维除去。

[0209] 在本实施方式中，作为优选的形态，进一步地，在材料分离工序S1中，利用前处理工序S11能够使使用过的卫生用品成为不断裂等而保持原本的形状并且也不使高吸收性聚合物非活性化地在水的作用下非常膨胀的状态。由此，能够在使用过的卫生用品内产生非常高的内压，形成为其表面的任一个部位要撑破的状态。然后，利用分解工序S12，通过对该状态下的使用过的卫生用品施加物理性的冲击，从而能够使其表面的任一个部位开裂而使内部的吸收芯向外部喷出。由此，能够将使用过的卫生用品至少分解为膜(背面片)和吸收芯。此时，由于膜大致维持原本的形状，因此在之后的分离工序S13中能够容易地将其自吸收芯分离。由此，能够将膜这样的构成构件以不断裂等而维持着原本的形状的方式自其他的构成构件分离。因而，能够有效地对卫生用品的膜这样的构成构件进行回收。

[0210] 在本实施方式中，作为优选的形态，通过将萜烯用于粘接剂的除去，从而能够在常温条件下使对卫生用品的构成构件进行粘接的热熔粘接剂溶解。由此，能够易于使卫生用品简单且美观地散开，能够将浆粕纤维和高吸收性聚合物自卫生用品分离，能够将无纺布和膜分别保留着构件形态地分离。即，即便不使卫生用品破碎、或者不经历复杂的分离工序，也能够容易地对浆粕纤维、膜、无纺布分别进行回收。在使用柠檬烯作为萜烯的情况下，作为柠檬烯的副效果，存在柑橘类的清爽的气味，因此能够一定程度地掩盖源自排泄物的臭气，能够减小作业人员的对臭气的负担、臭气对附近产生的影响等。由于柠檬烯是单萜，与苯乙烯构造相似，因此能够使卫生用品通常使用的苯乙烯类的热熔粘接剂溶解。由于能够在常温条件下对卫生用品进行清洗处理，因此能够减少能源成本，能够抑制臭气的产生扩散。萜烯的油污清洗效果较高，除了热熔粘接剂的溶解效果之外，在膜上有印刷物的情况下，也能够对其印刷油墨进行分解除去，也能够将印刷的膜作为纯度较高的塑料原材料而回收。

[0211] 此外，在将pH2.5以下的有机酸水溶液用于高吸水性聚合物的非活性化时，不易使浆粕纤维劣化。此外，在使用柠檬酸作为有机酸时，在柠檬酸的螯合效果和清洗力的作用下，能够期待源自排泄物的污垢成分的除去效果。此外，也能够期待除菌效果和对于碱性臭气的除臭效果。

[0212] 并且，通过利用臭氧对高吸收性聚合物进行氧化分解，从而能够防止对浆粕纤维的污染和因高吸收性聚合物吸水而引起的污水的急剧增加等。通过调整臭氧的浓度，从而能够同时进行高吸收性聚合物的氧化分解和杀菌。此外，在使用臭氧的情况下，由于一律不使用氯系试剂，因此也能利用回收到的塑料构件来制造不易损坏燃烧炉的高品质的RPF。由于在处理工序中没有使用盐类，因此在浆粕纤维上没有残留，能够以低灰分回收高品质的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维。

[0213] 本公开的制造方法能够还包含在处理液排出步骤之后使纤维素纳米纤维化用浆粕纤维纤维素纳米纤维化的纤维素纳米纤维形成步骤。作为上述纤维素纳米纤维形成步骤,没有特别限制,包含有在本技术领域中公知的纤维素纳米纤维化方法。作为上述纤维素纳米纤维化方法,例如能够列举出日本特开2010—235681号公报、日本特开2010—254726号公报等所记载的方法。

[0214] 在上述纤维素纳米纤维形成步骤中,如图1所示,能够将在第2干燥工序S38中得到的干燥的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维向纤维素纳米纤维形成步骤供给,或者也可以将在第4分离工序S37中得到的未干燥的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维向纤维素纳米纤维形成步骤供给,或者能够将在臭氧处理工序S36中得到的包含纤维素纳米纤维化用浆粕纤维的处理液52向纤维素纳米纤维形成步骤供给。

[0215] 【实施例】

[0216] 按照图1和图2所示的方法,利用从护理设施回收的使用过的多种一次性尿布来制造纤维素纳米纤维化用浆粕纤维。与臭氧处理工序S36相关的条件如下。

[0217] (i) 混合液51

[0218] • 浓度:1质量% (浆粕纤维和高吸收性聚合物的浓度)

[0219] • pH:2.4

[0220] (ii) 处理槽31

[0221] • 容量:60L

[0222] • 高度:2.6m

[0223] • 第1流量:2L/分钟

[0224] • 第2流量:2L/分钟

[0225] • 槽内处理时间:30分钟

[0226] • V/W:100

[0227] • $R_0/V:0.033$

[0228] (iii) 含臭氧气体

[0229] • 臭氧浓度:100g/m³

[0230] • 形态:纳米气泡

[0231] [制造例1]

[0232] 用pH2.0的柠檬酸进行非活性化工序S31,在上述的条件下进行臭氧处理工序S36,将得到的纤维素纳米纤维化用浆粕纤维在120℃下干燥60分钟,得到纤维素纳米纤维化用浆粕纤维No.1。

[0233] [制造例2]

[0234] 除了用消石灰进行非活性化工序S31之外,与制造例1同样地得到纤维素纳米纤维化用浆粕纤维No.2。

[0235] [比较制造例1]

[0236] 除了在臭氧处理工序S36中不送出含臭氧气体之外,与制造例1同样地得到纤维素纳米纤维化用浆粕纤维No.3。

[0237] [比较制造例2]

[0238] 除了在臭氧处理工序S36中不送出含臭氧气体之外,与制造例2同样地得到纤维素

纳米纤维化用浆粕纤维No.4。

[0239] [比较制造例3]

[0240] 将NBKP的原浆纤维作为纤维素纳米纤维化用浆粕纤维No.5。

[0241] [实施例1、实施例2及比较例1~3]

[0242] 按照本说明书所记载的方法测量纤维素纳米纤维化用浆粕纤维No.1~No.5的木质素含量(质量%)、水接触角(°)及灰分率(质量%)。将结果表示于表1。此外,按照本说明书所记载的叩解度降低试验测量纤维素纳米纤维化用浆粕纤维No.1、No.2及No.5的叩解度降低速度(mL/h)和在该叩解度降低试验中叩解了预定时间之后的叩解度(mL)。将结果一并表示于表1。

[0243] 【表1】

[0244] 表1

例 No.	实施例1	实施例2	比较例1	比较例2	比较例3
纤维素纳米纤维化 用浆粕纤维No.	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5
非活性化	酸	消石灰	酸	消石灰	-
臭氧处理	有	有	无	无	-
木质素含量(质量%)	<0.10	<0.10	0.10	0.15	0.16
水接触角(°)	0	0	83.1	- ^{a)}	13.9
灰分率(质量%)	0.09	0.15	0.16	16	0.12
叩解度降低速度(mL/h)	485	360	-	-	275
叩解度(mL)/时间(分钟)	88/80	138/120	-	-	270/120

[0245] [0246] a) 异物较多,无法测量

[0247] 附图标记说明

[0248] 31、处理槽;32、混合液供给口;33、处理液排出口;43、含臭氧气体供给口;51、混合液;52、处理液;53、含臭氧气体;S36、臭氧处理工序。

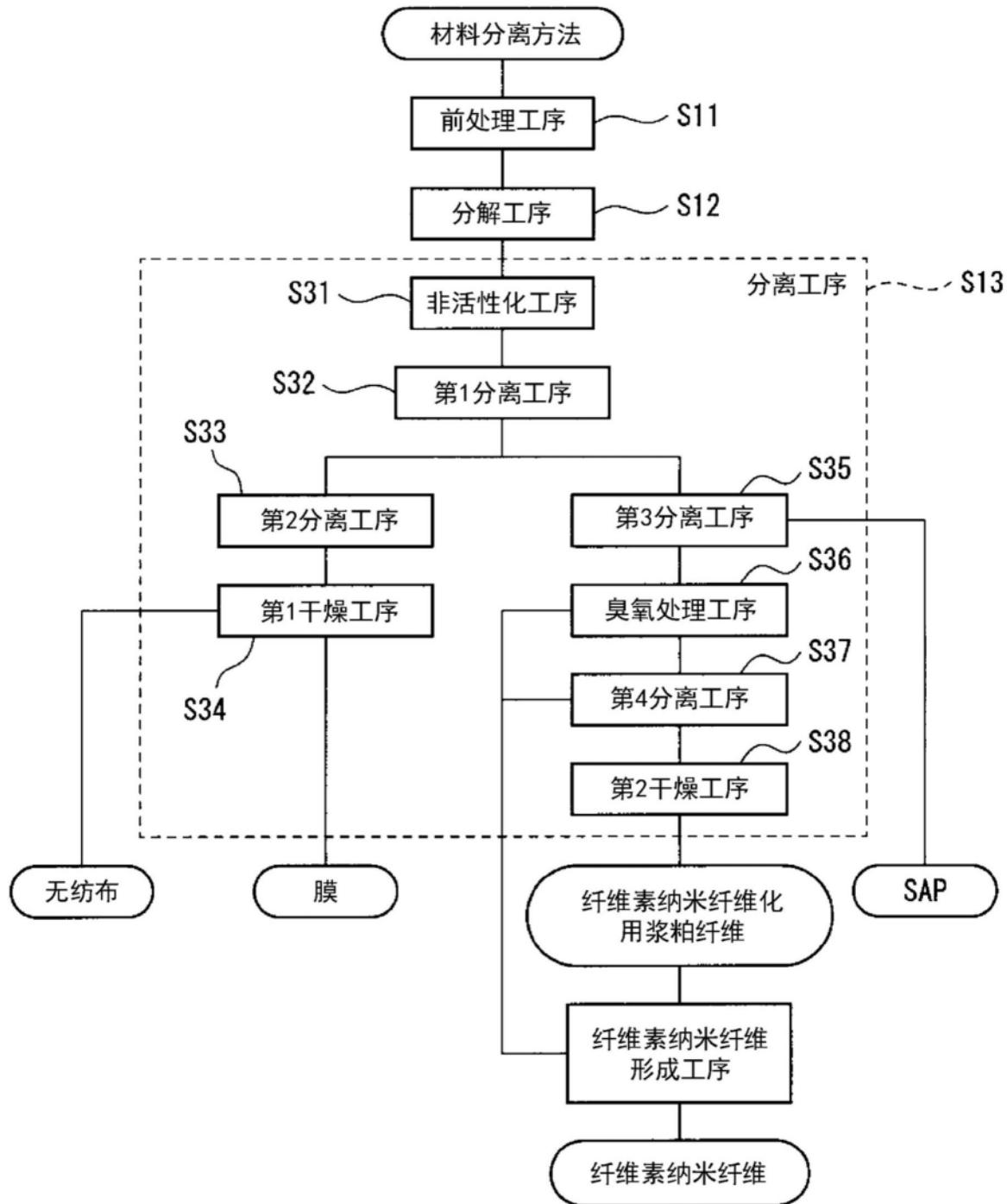


图1

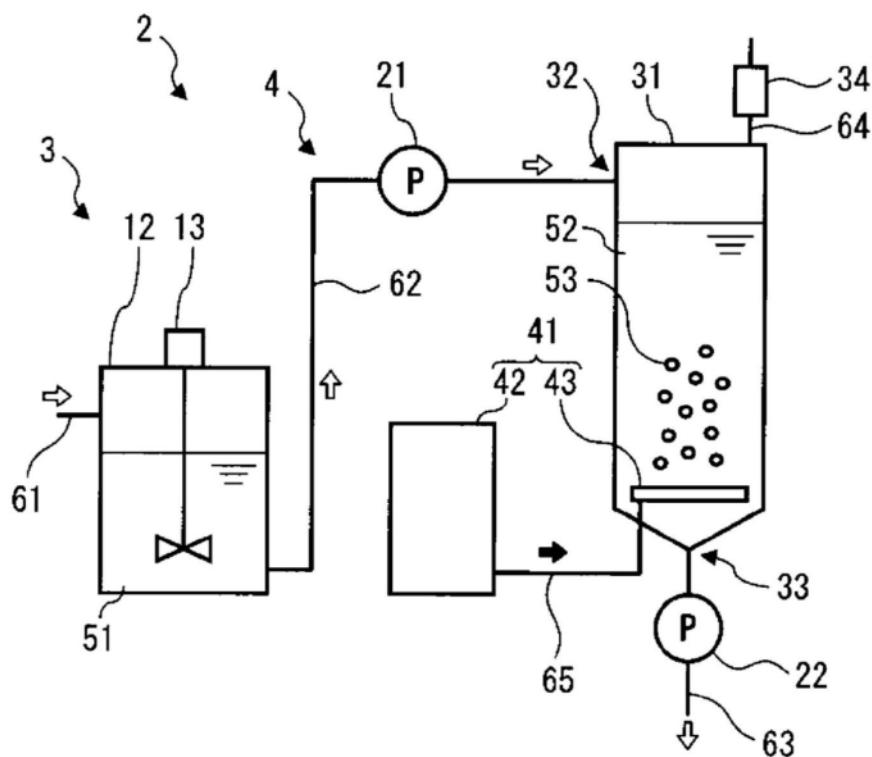


图2

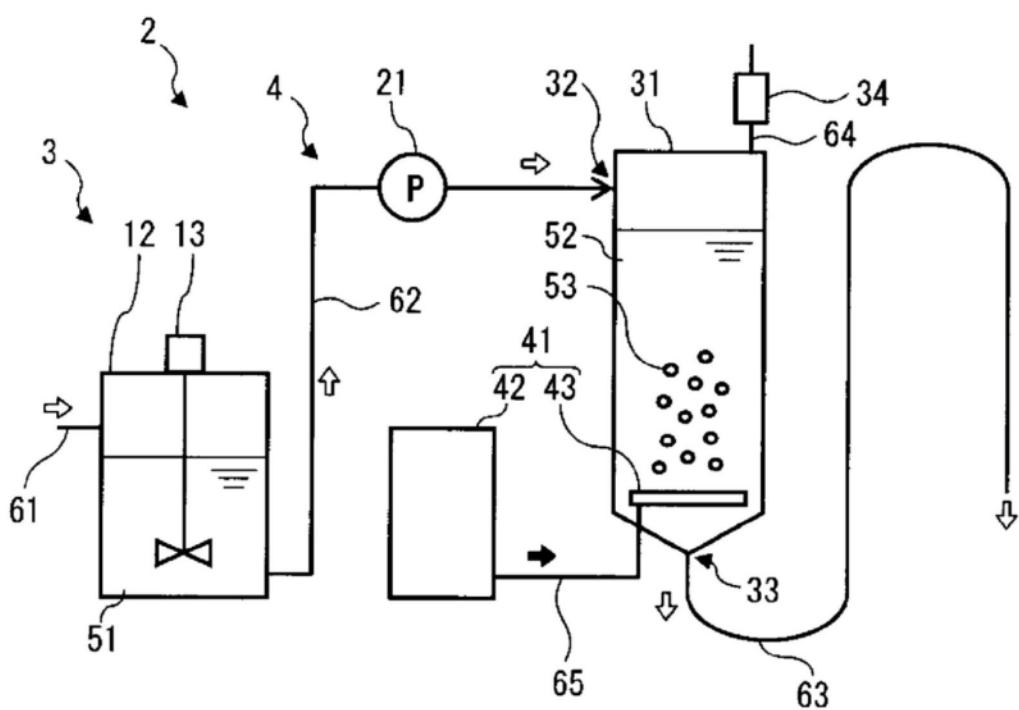


图3

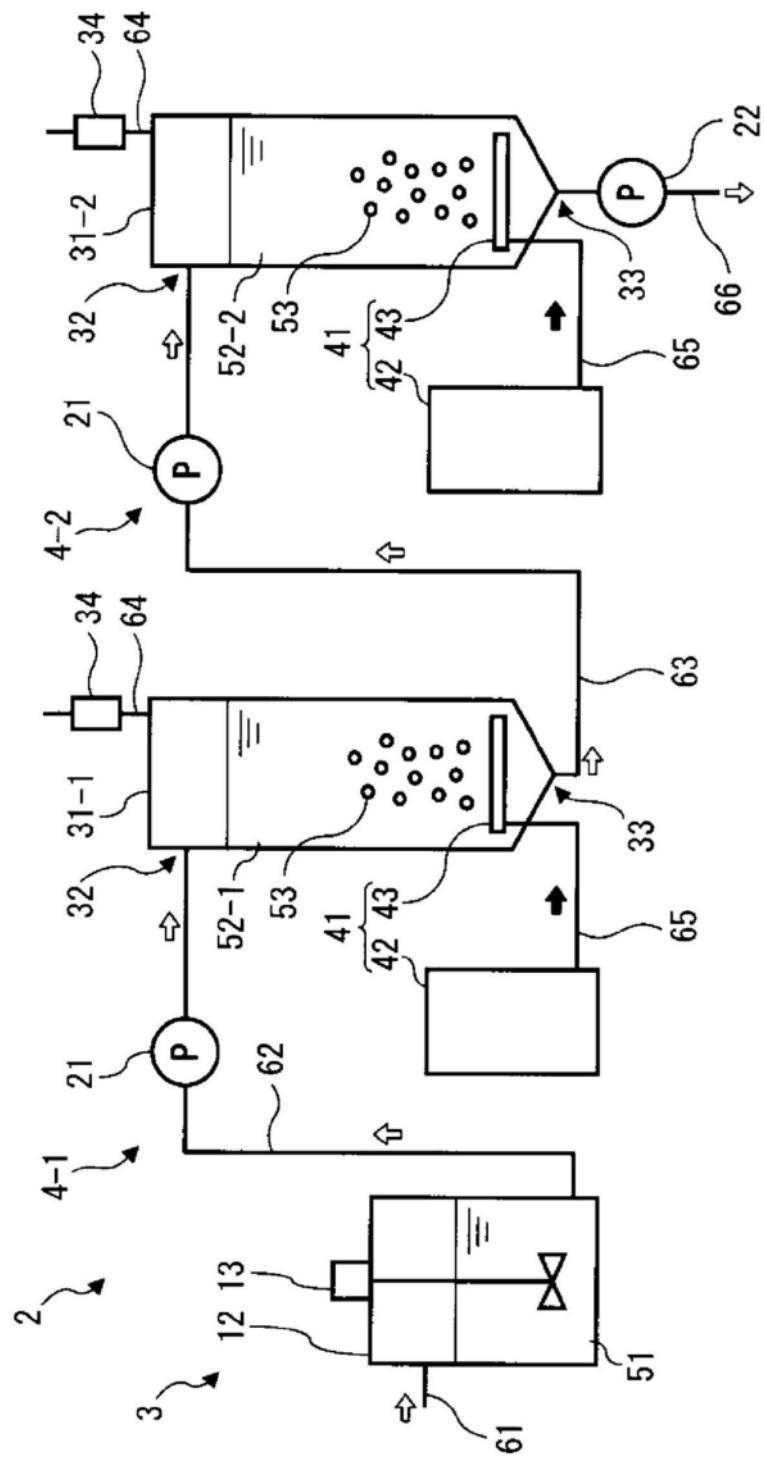


图4