



(10) **DE 10 2017 205 365 A1** 2017.10.05

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2017 205 365.8**

(22) Anmeldetag: **29.03.2017**

(43) Offenlegungstag: **05.10.2017**

(51) Int Cl.: **A61L 15/22 (2006.01)**

**A61L 15/40 (2006.01)**

(30) Unionspriorität:  
**EP 16162755.9**      **30.03.2016**      **EP**

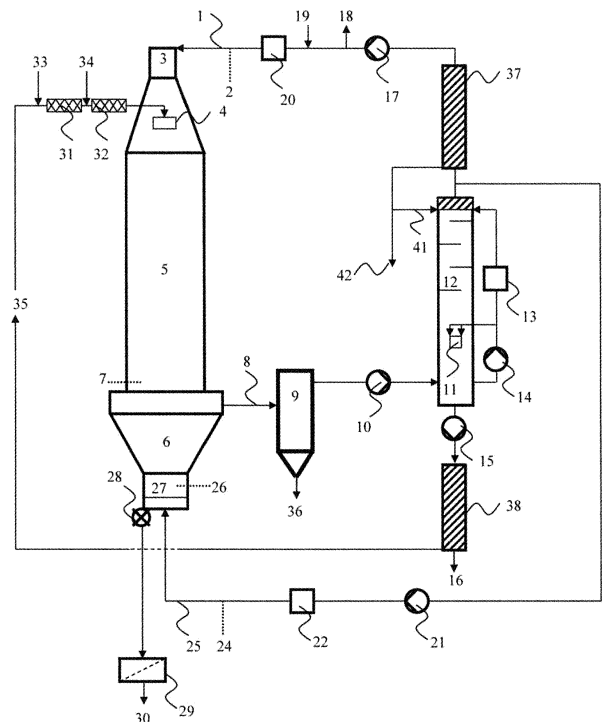
(71) Anmelder:  
**BASF SE, 67063 Ludwigshafen, DE**

(72) Erfinder:  
**Panayotova, Rumyana Z., Mint Hill, US; Vang, Ming, Charlotte, US; Zhang, Xiaomin, Charlotte, US; Mitchel, Michael, Fort Mill, US; Goebel, Kathleen H., Charlotte, US**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.**

(54) Bezeichnung: **Flüssigkeitsabsorbierender Artikel**

(57) Zusammenfassung: Flüssigkeitsabsorbierender Artikel, umfassend eine obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht (89), eine untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht (83), einen flüssigkeitsabsorbierenden Kern (80) zwischen der Schicht (89) und der Schicht (83), umfassend 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% eines wasserabsorbierenden Polymermaterials, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierendem Polymermaterial und Fasermaterial, wobei der flüssigkeitsabsorbierende Artikel gemäß der Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 15 Sekunden oder weniger verfügt.



### Beschreibung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft einen flüssigkeitabsorbierenden Artikel, umfassend eine obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht (**89**), eine untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht (**83**), einen flüssigkeitabsorbierenden Kern (**80**) zwischen der Schicht (**89**) und der Schicht (**83**), umfassend 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% eines wasserabsorbierenden Polymermaterials, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierendem Polymermaterial und Fasermaterial, wobei der flüssigkeitabsorbierende Artikel gemäß der Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 15 Sekunden oder weniger verfügt.

**[0002]** Die Herstellung flüssigkeitabsorbierender Artikel wird in der Monographie "Modern Superabsorbent Polymer Technology", F. L. Buchholz und A. T. Graham, Wiley-VCH, 1998, auf den Seiten 252 bis 258 beschrieben.

**[0003]** Die gegenwärtig kommerziell verfügbaren Wegwerfwindeln bestehen typischerweise aus einer flüssigkeitsdurchlässigen Oberlage (**89**), einer flüssigkeitsundurchlässigen Unterlage (**83**), zwischen Schicht (**89**) und Schicht (**83**) einer wasserabsorbierenden Speicherschicht, als absorbierenden Kern (**80**) sowie zwischen Schicht (**89**) und (**80**) einer Akquisitions- und Verteilungsschicht (D), die üblicherweise Faserhaufwerke und zwar aus chemisch versteiften, gedrehten, gelockten Cellulosefasern, Faservliese umfasst.

**[0004]** Die mehreren Schichten flüssigkeitabsorbierender Artikel sorgen üblicherweise für bestimmte Funktionen wie Trockenheit der oberen flüssigkeitsdurchlässigen Schicht, Dampfdurchlässigkeit der unteren flüssigkeitsundurchlässigen Schicht ohne Durchnässen, einen flexiblen, dampfdurchlässigen und flüssigkeitabsorbierenden Kern mit schnellen Absorptionsgeschwindigkeiten und einer Fähigkeit, Mengen von Körperflüssigkeiten zurückzuhalten, sowie eine zwischen Oberschicht und Kern angeordnete Akquisitions- und Verteilungsschicht, die als Transport- und Verteilungsschicht für die abgegebenen Körperflüssigkeiten dient.

**[0005]** In der Monographie "Modern Superabsorbent Polymer Technology", F. L. Buchholz und A. T. Graham, Wiley-VCH, 1998, wird auf den Seiten 71 bis 103 auch die Herstellung wasserabsorbierender Polymerteilchen beschrieben. Dabei gibt es für die wasserabsorbierenden Polymerteilchen auch die Bezeichnung "flüssigkeitabsorbierende Polymerteilchen", "superabsorbierende Polymere" oder "Superabsorber".

**[0006]** Die Herstellung wasserabsorbierender Polymerteilchen durch Polymerisation von Tropfen einer Monomerenlösung wird beispielsweise in EP 0 348 180 A1, WO 96/40427 A1, US 5,269,980, WO 2008/009580 A1, WO 2008/052971 A1, WO2011/026876 A1, WO 2011/117263 A1 und WO 2014/079694 beschrieben.

**[0007]** Superabsorber sind in verschiedenen Typen und Qualitäten erhältlich. Dabei kommen die sogenannten "schnellen Superabsorber" typischerweise unter den Superabsorbieren vor, die auch eine spezifische Oberfläche (d. h. die ohne weiteres beispielsweise durch routinemäßige BET-Isothermmessungen bestimmbare massenbezogene Oberfläche) aufweist, beispielsweise unter denjenigen Superabsorbieren, welche:

- a) nach dem Verfahren einer Emulsionspolymerisation hergestellt wurden und insbesondere, die agglomeriert wurden (Emulsionspolymerisation heißt auch Suspensionspolymerisation bzw. am genauesten Umkehrsuspensionspolymerisation),
- b) unter Verwendung von Treibmitteln oder beliebigen anderen bekannten Mitteln zur Erhöhung der Porosität von Superabsorbieren, einschließlich zerkleinerten superabsorbierenden Schaumstoff darstellende Superabsorber, hergestellt wurden,
- c) durch ein superabsorbierendes Fasern ergebendes Polymerisationsverfahren, wie z. B. das Elektrospinverfahren, hergestellt wurden,
- d) durch ein gefriergetrocknete Superabsorber ergebendes Polymerisationsverfahren, hergestellt wurden,
- e) durch ein Polymerisationsverfahren insbesondere in einer Teilchengröße von weniger als 150 µm und anschließender Agglomeration, hergestellt wurden.

**[0008]** In den letzten Jahren gibt es einen Trend in Richtung äußerst dünner Wegwerfwindeln. Zur Herstellung dünner Wegwerfwindeln ist der Anteil an Cellulosefasern in der wasserabsorbierenden Speicherschicht reduziert oder fehlt fast ganz.

**[0009]** Für dünne flüssigkeitabsorbierende Produkte kann man eine Kernstruktur aus absorbierendem Papier bilden. Derartige Strukturen werden beispielsweise in WO2011/086842, EP 2 565 031 A1, EP 2 668 936 A1 beschrieben.

**[0010]** Den bekannten dünnen flüssigkeitabsorbierenden Produkten mit laminiertem faserfreiem Kern oder Strukturen aus absorbierendem Papier mangelt es jedoch bezüglich Flüssigkeitsakquisition, Dichtheit und Rewet. Zur Vermeidung von Flüssigkeitsausritt und Nässegefühl sind dickere Akquisitions- und Verteilungsschichten vorzuziehen, um die zur Absorbierung der Körperflüssigkeit erforderliche Zeit möglichst kurz zu halten. Dies läuft jedoch dem Trend zu dünneren absorbierenden Artikeln zuwider, denn die Dicke ist bei absorbierenden Artikeln insbesondere auch ein großes Problem bezüglich dem Auffallen bei Erwachsenenartikeln sowie eine Behinderung, insbesondere für Babywindeln und Trainingshöschen.

**[0011]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher die Bereitstellung eines ultradünnen flüssigkeitabsorbierenden Artikels mit verbessertem Flüssigkeitsakquisitions- und -retentionsverhalten.

**[0012]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist ferner die Bereitstellung flüssigkeitabsorbierender Artikel mit verbesserter Flüssigkeitsaufnahmekapazität und einer damit einhergehenden Vermeidung von Flüssigkeitsaustritten.

**[0013]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist weiterhin die Bereitstellung flüssigkeitabsorbierender Artikel mit verbesserter Rewet-Performance.

**[0014]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist weiterhin die Bereitstellung flüssigkeitabsorbierender Mischungen mit verbesserter Flüssigkeitsakquisition und -speicherung.

**[0015]** Die Aufgabe wird gelöst mit einem flüssigkeitabsorbierenden Artikel, umfassend

- (A) eine obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht (**89**),
- (B) eine untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht (**83**),
- (C) einen flüssigkeitabsorbierenden Kern (**80**) zwischen der Schicht (**89**) und der Schicht (**83**), umfassend mindestens eine Schicht (**91**), die 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% eines wasserabsorbierenden Polymermaterials, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierendem Polymermaterial und Fasermaterial, umfasst;

wobei der flüssigkeitabsorbierende Artikel gemäß der Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 15 Sekunden oder weniger verfügt.

**[0016]** Erfindungsgemäß handelt es sich bei dem wasserabsorbierenden Polymermaterial in der mindestens einen Schicht (**91**) bevorzugt um einen schnellen Superabsorber, bevorzugt mit einem  $t_{\text{ber}}$ -Wert (2 g geflutete VAUL, 0,3 psi) kleiner als 16 s/g und/oder einer Oberfläche von mindestens 1000 cm<sup>2</sup>/g, bestimmt gemäß dem hier beschriebenen BET-Verfahren (im Folgenden als "schneller Superabsorber" bezeichnet).

**[0017]** Gelöst wird die Aufgabe auch durch ein flüssigkeitabsorbierendes Gemisch umfassend eine Mischung aus mindestens 20 bis 100 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 0 bis 80 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymermaterials, wobei die Mischung bevorzugt mindestens 30 bis 100 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 0 bis 70 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymermaterials umfasst.

**[0018]** Die Aufgabe wird auch gelöst mit einem flüssigkeitabsorbierenden Artikel, umfassend

- (A) eine obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht (**89**),
- (B) eine untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht (**83**),
- (C) einen flüssigkeitabsorbierenden Kern (**80**) zwischen der Schicht (**89**) und der Schicht (**83**), umfassend mindestens eine Schicht (**91**), die 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% eines Gemischs aus mindestens zwei wasserabsorbierenden Polymermaterialien, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierendem Polymermaterial und Fasermaterial, umfasst.

**[0019]** Erfindungsgemäß umfasst die Mischung von mindestens zwei wasserabsorbierenden Polymermaterialien bevorzugt 20 bis 100 Gew.-% eines ersten wasserabsorbierenden Polymermaterials eines schnellen Superabsorbers, bevorzugt mit einem  $t_{\text{ber}}$ -Wert (2 g geflutete VAUL, 0,3 psi) kleiner als 16 s/g und/oder einer Oberfläche von mindestens 1000 cm<sup>2</sup>/g, bestimmt gemäß dem hier beschriebenen BET-Verfahren (im Folgenden als "schneller Superabsorber" bezeichnet) und 80 bis 0 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymers (im Folgenden auch als "zweiter Superabsorber" bezeichnet).

**[0020]** Nach einer Ausführungsform der Erfindung enthält der flüssigkeitabsorbierende Artikel zwischen der flüssigkeitsdurchlässigen Oberschicht (**89**) und dem flüssigkeitabsorbierenden Kern (**80**) keine Akquisitions- und Verteilungsschicht (ADL).

**[0021]** Bevorzugt umfasst die Mischung insbesondere bei einem flüssigkeitabsorbierenden Artikel der keine Akquisitions- und Verteilungsschicht (ADL) zwischen der flüssigkeitsdurchlässigen Oberschicht (**89**) und dem flüssigkeitabsorbierenden Kern (**80**) enthält, 25 bis 100 Gew.-% des schnellen Superabsorbers und 75 bis 0 Gew.-% des zweiten Superabsorbers. Besonders bevorzugt umfasst die Mischung 30 bis 100 Gew.-% des schnellen Superabsorbers und 70 bis 0 Gew.-% des zweiten Superabsorbers. Auch ohne ADL verfügt der erfindungsgemäße flüssigkeitabsorbierende Artikel nach dem Hänge-U-Ständer-Test (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 15 Sekunden oder weniger.

**[0022]** Zur Gewährleistung eines geringen Rewet-Werts auch ohne ADL umfasst die Mischung bevorzugt 30 bis 75 Gew.-% des zweiten Superabsorbers und 70 bis 25 Gew.-% des schnellen Superabsorbers. Die Mischung umfasst weiterhin bevorzugt 30 bis 70 Gew.-% des zweiten Superabsorbers und 70 bis 30 Gew.-% des schnellen Superabsorbers. Nach einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfasst die Mischung bevorzugt 35 bis 65 Gew.-% des zweiten Superabsorbers und 65 bis 35 Gew.-% des schnellen Superabsorbers.

**[0023]** Erfindungsgemäß verfügt der zweite Superabsorber bevorzugt über eine Spherizität von mindestens 0,89.

**[0024]** Die Herstellung des zweiten Superabsorbers erfolgt bevorzugt durch Polymerisation von Tröpfchen des Monomers in einer umgebenden erwärmten Gasphase.

**[0025]** Erfindungsgemäß verfügt der schnelle Superabsorber außerdem bevorzugt über einen  $t_{ber}$ -Wert von 12 s/g oder weniger, bevorzugt 7,5 sec/g oder weniger, ganz besonders bevorzugt 6 sec/g oder weniger.  $t_{ber}$  ist gemäß der nachstehenden Gleichung:

$$t_{ber} = \frac{t_{12g}}{(SA/100)m_{sap}}$$

definiert.

**[0026]** Weiterhin verfügt der schnelle Superabsorber bevorzugt über eine Oberfläche von mindestens 1000 cm<sup>2</sup>/g.

**[0027]** Der zweite Superabsorber verfügt bevorzugt über einen CRC-Wert von mindestens 30 g/g.

**[0028]** Bevorzugt verfügen die zweiten wasserabsorbierenden Polymerteilchen über eine Absorption unter Last AUL (0,3 psi, 21,0 g/cm<sup>2</sup>, WSP 242,3 (11)) von mindestens 30 g/g.

**[0029]** Weiterhin bevorzugt handelt es sich bei dem zweiten Superabsorber selbst um eine Mischung von mindestens zwei wasserabsorbierenden Polymermaterialien.

**[0030]** Erfindungsgemäß sind der schnelle Superabsorber und/oder der zweite Superabsorber bevorzugt oberflächlich nachvernetzt.

**[0031]** Nach einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfassen die flüssigkeitabsorbierenden Artikel wasserabsorbierende Polymerteilchen und weniger als 10 Gew.-% Fasermaterial und/oder höchstens 5 Gew.-% Klebstoffe im absorbierenden Kern.

**[0032]** Weiterhin enthält nach einer anderen Ausführungsform der Erfindung die mindestens eine Schicht des absorbierenden Kerns mindestens 100 gsm wasserabsorbierender Polymerteilchen.

**[0033]** Die Herstellung geeigneter wasserabsorbierender Polymere erfolgt nach einem Verfahren, umfassend die Schritte Bildung wasserabsorbierender Polymerteilchen durch Polymerisation einer Monomerlösung, umfassend

- a) mindestens ein ethylenisch ungesättigtes, säuregruppentragendes Monomer, das zumindest teilweise neutralisiert sein kann,
- b) optional mindestens einen Vernetzer,
- c) mindestens einen Initiator,
- d) optional ein oder mehrere mit den unter a) genannten Monomeren copolymerisierbare ethylenisch ungesättigte Monomere,
- e) optional ein oder mehrere wasserlösliche Polymere sowie
- f) Wasser,

gegebenenfalls Beschichten der wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit mindestens einem Oberflächen- nachvernetzer und thermisches Oberflächennachvernetzen der beschichteten wasserabsorbierenden Polymerteilchen.

**[0034]** Geeignete Verfahren sind in der Literatur beschrieben. Die Herstellung von Superabsorbent erfolgt beispielsweise durch

- Gelpolymerisation im Batch-Verfahren bzw. Rohrreaktor und anschließender Zerkleinerung im Fleischwolf, Extruder oder Knetter, beispielsweise gemäß EP 445 619 A2 und DE 19 846 413 A1,
- Polymerisation im Knetter, wobei durch beispielsweise gegenläufige Rührwellen kontinuierlich zerkleinert wird, beispielsweise gemäß WO 01/38 402 A1,
- Polymerisation auf dem Band und anschließende Zerkleinerung im Fleischwolf, Extruder oder Knetter, beispielsweise gemäß EP 955 086 A2, DE 38 25 366 A1 oder US-6,241,928,
- Emulsionspolymerisation, wobei Perlpolymerisate relativ enger Gelgrößenverteilung anfallen, beispielsweise gemäß EP 457 660 A1,
- Polymerisation von Monomertröpfchen in einer umgebenden erwärmten Gasphase beispielsweise unter Anwendung eines Systems gemäß WO 2008/040715 A2, WO 2008/052971 A1, WO 2008/069639 A1 und WO 2008/086976 A1, WO 2014/079694, WO 2015/028327, WO 2015/028158.

**[0035]** Bevorzugt erfolgt die Herstellung schneller Superabsorber beispielsweise mit einem  $t_{ber}$ -Wert (2 g geflutete VAUL, 0,3 psi) unter 16 s/g und/oder einer Oberfläche von mindestens 1000 cm<sup>2</sup>/g durch Suspensionspolymerisation bzw. der Agglomeration von Superabsorberfeinteilchen.

**[0036]** Wobei es sich bei Letzterem um die Agglomeration von Teilchen handelt, die mit einer Teilchengröße von weniger als 150 µm aus der Superabsorberherstellung abgetrennt werden.

**[0037]** Bevorzugt erfolgt die Herstellung des zweiten Superabsorbent durch Polymerisation von Tröpfchen des Monomers in einer umgebenden erwärmten Gasphase, beispielsweise unter Anwendung eines Systems gemäß WO 2008/040715 A2, WO 2008/052971 A1, WO 2008/069639 A1 und WO 2008/086976 A1, WO 2014/079694, WO 2015/028327, WO 2015/028158.

## Detaillierte Beschreibung der Erfindung

### A. Definitionen

**[0038]** Der Begriff "flüssigkeitabsorbierender Artikel", wie er hier verwendet wird, bezeichnet alle festen dreidimensionalen Materialien mit der Fähigkeit, vom Körper ausgeschiedene Flüssigkeiten aufzunehmen und zu speichern. Bei flüssigkeitabsorbierenden Artikeln handelt es sich bevorzugt um flüssigkeitabsorbierende Wegwerfartikel, welche vom Benutzer am Körper getragen werden sollen, wie zum einmaligen Gebrauch bestimmte flüssigkeitabsorbierende Slipeinlagen, Damenbinden, Monatsbinden, Inkontinenzunterlagen, Windeln, Höschenwindeln, Brustkompressen, Interlabialeinlagen oder sonstige zur Aufnahme von Körperflüssigkeiten geeignete Artikel.

**[0039]** Der Begriff "flüssigkeitabsorbierende Zusammensetzung", wie er hier verwendet wird, bezeichnet eine Komponente des flüssigkeitabsorbierenden Artikels, welche vornehmlich dem Flüssigkeitsmanagement des flüssigkeitabsorbierenden Artikels einschließlich Akquisition, Transport, Verteilung und Speicherung von Körperflüssigkeiten dient.

**[0040]** Der Begriff "flüssigkeitabsorbierender Kern", "absorbierender Kern" oder "absorbierendes Papier", wie er hier verwendet wird, bezeichnet eine flüssigkeitabsorbierende Zusammensetzung, umfassend mindestens eine Schicht wasserabsorbierender Polymerteilchen und gegebenenfalls Fasermaterial, Vliesstoff und Tissuematerial. Dabei dient der flüssigkeitabsorbierende Kern vornehmlich dem Flüssigkeitsmanagement des flüs-

sigkeitabsorbierenden Artikels einschließlich Akquisition, Transport, Verteilung und Speicherung von Körperflüssigkeiten.

**[0041]** Der Begriff "Schicht", wie er hier verwendet wird, bezeichnet eine flüssigkeitabsorbierende Zusammensetzung, deren vornehmliche Dimension entlang ihrer Länge und Breite verläuft. Dabei ist zu bedenken, dass der Begriff "Schicht" sich nicht unbedingt auf einzelne Lagen oder Folien der flüssigkeitabsorbierenden Komposition beschränkt. So kann der Begriff Schicht durchaus Lamine, Komposite, Kombinationen mehrerer Folien oder Vliese aus unterschiedlichen Materialien umfassen.

**[0042]** Der Begriff "x-Dimension", wie er hier verwendet wird, und der Begriff "y-Dimension" bezeichnen die Länge bzw. die Breite der flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzung und Schicht bzw. des flüssigkeitabsorbierenden Kerns oder Artikels. Generell bezeichnet der Begriff "x-y-Dimension" die zur Höhe oder Stärke der flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzung als Schicht, Kern oder Artikel orthogonale Ebene.

**[0043]** Der Begriff "z-Dimension", wie er hier verwendet wird, bezeichnet die zur Länge und Breite der flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzung als Schicht, Kern oder Artikel orthogonale Dimension. Generell bezeichnet der Begriff "z-Dimension" die Höhe der flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzung als Schicht, Kern oder Artikel.

**[0044]** Der Begriff "Flächengewicht", wie er hier verwendet wird, bezeichnet das Gewicht des flüssigkeitabsorbierenden Kerns je Quadratmeter und umfasst dabei auch das Chassis des flüssigkeitabsorbierenden Artikels. Die Bestimmung des Flächengewichts wird an diskreten Bereichen des flüssigkeitabsorbierenden Kerns vorgenommen: als Gesamtdurchschnitt vorne beträgt das Flächengewicht des flüssigkeitabsorbierenden Kerns 5,5 cm vor der Mitte des Kerns in Richtung der vorderen distalen Kante des Kerns, für die Beaufschlagungszone das Flächengewicht des flüssigkeitabsorbierenden Kerns 5,5 cm vor und 0,5 cm hinter der Mitte des Kerns sowie als Gesamtdurchschnitt hinten das Flächengewicht des flüssigkeitabsorbierenden Kerns 0,5 cm hinter der Mitte des Kerns in Richtung der rückwärtig distalen Kante des Kerns.

**[0045]** Es versteht sich ferner, dass der Begriff "obere" die dem Träger des flüssigkeitabsorbierenden Artikels nähere flüssigkeitabsorbierende Zusammensetzung bezeichnet. Generell handelt es sich bei der dem Träger des flüssigkeitabsorbierenden Artikels nächstliegenden Zusammensetzung um die Oberlage, die im Folgenden als "obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht" beschrieben wird. Umgekehrt bezeichnet der Begriff "untere" die vom Träger des flüssigkeitabsorbierenden Artikels entfernt liegenden flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzungen. Generell handelt es sich bei der vom Träger des flüssigkeitabsorbierenden Artikels am weitesten entfernten Komponente um die Unterlage, die im Folgenden als "untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht" beschrieben wird.

**[0046]** Der Begriff "flüssigkeitsdurchlässig", wie er hier verwendet wird, bezeichnet ein Substrat, eine Schicht oder ein Laminat mit der Fähigkeit, sich von Flüssigkeiten, d. h. Körperflüssigkeiten wie Harn, Menstruationsblut und/oder Vaginalflüssigkeiten, der Dicke nach ohne weiteres durchdringen zu lassen.

**[0047]** Der Begriff "flüssigkeitsundurchlässig", wie er hier verwendet wird, bezeichnet ein Substrat, eine Schicht oder ein Laminat mit der Fähigkeit, keine Körperflüssigkeiten in einer zur Ebene der Schicht der Flüssigkeitskontaktstelle generell senkrechten Richtung hindurchzulassen.

**[0048]** Der Begriff "Chassis", wie er hier verwendet wird, bezeichnet flüssigkeitabsorbierendes Material, umfassend die obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht und die untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht, Elastifizierungs- und Verschlussysteme des absorbierenden Artikels.

**[0049]** Der Begriff "hydrophil", wie er hier verwendet wird, bezeichnet die Benetzbarkeit von Fasern durch darauf aufgebrachtes Wasser. Der Begriff "hydrophil" wird über den Kontaktwinkel und die Oberflächenspannung der Körperflüssigkeiten definiert. Nach der von Robert F. Gould in der Veröffentlichung "Kontaktwinkel, Benetzbarkeit und Adhäsion" der American Chemical Society aus dem Jahre 1964 vorgestellten Definition wird eine Faser als hydrophil bezeichnet, wenn der Kontaktwinkel zwischen Flüssigkeit und Faser, insbesondere der Faseroberfläche, weniger als 90° beträgt oder wenn die Flüssigkeit dazu neigt, sich spontan auf derselben Oberfläche auszubreiten.

**[0050]** Umgekehrt bezeichnet der Begriff "hydrophob" Fasern mit einem Kontaktwinkel größer 90° oder keinem spontanem Ausbreiten der Flüssigkeit über die Faseroberfläche.

**[0051]** Der Begriff "Körperflüssigkeiten", wie er hier verwendet wird, bezeichnet alle vom menschlichen oder tierischen Körper produzierten und abgeschiedenen Flüssigkeiten, wie Harn, Menstruationsflüssigkeiten, Fäkalien, Vaginalsekrete und dergleichen.

**[0052]** Der Begriff "atmungsaktiv", wie er hier verwendet wird, bezeichnet ein Substrat, eine Schicht, einen Film bzw. ein Laminat mit der Fähigkeit, Dampf aus dem flüssigkeitsabsorbierenden Artikel entweichen zu lassen, dabei aber Flüssigkeitsaustritte zu unterbinden. Bei atmungsaktiven Substraten, Schichten, Filmen oder Laminaten kann es sich um poröse Kunststofffolien, Vliesstofflamine aus Spinnvlies- und Schmelzglasschichten, Lamine aus porösen Kunststofffolien und Vliesstoffen handeln.

**[0053]** Der Begriff "longitudinal", wie er hier verwendet wird, bezeichnet eine im rechten Winkel von einer Taillenkante zur gegenüberliegenden Taillenkante des flüssigkeitsabsorbierenden Artikels verlaufende Richtung.

#### B. Wasserabsorbierende Polymerteilchen

**[0054]** Die Herstellung der wasserabsorbierenden Polymerteilchen erfolgt im Allgemeinen nach einem Verfahren, umfassend die Schritte Bildung wasserabsorbierender Polymerteilchen durch Polymerisation einer Monomerlösung, umfassend

- g) mindestens ein ethylenisch ungesättigtes, säuregruppentragendes Monomer, das zumindest teilweise neutralisiert sein kann,
- h) optional mindestens einen Vernetzer,
- i) mindestens einen Initiator,
- j) optional ein oder mehrere mit den unter a) genannten Monomeren copolymerisierbare ethylenisch ungesättigte Monomere,
- k) optional ein oder mehrere wasserlösliche Polymere sowie
- l) Wasser,

gegebenenfalls Beschichten der wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit mindestens einem Oberflächen- nachvernetzer und thermisches Oberflächennachvernetzen der beschichteten wasserabsorbierenden Polymerteilchen.

**[0055]** Bevorzugt liegt der Gehalt an Restmonomer der wasserabsorbierenden Polymerteilchen vor der Beschichtung mit dem Oberflächennachvernetzer bei 0,03 bis 15 Gew.-%, handelt es sich bei dem Oberflächennachvernetzer bevorzugt um ein Alkylencarbonat und liegt die Temperatur bei der thermischen Oberflächennachvernetzung bei 100 bis 180°C.

**[0056]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen sind typischerweise in Wasser unlöslich aber quellbar.

**[0057]** Die Monomere a) sind bevorzugt wasserlöslich, d. h. die Löslichkeit in Wasser von 23°C liegt typischerweise bei mindestens 1 g/100 g Wasser, bevorzugt bei mindestens 5 g/100 g Wasser, besonders bevorzugt bei mindestens 25 g/100 g Wasser und ganz besonders bevorzugt bei mindestens 35 g/100 g Wasser.

**[0058]** Geeignete Monomere a) sind beispielsweise ethylenisch ungesättigte Carbonsäuren wie Acrylsäure, Methacrylsäure, Maleinsäure und Itaconsäure. Besonders bevorzugte Monomere sind Acrylsäure und Methacrylsäure. Ganz besonders bevorzugt ist Acrylsäure.

**[0059]** Weitere geeignete Monomere a) sind beispielsweise ethylenisch ungesättigte Sulfonsäuren wie Vinylsulfonsäure, Styrolsulfonsäure und 2-Acrylamido-2-methylpropansulfonsäure (AMPS).

**[0060]** Verunreinigungen können einen erheblichen Einfluss auf die Polymerisation haben. Bevorzugt sind insbesondere gereinigte Monomere a). Geeignete Reinigungsverfahren werden in WO 2002/055469 A1, WO 2003/078378 A1 und WO 2004/035514 A1 beschrieben. Ein geeignetes Monomer a) ist beispielsweise eine gemäß WO 2004/035514 A1 gereinigte Acrylsäure mit 99,8460 Gew.-% Acrylsäure, 0,0950 Gew.-% Essigsäure, 0,0332 Gew.-% Wasser, 0,0203 Gew.-% Propionsäure, 0,0001 Gew.-% Furfurale, 0,0001 Gew.-% Maleinsäureanhydrid, 0,0003 Gew.-% Diacrylsäure und 0,0050 Gew.-% Hydrochinonmonomethylether.

**[0061]** Die polymerisierte Diacrylsäure stellt wegen thermischer Zersetzung eine Quelle für Restmonomere dar. Bei niedrigen Verfahrenstemperaturen ist die Konzentration an Diacrylsäure nicht mehr kritisch, so dass man für das erfindungsgemäße Verfahren auch Acrylsäuren mit höheren Konzentrationen an Diacrylsäure, d. h. 500 bis 10000 ppm, einsetzen kann.

**[0062]** Der Anteil an Acrylsäure und/oder deren Salzen an der Gesamtmenge der Monomere a) beträgt bevorzugt mindestens 50 mol-%, besonders bevorzugt mindestens 90 mol-%, ganz besonders bevorzugt mindestens 95 mol-%.

**[0063]** Die Säuregruppen der Monomere a) sind typischerweise teilneutralisiert, und zwar zu 0 bis 100 mol-%, bevorzugt zu 25 bis 85 mol-%, besonders bevorzugt zu 50 bis 80 mol-%, ganz besonders bevorzugt zu 60 bis 75 mol-%, wobei die üblichen Neutralisationsmittel verwendet werden können, bevorzugt Alkalimetallhydroxide, Alkalimetalloxide, Alkalimetallcarbonate oder Alkalimetallhydrogencarbonate sowie deren Mischungen. Statt Alkalimetallsalzen kann man auch Ammoniak oder organische Amine wie z. B. Triethanolamin einsetzen. Man kann weiterhin auch Oxide, Carbonate, Hydrogencarbonate und Hydroxide des Magnesiums, des Kalziums, des Strontiums, des Zinks oder des Aluminiums als Pulver, Aufschlämmungen oder Lösungen sowie Mischungen aller obiger Neutralisationsmittel einsetzen. Ein Beispiel für eine Mischung ist eine Lösung des Natriumaluminats. Natrium und Kalium sind als Alkalimetalle besonders bevorzugt, ganz besonders bevorzugt sind jedoch Natriumhydroxid, Natriumcarbonat oder Natriumhydrogencarbonat sowie deren Mischungen. Typischerweise wird die Neutralisation durch Einmischung des Neutralisationsmittels als wässrige Lösung, als Schmelze oder bevorzugt auch als Feststoff erreicht. Beispielsweise kann Natriumhydroxid mit einem Wasseranteil deutlich unter 50 Gew.-% als wachsartige Masse mit einem Schmelzpunkt oberhalb 23°C vorliegen. In diesem Fall ist eine Dosierung als Stückgut oder Schmelze bei erhöhter Temperatur möglich.

**[0064]** Optional können der Monomerlösung oder ihren Ausgangsstoffen ein oder mehrere Chelatbildner zur Maskierung von Metallionen, wie beispielsweise Eisen, zwecks Stabilisierung zugesetzt werden. Geeignete Chelatbildner sind beispielsweise Alkalimetallcitrate, Zitronensäure, Alkalimetallttrate, Alkalimetalllactate und -glykolate, Pentanatriumtriphosphat, Ethylendiamintetraacetat, Nitrilotriessigsäure sowie alle unter dem Namen Trilon® bekannten Chelatbildner, wie beispielsweise Trilon® C (Pentanatriumdiethylentriaminpentaacetat), Trilon® D (Trinatriumhydroxyethylethylendiamintriacetat) und Trilon® M (Methylglycindiessigsäure) sowie Cu-ble®.

**[0065]** Die Monomere a) enthalten typischerweise Polymerisationsinhibitoren, bevorzugt Hydrochinonhalbether, als Lagerstabilisator.

**[0066]** Die Monomerlösung enthält bevorzugt bis zu 250 Gew.-ppm, besonders bevorzugt höchstens 130 Gew.-ppm, ganz besonders bevorzugt höchstens 70 Gew.-ppm, bevorzugt mindestens 10 Gew.-ppm, besonders bevorzugt mindestens 30 Gew.-ppm und insbesondere um 50 Gew.-ppm Hydrochinonhalbether, jeweils bezogen auf Acrylsäure, wobei auch Acrylsäuresalze als Acrylsäure zählen. Beispielsweise kann zur Herstellung der Monomerlösung Acrylsäure mit einem entsprechenden Gehalt an Hydrochinonhalbether eingesetzt werden. Die Hydrochinonhalbether können aber auch durch Adsorption, beispielsweise an Aktivkohle, aus der Monomerlösung entfernt werden.

**[0067]** Bevorzugte Hydrochinonhalbether sind Hydrochinonmonomethylether (MEHQ) und/oder alpha-Tocopherol (Vitamin E).

**[0068]** Geeignete Vernetzer b) sind Verbindungen mit mindestens zwei zur Vernetzung geeigneten Gruppen. Derartige Gruppen sind beispielsweise ethylenisch ungesättigte Gruppen, die in die Polymerkette radikalisch einpolymerisiert werden können, und funktionelle Gruppen, die mit den Säuregruppen des Monomers a) kovalente Bindungen ausbilden können. Weiterhin sind auch polyvalente Metallsalze, die mit mindestens zwei Säuregruppen des Monomers a) koordinative Bindungen ausbilden können, als Vernetzer b) geeignet.

**[0069]** Die Vernetzer b) sind vorzugsweise Verbindungen mit mindestens zwei radikalisch polymerisierbaren Gruppen, die in das Polymernetzwerk radikalisch einpolymerisiert werden können. Geeignete Vernetzer b) sind beispielsweise Ethylenglykoldimethacrylat, Diethylenglykoldiacrylat, Polyethylenglykoldiacrylat, Allylmethacrylat, Trimethylolpropantriacyrylat, Triallylamin, Tetraallylammoniumchlorid, Tetraallyloxyethan, wie in EP 0 530 438 A1 beschrieben, Di- und Triacrylate, wie in EP 0 547 847 A1, EP 0 559 476 A1, EP 0 632 068 A1, WO 93/21237 A1, WO 2003/104299 A1, WO 2003/104300 A1, WO 2003/104301 A1 und in DE 103 31 450 A1 beschrieben, gemischte Acrylate, die neben Acrylatgruppen weitere ethylenisch ungesättigte Gruppen enthalten, wie in DE 103 314 56 A1 und DE 103 55 401 A1 beschrieben, oder Vernetzermischungen, wie beispielsweise in DE 195 43 368 A1, DE 196 46 484 A1, WO 90/15830 A1 und WO 2002/32962 A2 beschrieben.

**[0070]** Als Vernetzer b) eignen sich insbesondere Pentaerythrittriallylether, Tetraallyloxyethan, Polyethylenglykoldiallylether (auf Basis von Polyethylenglykol mit einem Molekulargewicht zwischen 400 und 20000 g/



mol), N,N'-Methylenbisacrylamid, 15-fach ethoxyliertes Trimethylolpropan, Polyethylenglykoldiacrylat, Trimethylolpropantriacyrat und Triallylamin.

**[0071]** Ganz besonders bevorzugte Vernetzer b) sind die mit Acrylsäure oder Methacrylsäure zu Di- oder Triacrylaten veresterten mehrfach ethoxylierten und/oder propoxylierten Glycerine, wie beispielsweise in WO 2003/104301 A1 beschrieben sind. Besonders vorteilhaft sind Di- und/oder Triacrylate des 3- bis 18-fach ethoxylierten Glycerins. Ganz besonders bevorzugt sind Di- oder Triacrylate des 1- bis 5-fach ethoxylierten und/oder propoxylierten Glycerins. Am meisten bevorzugt sind die Triacrylate des 3- bis 5-fach ethoxylierten und/oder propoxylierten Glycerins, insbesondere das Triacrylat des 3-fach ethoxylierten Glycerins.

**[0072]** Die Menge an Vernetzer b) beträgt bevorzugt 0,0001 bis 0,6 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,001 bis 0,2 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt 0,01 bis 0,06% Gew.-%, jeweils bezogen auf das Monomer a). Mit steigendem Gehalt an Vernetzer b) sinkt die Zentrifugenretentionskapazität (CRC) und die Absorption unter einem Druck von 21,0 g/cm<sup>2</sup> (AUL) durchläuft ein Maximum.

**[0073]** Überraschenderweise ist für die an der Oberfläche nachvernetzten Polymerteilchen gemäß der vorliegenden Erfindung bei der Polymerisation sehr wenig oder überhaupt kein Vernetzer erforderlich. So wird nach einer besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kein Vernetzer b) eingesetzt.

**[0074]** Als Initiatoren c) können sämtliche unter den Polymerisationsbedingungen in Radikale zerfallende Verbindungen eingesetzt werden, beispielsweise Peroxide, Hydroperoxide, Wasserstoffperoxid, Persulfate, Azoverbindungen und Redoxinitiatoren. Bevorzugt ist der Einsatz von wasserlöslichen Initiatoren. In manchen Fällen ist es vorteilhaft, Mischungen verschiedener Initiatoren zu verwenden, beispielsweise Mischungen aus Wasserstoffperoxid und Natrium- oder Kaliumperoxodisulfat. Mischungen aus Wasserstoffperoxid und Natriumperoxodisulfat können in jedem beliebigen Verhältnis verwendet werden.

**[0075]** Besonders bevorzugte Initiatoren c) sind Azoinitiatoren wie 2,2'-Azobis[2-(2-imidazolin-2-yl)propan]dihydrochlorid und 2,2'-Azobis[2-(5-methyl-2-imidazolin-2-yl)propan]dihydrochlorid, 2,2'-Azobis(2-amidinopropan)dihydrochlorid, 4,4'-Azobis(4-cyanopentanoessäure), 4,4'-Azobis(4-cyanopentanoessäure)-Natriumsalz, 2,2'-Azobis[2-methyl-N-(2-hydroxyethyl)propionamid], und Photoinitiatoren wie 2-Hydroxy-2-methylpropiophenon und 1-[4-(2-Hydroxyethoxy)phenyl]-2-hydroxy-2-methyl-1-propan-1-on, Redoxinitiatoren wie Natriumpersulfat/Hydroxymethylsulfinsäure, Ammoniumperoxodisulfat/Hydroxymethylsulfinsäure, Wasserstoffperoxid/Hydroxymethylsulfinsäure, Natriumpersulfat/Ascorbinsäure, Ammoniumperoxadisulfat/Ascorbinsäure und Wasserstoffperoxid/Ascorbinsäure, Photoinitiatoren wie 1-[4-(2-Hydroxyethoxy)phenyl]-2-hydroxy-2-methyl-1-propan-1-on, sowie deren Mischungen. Als Reduktionskomponente dient jedoch bevorzugt eine Mischung aus dem Natriumsalz der 2-Hydroxy-2-sulfinatoessigsäure, dem Dinatriumsalz der 2-Hydroxy-2-sulfinatoessigsäure sowie Natriumbisulfid. Derartige Mischungen sind erhältlich als Brüggolit® FF6 und Brüggolit® FF7 (Brüggemann Chemicals; Heilbronn; Deutschland). Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist es natürlich auch möglich, die gereinigten Salze oder Säuren der 2-Hydroxy-2-sulfinatoessigsäure und der 2-Hydroxy-2-sulfinatoessigsäure einzusetzen, wobei letztere als Natriumsalz unter dem Handelsnamen Blancolen® (Brüggemann Chemicals; Heilbronn; Deutschland) erhältlich ist.

**[0076]** Die Initiatoren werden in üblichen Mengen eingesetzt, beispielsweise in Mengen von 0,001 bis 5 Gew.-%, bevorzugt von 0,1 bis 2 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt von 0,05 bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf die Monomere a).

**[0077]** Mit den säuregruppentragenden Monomeren a) copolymerisierbare ethylenisch ungesättigte Monomere d) sind beispielsweise Acrylamid, Methacrylamid, Hydroxyethylacrylat, Hydroxyethylmethacrylat, Dimethylaminoethylacrylat, Dimethylaminoethylmethacrylat, Dimethylaminopropylacrylat und Diethylaminopropylmethacrylat.

**[0078]** Als wasserlösliche Polymere e) können Polyvinylalkohol, modifizierter, saure Seitengruppen enthaltende Polyvinylalkohol z. B. Poval® K (Kuraray Europe GmbH; Frankfurt; Deutschland), Polyvinylpyrrolidon, Stärke, Stärkederivate, modifizierte Cellulose wie Methylcellulose, Carboxymethylcellulose oder Hydroxyethylcellulose, Gelatine, Polyglykole oder Polyacrylsäuren, Polyester und Polyamide, Polymilchsäure, Polyglykolsäure, co-Polymilchsäure-Polyglykolsäure, Polyvinylamin, Polyallylamin, als Sokalan® (BASF SE; Ludwigshafen; Deutschland) erhältliche wasserlösliche Copolymerisate aus Acrylsäure und Maleinsäure, bevorzugt Stärke, Stärkederivate und modifizierte Cellulose, eingesetzt werden.

**[0079]** Die bevorzugten Polymerisationsinhibitoren benötigen für eine optimale Wirkung gelösten Sauerstoff. Daher kann die Monomerlösung vor der Polymerisation durch Inertisierung, d. h. Durchströmen mit einem inerten Gas, vorzugsweise Stickstoff, von gelöstem Sauerstoff befreit werden. Es ist auch möglich, die Konzentration an gelöstem Sauerstoff durch Zugabe eines Reduktionsmittels zu vermindern. Bevorzugt ist eine Verminderung des Sauerstoffgehalts der Monomerlösung vor der Polymerisation auf weniger als 1 Gew.-ppm, besonders bevorzugt auf weniger als 0,5 Gew.-ppm.

**[0080]** Der Wassergehalt der Monomerlösung beträgt vorzugsweise weniger als 65 Gew.-%, bevorzugt weniger als 62 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 60 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt weniger als 58 Gew.-%.

**[0081]** Die Monomerlösung hat bei 20°C eine dynamische Viskosität von vorzugsweise 0,002 bis 0,02 Pa·s, besonders bevorzugt von 0,004 bis 0,015 Pa·s und ganz besonders bevorzugt von 0,005 bis 0,01 Pa·s. Mit steigender dynamischer Viskosität steigt der mittlere Tropfendurchmesser bei der Tropfenerzeugung.

**[0082]** Die Monomerlösung hat bei 20°C eine Dichte von vorzugsweise 1 bis 1,3 g/cm<sup>3</sup>, besonders bevorzugt 1,05 bis 1,25 g/cm<sup>3</sup> und ganz besonders bevorzugt 1,1 bis 1,2 g/cm<sup>3</sup>.

**[0083]** Die Monomerlösung hat bei 20°C eine Oberflächenspannung von 0,02 bis 0,06 N/m, besonders bevorzugt 0,03 bis 0,05 N/m und ganz besonders bevorzugt 0,035 bis 0,045 N/m. Mit steigender Oberflächenspannung steigt der mittlere Tropfendurchmesser bei der Tropfenerzeugung.

#### Polymerisation

**[0084]** Die Herstellung der Superabsorber erfolgt typischerweise durch Polymerisation einer wässrigen Monomerlösung und gegebenenfalls einer anschließenden Zerkleinerung des Hydrogels. Geeignete Verfahren sind in der Literatur beschrieben. Die Herstellung von Superabsorbent erfolgt beispielsweise durch

- Gelpolymerisation im Batch-Verfahren bzw. Rohrreaktor und anschließender Zerkleinerung im Fleischwolf, Extruder oder Knetter, beispielsweise gemäß EP 445 619 A2 und DE 19 846 413 A1,
- Polymerisation im Knetter, wobei durch beispielsweise gegenläufige Rührwellen kontinuierlich zerkleinert wird, beispielsweise gemäß WO 01/38 402 A1,
- Polymerisation auf dem Band und anschließende Zerkleinerung im Fleischwolf, Extruder oder Knetter, beispielsweise gemäß EP 955 086 A2, DE 38 25 366 A1 oder US-6,241,928,
- Emulsionspolymerisation, wobei Perlpolymerisate relativ enger Gelgrößenverteilung anfallen, beispielsweise gemäß EP 457 660 A1,
- Polymerisation von Monomertröpfchen in einer umgebenden erwärmten Gasphase, beispielsweise unter Anwendung eines Systems gemäß WO 2008/040715 A2, WO 2008/052971 A1, WO 2008/069639 A1 und WO 2008/086976 A1, WO 2014/079694, WO 2015/028327, WO 2015/028158.

**[0085]** Auf die genannten Schriften wird hier wegen Einzelheiten der Verfahrensführung ausdrücklich Bezug genommen. Dabei erfolgt die Reaktion bevorzugt als Emulsionspolymerisation im Falle des schnellen Superabsorbers oder als Tröpfchenpolymerisation der Monomerlösung im Falle des zweiten Superabsorbers.

**[0086]** Die Herstellung schneller Superabsorber im Sinne dieser Erfindung erfolgt bevorzugt nach dem Verfahren der Emulsionspolymerisation. Bei der auch als Suspensionspolymerisation oder Umkehrsuspensionspolymerisation bezeichneten Emulsionspolymerisation handelt es sich um ein Verfahren, bei dem man die wässrige Monomerlösung in einer kontinuierlichen, mit Wasser nicht mischbaren Phase, üblicherweise einem zum Typ des Kohlenwasserstoffs gehörenden Lösungsmittel fein dispers verteilt und in diesem dispersen Zustand polymerisiert. Zur Stabilisierung der Dispersion versetzt man mit einem Stabilisator, in der Regel einem Tensid und/oder Feinstteilchen eines anorganischen, üblicherweise hydrophoben Feststoffs wie hydrophobierter Kieselsäure. Dieses Verfahren liefert Gelpartikel einer ziemlich einheitlichen Teilchengröße, die sich zudem ohne weiteres über die Einstellung der Mechanik der Polymerisationssuspension steuern lässt. Und zwar am einfachsten jedoch nicht ausschließlich durch Justieren der Rührgeschwindigkeit bei der Polymerisation. Bei der Emulsionspolymerisation sind selten Mahl- oder Klassifizierungsschritte erforderlich. Bei den zunächst hergestellten Teilchen handelt es sich jedoch um Gelteilchen, enthalten sie doch das ganze Wasser aus der Monomerlösung, die genauso getrocknet werden müssen, wie die anfänglichen Gelprodukte aus Lösungs-polymerisationsverfahren. Die Herstellung ziemlich kleiner Teilchen und deren Agglomeration zu Agglomeraten, wie es beispielsweise in PCT/EP2016/053317 offenbart wird, oder die Herstellung poröser Partikel durch Öl-in-Wasser-in-Öl-Polymerisation, wobei die dispergierten wässrigphasigen Monomertröpfchen organischphasige Mikrotröpfchen enthalten, die bei der Polymerisation verdampfen oder trocknen und Poren in den Partikeln

hinterlassen, oder sonstige bekannte Verfahren zur Vergrößerung der spezifischen Oberfläche führen allesamt zu ziemlich "schnellen" Superabsorbieren. Emulsionspolymerisationsverfahren zur Herstellung von Superabsorbieren und danach hergestellte Superabsorber sind bekannt.

**[0087]** Die so hergestellten trockenen superabsorbierenden Polymerisate sind typischerweise als "Grundpolymere" bekannt und werden anschließend bevorzugt oberflächlich nachvernetzt. Das Oberflächennachvernetzen kann auf übliche Art und Weise unter Einsatz getrockneter, gemahlener und klassifizierter Polymerteilchen geschehen. Für das Oberflächennachvernetzen werden auf der Oberfläche der nachstehend beschriebenen Grundpolymerteilchen Verbindungen, die durch Vernetzung in der Lage sind, mit den funktionellen Gruppen des Grundpolymers Reaktionen einzugehen, üblicherweise in Form einer Lösung aufgebracht.

**[0088]** Durch Suspensionspolymerisation hergestellte wasserabsorbierende Polymerteilchen verfügen über eine Zentrifugenretentionskapazität (CRC) von 15 bis 35 g/g, bevorzugt 20 bis 34 g/g, besonders bevorzugt 22 bis 33 g/g.

**[0089]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen verfügen über eine Absorption unter hoher Last von 49,2 g/cm<sup>2</sup> (AUHL) von 18 bis 30 g/g, bevorzugt 19 bis 28 g/g, besonders bevorzugt 20 bis 26 g/g.

**[0090]** Die scheinbare Schüttdichte (ABD) der wasserabsorbierenden Teilchen beträgt weniger als 0,7, bevorzugt weniger als 0,6, besonders bevorzugt weniger als 0,5.

**[0091]** Ein weiterhin geeignetes Verfahren zur Herstellung schneller Superabsorber im Sinne dieser Erfindung ist die Agglomeration von Superabsorberfeinteilchen, einem aus der Superabsorberherstellung abgetrennten Anteil von absorbierenden Teilchen mit einer Teilchengröße von weniger als 150 µm und deren Agglomeration zu Agglomeraten. Auch die Agglomerate kann man an der Oberfläche nachvernetzen.

**[0092]** Durch Agglomeration von Superabsorberfeinteilchen hergestellte wasserabsorbierende Polymerteilchen verfügen über eine Zentrifugenretentionskapazität (CRC) von 15 bis 30 g/g, bevorzugt 16 bis 23 g/g.

**[0093]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen verfügen über eine Absorption unter hoher Last von 49,2 g/cm<sup>2</sup> (AUHL) von 15 bis 25 g/g, bevorzugt 16 bis 22 g/g.

**[0094]** Die scheinbare Schüttdichte (ABD) der wasserabsorbierenden Teilchen, wie sie beispielsweise durch Agglomeration hergestellt werden, beträgt weniger als 0,6, bevorzugt weniger als 0,5.

**[0095]** Bevorzugt erfolgt die Herstellung des zweiten Superabsorbers durch Polymerisation von Tröpfchen des Monomers in einer umgebenden erwärmten Gasphase, beispielsweise unter Anwendung eines Systems gemäß WO 2008/040715 A2, WO 2008/052971 A1, WO 2008/069639 A1 und WO 2008/086976 A1, WO 2014/079694, WO 2015/028327, WO 2015/028158.

**[0096]** Die Tropfenerzeugung erfolgt bevorzugt mittels einer Vertropferplatte. Eine Vertropferplatte ist eine Platte mit einer Vielzahl von Bohrungen, wobei die Flüssigkeit von oben durch die Bohrungen tritt. Die Vertropferplatte bzw. die Flüssigkeit kann in Schwingungen versetzt werden, wodurch an der Unterseite der Vertropferplatte je Bohrung eine idealerweise monodisperse Tropfenkette erzeugt wird. Nach einer bevorzugten Ausführungsform wird die Vertropferplatte nicht angeregt.

**[0097]** Es ist auch möglich, zwei und mehr Vertropferplatten mit verschiedenem Durchmesser der Bohrung anzuwenden, so dass eine Spanne erwünschter Teilchengrößen hergestellt werden kann. Bevorzugt weist jede Vertropferplatte nur einen Bohrungsdurchmesser auf, jedoch sind gemischte Bohrungsdurchmesser in einer Platte auch möglich.

**[0098]** Die Anzahl und die Größe der Bohrungen werden gemäß der gewünschten Kapazität und Tropfengröße ausgewählt. Der Tropfendurchmesser beträgt dabei typischerweise das 1,9-fache des Durchmessers der Bohrung. Wichtig ist hierbei, dass die zu vertropfende Flüssigkeit nicht zu schnell durch die Bohrung tritt bzw. der Druckverlust über die Bohrung nicht zu groß ist. Ansonsten wird die Flüssigkeit nicht vertropft, sondern der Flüssigkeitsstrahl wird infolge der hohen kinetischen Energie zerrissen versprüht). Nach einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung liegt der Druckverlust bei 4 bis 5 bar. Die Reynoldszahl bezogen auf den Durchsatz pro Bohrung und den Bohrungsdurchmesser ist vorzugsweise kleiner 2000, bevorzugt kleiner 1600, besonders bevorzugt kleiner 1400 und ganz besonders bevorzugt kleiner 1200.

**[0099]** Die Unterseite der Vertropferplatte weist wenigstens bereichsweise gegenüber Wasser einen Kontaktwinkel von vorzugsweise mindestens 60°, besonders bevorzugt mindestens 75° und ganz besonders bevorzugt mindestens 90° auf. Dabei ist der Kontaktwinkel ein Maß für das Benetzungsverhalten einer Flüssigkeit, insbesondere Wasser, gegenüber einer Oberfläche und kann mit üblichen Methoden bestimmt werden, beispielsweise gemäß ASTM D 5725. Ein niedriger Kontaktwinkel bedeutet eine gute und ein hoher Kontaktwinkel eine schlechte Benetzung.

**[0100]** Es ist aber auch möglich, dass die Vertropferplatte aus einem Material mit einem niedrigeren Kontaktwinkel gegenüber Wasser besteht, beispielsweise einem Stahl mit der Werkstoffnummer 1.4571, und mit einem Material mit einem größeren Kontaktwinkel gegenüber Wasser beschichtet wird. Geeignete Beschichtungen sind beispielsweise fluorhaltige Polymere, wie Perfluoralkoxyethylen, Polytetrafluorethylen, Ethylen-Chlortrifluorethylen-Copolymere, Ethylen-Tetrafluorethylen-Copolymere sowie fluoriertes Polyethylen.

**[0101]** Die Beschichtungen können auch als Dispersion auf das Substrat aufgebracht werden, wobei das Lösungsmittel anschließend verdampft und die Beschichtung einer Wärmebehandlung unterzogen wird. Für Polytetrafluorethylen wird dies beispielsweise in US-3,243,321 beschrieben.

**[0102]** Weitere Beschichtungsverfahren finden sich unter dem Stichwort "Thin Films" in der elektronischen Fassung von "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry" (Aktualisierte sechste Ausgabe, 2000 Electronic Release).

**[0103]** Die Beschichtungen können aber auch in einer durch chemische Vernickelung ausgeführte Nickelschicht integriert sein. Infolge der schlechten Benetzbarkeit der Verteilerplatte werden monodisperse Tropfen mit enger Tropfengrößenverteilung erhalten.

**[0104]** Die Vertropferplatte verfügt über bevorzugt mindestens 5, besonders bevorzugt mindestens 25, ganz besonders bevorzugt mindestens 50 und bevorzugt bis zu 2000, besonders bevorzugt bis zu 1500 Bohrungen, ganz besonders bevorzugt bis zu 1000.

**[0105]** Der Durchmesser der Bohrungen wird an die gewünschte Tropfengröße angepasst. Der Abstand der Bohrungen liegt üblicherweise bei 2 bis 50 mm, bevorzugt bei 3 bis 40 mm, besonders bevorzugt bei 4 bis 30 mm und ganz besonders bevorzugt bei 5 bis 25 mm. Bei kleineren Abständen der Bohrungen kann es zu Agglomerationen der polymerisierenden Tröpfchen kommen.

**[0106]** Der Durchmesser der Bohrungsgrößenfläche liegt bei 1900 bis 22300  $\mu\text{m}^2$ , besonders bevorzugt bei 7800 bis 20100  $\mu\text{m}^2$  und ganz besonders bevorzugt bei 11300 bis 17700  $\mu\text{m}^2$ . Bevorzugt sind kreisförmige Bohrungen mit einer Bohrungsgröße von 50 bis 170  $\mu\text{m}$ , besonders bevorzugt von 100 bis 160  $\mu\text{m}$  und ganz besonders bevorzugt von 120 bis 150  $\mu\text{m}$ .

**[0107]** Zur Optimierung des durchschnittlichen Teilchendurchmessers können Vertropferplatten mit verschiedenen Bohrungsdurchmessern zur Anwendung kommen. Variieren kann man mit verschiedenen Bohrungen bei einer Platte oder durch Anwendungen verschiedener Platten, die jeweils einen anderen Bohrungsdurchmesser aufweisen. Die Teilchengrößen können im Mittel monomodal, bimodal oder multimodal verteilt sein. Die Verteilung ist ganz besonders bevorzugt monomodal oder bimodal.

**[0108]** Die Temperatur der Monomerlösung beim Durchlaufen der Bohrung liegt bevorzugt bei 5 bis 80°C, besonders bevorzugt bei 10 bis 70°C und ganz besonders bevorzugt bei 30 bis 60°C.

**[0109]** Die Reaktionszone wird von einem Trägergas durchströmt. Dabei kann das Trägergas im Gleichstrom zu den freifallenden Tropfen der Monomerlösung durch die Reaktionszone geführt werden, d. h. von oben nach unten. Vorzugsweise wird das Trägergas nach einem Durchgang wenigstens teilweise, bevorzugt zu mindestens 50%, besonders bevorzugt zu mindestens 75%, als Kreisgas in die Reaktionszone zurückgeführt. Typischerweise wird eine Teilmenge des Trägergases nach jedem Durchgang ausgeschleust, vorzugsweise bis zu 10%, besonders bevorzugt bis zu 3% und ganz besonders bevorzugt bis zu 1%.

**[0110]** Der Sauerstoffgehalt des Trägergases liegt bevorzugt bei 0,1 bis 25 Vol.-%, besonders bevorzugt bei 1 bis 10 Vol.-% und ganz besonders bevorzugt bei 2 bis 7 Gew.-%. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist es aber auch möglich, ein sauerstofffreies Trägergas zu verwenden. Neben Sauerstoff enthält das Trägergas vorzugsweise Stickstoff. Der Stickstoffgehalt des Gases liegt bevorzugt bei 80 Vol.-%, besonders bevorzugt bei mindestens 90 Vol.-% und ganz besonders bevorzugt bei mindestens 95 Vol.-%. Weitere mögliche Trä-

gergase sind Kohlendioxid, Argon, Xenon, Krypton, Neon, Helium und Schwefelhexafluorid. Auch eignen sich alle Trägergasmischungen. Das Trägergas kann auch mit Wasserdampf und/oder Acrylsäuredämpfen beladen werden.

**[0111]** Die Gasgeschwindigkeit wird vorzugsweise so eingestellt, dass die Strömung in der Reaktionszone (5) gerichtet ist, beispielsweise liegen keine der allgemeinen Strömungsrichtung entgegengesetzte Konvektionswirbel vor, und liegt vorzugsweise bei 0,1 bis 2,5 m/s, bevorzugt bei 0,3 bis 1,5 m/s, besonders bevorzugt bei 0,5 bis 1,2 m/s und ganz besonders bevorzugt bei 0,7 bis 0,9 m/s.

**[0112]** Die Gaseintrittstemperatur, d. h. die Temperatur mit der das Trägergas in die Reaktionszone eintritt, liegt vorzugsweise bei 160 bis 200°C, bevorzugt bei 165 bis 195°C, besonders bevorzugt bei 170 bis 190°C und ganz besonders bevorzugt bei 175 bis 185°C.

**[0113]** Das in die Reaktionszone eintretende Gas verfügt bevorzugt über einen Wasserdampfgehalt von 0,01 bis 0,15 kg pro kg trockenes Gas, besonders bevorzugt von 0,02 bis 0,12 kg pro kg trockenes Gas und besonders bevorzugt von 0,03 bis 0,10 kg pro kg trockenes Gas.

**[0114]** Die Gaseintrittstemperatur wird so geregelt, dass die Gasaustrittstemperatur, d. h. die Temperatur mit der das Gas die Reaktionszone wieder verlässt, bei weniger als 150°C, vorzugsweise bei 90 bis 140°C, bevorzugt bei 100 bis 130°C, besonders bevorzugt bei 105 bis 125°C und ganz besonders bevorzugt bei 110 bis 120°C liegt.

**[0115]** Das die Reaktionszone verlassende Gas verfügt bevorzugt über einen Wasserdampfgehalt von 0,02 bis 0,30 kg pro kg trockenes Gas, besonders bevorzugt von 0,04 bis 0,28 kg pro kg trockenes Gas und ganz besonders bevorzugt von 0,05 bis 0,25 kg pro kg trockenes Gas.

**[0116]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen lassen sich drei Kategorien zuordnen: Wasserabsorbierende Polymerteilchen vom Typ 1 sind Teilchen mit genau einem Hohlraum, wasserabsorbierende Polymerteilchen vom Typ 2 sind Teilchen mit mehr als einem Hohlraum, und wasserabsorbierende Polymerteilchen vom Typ 3 sind massive Teilchen ohne sichtbaren Hohlraum. Zu nennen als Teilchen vom Typ 1 sind Hohlkugeln, als Teilchen vom Typ 2 geschlossenzellige Schwämme in Kugelform sowie als Teilchen vom Typ 3 Massivkugeln. Dabei werden Teilchen vom Typ 2 oder Typ 3 oder deren Mischungen mit wenigen oder keinen Teilchen vom Typ 1 bevorzugt.

**[0117]** Morphologisch lassen sich die wasserabsorbierenden Polymerteilchen über die Reaktionsbedingungen bei der Polymerisation einstellen. Die Herstellung von wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit einem hohen Anteil an Teilchen mit genau einem Hohlraum (Typ 1) kann unter Anwendung geringer Gasgeschwindigkeiten und hoher Gasaustrittstemperaturen erfolgen. Die Herstellung von wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit einem hohen Anteil an Teilchen mit genau einem Hohlraum (Typ 2) kann unter Anwendung hoher Gasgeschwindigkeiten und geringen Gasaustrittstemperaturen erfolgen.

**[0118]** Wasserabsorbierende Polymerteilchen ohne Hohlraum (Typ 3) und wasserabsorbierende Polymerteilchen mit mehr als einem Hohlraum (Typ 2) zeigen eine verbesserte mechanische Belastbarkeit im Vergleich zu wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit nur einem Hohlraum (Typ 1).

**[0119]** Als besonderen Vorteil haben runde Teilchen keine durch die Beanspruchungen bei der Windelfertigung leicht zerbrechliche Kanten, wobei es auch bezüglich dem Anschwellen in wässriger Lösung keine Bruchpunkte auf der Oberfläche gibt, die zum Verlust der mechanischen Belastbarkeit führen könnten.

**[0120]** Die Reaktion kann im Überdruck oder im Unterdruck erfolgen, dabei bevorzugt bei einem Unterdruck von 1 bis 100 mbar gegenüber dem Umgebungsdruck, besonders bevorzugt bei einem Unterdruck von 1,5 bis 50 mbar gegenüber dem Umgebungsdruck und ganz besonders bevorzugt bei einem Unterdruck von 2 bis 10 mbar gegenüber dem Umgebungsdruck. Das Reaktionsabgas, d. h. das die Reaktionszone verlassende Gas, kann in einem Wärmeaustauscher abgekühlt werden. Dabei kondensieren Wasser und nicht umgesetztes Monomer a). Danach kann das Reaktionsabgas zumindest teilweise wiederaufgewärmt und als Kreisgas in die Reaktionszone zurückgeführt werden. Ein Teil des Reaktionsabgases kann ausgeschleust und durch frisches Gas ersetzt werden, wobei im Reaktionsabgas enthaltenes Wasser und nicht umgesetztes Monomer a) abgetrennt und rückgeführt werden können.

**[0121]** Besonders bevorzugt ist der Wärmeverbund, d. h. ein Teil der Abwärme beim Abkühlen des Abgases wird zum Aufwärmen des Kreisgases genutzt.

**[0122]** Die Reaktoren können begleitbeheizt werden. Die Begleitheizung wird dabei so eingestellt, dass die Wandtemperatur mindestens 5°C oberhalb der Reaktorinnentemperatur liegt und die Kondensation an den Reaktorwänden zuverlässig vermieden wird.

#### Thermische Nachbehandlung

**[0123]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen können durch thermische Nachbehandlung auf den gewünschten Restmonomergehalt eingestellt werden.

**[0124]** Den Gehalt an Restmonomeren kann man ganz allgemein über eingestellte Verfahrensparameter, wie z. B. der Temperatur für die Nachbehandlung der wasserabsorbierenden Teilchen beeinflussen. Restmonomere lassen sich besser bei höheren Temperaturen und längeren Verweilzeiten entfernen. Hierbei ist wichtig, dass die wasserabsorbierenden Polymerteilchen nicht zu trocken sind. Bei zu trockenen Teilchen verringern sich die Restmonomere nur unwesentlich. Ein zu hoher Wassergehalt verstärkt die Verbackungsneigung der wasserabsorbierenden Polymerteilchen.

**[0125]** Die thermische Nachbehandlung kann im Wirbelbett erfolgen. Nach einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kommt ein internes Wirbelbett zur Anwendung. Unter einem internen Wirbelbett ist zu verstehen, dass sich das Produkt der Vertropfungspolymerisation in einen unterhalb der Reaktionszone befindlichen Wirbelbett sammelt.

**[0126]** Im fluidisierten Zustand übertrifft die kinetische Energie der Polymerteilchen das Kohäsions- bzw. Adhäsionspotential zwischen den Polymerteilchen.

**[0127]** Den fluidisierten Zustand kann man im Wirbelbett erzielen. Im Wirbelbett werden die wasserabsorbierenden Polymerteilchen von unten nach oben angeströmt, so dass die Teilchen ein Wirbelbett bilden. Dabei erfolgt die Einstellung der Höhe des Wirbelbetts durch Gasmenge und Gasgeschwindigkeit, d. h. über den Druckverlust des Wirbelbetts, der kinetischen Energie des Gases.

**[0128]** Die Geschwindigkeit der Gasströmung im Wirbelbett liegt bevorzugt bei 0,3 bis 2,5 m/s, besonders bevorzugt bei 0,4 bis 2,0 m/s und ganz besonders bevorzugt bei 0,5 bis 1,5 m/s.

**[0129]** Der Druckverlust über den Boden des internen Wirbelbetts liegt bevorzugt bei 1 bis 100 mbar, besonders bevorzugt bei 3 bis 50 mbar und ganz besonders bevorzugt bei 5 bis 25 mbar.

**[0130]** Der Feuchtigkeitsgehalt der wasserabsorbierenden Polymerteilchen gegen Ende der thermischen Nachbehandlung liegt vorzugsweise bei 1 bis 20 Gew.-%, bevorzugt bei 2 bis 15 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 3 bis 12 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt bei 5 bis 8 Gew.-%. Die Temperatur der wasserabsorbierenden Polymerteilchen bei der thermischen Nachbehandlung liegt bei 20 bis 140°C, bevorzugt bei 40 bis 110°C, besonders bevorzugt bei 50 bis 105°C und ganz besonders bevorzugt bei 60 bis 100°C.

**[0131]** Die Verweilzeit im internen Wirbelbett liegt im Mittel bei 10 bis 300 Minuten, bevorzugt bei 60 bis 270 Minuten, besonders bevorzugt bei 40 bis 250 Minuten und ganz besonders bevorzugt bei 120 bis 240 Minuten.

**[0132]** Über die Bedingungen im Wirbelbett kann man durch eine entsprechende Einstellung die Menge an Restmonomere der das Wirbelbett verlassenden wasserabsorbierenden Polymere reduzieren. Durch eine thermische Nachbehandlung unter Anwendung von zusätzlichem Wasserdampf lässt sich die Menge an Restmonomeren auf Gehalte kleiner 0,1 Gew.-% reduzieren.

**[0133]** Der Wasserdampfgehalt des Gases liegt bevorzugt bei 0,005 bis 0,25 kg pro kg trockenes Gas, besonders bevorzugt bei 0,01 bis 0,2 kg pro kg trockenes Gas und ganz besonders bevorzugt bei 0,02 bis 0,15 kg pro kg trockenes Gas.

**[0134]** Durch Anwendung von zusätzlichem Wasserdampf lassen sie die Verhältnisse im Wirbelbett so einstellen, dass die Menge an Restmonomeren der das Wirbelbett verlassenden wasserabsorbierenden Polymere bei 0,03 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise bei 0,05 bis 12 Gew.-%, bevorzugt bei 0,1 bis 10 Gew.-%, besonders

bevorzugt bei 0,15 bis 7,5 Gew.-%, ganz bevorzugt bei 0,2 bis 5 Gew.-% und noch stärker bevorzugt bei 0,25 bis 2,5 Gew.-% liegt.

**[0135]** Der Gehalt an Restmonomeren im wasserabsorbierenden Polymer hat einen bedeutenden Einfluss auf die Eigenschaften der später gebildeten an der Oberfläche nachvernetzten wasserabsorbierenden Polymerteilchen. D. h., dass sehr geringe Gehalte der Restmonomere zu vermeiden sind.

**[0136]** Bevorzugt erfolgt die thermische Nachbehandlung ganz oder zumindest teilweise in einem externen Wirbelbett. Dabei bewegen sich die Betriebsbedingungen für das externe Wirbelbett im Rahmen des oben für das interne Wirbelbett beschriebenen.

**[0137]** Alternativ dazu erfolgt die thermische Nachbehandlung vorzugsweise in einem externen Mischer mit gemischten Mischwerkzeugen beispielsweise gemäß WO 2011/117215 A1, bevorzugt Horizontalmischern, wie Schneckenmischer, Scheibenmischer, Schneckenbandmischern und Schaufelmischern. Geeignete Mischer sind beispielsweise Becker-Schauformischer (Gebr. Lödige Maschinenbau GmbH; Paderborn; Deutschland), Nara-Schauformischer (NARA Machinery Europe; Frechen; Deutschland), Pflugschar<sup>®</sup>-Mischer (Gebr. Lödige Maschinenbau GmbH; Paderborn; Deutschland), Vrieco-Nauta-Kontinuemischer (Hosokawa Micron BV; Doetinchem; Niederlande), Processall Mixmill-Mischer (Processall Incorporated; Cincinnati; U.S.A.) und Ruberg-Durchflussmischer (Gebrüder Ruberg GmbH & Co KG, Nieheim, Deutschland). Ruberg-Durchflussmischer, Becker-Schauformischer und Pflugschar<sup>®</sup>-Mischer sind bevorzugt.

**[0138]** Die thermische Nachbehandlung kann in einem diskontinuierlichen externen Mischer oder in einem kontinuierlichen externen Mischer erfolgen.

**[0139]** Die im diskontinuierlichen externen Mischer einzusetzende Gasmenge liegt bevorzugt bei 0,01 bis 5 Nm<sup>3</sup>/h, besonders bevorzugt bei 0,05 bis 2 Nm<sup>3</sup>/h und ganz besonders bevorzugt bei 0,1 bis 0,5 Nm<sup>3</sup>/h, jeweils bezogen auf kg wasserabsorbierende Polymerteilchen.

**[0140]** Die im kontinuierlichen externen Mischer einzusetzende Gasmenge liegt bevorzugt bei 0,01 bis 5 Nm<sup>3</sup>/h, besonders bevorzugt bei 0,05 bis 2 Nm<sup>3</sup>/h und ganz besonders bevorzugt bei 0,1 bis 0,5 Nm<sup>3</sup>/h, jeweils bezogen auf kg wasserabsorbierende Polymerteilchen.

**[0141]** Bei den weiteren Bestandteilen des Gases handelt es sich bevorzugt um Stickstoff, Kohlendioxid, Argon, Xenon, Krypton, Neon, Helium, Luft oder Luft/Stickstoff-Mischungen, besonders bevorzugt um Stickstoff oder Luft/Stickstoff-Mischungen mit weniger als 10 Vol.-% Sauerstoff. Sauerstoff kann zu Verfärbungen führen.

**[0142]** Morphologisch lassen sich die wasserabsorbierenden Polymerteilchen über die Reaktionsbedingungen bei der thermischen Nachbehandlung einstellen. Die Herstellung von wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit einem hohen Anteil an Teilchen mit genau einem Hohlraum Typ 1) kann unter Anwendung hoher Produkttemperaturen und kurzer Verweilzeiten erfolgen. Die Herstellung von wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit einem hohen Anteil an Teilchen mit mehr als einem Hohlraum Typ 2) kann unter Anwendung geringerer Produkttemperaturen und langer Verweilzeiten erfolgen.

#### Oberflächennachvernetzung

**[0143]** Polymerteilchen können zur weiteren Verbesserung der Eigenschaften oberflächlich nachvernetzt werden.

**[0144]** Oberflächennachvernetzer sind Verbindungen, die Gruppen enthalten, die mit den Carboxylatgruppen der Polymerteilchen mindestens zwei kovalente Bindungen bilden können. Geeignete Verbindungen sind beispielsweise polyfunktionelle Amine, polyfunktionelle Amidoamine, polyfunktionelle Epoxide wie in EP 0 083 022 A2, EP 0 543 303 A1 und EP 0 937 736 A2 beschrieben, di- oder polyfunktionelle Alkohole wie in DE 33 14 019 A1, DE 35 23 617 A1 und EP 0 450 922 A2 beschrieben oder  $\beta$ -Hydroxyalkylamide wie in DE 102 04 938 A1 und US 6,239,230 beschrieben. Auch Ethylenoxid, Aziridin, Glycidol, Oxetan und dessen Derivate kommen in Betracht.

**[0145]** Polyvinylamin, Polyamidoamine und Polyvinylalkohole sind Beispiele für multifunktionelle polymere Oberflächennachvernetzer.

**[0146]** Des Weiteren sind in DE 40 20 780 C1 Alkylencarbonate, in DE 198 07 502 A1 1,3-Oxazolidin-2-on und dessen Derivate wie 2-Hydroxyethyl-1,3-oxazolidin-2-on, in DE 198 07 992 C1 Bis- und Poly-1,3-oxazolidin-2-one, in EP 0 999 238 A1 Bis- und Poly-1,3-oxazolidine, in DE 198 54 573 A1 2-Oxotetrahydro-1,3-oxazin und dessen Derivate, in DE 198 54 574 A1 N-Acyl-1,3-oxazolidin-2-one, in DE 102 04 937 A1 cyclische Harnstoffe, in DE 103 34 584 A1 bicyclische Amidacetale, in EP 1 199 327 A2 Oxetane und cyclische Harnstoffe und in WO 2003/31482 A1 Morpholin-2,3-dion und dessen Derivate als geeignete Oberflächennachvernetzer beschrieben.

**[0147]** Des Weiteren ist es auch möglich, zusätzliche polymerisierbare ethylenisch ungesättigte Gruppen enthaltende Oberflächennachvernetzer, z. B. 1,3,2-Dioxathiolan, einzusetzen, wie z. B. in DE 37 13 601 A1 beschrieben.

**[0148]** Der mindestens eine Oberflächennachvernetzer wird ausgewählt aus Alkylencarbonaten, 1,3-Oxazolidin-2-onen, Bis- und Poly-1,3-oxazolidin-2-onen, Bis- und Poly-1,3-oxazolidinen, 2-Oxotetrahydro-1,3-oxazinen, N-Acyl-1,3-oxazolidin-2-onen, cyclischen Harnstoffen, bicyclischen Amidacetalen, Oxetanen und Morpholin-2,3-dionen. Geeignete Oberflächennachvernetzer sind Ethylencarbonat, 3-Methyl-1,3-oxazolidin-2-on, 3-Methyl-3-oxethanmethanol, 1,3-Oxazolidin-2-on, 3-(2-Hydroxyethyl)-1,3-oxazolidin-2-on, 1,3-Diخان-2-on oder eine Mischung davon.

**[0149]** In Betracht kommen aber auch alle geeigneten Mischungen von Oberflächennachvernetzern. Besonders günstig ist der Einsatz von Mischungen aus 1,3-Dioxolan-2-on (Ethylencarbonat) und 1,3-Oxazolidin-2-onen. Derartige Mischungen sind durch Mischen und teilweiser Umsetzung von 1,3-Diخان-2-on (Ethylencarbonat) mit dem entsprechenden 2-Aminoalkohol (z. B. 2-Aminoethanol) erhältlich und können noch Ethylenglykol aus der Umsetzung enthalten.

**[0150]** Vorzugsweise wird mindestens ein Alkylencarbonat als Oberflächennachvernetzer eingesetzt. Geeignete Alkylencarbonate sind 1,3-Diخان-2-on (Ethylencarbonat), 4-Methyl-1,3-dioxolan-2-on (Propylencarbonat), 4,5-Dimethyl-1,3-dioxolan-2-on, 4,4-Dimethyl-1,3-dioxolan-2-on, 4-Ethyl-1,3-dioxolan-2-on, 4-Hydroxymethyl-1,3-dioxolan-2-on (Glycerincarbonat), 1,3-Dioxan-2-on (Trimethylencarbonat), 4-Methyl-1,3-dioxan-2-on, 4,6-Dimethyl-1,3-dioxan-2-on und 1,3-Dioxepan-2-on, bevorzugt 1,3-Dioxolan-2-on (Ethylencarbonat) und 1,3-Diخان-2-on (Trimethylencarbonat), ganz besonders bevorzugt 1,3-Dioxolan-2-on (Ethylencarbonat).

**[0151]** Die Menge an Oberflächennachvernetzer liegt bevorzugt bei 0,1 bis 10 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 0,5 bis 7,5 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt bei 1 bis 5 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Polymer.

**[0152]** Der Gehalt an Restmonomeren in den wasserabsorbierenden Polymerteilchen vor der Beschichtung mit dem Oberflächennachvernetzer liegt im Bereich von 0,03 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise bei 0,05 bis 12 Gew.-%, bevorzugt bei 0,1 bis 10 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 0,15 bis 7,5 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt bei 0,2 bis 5 Gew.-% und äußerst bevorzugt bei 0,25 bis 2,5 Gew.-%.

**[0153]** Der Feuchtigkeitsgehalt der wasserabsorbierenden Polymerteilchen vor der thermischen Oberflächennachvernetzung liegt bevorzugt bei 1 bis 20 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 2 bis 15 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt bei 3 bis 10 Gew.-%.

**[0154]** Neben den Oberflächennachvernetzern können vor, während oder nach der thermischen Oberflächennachvernetzung auch polyvalente Kationen auf die Teilchenoberfläche aufgetragen werden.

**[0155]** Bei den im erfindungsgemäßen Verfahren einsetzbaren polyvalenten Kationen handelt es sich beispielsweise um divalente Kationen wie die Kationen des Zinks, des Magnesiums, des Kalziums, des Eisens und des Strontiums, um trivalente Kationen wie die Kationen des Aluminiums, des Eisens, des Chroms, der seltenen Erden und des Mangans, um tetravalente Kationen wie die Kationen des Titans und des Zirkoniums sowie um deren Mischungen. Mögliche Gegenionen sind Chlorid, Bromid, Sulfat, Hydrogensulfat, Methansulfat, Carbonat, Hydrogencarbonat, Nitrat, Hydroxid, Phosphat, Hydrogenphosphat, Dihydrogenphosphat, Glykophosphat und Carboxylat, wie Acetat, Glykolat, Tatrat, Formiat, Propionat, 3-Hydroxypropionat, Lactamid und Lactat, sowie deren Mischungen. Bevorzugt sind Aluminiumsulfat, Aluminiumacetat und Aluminiumlactat. Besonders bevorzugt ist Aluminiumlactat. Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren kann man in Kombination mit dem Einsatz von Aluminiumlactat wasserabsorbierende Polymerteilchen mit einer äußerst hohen Gesamtlüssigkeitsaufnahme bei niedrigeren zentrifugen Retentionskapazitäten (CRC) herstellen.



**[0156]** Außer Metallsalze kann man auch Polyamine und/oder polymere Amine als polyvalente Kationen einsetzen. Neben sämtlichen Mischungen der Metallsalze und/oder der Polyamine, wie oben aufgeführt, ist es auch möglich ein einziges Metallsalz einzusetzen.

**[0157]** Bevorzugte polyvalente Kationen und entsprechende Anionen sind in WO 2012/045705 A1 offenbart und werden ausdrücklich durch Bezugnahme hier inkorporiert. Bevorzugte Polyvinylamine sind in WO 2004/024816 A1 offenbart und werden hier ausdrücklich durch Bezugnahme inkorporiert.

**[0158]** Die Einsatzmenge an polyvalentem Kation liegt beispielsweise bei 0,001 bis 1,5 Gew.-%, bevorzugt bei 0,005 bis 1 Gew.-% und besonders bevorzugt bei 0,02 bis 0,8 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Polymer.

**[0159]** Der Zusatz des polyvalenten Metallkations kann von, nach oder gleichzeitig mit der Oberflächennachvernetzung erfolgen. Gemäß der angewendeten Formulierung und den angewendeten Betriebsbedingungen ist es möglich, eine homogene Oberflächenbeschichtung und Verteilung des polyvalenten Kations oder eine inhomogene, charakteristisch fleckige Beschichtung zu erhalten. Beide Beschichtungstypen und alle ihre Mischformen eignen sich zur Anwendung im Rahmen der vorliegenden Erfindung.

**[0160]** Die Oberflächennachvernetzung wird typischerweise derart durchgeführt, dass das Hydrogel oder die trockenen Polymerteilchen mit einer Lösung des Oberflächennachvernetzers besprüht werden. Nach dem Besprühen werden die mit dem Oberflächennachvernetzer beschichteten Polymerteilchen thermogetrocknet und abgekühlt.

**[0161]** Das Aufsprühen einer Lösung des Oberflächennachvernetzers erfolgt bevorzugt in Mischern mit bewegten Mischwerkzeugen, wie Schneckenmischern, Scheibenmischern und Schaufelmischern. Geeignete Mischer sind beispielsweise vertikale Schugi Flexomix<sup>®</sup>-Mischer (Hosokawa Micron BV; Doetinchem; Niederlande), Mischer des Typs Turbolizers<sup>®</sup> (Hosokawa Micron BV; Doetinchem; Niederlande), horizontale Pflugschar<sup>®</sup>-Mischer (Gebr. Lödige Maschinenbau GmbH; Paderborn; Deutschland), Vrieco-Nauta-Kontinuemischer (Hosokawa Micron BV; Doetinchem; Niederlande), Processall Mixmill-Mischer (Processall Incorporated; Cincinnati; U.S.A.) und Ruberg-Durchflussmischer (Gebrüder Ruberg GmbH & Co KG, Nieheim, Deutschland). Ruberg-Durchflussmischer und horizontale Pflugschar<sup>®</sup>-Mischer sind bevorzugt. Die Oberflächennachvernetzerlösung kann auch in ein Wirbelbett eingesprüht werden.

**[0162]** Das Aufsprühen der Oberflächennachvernetzerlösung auf die wasserabsorbierenden Polymerteilchen kann auch während der thermischen Nachbehandlung erfolgen. Dabei kann die Zugabe des Oberflächennachvernetzers in einer Portion oder in mehreren Portionen entlang der Achse des Mixers erfolgen, in dem die thermische Nachbehandlung durchgeführt wird. Nach einer Ausführungsform erfolgt die Zugabe des Oberflächennachvernetzers bevorzugt gegen Ende der thermischen Nachbehandlung. Als besonderer Vorteil für die Zugabe der Oberflächennachvernetzerlösung bei der thermischen Nachbehandlung entfällt oder verringert sich der technische Aufwand für einen separaten Oberflächennachvernetzerzugabemischer.

**[0163]** Die Oberflächennachvernetzer werden typischerweise als wässrige Lösung eingesetzt. Durch Zusatz nichtwässriger Lösungsmittel lässt sich die Oberflächenbenetzung verbessern und die Eindringtiefe des Oberflächennachvernetzers in die Polymerteilchen einstellen.

**[0164]** Die thermische Oberflächennachvernetzung erfolgt bevorzugt in Kontakttrocknern, besonders bevorzugt Schaufeltrocknern, ganz besonders bevorzugt Scheibentrocknern. Geeignete Trockner sind beispielsweise horizontale Schaufeltrockner des Typs Bepex<sup>®</sup> von Hosokawa (Hosokawa Micron GmbH; Leingarten; Deutschland), Scheibentrockner des Typs Bepex<sup>®</sup> von Hosokawa (Hosokawa Micron GmbH; Leingarten; Deutschland), Trockner des Typs Holo-Flite<sup>®</sup> (Metso Minerals Industries Inc.; Danville; U.S.A.) und Nara-Schaufeltrockner (NARA Machinery Europe; Frechen; Deutschland). Es ist zudem auch möglich, Wirbelschichttrockner zu verwenden. Bei Letzterem lassen sich die Reaktionsdauern gegenüber anderen Ausführungsformen verkürzen.

**[0165]** Kommt ein Horizontaltrockner zur Anwendung, ist es oft vorteilhaft, den Trockner gegenüber der Erdoberfläche mit einem Neigungswinkel aufzustellen, um eine entsprechende Produktströmung durch den Trockner hindurch zu ermöglichen. Dabei kann der Winkel fest oder justierbar sein, wobei er typischerweise bei zwischen 0 bis 10 Grad, bevorzugt 1 bis 6 Grad und ganz besonders bevorzugt 2 bis 4 Grad liegt.

**[0166]** Einsetzbar ist auch ein Kontakttrockner mit zwei verschiedenen Heizzonen in einem Apparat. Beispielsweise sind Nara-Schaufeltrockner erhältlich, die über nur eine erhitzte Zone oder alternativ zwei erhitzte Zo-

nen verfügen. Der Vorteil bei der Anwendung eines Trockners mit zwei und mehr erhitzten Zonen besteht in der Kombinationsmöglichkeit verschiedener Phasen der thermischen Nachbehandlung und/oder der Oberflächennachvernetzung.

**[0167]** Infrage kommt auch ein Kontaktrockner mit einer heißen ersten Heizzone mit anschließender Temperaturhaltezone im gleichen Trockner. Dieser Aufbau ermöglicht ein schnelles Ansteigen der Produkttemperatur und ein Verdampfen der überschüssigen Flüssigkeit in der ersten Heizzone, wohingegen im Rest des Trockners die Produkttemperatur nur noch stabil gehalten wird, um die Reaktion zu vervollständigen.

**[0168]** Infrage kommt auch ein Kontaktrockner mit einer warmen ersten Heizzone mit einer anschließenden heißen Heizzone. In der ersten warmen Zone wird die thermische Nachbehandlung bewirkt oder vervollständigt, während die Oberflächennachvernetzung in der anschließenden heißen Zone stattfindet.

**[0169]** Typischerweise kommt ein Schaufelerhitzer mit nur einer Temperaturzone zur Anwendung.

**[0170]** Der Fachmann wird entsprechend den erwünschten Fertigprodukteigenschaften und den sich aus der Polymerisation ergebenden Grundpolymereigenschaften einen dieser Aufbauten wählen.

**[0171]** Die thermische Oberflächennachvernetzung kann im Mischer selbst erfolgen, durch Beheizung des Mantels oder durch Einblasen von Warmluft oder Dampf. Ebenso geeignet ist ein nachgeschalteter Trockner, wie beispielsweise ein Hordentrockner, ein Drehrohrofen oder eine beheizbare Schnecke. Besonders vorteilhaft wird in einem Wirbelschichtrockner gemischt und getrocknet.

**[0172]** Bevorzugte Oberflächennachvernetzungstemperaturen liegen üblicherweise im Bereich von 100–195°C, meistens im Bereich von 100 bis 180°C, bevorzugt von 120 bis 170°C, besonders bevorzugt von 130 bis 165°C und ganz besonders bevorzugt von 140 bis 160°C. Die bevorzugte Verweilzeit bei dieser Temperatur im Reaktionsmischer oder Trockner beträgt vorzugsweise mindestens 5 Minuten, besonders bevorzugt mindestens 20 Minuten, ganz besonders bevorzugt mindestens 40 Minuten und typischerweise höchstens 120 Minuten.

**[0173]** Bevorzugt werden die Polymerteilchen nach thermischer Oberflächennachvernetzung gekühlt. Die Kühlung erfolgt bevorzugt in Kontaktkühlern, besonders bevorzugt Schaufelkühlern, ganz besonders bevorzugt Scheibenkühlern. Geeignete Kühler sind beispielsweise horizontale Schaufelkühler des Typs Bepex® von Hosokawa (Hosokawa Micron GmbH; Leingarten; Deutschland), Scheibenkühler des Typs Bepex® von Hosokawa (Hosokawa Micron GmbH; Leingarten; Deutschland), Kühler des Typs Holo-Flite® (Metso Minerals Industries Inc.; Danville; U.S.A.) und Nara-Schaufelkühler (NARA Machinery Europe; Frechen; Deutschland). Überdies können auch Wirbelschichtkühler eingesetzt werden.

**[0174]** Im Kühler werden die Polymerteilchen auf Temperaturen im Bereich von 20 bis 150°C, bevorzugt von 40 bis 120°C, besonders bevorzugt von 60 bis 100°C und ganz besonders bevorzugt von 70 bis 90°C abgekühlt. Dabei wird insbesondere bei der Anwendung von Kontaktkühlern bevorzugt mit warmem Wasser gekühlt.

### Beschichtung

**[0175]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen können zur weiteren Verbesserung der Eigenschaften beschichtet und/oder optional nachbefeuchtet werden. Zur Beschichtung der wasserabsorbierenden Polymerteilchen kann das für die thermische Nachbehandlung eingesetzte interne Wirbelbett, externe Wirbelbett und/oder externe Mischgerät und/oder ein separater Beschichter (Mischer) Anwendung finden. Ferner kann man zur Beschichtung bzw. Nachbefeuchtung der oberflächennachvernetzten wasserabsorbierenden Polymerteilchen auch den Kühler und/oder einen separaten Beschichter (Mischer) einsetzen. Geeignete Beschichtungen zur Einstellung des Akquisitionsverhaltens und zur Verbesserung der Permeabilität (SFC oder GBP) sind beispielsweise anorganische inerte Substanzen, wie wasserunlösliche Metallsalze, organische Polymere, kationische Polymere, anionische Polymere sowie polyvalente Metallkationen. Geeignete Beschichtungen zur Verbesserung der Farb-stabilität sind beispielsweise Reduktionsmittel, Chelatbildner und Antioxidantien. Geeignete Beschichtungen zur Staubbindung sind beispielsweise Polyole. Geeignete Beschichtungen gegen die unerwünschte Verbackungsneigung der Polymerteilchen sind beispielsweise pyrogene Kieselsäure, wie Aerosil® 200, und Tenside, wie Span® 20 und Plantacare® 818 UP. Bevorzugte Beschichtungen sind Aluminiumdihydroxymonoacetat, Aluminiumsulfat, Aluminiumlactat, Aluminium-3-hydroxypropionat, Zirkoniumacetat, Zirkonensäure oder ihre wasserlöslichen Salze, Di- und Monophosphorsäure oder deren wasserlöslichen Salze, Blancolen®, Brüggolite® FF7, Cublen®, Span® 20 und Plantacare® 818 UP.

**[0176]** Werden die obigen Säuren statt als freie Säuren in Form ihrer Salze eingesetzt, so sind die bevorzugten Salze Alkalimetall-, Erdalkalimetall-, Aluminium-, Zirkonium-, Titan-, Zink- und Ammoniumsalze.

**[0177]** Unter dem Handelsnamen Cublen® (Zschimmer & Schwarz Mohsdorf GmbH & Co KG; Burgstädt; Deutschland) sind die folgenden Säuren und/oder deren Alkalimetallsalze (bevorzugt Na- und K-Salze) erhältlich und eignen sich zur Anwendung im Rahmen der vorliegenden Erfindung, beispielsweise um dem fertigen Produkt eine Farbstabilität zu verleihen:

1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure, Amino-tris(methylenphosphonsäure), Ethylendiamintetra(methylenphosphonsäure), Diethylentriamin-penta(methylenphosphonsäure), Hexamethyldiamin-tetra(methylenphosphonsäure), Hydroxyethyl-aminodi(methylenphosphonsäure), 2-Phosphonobutan-1,2,4-tricarbonsäure, Bis(hexamethylentriaminpenta(methylenphosphonsäure)). Ganz besonders bevorzugt werden 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure oder ihre Salze mit Natrium, Kalium oder Ammonium eingesetzt. Alle Mischungen der obigen Cublene® sind einsetzbar.

**[0178]** Alternativ dazu kann man alle der oben zum Einsatz in der Polymerisation beschriebenen Chelatbildner auf das fertige Produkt auftragen.

**[0179]** Geeignete anorganische inerte Substanzen sind Silikate wie Montmorillonit, Kaolinit und Talkum, Zeolite, Aktivkohlen, Polykieselsäuren, Magnesiumcarbonat, Kalziumcarbonat, Kalziumphosphat, Aluminiumphosphat, Bariumsulfat, Aluminiumoxid, Titandioxid und Eisen(II)oxid. Bevorzugt gelangen Polykieselsäuren zum Einsatz, die je nach Herstellungsart zwischen Fällungskieselsäuren und pyrogenen Kieselsäuren unterschieden werden. Beide Varianten sind unter den Namen Silica FK, Sipernat®, Wessalon® (Fällungskieselsäuren) bzw. Aerosil® (pyrogene Kieselsäuren) kommerziell erhältlich. Die anorganischen inerten Substanzen können als Dispersion in einem wässrigen oder mit Wasser mischbaren Dispersionsmittel oder in Substanz eingesetzt werden.

**[0180]** Werden die wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit anorganischen inerten Substanzen beschichtet, so beträgt die Einsatzmenge der anorganischen inerten Substanzen bezogen auf die wasserabsorbierenden Polymerteilchen vorzugsweise von 0,05 bis 5 Gew.-%, besonders bevorzugt von 0,1 bis 1,5 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt von 0,3 bis 1 Gew.-%.

**[0181]** Geeignete organische Polymere sind Polyalkylmethacrylate oder thermoplastische Kunststoffe wie Polyvinylchlorid, Wachse auf Basis von Polyethylen, Polypropylen, Polyamiden oder Polytetrafluorethylen. Weitere Beispiele sind Styrol/Isopren/Styrol-Blockcopolymerisate oder Styrol/Butadien/Styrol-Blockcopolymerisate. Ein weiteres Beispiel sind die unter dem Handelsnamen Poval® R (Kuraray Europe GmbH; Frankfurt; Deutschland) erhältlichen silanolgruppentragenden Polyvinylalkohole.

**[0182]** Geeignete kationische Polymere sind Polyalkylenpolyamine, kationische Derivate von Polyacrylamiden, Polyethylenimininen und polyquartäre Amine.

**[0183]** Polyquartäre Amine sind beispielsweise Kondensationsprodukte aus Hexamethyldiamin, Dimethylamin und Epichlorhydrin, Kondensationsprodukte aus Dimethylamin und Epichlorhydrin, Copolymere aus Hydroxyethylcellulose und Diallyldimethylammoniumchlorid, Copolymere aus Acrylamid und  $\alpha$ -Methacryloxyethyltrimethylammoniumchlorid, Kondensationsprodukte aus Hydroxyethylcellulose, Epichlorhydrin und Trimethylamin, Homopolymere aus Diallyldimethylammoniumchlorid und Additionsprodukte von Epichlorhydrin an Amidoaminen. Des Weiteren können polyquartäre Amine durch Umsetzung von Dimethylsulfat mit Polymeren wie Polyethylenimininen, Copolymeren aus Vinylpyrrolidon und Dimethylaminoethylmethacrylat oder Copolymeren aus Ethylmethacrylat und Diethylaminoethylmethacrylat erhalten werden. Die polyquartären Amine sind in einem breiten Molekulargewichtsbereich verfügbar.

**[0184]** Es ist jedoch möglich, die kationischen Polymere auf der Teilchenoberfläche zu erzeugen, entweder durch Reagentien mit der Fähigkeit, mit sich selber ein Netzwerk auszubilden, wie Additionsprodukte von Epichlorhydrin an Polyamidoaminen, oder durch die Applizierung kationischer Polymere, welche sich mit einem zugesetzten Vernetzer umsetzen können, wie Polyamine oder Polyimine in Kombination mit Polyepoxiden, polyfunktionalen Estern, polyfunktionalen Säuren oder polyfunktionalen (Meth)acrylaten.

**[0185]** Dafür eignen sich alle polyfunktionellen Amine mit primären oder sekundären Aminogruppen, wie Polyethylenimin, Polyallylamin und Polylysin. Die durch das erfindungsgemäße Verfahren versprühte Flüssigkeit enthält bevorzugt mindestens ein Polyamin, wie z. B. Polyvinylamin oder ein teilhydrolysiertes Polyvinylformamid. Die kationischen Polymere können als Lösung in einem wässrigen oder mit Wasser mischbaren Lösungs-

mittel, als Dispersion in einem wässrigen oder mit Wasser mischbaren Dispersionsmittel oder in Substanz zum Einsatz gelangen.

**[0186]** Werden die wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit einem kationischen Polymer beschichtet, so beträgt die Einsatzmenge an kationischem Polymer bezogen auf die wasserabsorbierenden Polymerteilchen üblicherweise mindestens 0,001 Gew.-%, typischerweise mindestens 0,01 Gew.-%, bevorzugt von 0,1 bis 15 Gew.-%, besonders bevorzugt von 0,5 bis 10 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt von 1 bis 5 Gew.-%.

**[0187]** Geeignete anionische Polymere sind Polyacrylate (in saurer Form oder teilneutralisiert als Salz), Copolymere aus Acrylsäure und Maleinsäure, wie sie unter dem Handelsnamen Sokalan® (BASF SE; Ludwigshafen; Deutschland) erhältlich sind, und die unter dem Handelsnamen Poval® K (Kuraray Europe GmbH; Frankfurt; Deutschland) erhältlichen Polyvinylalkohole mit eingebauten ionischen Ladungen.

**[0188]** Geeignete polyvalente Metallkationen sind  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Sc^{3+}$ ,  $Ti^{4+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Fe^{2+/3+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Cu^{+2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Y^{3+}$ ,  $Zr^{4+}$ ,  $Ag^{+}$ ,  $La^{3+}$ ,  $Ce^{4+}$ ,  $Hf^{4+}$  und  $Au^{+3+}$ ; bevorzugte Metallkationen sind  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Ti^{4+}$ ,  $Zr^{4+}$  und  $La^{3+}$ ; besonders bevorzugte Metallkationen sind  $Al^{3+}$ ,  $Ti^{4+}$  und  $Zr^{4+}$ . Dabei können die Metallkationen entweder alleine oder miteinander gemischt zum Einsatz gelangen. Geeignete Metallsalze der genannten Metallkationen sind alle solche mit einer ausreichenden Löslichkeit in dem einzusetzenden Lösungsmittel. Besonders geeignete Metallsalze haben schwach komplexierende Anionen, wie Chlorid, Hydroxid, Carbonat, Acetat, Formiat, Propionat, Nitrat, Sulfat und Methansulfat. Die Metallsalze gelangen bevorzugt als Lösung oder als stabile wässrige kolloidale Dispersion zum Einsatz. Als für die Metallsalze eingesetzte Lösungsmittel kommen Wasser, Alkohole, Ethylencarbonat, Propylencarbonat, Dimethylformamid, Dimethylsulfoxid und deren Mischungen in Frage. Besonders bevorzugt sind Wasser und Wasser/Alkohol-Mischungen, wie Wasser/Methanol, Wasser/Isopropanol, Wasser/1,3-Propandiol, Wasser/1,2-Propandiol/1,4-Butandiol oder Wasser/Propylenglykol.

**[0189]** Werden die wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit einem polyvalenten Metallkation beschichtet, so liegt die Einsatzmenge an polyvalenten Metallkationen bezogen auf die wasserabsorbierenden Polymerteilchen bei vorzugsweise 0,05 bis 5 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 0,1 bis 1,5 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt bei 0,3 bis 1 Gew.-%.

**[0190]** Geeignete Reduktionsmittel sind beispielsweise Natriumsulfit, Natriumhydrogensulfit (Natriumbisulfit), Natriumdithionit, Sulfinsäuren und deren Salze, Ascorbinsäure, Natriumhypophosphit, Natriumphosphit und Phosphinsäuren und deren Salze. Bevorzugt sind jedoch Salze der hypophosphorigen Säure, wie z. B. Natriumhypophosphit, Salze der Sulfinsäuren, wie z. B. das Dinatriumsalz der 2-Hydroxy-2-sulfinatoessigsäure, und Additionsprodukte von Aldehyden, z. B. das Dinatriumsalz der 2-Hydroxy-2-sulfonatoessigsäure. Als Reduktionsmittel eignet sich jedoch auch eine Mischung aus dem Natriumsalz der 2-Hydroxy-2-sulfinatoessigsäure, dem Dinatriumsalz der 2-Hydroxy-2-sulfonatoessigsäure und Natriumbisulfit. Derartige Mischungen sind erhältlich als Brüggolite® FF6 und Brüggolite® FF7 (Brüggemann Chemicals; Heilbronn; Deutschland). Weiterhin zu nennen ist die gereinigte 2-Hydroxy-2-sulfonatoessigsäure und ihre Natriumsalze, erhältlich unter dem Handelsnamen Blancolen® bei der gleichen Firma.

**[0191]** Eingesetzt werden die Reduktionsmittel typischerweise in Form einer Lösung in einem geeigneten Lösungsmittel, vorzugsweise Wasser. Das Reduktionsmittel ist als Reinsubstanz einsetzbar bzw. als beliebige Mischung mit den obigen Reduktionsmitteln.

**[0192]** Werden die wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit einem Reduktionsmittel beschichtet, so liegt die Einsatzmenge an Reduktionsmittel bezogen auf die wasserabsorbierenden Polymerteilchen bevorzugt bei 0,01 bis 5 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 0,05 bis 2 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt bei 0,1 bis 1 Gew.-%.

**[0193]** Geeignete Polyole sind Polyethylenglykole mit einem Molekulargewicht von 400 bis 20000 g/mol, Polyglycerin, 3- bis 100-fach ethoxylierte Polyole, wie Trimethylolpropan, Glycerin, Sorbit, Mannit, Inosit, Pentaerythrit und Neopentylglykol. Besonders geeignete Polyole sind 7- bis 20-fach ethoxyliertes Glycerin oder Trimethylolpropan, wie z. B. Polyol TP 70® (Perstorp AB, Perstorp, Schweden). Letztere sind vorteilhaft, indem sie insbesondere die Oberflächenspannung eines wässrigen Extrakts der wasserabsorbierenden Polymerteilchen nur unwesentlich senken. Die Polyole kommen bevorzugt als Lösung in wässrigen oder mit Wasser mischbaren Lösungsmitteln zum Einsatz.

**[0194]** Die Zugabe des Polyols kann vor, während oder nach dem Oberflächenvernetzen erfolgen. Bevorzugt erfolgt seine Zugabe nach dem Oberflächenvernetzen. Alle Mischungen der oben aufgeführten Polyole können zum Einsatz kommen.

**[0195]** Werden die wasserabsorbierenden Polymerteilchen mit einem Polyol beschichtet, so liegt die Einsatzmenge an Polyol bezogen auf die wasserabsorbierenden Polymerteilchen vorzugsweise bei 0,005 bis 2 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 0,01 bis 1 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt bei 0,05 bis 0,5 Gew.-%.

**[0196]** Das Beschichten erfolgt bevorzugt in Mischern mit bewegten Mischwerkzeugen, wie Schneckenmischern, Scheibenmischern, Schaufelmischern und Trommelbeschichtern. Geeignete Mischer sind beispielsweise horizontale Pflugschar<sup>®</sup>-Mischer (Gebr. Lödige Maschinenbau GmbH; Paderborn; Deutschland), Vrieco-Nauta-Kontinuemischer (Hosokawa Micron BV; Doetinchem; Niederlande), Processall Mixmill-Mischer (Processall Incorporated; Cincinnati; U.S.A.) und Ruberg-Durchflussmischer (Gebrüder Ruberg GmbH & Co KG, Nieheim, Deutschland). Zudem ist es auch möglich, zum Mischen ein Wirbelbett einzusetzen.

#### Agglomeration

**[0197]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen können wahlweise auch noch agglomeriert werden. Die Agglomeration kann nach der Polymerisation, der thermischen Nachbehandlung, der thermischen Oberflächennachvernetzung oder der Beschichtung erfolgen.

**[0198]** Zu geeigneten Agglomerationshilfsmitteln zählen Wasser und mit Wasser mischbare organische Lösungsmittel, wie Alkohole, Tetrahydrofuran und Aceton, wobei zusätzlich wasserlösliche Polymere verwendet werden können. Beispiele sind wasserlösliche polymere Bindemittel. Bindemittel können unter anderem Carboxymethylcellulose, Stärke, Dextran, Polyvinylamin, Polyethylenimin, Polyvinylalkohol, Polyacrylsäure und ihre Salze, Polyethylenoxid, Polyethylenglykol und Chitosan umfassen.

**[0199]** Für die Agglomeration wird eine das Agglomerationshilfsmittel enthaltende Lösung auf die wasserabsorbierenden Polymerteilchen aufgesprüht. Das Aufsprühen der Lösung kann beispielsweise in Mischern mit bewegten Mischwerkzeugen, wie Schneckenmischern, Paddelmischern, Scheibenmischern, Pflugscharmischern und Schaufelmischern, durchgeführt werden. Geeignete Mischer sind beispielsweise Lödige<sup>®</sup>-Mischer, Bepex<sup>®</sup>-Mischer, Nauta<sup>®</sup>-Mischer, Processall<sup>®</sup>-Mischer und Schugi<sup>®</sup>-Mischer. Bevorzugt sind Vertikalmischer. Besonders bevorzugt sind Wirbelschichtapparate.

#### Kombination aus thermischer Nachbehandlung, Oberflächennachvernetzung und gegebenenfalls Beschichten

**[0200]** Vorzugsweise werden die Schritte der thermischen Nachbehandlung und der thermischen Oberflächennachvernetzung zu einem Verfahrensschritt zusammengeführt. Eine derartige Kombination ermöglicht den Einsatz kostengünstiger Einrichtungen und die Durchführung des Verfahrens bei niedrigen Temperaturen, was Kosten spart und Verfärbungen und Verluste bei den Anwendungseigenschaften des fertigen Produkts durch thermischen Abbau vermeidet.

**[0201]** Den Mischer kann man aus allen zur thermischen Nachbehandlung genannten Vorrichtungsmöglichkeiten auswählen. Ruberg-Durchflussmischer, Becker-Schauformischer und Pflugschar<sup>®</sup>-Mischer sind bevorzugt.

**[0202]** Besonders bevorzugt wird die Oberflächennachvernetzungslösung unter Bewegung auf die wasserabsorbierenden Polymerteilchen aufgesprüht.

**[0203]** Im Anschluss an die thermische Nachbehandlung bzw. Oberflächennachvernetzung werden die wasserabsorbierenden Polymerteilchen auf den erwünschten Wassergehalt getrocknet, wobei sich dafür alle zur Oberflächennachvernetzung genannten Trockner eignen. Nachdem jedoch nach dieser besonders bevorzugten Ausführungsform ausschließlich trockenheitsbezogene Aufgaben zu erfüllen sind kommen auch einfache und kostengünstige erhitzte Kontaktrockner wie erhitzte Schneckenrockner in Frage, so beispielsweise ein Trockner des Typs Holo-Flite<sup>®</sup> (Metso Minerals Industries Inc.; Danville; U.S.A.). Alternativ dazu kann man im Wirbelbett arbeiten. Falls das Produkt mit einer vorbestimmten und engen Verweilzeit zu trocknen ist, kommen Torusscheibentrockner oder Schaufeltrockner in Frage, so beispielsweise ein Nara-Schauformtrockner (NARA Machinery Europe; Frechen; Deutschland).

**[0204]** Nach einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden die zur Oberflächennachvernetzung genannten polyvalenten Kationen vor, bei oder nach der Zugabe des Oberflächennachvernetzers über verschiedene Zufuhrstellen entlang der Achse eines Horizontalmischers auf die Teilchenoberfläche aufgetragen.

**[0205]** Ganz besonders bevorzugt werden die Schritte thermische Nachbehandlung, Oberflächennachvernetzung und Beschichten in einem Verfahrensschritt zusammengeführt. Geeignete Beschichtungen sind kationische Polymere, Tenside und anorganische inerte Substanzen, wie zur Beschichtung genannt. Das Aufbringen des Beschichtungsmittels auf der Teilchenoberfläche kann vor, bei oder nach der Zugabe des Oberflächennachvernetzers auch über verschiedene Zufuhrstellen entlang der Achse eines Horizontalmischers erfolgen.

**[0206]** Dabei können die polyvalenten Kationen und/oder die kationischen Polymere als zusätzliche Reinigungsmittel für restliche Oberflächennachvernetzer wirken. Vorzugsweise erfolgt die Zugabe der Oberflächennachvernetzer vor der der polyvalenten Kationen und/oder kationischen Polymere, damit die Oberflächennachvernetzer erst einmal reagieren können.

**[0207]** Mit den Tensiden und/oder anorganischen inerten Substanzen lässt sich bei diesem Verfahrensschritt ein unter feuchten atmosphärischen Bedingungen erfolgendes Verkleben oder Verbacken vermeiden. Als Tenside sind nichtionische und amphotere Tenside bevorzugt. Bevorzugte anorganische inerte Substanzen sind Fällungskieselsäuren und pyrogene Kieselsäuren als Pulver oder Dispersion.

**[0208]** Die zur Herstellung der Lösungen bzw. Dispersionen eingesetzte Gesamtflüssigkeitsmenge liegt typischerweise bei 0,01 bis 25 Gew.-%, bevorzugt bei 0,5 bis 12 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 2 bis 7 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt bei 3 bis 6 Gew.-%, bezogen auf die Gewichtsmenge der zu verarbeitenden wasserabsorbierenden Polymerteilchen.

**[0209]** Bevorzugte Ausführungsformen des Vertropfungsverfahrens sind in den **Fig. 1** bis **Fig. 15** dargestellt.

**[0210]** **Fig. 1:** Prozessschema

**[0211]** **Fig. 2:** Prozessschema mit Trockenluft

**[0212]** **Fig. 3:** Anordnung der Messung T\_Ausgang

**[0213]** **Fig. 4:** Anordnung der Vertropfereinheiten mit 3 Vertropferplatten

**[0214]** **Fig. 5:** Anordnung der Vertropfereinheiten mit 9 Vertropferplatten

**[0215]** **Fig. 6:** Anordnung der Vertropfereinheiten mit 9 Vertropferplatten

**[0216]** **Fig. 7:** Vertropfereinheit (Längsschnitt)

**[0217]** **Fig. 8:** Vertropfereinheit (im Querschnitt)

**[0218]** **Fig. 9:** Boden des internen Wirbelbetts (Aufsicht)

**[0219]** **Fig. 10:** Öffnungen im Boden des internen Wirbelbetts

**[0220]** **Fig. 11:** Rührarm für das interne Wirbelbett (Aufsicht)

**[0221]** **Fig. 12:** Rührarm für das interne Wirbelbett (im Querschnitt)

**[0222]** **Fig. 13:** Prozessschema (Oberflächennachvernetzung)

**[0223]** **Fig. 14:** Prozessschema (Oberflächennachvernetzung und Beschichten)

**[0224]** **Fig. 15:** Kontakttrockner zur Oberflächennachvernetzung

**[0225]** Die Bezugszeichen haben folgende Bedeutungen:

## Bezugszeichenliste

- 1 Trockengaseingangsrohr
- 2 Trockengasmengenmessung
- 3 Gasverteiler
- 4 Vertropfereinheit(en)
- 4a Vertropfereinheit
- 4b Vertropfereinheit
- 4c Vertropfereinheit
- 5 Reaktionszone (zylinderförmiger Teil des Sprühtrockners)
- 6 Konus
- 7 Messung T\_Ausgang
- 8 Turmabgasrohr
- 9 Staubabscheider
- 10 Ventilator
- 11 Quenchkühen
- 12 Kühlerkolonne, Gegenstromkühlung
- 13 Wärmeaustauscher
- 14 Pumpe
- 15 Pumpe
- 16 Wasserausgang
- 17 Ventilator
- 18 Abgasausgang
- 19 Stickstoffeingang
- 20 Wärmeaustauscher
- 21 Ventilator
- 22 Wärmeaustauscher
- 24 Messung Wasserladung
- 25 Klimatisiertes Gas, internes Wirbelbett
- 26 Produkttemperaturmessung, internes Wirbelbett
- 27 Internes Wirbelbett
- 28 Drehventil
- 29 Sieb
- 30 Endprodukt
- 31 Statischer Mischer
- 32 Statischer Mischer
- 33 Initiator-Feed
- 34 Initiator-Feed
- 35 Monomer-Feed
- 36 Ausgang Feinteilchenfraktion in Richtung Nachbearbeitung
- 37 Gastrocknereinheit
- 38 Monomerabtrenneinheit
- 39 Gaseingangsrohr
- 40 Gasausgangsrohr
- 41 Wasserausgang der Gastrocknereinheit zur Kühlerkolonne
- 42 Abwasserausgang
- 43 Messung T\_Ausgang Durchschnittstemperatur aus 3 Messungen um den Turmumfang herum)
- 45 Monomervormischung mit Initiator-Feed
- 46 Sprühtrocknerturmwand
- 47 Vertropfereinheitsaußenrohr
- 48 Vertropfereinheitsinnenrohr
- 49 Vertropferkassette
- 50 Teflonblock
- 51 Ventil
- 52 Eingangsrohrkonnektor für Monomervormischung mit Initiator-Feed
- 53 Vertropferplatte
- 54 Gegenplatte
- 55 Strömungskanäle für Temperaturkontrollwasser
- 56 Totraumfreier Strömungskanal für die Monomerlösung
- 57 Vertropferkassette Edelstahlblock

58	Boden des internen Wirbelbetts mit vier Segmenten
59	Spaltöffnungen der Segmente
60	Rechenrührer
61	Rechenrührerzinken
62	Mischer
63	Beschichtungsmittel-Feed
64	Nachvernetzer-Feed
65	Thermotrockner (Oberflächennachvernetzung)
66	Kühler
67	Beschichtungsmittel/Wasser-Feed optional
68	Beschichter
69	Beschichtungsmittel/Wasser-Feed
70	Grundpolymer-Feed
71	Austragungszone
72	Weir-Öffnung
73	Weir-Platte
74	Weir-Höhe 100%
75	Weir-Höhe 50%
76	Welle
77	Austragungstrichter
78	Neigungswinkel $\alpha$
79	Temperaturfühler ( $T_1$ bis $T_6$ )
80	Paddel (Welle 90° versetzt)

**[0226]** Das Trocknungsgas wurde über einen Gasverteiler (**3**) an der Spitze des Sprühtrockners gemäß **Fig. 1** zugeführt. Das Trocknungsgas wurde teilweise über eine Gewebefilter- oder Zykloneinheit (**9**) und eine Kühlerkolonne (**12**) in einem Trocknungsgaskreislauf zurückgeführt. Der Druck im Inneren des Sprühtrockners liegt unter dem Umgebungsdruck.

**[0227]** Die Ausgangstemperatur des Sprühtrockners wurde wie in **Fig. 3** gezeigt bevorzugt an drei Stellen am Umfang des Endes des zylindrischen Teils gemessen. Aus den Einzelmessungen (**43**) errechnet sich die mittlere Ausgangstemperatur des Sprühtrockners.

**[0228]** Nach einer bevorzugten Ausführungsform dient eine Monomerabtrenneinheit (**38**) zur Rückführung der Monomere aus der Kühlerkolonne (**12**) in die Monomerzufuhr (**35**). Bei dieser Monomerabtrenneinheit handelt es sich beispielsweise insbesondere um eine Kombination von Mikro-, Ultra-, Nanofiltrations- und Osmosemembraneinheiten zur Monomerabtrennung von Wasser und Polymerteilchen. Geeignete Membrantrennsysteme sind beispielsweise in der Monographie "Membranen: Grundlagen, Verfahren und Industrielle Anwendungen", K. Ohlrogge und K. Ebert, Wiley-VCH, 2012 (ISBN: 978-3-527-66033-9) beschrieben.

**[0229]** Das Produkt sammelt sich im internen Wirbelbett (**27**). Über die Leitung (**25**) wird dem internen Wirbelbett (**27**) klimatisiertes Gas zugeführt. Dabei wird die relative Luftfeuchtigkeit des Gases für das interne Wirbelbett bevorzugt durch die Temperatur in der Kühlerkolonne (**12**) und unter Anwendung des Mollier-Diagramms kontrolliert.

**[0230]** Das Abgas des Sprühtrockners wird in einen Staubabscheider (**9**) gefiltert und der Kühlerkolonne (**12**) zum Quenchen bzw. Abkühlen zugeführt. Nach der Staubabscheidung (**9**) kann ein Rekuperationswärmeaustauschersystem zum Vorerhitzen des Gases nach der Kühlerkolonne (**12**) zum Einsatz kommen. Den Staubabscheider (**9**) kann man auf eine Temperatur von vorzugsweise 80 bis 180°C, besonders bevorzugt 90 bis 150°C und ganz besonders bevorzugt 100 bis 140°C begleiterhitzen.

**[0231]** Beispiele für Staubabscheider sind Gewebefilter, Membranen, Zyklone, Staubkompaktoren und sind beispielhaft z. B. in den Monographien "Staubabscheiden", F. Löffler, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1988 (ISBN 978-3137122012) und "Staubabscheidung mit Schlauchfiltern und Taschenfiltern", F. Löffler, H. Dietrich und W. Flatt, Vieweg, Braunschweig, 1991 ISBN 978-3540670629) beschrieben.

**[0232]** Ganz besonders bevorzugt sind Zyklone, wie z. B. Zyklone bzw. Zentrifugalseparatoren der Typen ZSA/ZSB/ZSC der LTG Aktiengesellschaft und Zyklonenseparatoren der Ventilatorenfabrik Oelde GmbH, Camfil Farr International und MikroPul GmbH.



**[0233]** Der Flüssigkeitsstand innerhalb der Kühlerkolonne (12) wurde durch Abpumpen überschüssigen Wassers konstant gehalten. Das Wasser innerhalb der Kühlerkolonne (12) wurde über die Quenchedüsen (11) im Gegenstrom zum Gas befördert und mittels eines Wärmeaustauschers (13) so gekühlt, dass die Temperatur innerhalb der Kühlerkolonne (12) vorzugsweise auf 40 bis 71°C, bevorzugt auf 46 bis 69°C, besonders bevorzugt auf 49 bis 65°C und ganz besonders bevorzugt auf 51 bis 60°C geregelt wird. Um Brüden des Monomeren a) auszuwaschen, wird das Wasser in der Kühlerkolonne (12) durch Zudosierung eines Neutralisationsmittels alkalisch gestellt. Die wässrige Lösung aus der Kühlerkolonne (12) kann in die Herstellung der Monomerlösung rückgeführt werden.

**[0234]** Das Abgas der Kühlerkolonne kann auf die Gastrocknungseinheit (37) und das für das interne Wirbelbett bestimmte klimatisierte Gas (27) aufgeteilt werden.

**[0235]** Das Prinzip einer Gastrocknungseinheit wird in der Monographie "Leitfaden für Lüftungs- und Klimaanlagen-Grundlagen der Thermodynamik Komponenten einer Vollklimaanlage Normen und Vorschriften", L. Keller, Oldenbourg Industrieverlag, 2009 (ISBN 978-3835631656) beschrieben.

**[0236]** Als Gastrocknungseinheit eignet sich beispielsweise ein Luftgaskühlungssystem in Kombination mit Nebelfänger oder Tröpfchenabscheider (Demister), beispielsweise Prallflächenabscheider für horizontale Strömungen (z. B. vom Typ DH 5000 der Munters AB, Schweden) oder vertikale Strömungen (z. B. vom Typ DV 270 der Munters AB, Schweden). Prallflächenabscheider bewirken die Abscheidung von Flüssigkeitströpfchen aus kontinuierlichen Gasströmen durch trägheitsbedingte Prallabscheidung. Den Bewegungen des die mitgerissenen Flüssigkeitströpfchen tragenden Gases durch den sinusoidalen Lauf einer Schaufel können die höherdichten Flüssigkeitströpfchen nicht folgen und dadurch schlagen diese Flüssigkeitströpfchen bei jeder Umdrehung der Schaufelblätter auf die Schaufelfläche auf. Dabei haften die Tröpfchen größtenteils auf der Schaufelwand. Wird das Schaufelblatt an der gleichen Stelle von einem Tröpfchen beaufschlagt, kommt es zur Koaleszenz. Die koaleszierten Tröpfchen fließen dann unter Schwerkraft ab.

**[0237]** Als Luftgaskühlungssystem eignen sich alle Gas/Gas- oder Gas/Flüssigkeit-Wärmeaustauscher. Plattenwärmetauscher in gedichteter Ausführung sind bevorzugt.

**[0238]** Nach einer Ausführungsform kann dem Gasverteiler (3) Trockenluft zugeführt werden. Dient Luft als Gas, so kann Luft über das Lufteingangsrohr (39) transportiert und in der vorstehend beschriebenen Gastrocknungseinheit (37) getrocknet werden. Nach der Kühlerkolonne (12) wird die nicht für das interne Wirbelbett gebrauchte Luft über das Ausgangsrohr (40) gemäß Fig. 2 ausgeschleußt.

**[0239]** Das in der Gastrocknungseinheit (37) kondensierte Wasser kann zum Teil als Waschwasser für die Kühlerkolonne (12) benutzt oder entsorgt werden.

**[0240]** Die Gastemperaturen werden mittels der Wärmeaustauscher (20) und (22) geregelt. Das heiße Trocknungsgas wird dem im Gleichstrom betriebenen Sprühtrockner über den Gasverteiler (3) zugeführt. Der Gasverteiler (3) besteht bevorzugt aus einer Reihe von Platten und hat je nach Trocknungsgasmenge einen Druckverlust von vorzugsweise 1 bis 100 mbar, besonders bevorzugt 2 bis 30 mbar und ganz besonders bevorzugt 4 bis 20 mbar. Mit Gasdüsen oder Prallblechen lassen sich gegebenenfalls auch Turbulenzen und/oder eine Zentrifugalgeschwindigkeit in das Trocknungsgas einführen.

**[0241]** Das für das interne Wirbelbett bestimmte klimatisierte Gas wird dem internen Wirbelbett (27) über die Leitung (25) zugeführt. Der Wasserdampfgehalt des Wirbelbettgases ist durch die Temperatur innerhalb der Kühlerkolonne (12) steuerbar. Der Produkt-Holdup im internen Wirbelbett (27) lässt sich über die Drehgeschwindigkeit des Drehventils (28) einstellen.

**[0242]** Die Gasmenge im inneren Wirbelbett (27) wird so gewählt, dass sich die Teilchen frei und turbulent im internen Wirbelbett (27) bewegen. Die Produkthöhe im internen Wirbelbett (27) beträgt mit Gas vorzugsweise mindestens 10%, bevorzugt mindestens 20%, besonders bevorzugt mindestens 30% und ganz besonders bevorzugt mindestens 40% mehr als ohne Gas.

**[0243]** Das Produkt wird aus dem internen Wirbelbett (27) über das Drehventil (28) ausgetragen. Der Produkt-Holdup im internen Wirbelbett (27) lässt sich über die Drehgeschwindigkeit des Drehventils (28) einstellen. Das Sieb (29) dient zum Abtrennen von Übergrößen bzw. Klumpen.

**[0244]** Zur Herstellung der Monomerlösung wird bevorzugt zuerst das Monomer a) mit einem Neutralisierungsmittel und zweitens mit dem Vernetzer b) vermischt. Durch Umpumpen über einen Wärmeaustauscher wird die Temperatur bei der Neutralisation bevorzugt auf 5 bis 60°C, besonders bevorzugt auf 8 bis 40°C und ganz besonders bevorzugt auf 10 bis 30°C geregelt. Vorzugsweise befindet sich im Umpumpkreis hinter der Pumpe eine Filtereinheit. Die Initiatoren werden über die Leitungen (33) und (34) von den statischen Mischern (31) und (32) der Monomerlösung vor dem Vertropfer gemäß Fig. 1 und Fig. 2 zudosiert. Bevorzugt werden eine Peroxidlösung mit einer Temperatur von vorzugsweise 5 bis 60°C, besonders bevorzugt 10 bis 50°C und ganz besonders bevorzugt 15 bis 40°C über die Leitung (33) und bevorzugt eine Azoiniatorlösung mit einer Temperatur von vorzugsweise 2 bis 30°C, besonders bevorzugt 3 bis 15°C und ganz besonders bevorzugt 4 bis 8°C über die Leitung (34) zugeführt. Jeder Initiator wird vorzugsweise im Kreis gepumpt und über Regelventile in jede Vertropfereinheit dosiert. Hinter dem statischen Mischer (32) befindet sich vorzugsweise eine zweite Filtereinheit. Die mittlere Verweilzeit der mit dem Initiatorgesamt paket versetzten Monomerlösung im Rohrwerk vor der Vertropfung beträgt vorzugsweise weniger als 60 s, besonders bevorzugt weniger als 30 s und ganz besonders bevorzugt weniger als 10 s.

**[0245]** Zur Dosierung der Monomerlösung an der Spitze des Sprühtrockners dienen bevorzugt drei Vertropfereinheiten gemäß Fig. 4. Jedoch kann man jede zur Optimierung von Verfahrensdurchsatz und Produktqualität erforderliche Anzahl an Vertropfern einsetzen. Erfindungsgemäß wird somit mindestens ein Vertropfer eingesetzt und können so viele Vertropfer eingesetzt werden, wie es die geometrischen Verhältnisse erlauben.

**[0246]** Eine Vertropfereinheit besteht aus einem äußeren Rohr (47) mit einer Öffnung für die Vertropferkassette (49) gemäß Fig. 7. Die Vertropferkassette (49) ist mit einem inneren Rohr (48) verbunden. Das innere Rohr (48) hat am Ende eine PTFE-Dichtung (50) und kann während dem verfahrensgemäßen Betrieb zu Wartungszwecken aus dem äußeren Rohr (51) herausgezogen und wieder hineingeschoben werden.

**[0247]** Die Temperatur der Vertropferkassette (57) wird mittels Wasser in den Strömungskanälen (55) gemäß Fig. 8 vorzugsweise auf 5 bis 80°C, besonders bevorzugt auf 10 bis 70°C und ganz besonders bevorzugt auf 30 bis 60°C geregelt.

**[0248]** Die Vertropferkassette verfügt vorzugsweise über 10 bis 2000 Bohrungen, besonders bevorzugt über 50 bis 1500 Bohrungen und ganz besonders bevorzugt über 100 bis 1000 Bohrungen. Der Durchmesser der Bohrungsgrößenfläche liegt bei 1900 bis 22300  $\mu\text{m}^2$ , besonders bevorzugt bei 7800 bis 20100  $\mu\text{m}^2$  und ganz besonders bevorzugt bei 11300 bis 17700  $\mu\text{m}^2$ . Die Bohrungen können kreisförmig, rechteckig, dreieckig oder sonstwie beliebig geformt sein. Bevorzugt sind kreisförmige Bohrungen mit einer Bohrungsgröße von 50 bis 170  $\mu\text{m}$ , besonders bevorzugt von 100 bis 160  $\mu\text{m}$  und ganz besonders bevorzugt von 120 bis 150  $\mu\text{m}$ . Das Verhältnis von Bohrungslänge zu Bohrungsdurchmesser liegt bevorzugt bei 0,5 bis 10, besonders bevorzugt bei 0,8 bis 5 und ganz besonders bevorzugt bei 1 bis 3. Die Vertropferplatte (53) kann bei Anwendung eines Bohrkanals am Eingang eine größere Stärke als die Bohrungslänge aufweisen. Die Vertropferplatte (53) ist bevorzugt lang und schmal ausgeführt, wie es in WO 2008/086976 A1 offenbart ist. Je Vertropferplatte können die Bohrungen in mehreren Reihen angeordnet sein, und zwar bevorzugt in 1 bis 20 Reihen und besonders bevorzugt in 2 bis 5 Reihen.

**[0249]** Die Vertropferkassette (57) besteht aus einem im Wesentlichen tottraumfreien Strömungskanal (56) zur homogenen Verteilung der vorgemischten Monomer- und Initiatorlösungen und aus zwei Vertropferplatten (53). Die Vertropferplatten (53) haben eine abgewinkelte Anordnung mit einem Winkel von vorzugsweise 1 bis 90°, besonders bevorzugt 3 bis 45° und ganz besonders bevorzugt 5 bis 20°. Jede Vertropferplatte (53) ist vorzugsweise aus einem hitze- und/oder chemikalienbeständigem Werkstoff, wie Edelstahl, Polyetherketon, Polycarbonat, Polyarylsulfon, wie Polysulfon, oder Polyphenylsulfon, oder fluorhaltigen Polymeren, wie Perfluoralkoxyethylen, Polytetrafluorethylen, Polyvinylidenfluorid, Ethylen-Chlortrifluorethylen-Copolymeren, Ethylen-Tetrafluorethylen-Copolymeren und fluoriertem Polyethylen. Auch mit einer Beschichtung versehene Vertropferplatten gemäß WO 2007/031441 A1 können zum Einsatz kommen. Die Werkstoffwahl für die Vertropferplatte unterliegt keiner Beschränkung, solange die Vertropfung funktioniert, wobei Werkstoffe bevorzugt in Betracht kommen, welche auf der Oberfläche der Vertropferplatte keine beginnende Polymerisation katalysieren.

**[0250]** Die Anordnung der Vertropferkassetten im Sprühtrockner ist vorzugsweise rotationssymmetrisch oder gleichmäßig verteilt (siehe beispielsweise Fig. 3 bis Fig. 5).

**[0251]** Nach einer bevorzugten Ausführungsform liegt die winkelmäßige Ausgestaltung der Vertropferplatte (53) in der Mitte tiefer als nach außen hin, so beispielsweise:  $4a = 3^\circ$ ,  $4b = 5^\circ$  und  $4c = 8^\circ$  (Fig. 5).

**[0252]** Der Durchsatz an Monomer einschließlich Initiatorlösungen je Vertropfereinheit liegt vorzugsweise bei 10 bis 4000 kg/h, besonders bevorzugt bei 100 bis 1000 kg/h und ganz besonders bevorzugt bei 200 bis 600 kg/h. Der Durchsatz je Bohrung liegt bevorzugt bei 0,1 bis 10 kg/h, besonders bevorzugt bei 0,5 bis 5 kg/h und ganz besonders bevorzugt bei 0,7 bis 2 kg/h.

**[0253]** Den Gleichstromsprühtrockner (5) kann man wie folgt hochfahren:

- Kühlerkolonne (12) anstellen,
- Ventilatoren (10) und (17) anstellen,
- Wärmeaustauscher (20) anstellen,
- Trockengaskreislauf auf 95°C erhitzen,
- Stickstoffzufuhr über Stickstoffeingang (19) anstellen,
- Zuwarten auf Restsauerstoff unter 4 Gew.-%,
- Trockengaskreislauf erhitzen,
- bei 105°C die nicht gezeigte Wasserzufuhr anstellen und
- bei Solltemperatur die Wasserzufuhr abstellen und die Monomerzufuhr über die Vertropfereinheit (4) anstellen.

**[0254]** Den Gleichstromsprühtrockner (5) kann man wie folgt runterfahren:

- Monomerzufuhr abstellen und Wasserzufuhr (nicht gezeigt) anstellen,
- Wärmeaustauscher (20) herunterfahren,
- Trockengaskreislauf über Wärmeaustauscher (13) kühlen,
- bei 105°C die Wasserzufuhr abstellen,
- bei 60°C die Stickstoffzufuhr über den Stickstoffeingang (19) abstellen und
- den Trockengaskreislauf Luft zuführen (nicht gezeigt)

**[0255]** Zur Schadensvermeidung ist der Gleichstromsprühtrockner (5) sehr vorsichtig aufzuwärmen und abzukühlen. Alle schnellen Temperaturwechsel sind zu vermeiden.

**[0256]** Dabei kann man die Öffnungen im Boden des internen Wirbelbetts so anordnen, dass die wasserabsorbierenden Polymerteilchen sich in einem Zyklus gemäß Fig. 9 bewegen. Der in Fig. 9 gezeigte Boden umfasst vier Segmente (58). Die in den Segmenten (58) eingelassenen Öffnungen (59) sind in Form von Schlitzten ausgestaltet, die den passierenden Gasstrom in Richtung des nächsten Segments (58) führen. In Fig. 10 sind die Öffnungen (59) vergrößert dargestellt.

**[0257]** Die Öffnung kann in Form von Löchern oder Schlitzten ausgestaltet sein. Der Durchmesser der Löcher liegt bevorzugt bei 0,1 bis 10 mm, besonders bevorzugt bei 0,2 bis 5 mm und ganz besonders bevorzugt bei 0,5 bis 2 mm. Die Schlitzte verfügen über eine Länge von bevorzugt 1 bis 100 mm, besonders bevorzugt 2 bis 20 mm und ganz besonders bevorzugt 5 bis 10 mm und eine Breite von bevorzugt 0,5 bis 20 mm, besonders bevorzugt 1 bis 10 mm und ganz besonders bevorzugt 2 bis 5 mm.

**[0258]** In Fig. 11 und Fig. 12 ist jeweils ein Rechenrührer (60) dargestellt, wie er im internen Wirbelbett zum Einsatz gelangen kann. Die Zinken (61) des Rechen sind gestaffelt angeordnet. Die Rechenrührergeschwindigkeit liegt bevorzugt bei 0,5 bis 20 UpM, besonders bevorzugt bei 1 bis 10 UpM und ganz besonders bevorzugt bei 2 bis 5 UpM.

**[0259]** Zum Anfahren kann man das interne Wirbelbett mit den wasserabsorbierenden Polymerteilchen in eine Schicht von vorzugsweise 5 bis 50 cm, besonders bevorzugt 10 bis 40 cm und ganz besonders bevorzugt 15 bis 30 cm füllen.

**[0260]** Die resultierenden oberflächlich nachvernetzten wasserabsorbierenden Polymerteilchen, die durch Vertropfung erhalten werden, mit einer mittleren Sphärizität von 0,80 bis 0,95, bevorzugt von 0,82 bis 0,93, besonders bevorzugt von 0,84 bis 0,91 und ganz besonders bevorzugt von 0,85 bis 0,90. Dabei definiert sich die Sphärizität (SPHT) als

$$SPHT = \frac{4\pi A}{U^2},$$

wobei A die Querschnittsfläche und U den Querschnittsumfang der Polymerteilchen bedeuten. Bei der mittleren Sphärizität handelt es sich um die volumengemittelte Sphärizität.

**[0261]** Die Bestimmung der mittleren Sphärizität kann beispielsweise mit dem Bildanalyzesystem Camsizer® (Retsch Technology GmbH; Haan; Deutschland) erfolgen.

**[0262]** Zur Messung wird das Produkt über einen Trichter aufgegeben und mit einer Dosierrinne zum Fallschacht gefördert. Während die Teilchen an einer Leuchtwand vorbeifallen, werden sie wahlweise von einer Kamera erfasst. Die aufgenommenen Bilder werden von der Software entsprechend der ausgewählten Parameter ausgewertet.

**[0263]** Zur Charakterisierung der Rundheit wird die im Programm mit Sphärizität bezeichnete Messgröße herangezogen. Angegeben sind die mittleren, nach Volumen gewichteten Sphärizitäten, wobei das Volumen der Teilchen über den Äquivalentdurchmesser  $x_{c_{min}}$  ermittelt wird. Zur Bestimmung des Äquivalentdurchmessers  $x_{c_{min}}$  wird der jeweils längste Sehnendurchmesser für insgesamt 32 unterschiedliche Raumrichtungen gemessen. Der Äquivalentdurchmesser  $x_{c_{min}}$  ist der kürzeste dieser 32 Sehnendurchmesser. Zur Erfassung der Teilchen wird die sogenannte CCD-Zoom-Kamera (CAM-Z) eingesetzt. Zur Steuerung der Dosierrinne wird ein Flächenbelegungsanteil von 0,5% im Erfassungsfenster der Kamera (Durchlicht) vorgegeben.

**[0264]** Die resultierenden oberflächlich vernetzten wasserabsorbierenden Polymerteilchen, die durch Vertropfung erhalten werden, verfügen weiterhin über eine Zentrifugenretentionskapazität (CRC) von 34 bis 75 g/g, bevorzugt von 37 bis 65 g/g, besonders bevorzugt von 39 bis 60 g/g, ganz besonders bevorzugt von 40 bis 55 g/g.

**[0265]** Die oberflächlich vernetzten wasserabsorbierenden Polymerteilchen verfügen über eine Absorption unter Druck AUL-Wert ( $21 \text{ g/cm}^2$ ) von 30 bis 50 g/g, bevorzugt von 35 bis 45 g/g.

**[0266]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen, die durch Vertropfung erhalten werden (zweite Superabsorber), verfügen über einen Gehalt an extrahierbaren Bestandteilen von weniger als 10 Gew.-%, bevorzugt von weniger als 8 Gew.-%, besonders bevorzugt von weniger als 6 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt von weniger als 5 Gew.-%.

**[0267]** Bevorzugt verfügen die resultierenden oberflächlich nachvernetzten wasserabsorbierenden Polymerteilchen über eine Sphärizität von mindestens 0,89, eine Zentrifugenretentionskapazität von mindestens 34 g/g, einen AUL-Wert ( $21 \text{ g/cm}^2$ , WSP 242.3 (11)) von mindestens 30 g/g, einen Gehalt an extrahierbaren Bestandteilen von weniger als 10 Gew.-%.

**[0268]** Die wasserabsorbierenden Polymerteilchen, die durch Vertropfung erhalten werden, verfügen über eine Schüttdichte von vorzugsweise  $0,6$  bis  $1 \text{ g/cm}^3$ , besonders bevorzugt  $0,65$  bis  $0,9 \text{ g/cm}^3$  und ganz besonders bevorzugt  $0,68$  bis  $0,8 \text{ g/cm}^3$ .

**[0269]** Der mittlere Teilchendurchmesser der wasserabsorbierenden Teilchen liegt vorzugsweise bei 200 bis  $550 \mu\text{m}$ , besonders bevorzugt bei 250 bis  $500 \mu\text{m}$  und ganz besonders bevorzugt bei 350 bis  $450 \mu\text{m}$ .

### C. Flüssigkeitabsorbierende Artikel

**[0270]** Der flüssigkeitabsorbierende Artikel umfasst

(A) eine obere flüssigkeitsdurchlässige Lage (**89**),

(B) eine untere flüssigkeitsundurchlässige Lage (**83**),

(C) zwischen der oberen Lage (A) und der unteren Lage (B) einen flüssigkeitabsorbierenden Kern (**80**), umfassend mindestens eine Schicht (**91**), die 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% wasserabsorbierende Polymerteilchen;

bevorzugt 0 bis 10 Gew.-% Fasermaterial und 90 bis 100 Gew.-% wasserabsorbierende Polymerteilchen, weiter bevorzugt 0 bis 5 Gew.-% Fasermaterial und 95 bis 100 Gew.-% wasserabsorbierende Polymerteilchen;

besonders bevorzugt 0 Gew.-% Fasermaterial und von 100 Gew.-% wasserabsorbierende Polymerteilchen; bezogen auf die Summe aus Fasermaterial und wasserabsorbierenden Polymerteilchen, umfassen.

(E) weitere optionale Komponenten.

**[0271]** Optional umfasst der flüssigkeitabsorbierende Artikel zusätzlich (D) eine Akquisitions- und Verteilungsschicht zwischen (**89**) und (**80**).

**[0272]** Unter flüssigkeitabsorbierenden Artikeln versteht man beispielsweise Inkontinenzeinlagen und Inkontinenzwäsche für Erwachsene oder Windeln und Höschchenwindeln für Babies. Geeignete flüssigkeitabsorbierende Artikel enthalten flüssigkeitabsorbierende Zusammensetzungen, umfassend Fasermaterialien und optional wasserabsorbierende Polymerteilchen zur Bildung von faserhaltigen Vliesen oder Matrizen für die Substrate, Schichten, Lagen und/oder den flüssigkeitabsorbierenden Kern.

**[0273]** Geeignete flüssigkeitabsorbierende Artikel bestehen aus mehreren Schichten, deren einzelnen Elemente bevorzugt bestimmte Funktionsparameter zeigen müssen, wie Trockenheit für die obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht, Wasserdampfdurchlässigkeit ohne Durchnässen für die untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht, einen flexiblen, wasserdampfdurchlässigen und dünnen flüssigkeitabsorbierenden Kern mit schnellen Absorptionsraten und der Fähigkeit höchste Mengen an Körperflüssigkeiten zurückzuhalten, sowie optional zwischen der oberen Schicht und dem Kern eine Akquisitions- und Verteilungsschicht als Transport- und Verteilungsschicht für die abgeschiedenen Körperflüssigkeiten. Durch geeignete Kombination dieser einzelnen Elemente erfüllt der sich dabei ergebende flüssigkeitabsorbierende Artikel alle Kriterien wie Flexibilität, Wasserdampfaktivität, Trockenheit, Tragekomfort und Schutz auf der dem Nutzer zugewandten Seite und bezüglich Flüssigkeitsretention, Rewet und Durchnässungsschutz auf der Bekleidungsseite. Die spezielle Kombination dieser Schichten ergibt einen flüssigkeitabsorbierenden Artikel, der dem Konsumenten sowohl hohe Schutzigenschaften als auch hohen Komfort bietet.

**[0274]** Die Kernstruktur (80) für flüssigkeitabsorbierende Produkte gemäß der Erfindung ist aus absorbierendem Papier gebildet. Bei einer absorbierenden Papierkernstruktur handelt es sich üblicherweise um eine sandwichartige Struktur, umfassend Tissue, Schichten wasserabsorbierender Polymerteilchen sowie Vliesstoffe. Die verschiedenen Komponenten sind vorzugsweise durch Klebstoffe verbunden.

**[0275]** Für flüssigkeitabsorbierende Artikel ist es insbesondere mit Hinsicht auf die Flüssigkeitverteilung vorteilhaft, über Akquisitions- und Verteilungsschichten zu verfügen. Für flüssigkeitabsorbierende Artikel mit einem flüssigkeitabsorbierenden Kern gemäß der Erfindung kann eine derartige Akquisitions- und Verteilungsschicht entfallen.

**[0276]** Die optionale Akquisitions- und Verteilungsschicht wirkt als Transport- und Verteilungsschicht der abgeschiedenen Körperflüssigkeiten und wird typischerweise dahingegen optimiert, eine effiziente Flüssigkeitsverteilung mit dem darunterliegenden flüssigkeitabsorbierenden Kern zu bewirken. Damit ergibt sich für eine schnelle zeitweilige Flüssigkeitsretention der erforderliche Hohlraum, wobei ihre Flächendeckung des darunterliegenden flüssigkeitabsorbierenden Kerns die erforderliche Flüssigkeitsverteilung bewirken muss und der Fähigkeit des flüssigkeitabsorbierenden Kerns angepasst ist, die Akquisitions- und Verteilungsschicht schnell zu entwässern.

**[0277]** Verfahren zur Herstellung von flüssigkeitabsorbierenden Artikeln werden beispielsweise in den folgenden Veröffentlichungen und der darin genannten Literatur beschrieben und werden hiermit ausdrücklich in die vorliegende Erfindung inkorporiert: EP 2 301 499 A1, EP 2 314 264 A1, EP 2 387 981 A1, EP 2 486 901 A1, EP 2 524 679 A1, EP 2 524 679 A1, EP 2 524 680 A1, EP 2 565 031 A1, US 6,972,011, US 2011/0162989, US 2011/0270204, WO 2010/004894 A1, WO 2010/004895 A1, WO 2010/076857 A1, WO 2010/082373 A1, WO 2010/118409 A1, WO 2010/133529 A2, WO 2010/143635 A1, WO 2011/084981 A1, WO 2011/086841 A1, WO 2011/086842 A1, WO 2011/086843 A1, WO 2011/086844 A1, WO 2011/117997 A1, WO 2011/136087 A1, WO 2012/048879 A1, WO 2012/052173 A1 und WO 2012/052172 A1.

**[0278]** Fig. 16 zeigt eine schematische Darstellung eines flüssigkeitabsorbierenden Artikels.

**[0279]** Der flüssigkeitabsorbierende Artikel umfasst einen absorbierenden Kern (80), umfassend mindestens eine Schicht wasserabsorbierender Polymerteilchen (91/92), wie in Fig. 17 dargestellt, insbesondere für die Flüssigkeitsspeicherung, auch Flüssigkeitsspeicherschicht (91/92) genannt. Hier sind zwei Schichten gezeigt, die beide sandwichartig von einer Tissueschicht (95/96) und mindestens einem Vliesstoff (94) z. B. einem hochbauschigen durchluftverfestigten Vliesstoff umgeben sind, miteinander verbunden durch Klebstoff, Ultraschallbondieren und/oder Thermobondieren (87). Des Weiteren, falls mehr als ein Vliesstoff vorhanden ist, sind die Vliesstoffe (94) durch Klebstoffe, Ultraschallbondieren und/oder Thermobondieren (87) verbunden. Der absorbierende Kern kann optional in einer Vliesstofflage (86), einem Kernwickel, eingewickelt sein, die gegebenenfalls durch einen Klebstoff, Ultraschallbondieren und/oder Thermobondieren (87) mit der sandwichartigen Struktur verbunden ist.

**[0280]** Ferner umfasst der absorbierende Artikel optional zusätzlich zu dem Kern (80) und dem optionalen Kernwickel (86) auf dem Kernwickel aus Vliesstoff (86) unter der Abdeckung oder oberen flüssigkeitsdurchlässigen Lage (89) (z. B. geprägtem Spinnvliesstoff) eine Akquisitions- und Verteilungsschicht (ADL) sowie eine untere flüssigkeitsundurchlässige Lage (B) (83). Auch Beinabschlüsse (81) und einige Gummibänder (88) können vorliegen.

#### Flüssigkeitsdurchlässige Lage oder flüssigkeitsdurchlässige Schicht (A) (89)

**[0281]** Bei der flüssigkeitsdurchlässigen Abdeckung (A) (89) handelt es sich um die Schicht, die direkten Hautkontakt hat. Vorzugsweise wird die flüssigkeitsdurchlässige Abdeckung (89) auf der Haut des Konsumenten als anschmiegsam, flauschig und nicht reizend wahrgenommen. Generell ist der Begriff "flüssigkeitsdurchlässig" so zu verstehen, dass Flüssigkeiten, d. h. Körperflüssigkeiten wie Harn, Menstruationsblut und/oder Vaginalflüssigkeiten, ohne Weiteres deren Dicke durchdringen können. Die prinzipielle Aufgabe der flüssigkeitsdurchlässigen Abdeckung ist es, Körperflüssigkeiten vom Träger aufzunehmen und in Richtung des flüssigkeitabsorbierenden Kerns zu transportieren. Dabei kommen als Materialien für die flüssigkeitsdurchlässigen Schichten (89) typischerweise alle in der Technik bekannten infrage, wie Vliesstoff, Filme oder Kombinationen davon. Geeignete flüssigkeitsdurchlässige Abdeckungen (A) (89) bestehen aus üblichen synthetischen oder halbsynthetischen Fasern oder Bikomponentenfasern oder Filmen von Polyester, Polyolefinen, Reyon oder Naturfasern oder beliebigen Kombinationen davon. Bei nicht gewebten Materialien sind die Fasern in der Regel durch Bindemittel wie Polyacrylate zu verbinden. Des Weiteren kann die flüssigkeitsdurchlässige Abdeckung elastische Zusammensetzungen enthalten und so elastische Eigenschaften zeigen, die eine Dehnung in eine Richtung oder in zwei Richtungen erlauben.

**[0282]** Geeignete Synthesefasern werden aus Polyvinylchlorid, Polyvinylfluorid, Polytetrafluorethylen, Polyvinylidenchlorid, Polyacrylen, Polyvinylacetat, Polyethylvinylacetat, löslichem oder nicht löslichem Polyvinylalkohol, Polyolefinen wie Polyethylen, Polypropylen, Polyamiden, Polyestern, Polyurethanen, Polystyrolen und dergleichen hergestellt.

**[0283]** Beispiele für Filme sind perforiert geformte Thermoplastikfilme, perforierte Plastikfilme, hydrogeformte Thermoplastikfilme, netzförmige Thermoplastikfilme, poröse Schaumstoffe, retikulierte Schaumstoffe und thermoplastische Gittergewebe.

**[0284]** Zu Beispielen für geeignete, gegebenenfalls modifizierte Naturfasern zählen Baumwolle, Bagasse, Hanf, Flachs, Seide, Wolle, Zellstoff, chemisch modifizierter Zellstoff, Jute, Reyon, Ethylcellulose und Celluloseacetat.

**[0285]** Dabei kann das Fasermaterial ausschließlich Naturfasern oder Synthesefasern oder eine beliebige Kombination davon enthalten. Bevorzugte Materialien sind Polyester, Reyon und deren Mischungen, Polyethylen und Polypropylen. Das Fasermaterial als Komponente der flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzungen kann hydrophil, hydrophob oder auch eine Kombination sowohl hydrophiler als auch hydrophober Fasern sein. Die Auswahl des Verhältnisses hydrophil/hydrophob und entsprechend die Menge hydrophiler und hydrophober Fasern innerhalb der flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzung richtet sich nach den Flüssigkeitsmanagementeigenschaften und der Menge wasserabsorbierender Polymerteilchen der resultierenden flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzung.

**[0286]** Beispiele für hydrophile Fasern sind Cellulosefasern, modifizierte Cellulosefasern, Reyon, Polyesterfasern wie Polyethylenterephthalat, hydrophiles Nylon und dergleichen. Hydrophile Fasern sind auch aus hydrophoben Fasern gewinnbar, indem man Letztere hydrophilisiert, beispielsweise durch Tensidbehandlung oder Siliziumdioxidbehandlung. So gewinnt man hydrophile Thermoplastikfasern aus Polyolefinen wie Polypropylen, Polyamiden, Polystyrolen oder dergleichen durch Tensidbehandlung oder Siliziumdioxidbehandlung.

**[0287]** Zur Erhöhung der Festigkeit und des Zusammenhalts der Oberschicht sollten die Fasern in der Regel Bindezentren aufweisen, die als Querverbindungen zwischen den Fasern innerhalb der Schicht wirken.

**[0288]** Technologien zur Verfestigung von Fasern in einem Vlies sind mechanisches Bondieren, Thermobondieren und chemisches Bondieren. Beim mechanischen Bondieren werden die Fasern mechanisch, beispielsweise mit Wasserstrahlen (Spunlace), verwirbelt, um dem Vlies Zusammenhalt zu verleihen. Beim Thermobondieren erfolgt eine Temperaturerhöhung in Gegenwart niedrig schmelzender Polymere. Beispiele für Thermobondierverfahren sind Spinnbondieren, Durchluftbondieren und Harzbondieren.

**[0289]** Bevorzugte Mittel zur Erhöhung des Zusammenhalts sind Thermobondieren, Spinnbondieren, Harzbondieren, Durchluftbondieren und/oder Spunlace.

**[0290]** Beim Thermobondieren werden die Fasern mit thermoplastischem Kunststoff versetzt. Unter Wärmebehandlung schmilzt wenigstens ein Teil dieses thermoplastischen Kunststoffs und migriert aufgrund von kapillaren Wirkungen zu den Kreuzungsstellen der Fasern. Beim Abkühlen erstarren diese Kreuzungsstellen zu Bindestellen, die den Zusammenhalt der Fasermatrix stärken. Zudem hat bei chemisch versteiften Cellulosefasern das Aufschmelzen und Migrieren des thermoplastischen Kunststoffs eine vergrößernde Wirkung auf die Porengröße der sich ergebenden Faserschicht und erhält dabei deren Dichte und Flächengewicht. Bei einer Nässung bleibt die Struktur und die Integrität der Schicht stabil. Zusammenfassend führt der Zusatz an thermoplastischem Kunststoff zu einer verbesserten Permeabilität abgegebener Körperflüssigkeiten und somit zu verbesserten Akquisitionseigenschaften.

**[0291]** Geeignete thermoplastische Kunststoffe umfassen Polyolefine wie Polyethylen und Polypropylen, Polyester, Copolyester, Polyvinylacetat, Polyethylvinylacetat, Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyacryle, Polyamide, Copolyamide, Polystyrole, Polyurethane sowie Copolymere aller der erwähnten Polymere.

**[0292]** Geeignete thermoplastische Fasern können aus einem einzigen Polymer als Monokomponentenfasern hergestellt werden. Alternativ dazu kann man sie aus mehr als einem Polymer beispielsweise aus Bikomponenten- oder Multikomponentenfasern herstellen. Der Begriff "Bikomponentenfasern" bezeichnet thermoplastische Fasern mit einer Kernfaser aus einem vom Mantel verschiedenen Fasermaterial. Typischerweise haben beide Fasermaterialien unterschiedliche Schmelzpunkte, wobei der Mantel in der Regel bei niedrigeren Temperaturen schmilzt. Bikomponentenfasern können konzentrisch oder exzentrisch sein, je nachdem ob der Mantel eine über die Querschnittsfläche der Bikomponentenfaser gleichmäßige oder ungleichmäßige Dicke aufweist. Exzentrische Bikomponentenfasern sind vorteilhaft, da sie bei einer geringeren Faserdicke eine höhere Druckfestigkeit zeigen. Weitere Bikomponentenfasern können das Merkmal "ungekräuselt" (unverbogen) oder "gekräuselt" (verbogen) aufweisen, während andere Bikomponentenfasern verschiedene Aspekte der Oberflächenlubrizität zeigen können.

**[0293]** Beispiele für Bikomponentenfasern umfassen folgende Polymerkombinationen: Polyethylen/Polypropylen, Polyethylvinylacetat/Polypropylen, Polyethylen/Polyester, Polypropylen/Polyester, Copolyester/Polyester und dergleichen.

**[0294]** Geeignete thermoplastische Kunststoffe haben einen Schmelzpunkt bei niedrigeren, die Fasern der Schicht schädigenden Temperaturen, jedoch nicht niedriger als Temperaturen, bei denen die flüssigkeitsabsorbierenden Artikel üblicherweise gelagert werden. Bevorzugt liegt der Schmelzpunkt zwischen etwa 75°C und 175°C. Die typische Länge thermoplastischer Fasern liegt bei etwa 0,4 bis 6 cm, bevorzugt bei etwa 0,5 bis 1 cm. Der Durchmesser thermoplastischer Fasern definiert sich im Sinne von entweder Denier (Gramm pro 9000 Meter) oder dtex (Gramm pro 10000 Meter). Typische thermoplastische Fasern verfügen über einen Einzeltiter im Bereich von etwa 1,2 bis 20 dtex, bevorzugt von etwa 1,4 bis 10 dtex.

**[0295]** Die Technik des Spinnbondierens ist ein weiteres Mittel, die Integrität der flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzung zu stärken. Die Produktionsweise von Faserschichten mittels Spinnbondieren basiert auf der Direktverspinnung von polymeren Granulaten in Endlosfilamente und dem anschließenden Konfektionieren der Faserschicht.

**[0296]** Spinngebundene bzw. Spinnvliese werden derart erzeugt, dass man extrudierte Spinnfasern auf einem umlaufenden Band einheitlich willkürlich ablegt und anschließend die Fasern thermobondiert. Bei dem Vlieslegevorgang werden die Fasern durch Luftdüsen separiert. Durch Einwirkung erhitzter Walzen oder heißer Nadeln wird das Polymer angeschmolzen und unter Erzeugung von Faserbindungen die Fasern miteinander verschweißt. Da eine molekulare Orientierung zu einem erhöhten Schmelzpunkt führt, können nicht hochverstreckte Fasern als Thermobondierfasern dienen. Polyethylen oder statistische Ethylen/Propylenbindecopolymeren dienen als niedrigschmelzende Bondierstellen.

**[0297]** Neben dem Spinn(vlies)bondieren gehört auch die Technik des Harzbondierens zu den Themen des Thermobondierens. Bei Anwendung dieser Technik zur Erzeugung von Bondierstellen wird das Fasermaterial mit speziellen Klebstoffen, beispielsweise auf Basis von Epoxid, Polyurethan und Acryl, versetzt und die resultierende Matrix thermisch behandelt. So wird das Vlies mit Harz und/oder in Fasermaterial verteilten thermoplastischen Harzen bondiert.

**[0298]** Als weitere Thermobondiertechnik besteht Durchluftbondieren in der Einwirkung von Heißluft auf die Oberfläche des faserhaltigen Flächengebilde. Dabei zirkuliert die Heißluft gerade oberhalb des faserhaltigen Flächengebilde, zieht aber nicht durch das faserhaltige Flächengebilde hindurch. Durch Zusatz von Bindemitteln werden Bondierstellen erzeugt. Geeignete Bindemittel, die beim Durchluftthermobondieren zum Einsatz gelangen, umfassen kristalline Bindefasern, bikomponentige Bindefasern und Pulver. Werden kristalline Bindefasern oder Pulver eingesetzt, so schmilzt das Bindemittel vollständig und bildet geschmolzene Tröpfchen über den ganzen Vliesstoffquerschnitt aus. Beim Kühlen bilden sich Bindungen an diesen Stellen aus. Im Falle von Bindefasern des Typs Kern/Mantel ist der Mantel das Bindemittel und der Kern die Trägerfaser. Unter Anwendung von Durchluftöfen hergestellte Produkte sind eher bauschig, offen, weich, belastbar, dehnbar, atmungsaktiv und absorbierend. Ein Durchluftbondieren mit einem unmittelbar anschließenden Kaltkalandrieren führt zu einer Dicke zwischen einem heißwalzenkalandrierten Produkt und einem ohne Kompression durchluftbondierten. Auch nach dem Kaltkalandrieren ist dieses Produkt weicher, flexibler und dehnbarer als durch eine Heißkalandrierung flächig bondiertes Material.

**[0299]** Das Spunlace-Verfahren der Wasserstrahlverwirbelung ist ein weiteres Verfahren zur Verfestigung eines Vlieses. Dabei wird das aus Faserflocke (üblicherweise nach dem Trocken- oder Nassvliesverfahren) gebildete Vlies zunächst verdichtet und vorbenetzt, um Lufteinschlüsse zu beseitigen. Bei der Spunlace-Technik treffen mehrere Reihen feiner Hochgeschwindigkeitswasserstrahlen auf das auf einem porösen Band perforierten oder gemusterten Umlaufsieb liegende Vlies, so dass sich die Fasern umeinander verknoten. Dabei steigt der Wasserdruck in der Regel vom ersten zum letzten Injektor. Die auf das Vlies gerichteten Wasserstrahlen stehen unter einem Druck von bis zu 150 bar. Dieser Druck reicht für die meisten Vliesstofffasern aus, für Spezialanwendungen kommen jedoch auch höhere Drücke zur Anwendung.

**[0300]** Das Spunlace-Verfahren spielt eine Rolle als ein Herstellungssystem für Vliesstoffe, bei dem Wasserstrahlen die Fasern verwirbeln und so dem Vlies einen Zusammenhalt verleihen. Als Haupteigenschaften der Spunlace-Vliesstoffe sind Weichheit, Drapierfähigkeit, Anschmiegsamkeit und eine ziemlich hohe Belastbarkeit zu nennen.

**[0301]** Nach neuesten Forschungsergebnissen erweisen sich einige Strukturmerkmale der entstandenen flüssigkeitsdurchlässigen Schichten als besonders nützlich. So ist beispielsweise die Schichtdicke sehr wichtig, beeinflusst sie doch zusammen mit der x-y-Dimension der Schicht das Akquisitions- und Verteilungsverhalten der Schicht. Ist ferner eine profilierte Struktur mitintegriert, lässt sich das Akquisitions- und Verteilungsverhalten gemäß der dreidimensionalen Struktur der Schicht ausrichten. Als flüssigkeitsdurchlässige Schicht wird somit 3D-Polyethylen bevorzugt.

**[0302]** Somit eignen sich als flüssigkeitsdurchlässige Abdeckung (A) aus den obigen Fasern durch Thermobondieren, Spinnbondieren, Harzbondieren oder Durchluftbondieren gebildete Vliesstoffschichten. Weiterhin kommen als flüssigkeitsdurchlässige Schichten 3D-Polyethylen-Schichten und Spunlace infrage.

**[0303]** Bevorzugt zeigen die 3D-Polyethylenschichten und Spunlace Flächengewichte von 12 bis 22 gsm.

**[0304]** Typischerweise erstrecken sich flüssigkeitsdurchlässige Abdeckungen (A) **(89)** teilweise oder ganz über die flüssigkeitsabsorbierende Struktur und können sich bis in alle der bevorzugten Seitenklappen, Seitenwickелеlemente, Flügel und Ohren erstrecken bzw. ein Teil davon sein.

#### Flüssigkeitsundurchlässige Lage oder flüssigkeitsundurchlässige Schicht (B) **(83)**

**[0305]** Die flüssigkeitsundurchlässige Lage (B) **(83)** verhindert, dass die vom flüssigkeitsabsorbierenden Kern **(80)** absorbierten und zurückgehaltenen Exsudate mit dem flüssigkeitsabsorbierenden Artikel in Berührung befindlichen Artikel, wie z. B. Bettlaken, Hosen, Schlafanzüge und Unterwäschen, nassen. Die flüssigkeitsundurchlässige Lage **(83)** kann also ein gewebtes oder ein ungewebtes Material, polymere Filme wie Thermoplastikfilm aus Polyethylen oder Polypropylen oder Verbundstoffe wie mit Film überzogenen Vliesstoff umfassen.

**[0306]** Geeignete flüssigkeitsundurchlässige Lagen **(83)** umfassen Vliesstoff, Kunststoffe und/oder Lamine aus Kunststoff und Vliesstoff. Dabei können in beiden Fällen die Kunststoffe und/oder Lamine aus Kunststoff und Vliesstoff entsprechend atmungsaktiv ausgeführt sein, so dass die flüssigkeitsundurchlässige Schicht **(83)** Dämpfe aus dem flüssigkeitsabsorbierenden Material entweichen lässt. Somit muss die flüssigkeitsundurchlässige Lage neben der Undurchlässigkeit gleichzeitig auch eine bestimmte Wasserdampfdurchlässigkeit aufweisen. Zur Kombination dieser Eigenschaften enthalten geeignete flüssigkeitsundurchlässige Schichten mindes-



tens zwei Schichten, z. B. Lamine aus faserhaltigem Vliesstoff mit einem bestimmten Flächengewicht und Porengrößenmaß, und einen geschlossenen dreidimensionalen Film aus beispielsweise Polyvinylalkohol als zweite Schicht mit einer bestimmten Dicke und optional mit einer Porenstruktur. Derartige Lamine wirken als Barriere und zeigen weder Flüssigkeitstransport noch Durchnässung. Somit umfassen geeignete flüssigkeitsundurchlässige Schichten wenigstens eine erste atmungsaktive Schicht aus einem porösen Vlies in Form eines faserhaltigen Vliesstoffs, z. B. eines Verbundvlieses aus einer Schmelzblasvliessschicht oder einer Spinnvliessschicht aus Synthefasern, und wenigstens eine zweite Schicht aus einem elastischen dreidimensionalen Vlies, bestehend aus einem flüssigkeitsundurchlässigen Polymerfilm, z. B. Kunststoffen gegebenenfalls mit Poren als Kapillaren, vorzugsweise nicht senkrecht zur Ebene des Films, sondern unter einem Winkel von weniger als 90° gegenüber der Ebene des Films angeordnet.

**[0307]** Geeignete flüssigkeitsundurchlässige Lagen sind wasserdampfdurchlässig. Vorzugsweise ist die flüssigkeitsundurchlässige Lage aus einem wasserdampfdurchlässigen Material aufgebaut, das eine Wasserdampfdurchlässigkeit (WVTR) von mindestens etwa 100 gsm pro 24 Stunden, bevorzugt von mindestens 250 gsm pro 24 Stunden und ganz besonders bevorzugt von etwa 500 gsm pro 24 Stunden zeigt.

**[0308]** Vorzugsweise ist die flüssigkeitsundurchlässige Lage (B) **(83)** aus hydrophobe Materialien, z. B. Synthefasern, umfassenden Vliesstoff oder einem flüssigkeitsundurchlässigen Polymerfilm aus Kunststoffen, z. B. Polyethylen, hergestellt. Dabei beträgt die Dicke der flüssigkeitsundurchlässigen Lage bevorzugt 15 bis 30 µm.

**[0309]** Ferner ist die flüssigkeitsundurchlässige Lage (B) **(83)** bevorzugt aus einem Laminat aus Vliesstoff und Kunststoffen, umfassend einen Vliesstoff mit einer Dichte von 12 bis 15 gsm und einer Polyethylenschicht mit einer Dicke von etwa 10 bis 20 µm, hergestellt.

**[0310]** Die typischerweise flüssigkeitsundurchlässige Lage (B) **(83)** erstreckt sich teilweise oder ganz über die flüssigkeitabsorbierende Struktur und kann sich bis in alle der bevorzugten Seitenklappen, Seitenwickel-elemente, Flügel und Ohren erstrecken bzw. ein Teil davon sein.

#### Flüssigkeitabsorbierender Kern (C) oder (80)

**[0311]** Der flüssigkeitabsorbierende Kern (C) **(80)** ist zwischen der oberen flüssigkeitsdurchlässigen Lage (A) **(89)** und der unteren flüssigkeitsundurchlässigen Lage (B) **(83)** angeordnet.

**[0312]** Erfindungsgemäß kann der flüssigkeitabsorbierende Kern **(80)** aus absorbierendem Papier gebildet sein.

**[0313]** Um den Zusammenhang des flüssigkeitabsorbierenden Kerns **(80)** zu stärken, ist der Kern gegebenenfalls mit einer Hülle **(86)** versehen. Dabei kann man diese Hülle am flüssigkeitabsorbierenden Kern **(80)** oben und/oder unten durch Schmelzkleben, Ultraschallbondieren, Thermobondieren oder eine Kombination von Bondiertechniken, wie sie dem Fachmann bekannt sind, lateral und/oder distal anbinden. Ferner kann diese Hülle den ganzen flüssigkeitabsorbierenden Kern **(80)** mit einer einheitlichen Materiallage umschließen und so als Wickel dienen. Ein Wickeln kann als Vollwickel, Teilwickel oder C-Wickel erfolgen.

**[0314]** Das Material der Kernhülle **(86)** kann alle bekannten Substrattypen umfassen, einschließlich von Vliesstoffen, Vliesen, Kleidungsstücken, Textilien, Filmen, Tissue und Laminen von zwei oder mehr Substraten oder Vliesen. Das Kernhüllenmaterial kann Naturfasern umfassen, wie Cellulose, Baumwolle, Flachs, Leinen, Hanf, Wolle, Seide, Fell, Haare und natürlich vorkommende Mineralfasern. Das Kernhüllenmaterial kann auch Synthefasern wie Rayon und Lyocell (aus Cellulose gewonnen), Polysaccharide (Stärke), Polyolefinfasern (Polypropylen, Polyethylen), Polyamide, Polyester, Butadienstyrolblockcopolymer, Polyurethan und Kombinationen davon umfassen. Vorzugsweise umfasst die Kernhülle Synthefasern oder -tissue.

**[0315]** Bei den Fasern kann es sich um mono- oder multikomponentige solche handeln. Multikomponentenfasern können ein Homopolymer, ein Copolymer oder deren Mischungen umfassen.

**[0316]** In **Fig. 17** ist eine schematische Darstellung des absorbierenden Kerns/absorbierenden Papiers **(80)** zu sehen.

**[0317]** Gemäß der Darstellung in **Fig. 17A** umfasst der absorbierende Kern bzw. das absorbierende Papier **(80)** gemäß der Erfindung mindestens eine Schicht wasserabsorbierende Polymerteilchen **(91)** in sandwichar-

tiger Umfassung mit mindestens zwei Schichten aus Tissue, z. B. verdichtetes Tissue, oben (95) und unten (96) mittels auf der Oberfläche (87) aufgetragenem Klebstoff, Ultraschallbondieren und/oder Thermobondieren.

**[0318]** Als Basis für das absorbierende Papier (80) dient eine dünne und flexible Einzelschicht aus geeignetem absorbierendem Material. Die Schicht ist makroskopisch zweidimensional und planar und verfügen über eine gegenüber den anderen Abmessungen sehr geringe Dicke. Die genannte Schicht kann auch überall in der Schicht eingebaut superabsorbierendes Material enthalten.

**[0319]** Techniken für die Einbringung der wasserabsorbierenden Polymermaterialien in den absorbierenden Kern sind dem Fachmann bekannt und können auf Volumetrie, Gewichtsabnahme oder Gravimetrie beruhen. Bekannte Techniken umfassen die Einbringung durch vibrierende Systeme, Mehrfachschneckengangsysteme, Dosierungsrolle, Wiegeband, flüssigbettvolumetrische Systeme und gravitationelle Streu- und/oder Sprühsysteme. Weitere Einbringungstechniken sind Dosisabnahmesysteme mit einhelliger und gegensätzlicher Pneumatikapplizierung oder Vakuumdruckverfahren zum Aufbringen der flüssigkeitabsorbierenden Polymermaterialien.

**[0320]** Alternativ dazu ist es auch möglich, eine Kernstruktur aus zwei oder mehr vorgeformten Schichten zu bilden, die jeweils wasserabsorbierende Polymerteilchen beispielsweise gemäß Fig. 17B enthalten, und so zu einem schichtförmigen flüssigkeitabsorbierenden Kern zu gelangen.

**[0321]** In Fig. 17B ist ein absorbierender Kern (80) zu sehen, der zweischichtig aufgebaut ist. Hierbei werden zwei Schichten wasserabsorbierender Polymerteilchen, eine oben liegend (91) und die andere unten liegend (92), mittels Klebstoff, Ultraschallbondieren und/oder Thermobondieren auf Vliesstoff wie z. B. durchluftbondiertem Vliesstoff (94) verbunden (87) und anschließend unter Bildung eines sandwichartigen Aufbaus mit zwei Schichten aus beispielsweise verdichtetem Tissue oben (95) und unten (96) mittels oberflächlich appliziertem Klebstoff, Ultraschallbondieren und/oder Thermobondieren zusammengeführt.

**[0322]** Zur Bildung der geschichteten Struktur kann man die verschiedenen Schichten anschließend in z-Richtung erzeugen.

**[0323]** Die Schichten können über unterschiedliche Konzentrationen und unterschiedliches wasserabsorbierendes Polymermaterial mit Konzentrationen im Bereich von etwa 80 bis 100%, bevorzugt 90 bis 100% verfügen. Diese einheitlichen oder unterschiedlichen Schichten kann man auch an deren aneinandergrenzenden ebenen Oberflächen aneinander festmachen. Alternativ dazu kann man die Schichten auch so kombinieren, dass sich mehrere Kammern bilden, in denen wasserabsorbierendes Polymermaterial jeweils getrennt eingebaut wird.

**[0324]** Es kann ferner bevorzugt sein, die wasserabsorbierenden Polymerteilchen innerhalb der mindestens einen Schicht (91) auch ohne Kammern in diskreten Bereichen zu platzieren, beispielsweise unterstützt durch wenigstens einen Klebstoff.

**[0325]** Es kann bevorzugt sein, dass die wasserabsorbierenden Polymerteilchen diskret in geschlossenen Taschen enthalten sind. Dabei sind die Taschen frei von Zellstoff. Die Bildung der die Taschen definierenden Verbindungen erfolgt beispielsweise durch sich kreuzende Ultraschallkontaktbereiche zwischen zwei Sicherheits- bzw. Einschließungsschichten aus thermoplastischem Kunststoff. Geeignete vorgeformte Schichten werden beispielsweise als Trockenvlies, Nassvlies, Laminat oder Komposit verarbeitet.

**[0326]** Das absorbierende Papier (80) kann mindestens eine Schicht Vliesstoff (94) wie Kurzfasertrockenvliesstoffe, Vliesstoff aus Materialien wie Polyethylen, Polypropylen, Nylon, Polyester und dergleichen, Cellulosefasermaterialien wie Papiertissue oder -tücher, wie sie in der Technik bekannt sind, mit Wachs beschichtete Papiere, Wellstoffpapiere und dergleichen oder Fluffzellstoff umfassen. Die genannte Schicht kann ferner bikomponentige Bindefasern eingebaut enthalten.

**[0327]** Erfindungsgemäß ist eine Tissueschicht direkt über und unter der mindestens einen wasserabsorbierenden Polymere enthaltenden Schicht in dem absorbierenden Kern angeordnet.

**[0328]** Der Begriff Tissue beschränkt sich nicht auf Tissuematerial wie Papier, der Begriff umfasst auch Vliesstoffe. Das Material der Schicht kann alle bekannten Substrattypen umfassen, einschließlich von Vliesen, Kleidungsstücken, Textilien und Filmen. Die Tissueschicht kann Naturfasern umfassen, wie Cellulose, Baumwolle, Flachs, Leinen, Hanf, Wolle, Seide, Fell, Haare und natürlich vorkommende Mineralfasern. Die Tissue-

schicht kann auch Synthefasern wie Reyon und Lyocell (aus Cellulose gewonnen), Polysaccharide (Stärke), Polyolefinfasern (Polypropylen, Polyethylen), Polyamide, Polyester, Butadienstyrolblockcopolymer, Polyurethan und Kombinationen davon umfassen. Bevorzugt umfasst die Tissueschicht Cellulosefasern. Bevorzugt besteht die Tissueschicht aus ca. 50% Zellstoff und 50% über den Viskoseprozess hergestellte Chemiefasern zu > 45 gsm für Zugfestigkeit und Integrität.

**[0329]** Erfindungsgemäß bevorzugt umfasst der flüssigkeitabsorbierende Kern (**80**) höchstens 20 Gew.-% Klebstoff, vorzugsweise höchstens 10 Gew.-% Klebstoff, weiter bevorzugt höchstens 7 Gew.-% Klebstoff, am meisten bevorzugt höchstens 5 Gew.-% Klebstoff. Bei dem Klebstoff handelt es sich bevorzugt um Schmelzkleber.

**[0330]** Die Menge an wasserabsorbierenden Polymerteilchen innerhalb des flüssigkeitabsorbierenden Kerns bzw. Papiers liegt bei 3 bis 20 g, bevorzugt 6 bis 14 g und bei 8 bis 12 g im Falle der Maxi-Windeln und bei bis zu etwa 50 g im Falle der Inkontinenzprodukte.

**[0331]** Die Menge an wasserabsorbierenden Polymerteilchen innerhalb des flüssigkeitabsorbierenden Kerns bzw. Papiers liegt bei Maxi-Windeln (Größe L) im Bereich von 100 bis 500 gsm, bevorzugt 200 bis 400 gsm, besonders bevorzugt 250 bis 300 gsm.

**[0332]** Bevorzugt (**Fig. 17A**) umfasst die mindestens eine Schicht wasserabsorbierender Polymerteilchen (**91**) des absorbierenden Kerns 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-%, bevorzugt 0 bis 10 Gew.-% Fasermaterial und 90 bis 100 Gew.-% wasserabsorbierende Polymerteilchen, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierenden Polymerteilchen und Fasermaterial, enthält mindestens 260 gsm an wasserabsorbierenden Polymerteilchen, bevorzugt mindestens 350 gsm an wasserabsorbierenden Polymerteilchen.

**[0333]** Es kann bevorzugt sein, dass die mindestens eine Schicht 100 Gew.-% an wasserabsorbierenden Teilchen umfasst.

**[0334]** In einem mindestens zwei Schichten umfassenden absorbierenden Kern (**Fig. 17B**) umfasst sowohl eine Oberschicht (**91**) als auch eine Unterschicht (**92**) jeweils 0 bis 10 Gew.-% Fasermaterial und 90 bis 100 Gew.-% wasserabsorbierende Polymerteilchen, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierenden Polymerteilchen und Fasermaterial, wobei jede Schicht mindestens 50 gsm an wasserabsorbierenden Polymerteilchen und bevorzugt mindestens 100 gsm an wasserabsorbierenden Polymerteilchen enthält.

**[0335]** Die sich für den flüssigkeitabsorbierenden Kern ergebende Dicke hängt also von der Anzahl der Schichten ab. Flüssigkeitabsorbierende Kerne können also über ein dreidimensionales Profil verfügen oder als Einzelschicht als flaches Plateau ausgeführt sein.

**[0336]** Dabei können sich die in den einzelnen Schichten enthaltenen wasserabsorbierenden Polymerteilchen jeweils voneinander unterscheiden.

**[0337]** Erfindungsgemäß enthält die mindestens eine Schicht einen schnellen Superabsorber oder eine Mischung von wasserabsorbierenden Polymerteilchen.

**[0338]** Wobei die Mischung mindestens 20 Gew.-% eines schnellen Superabsorbermaterials mit einer Oberfläche von mindestens 1000 cm<sup>2</sup>/g umfasst.

**[0339]** Die Mischung kann ferner 80 Gew.-% oder weniger des zweiten Superabsorbers umfassen.

**[0340]** Bevorzugt umfasst die Mischung insbesondere bei dem flüssigkeitabsorbierenden Artikel, der keine Akquisitions- und Verteilungsschicht (ADL) zwischen der flüssigkeitsdurchlässigen Oberschicht (**89**) und dem flüssigkeitabsorbierenden Kern (**80**) enthält, 25 bis 100 Gew.-% des schnellen Superabsorbers und 75 bis 0 Gew.-% des zweiten Superabsorbers. Besonders bevorzugt umfasst die Mischung 30 bis 100 Gew.-% des schnellen Superabsorbers und 70 bis 0 Gew.-% des zweiten Superabsorbers. Auch ohne ADL verfügt der erfindungsgemäße flüssigkeitabsorbierende Artikel nach dem Hänge-U-Ständer-Test (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 15 Sekunden oder weniger.

**[0341]** Zur Gewährleistung eines geringen Rewet-Werts auch ohne ADL umfasst die Mischung bevorzugt 30 bis 75 Gew.-% des zweiten Superabsorbers und 70 bis 25 Gew.-% des schnellen Superabsorbers. Die Mischung umfasst weiterhin bevorzugt 30 bis 70 Gew.-% des zweiten Superabsorbers und 70 bis 30 Gew.-%

% des schnellen Superabsorbers. Nach einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfasst die Mischung bevorzugt 35 bis 65 Gew.-% des zweiten Superabsorbers und 65 bis 35 Gew.-% des schnellen Superabsorbers.

**[0342]** Erfindungsgemäß verfügt der zweite Superabsorber bevorzugt über eine Spherizität von mindestens 0,89.

**[0343]** Die Herstellung des zweiten Superabsorbers erfolgt bevorzugt durch Polymerisation von Tröpfchen des Monomers in einer umgebenden erwärmten Gasphase.

**[0344]** Erfindungsgemäß verfügt der schnelle Superabsorber bevorzugt über einen  $t_{ber.}$ -Wert von 12 sec/g oder weniger, bevorzugt 7,5 sec/g oder weniger, ganz besonders bevorzugt 5 sec/g oder weniger.  $t_{ber.}$  ist gemäß der nachstehenden Gleichung:

$$t_{ber.} = \frac{t_{12g}}{(SA/100)m_{sap}}$$

definiert.

**[0345]** Der flüssigkeitabsorbierende Kern (80) hat typischerweise eine Einheitlichkeit in Größe bzw. Profil. Geeignete flüssigkeitabsorbierende Kerne können aber auch bezüglich der Gestalt des Kerns und/oder des Gehalts an wasserabsorbierenden Polymerteilchen und/oder der Verteilung der wasserabsorbierenden Polymerteilchen und/oder der Dimensionen der verschiedenen Schichten bei einem geschichteten flüssigkeitabsorbierenden Kern über profilierte Strukturen verfügen.

**[0346]** Die Gestalt des Kerns (80) in Draufsicht (x-y-Dimension) kann rechteckig, anatomisch geformt mit einem engeren Schrittbereich oder auch beliebig anderweitig geformt sein.

**[0347]** Die Draufsichtfläche des flüssigkeitabsorbierenden Kerns (80) beträgt bevorzugt mindestens 200 cm<sup>2</sup>, besonders bevorzugt mindestens 250 cm<sup>2</sup> und ganz besonders bevorzugt mindestens 300 cm<sup>2</sup>. Bei der Draufsichtfläche handelt es sich um die der oberen flüssigkeitdurchlässigen Schicht zugeordneten Fläche.

**[0348]** Der flüssigkeitabsorbierende Kern (80) kann zusätzliche Additive enthalten, die typischerweise in dem Fachmann bekannten flüssigkeitabsorbierenden Artikeln vorliegen. Beispielhafte Additive sind Fasern zur Verstärkung und Stabilisierung des flüssigkeitabsorbierenden Kerns. Bevorzugt wird dabei Polyethylen zur Verstärkung des flüssigkeitabsorbierenden Kerns eingesetzt.

**[0349]** Weitere geeignete Stabilisatoren zur Verstärkung des flüssigkeitabsorbierenden Kerns sind als Bindemittel wirkende Stoffe.

**[0350]** Durch Variation des in verschiedenen Bereichen des flüssigkeitabsorbierenden Kerns eingesetzten Bindemittels nach Art oder Menge wird die Ausgestaltung einer profilierten Stabilisierung ermöglicht. So kann man im flüssigkeitabsorbierenden Kern unterschiedliche Bindemittelmateriale mit unterschiedlichen Schmelztemperaturen bereichsweise einsetzen, so beispielsweise das niedrigerschmelzende im Zentralbereich des Kerns und das höherschmelzende in den distalen Bereichen. Zu nennen als geeignete Bindemittelmateriale sind adhäsive oder nicht adhäsive Fasern, kontinuierlich oder diskontinuierlich extrudierte Fasern, bikomponentige Stapelfasern, nicht elastomere Fasern und aufgesprühtes Flüssigbindemittel oder eine beliebige Kombination dieser Bindemittelmateriale.

**[0351]** Ferner werden üblicherweise thermoplastische Zusammensetzungen zugesetzt, um einen erhöhten Zusammenhalt der Kernschicht zu erzielen. Die thermoplastischen Zusammensetzungen können einen einzigen Typ an thermoplastischen Polymeren oder eine Mischung thermoplastischer Polymere enthalten. Alternativ dazu kann die thermoplastische Zusammensetzung mindestens ein thermoplastisches Polymer zusammen mit thermoplastischen Verdünnungsmitteln wie Klebrigmachern, Weichmachern oder sonstigen Additiven, z. B. Antioxidantien, umfassende Schmelzkleber enthalten. Die thermoplastische Zusammensetzung kann ferner beispielsweise kristallines Polypropylen und ein amorphes Polyalphaolefin oder Styrolblockcopolymer und Wachsgemisch umfassende Haftschnelzkleber enthalten.

**[0352]** Zur Geruchsbekämpfung werden optional Parfüms und/oder geruchbindende Additive zugesetzt. Als geruchbindende Additive eignen sich alle in der Technik bekannten Substanzen zur Minderung des sich beim Tragen von flüssigkeitabsorbierenden Artikeln mit der Zeit entwickelnden Geruchs. Somit eignen sich als geruchbindende Additive anorganische Stoffe, wie Zeolite, Aktivkohle, Bentonit, Siliziumdioxid, Aerosil, Kieselgur, Ton, Chelatbildner wie Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA), Cyclodextrine, Aminopolykohlenensäuren, Ethylendiamintetramethylenphosphonsäure, Aminophosphat, polyfunktionelle Aromate, N,N-Dibernsteinsäure. Als geruchbindende Additive eignen sich ferner antimikrobielle Wirkstoffe.

**[0353]** Geeignete geruchbindende Additive sind ferner Verbindungen mit Anhydridgruppen wie Malein-, Itacon-, Polymalein- oder Polyitaconsäureanhydrid, Copolymere von Maleinsäure mit C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>-Olefinen oder Styrol, Polymaleinsäureanhydrid oder Copolymeren von Maleinsäureanhydrid mit Isobuten, Diisobuten oder Styrol, Verbindungen mit Säuregruppen wie Ascorbin-, Benzoe-, Zitronen-, Salicyl- oder Sorbinsäure und flüssigkeitslösliche Polymere aus Monomeren mit Säuregruppen, Homo- oder Copolymeren aus einfach ungesättigten C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub>-Carbonsäuren.

**[0354]** In neuesten Entwicklungen wird vorgeschlagen, Einnäss-Indikator-Additive zuzusetzen. Geeignete Einnäss-Indikator-Additive umfassen eine Mischung aus Sorbitanmonooleat und polyethoxyliertem hydriertem Rizinusöl. Dabei liegt die Menge des Einnäss-Indikator-Additivs bevorzugt im Bereich von etwa 0,0001 bis 2 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des flüssigkeitabsorbierenden Kerns.

**[0355]** Die absorbierende Papierschicht verfügt insgesamt über ein Flächengewicht im Bereich von etwa 100 gsm bis etwa 2000 gsm, bevorzugt von etwa 200 gsm bis etwa 750 gsm und besonders bevorzugt von etwa 400 gsm bis etwa 600 gsm.

**[0356]** Der flüssigkeitabsorbierende Kern verfügt über eine Dichte im Bereich von 0,1 bis 0,6 g/cm<sup>3</sup>, bevorzugt 0,2 bis 0,4 g/cm<sup>3</sup>. Die Dicke des flüssigkeitabsorbierenden Kerns liegt bei Windeln im Bereich von 1 bis 8 mm, bevorzugt 1 bis 4 mm, besonders bevorzugt 1,5 bis 3 mm und bei für Erwachsene bestimmten Inkontinenzprodukten im Bereich von 3 bis 15 mm.

#### Optionale Akquisitions- und Verteilungsschicht (D)

**[0357]** Zwischen der oberen Schicht (89) und den flüssigkeitabsorbierenden Kern (80) ist eine optionale Akquisitions- und Verteilungsschicht (D) angeordnet, die bevorzugt aufgebaut ist, ausgeschiedene Körperflüssigkeiten wirksam aufzunehmen und sie an weitere Bereiche der flüssigkeitabsorbierenden Zusammensetzung oder an andere Schichten zur Immobilisierung und Speicherung weiterzuleiten. Die obere Schicht übergibt die abgeschiedene Flüssigkeit an die Akquisitions- und Verteilungsschicht (D) zur Verteilung an den flüssigkeitabsorbierenden Kern.

**[0358]** Die Akquisitions- und Verteilungsschicht umfasst Fasermaterial und optional wasserabsorbierende Polymerteilchen.

**[0359]** Als Fasermaterial kommen hydrophile Fasern, hydrophobe Fasern oder eine Kombination aus sowohl hydrophilen und hydrophoben Fasern infrage. Ihm können Naturfasern, Synthefasern oder eine Kombination beider zugrunde liegen.

**[0360]** Geeignete Akquisitions- und Verteilungsschichten sind aus Cellulosefasern und/oder modifizierten Cellulosefasern und/oder synthetischen oder Kombinationen davon gebildet. Geeignete Akquisitions- und Verteilungsschichten können also Cellulosefasern und dabei insbesondere Zellstofffluff enthalten. Beispiele für weitere geeignete hydrophile, hydrophobe Fasern sowie gegebenenfalls modifizierten Naturfasern sind oben in dem Kapitel "Flüssigkeitsdurchlässige Lage oder flüssigkeitsdurchlässige Schicht (A) (89)" aufgeführt.

**[0361]** Insbesondere zur Bereitstellung von sowohl Flüssigkeitsaufnahme- als auch -verteilungseigenschaften wird die Verwendung modifizierter Cellulosefasern bevorzugt. Beispiele für modifizierte Cellulosefasern sind chemisch behandelte Cellulosefasern, insbesondere chemisch versteifte Cellulosefasern. Dabei bedeutet der Begriff "chemisch versteifte Cellulosefasern" Cellulosefasern, welche auf chemischem Wege versteift worden sind, um die Formbeständigkeit der Fasern zu erhöhen. Dazu zählen der Zusatz chemischer Versteifungsmittel in Form von Überzügen, oberflächliches Vernetzen sowie Imprägnate. Geeignete polymere Versteifungsmittel können umfassen: kationisch modifizierte Stärken mit stickstoffhaltigen Gruppen, Latizen, Nassfestmittel wie Polyamidepichlorhydrinharz, Polyacrylamid, Harnstoff-Formaldehyd- und Melamin-Formaldehyd-Harze und Polyethyleniminharze.

**[0362]** Die Versteifung kann auch durch Veränderung der chemischen Struktur erfolgen, wie z. B. durch eine Quervernetzung von Polymerketten. Durch Aufbringen von Vernetzungsmitteln auf die Fasern kann man also bei jenen eine chemische Bildung von Vernetzungen zwischen den Fasern bewirken. Weitere Cellulosefasern können durch Vernetzungen in individualisierter Form versteift werden. Geeignete chemische Versteifungsmittel sind typischerweise monomere Vernetzungsmittel einschließlich  $C_2$ - $C_8$ -Dialdehyde,  $C_2$ - $C_8$ -Monoaldehyde mit saurer Funktionalität und insbesondere  $C_2$ - $C_9$ -Polycarbonsäuren.

**[0363]** Bei den modifizierten Cellulosefasern handelt es sich bevorzugt um chemisch behandelte Cellulosefasern. Insbesondere sind lockige Fasern bevorzugt, wie sie durch Behandlung von Cellulosefasern mit Zitronensäure erhältlich sein können. Bevorzugt liegt das Flächengewicht bei Cellulosefasern und modifizierten Cellulosefasern bei 50 bis 200 gsm.

**[0364]** Geeignete Akquisitions- und Verteilungsschichten weisen ferner Synthesefasern auf. Bekannte Beispiele für Synthesefasern sind oben in dem Kapitel "flüssigkeitsdurchlässige Lage oder flüssigkeitsdurchlässige Schicht (A) (89)" aufgeführt. Eine weitere infrage kommende Möglichkeit ist die 3D-Polyethylenfolie mit dualer Funktion als flüssigkeitsdurchlässige Schicht (A) (89) und als Akquisitions- und Verteilungsschicht.

**[0365]** Ferner sind im Falle von Cellulosefasern hydrophile Synthesefasern bevorzugt. Eine Möglichkeit zur Herstellung hydrophiler Synthesefasern ist die chemische Modifizierung hydrophober Fasern. Eine Hydrophilisierung erfolgt bevorzugt durch Tensidbehandlung hydrophober Fasern. Die hydrophobe Faser lässt sich somit an der Oberfläche dadurch hydrophil ausrüsten, dass man sie mit einem nichtionischen oder ionischen Tensid behandelt, beispielsweise durch Besprühen der Faser mit einem Tensid oder durch Eintauchen der Faser in ein Tensid. Ferner sind permanent hydrophile Synthesefasern bevorzugt. Dabei kann das Fasermaterial der Akquisitions- und Verteilungsschicht zur größeren Belastbarkeit und Integrität der Schicht fixiert werden. Technologien zur Verfestigung von Fasern in einem Vlies sind mechanisches Bondieren, thermisches Bondieren und chemisches Bondieren. Die verschiedenen Verfahren zur Verstärkung der Integrität des Vlieses wurden weiter oben in dem Kapitel "Flüssigkeitsdurchlässige Lage oder flüssigkeitsdurchlässige Schicht (A) (89)" im Detail beschrieben.

**[0366]** Bevorzugte Akquisitions- und Verteilungsschichten (D) umfassen Fasermaterial und darin verteilte wasserabsorbierende Polymerteilchen. Dabei können die wasserabsorbierenden Polymerteilchen bei der Herstellung der Schicht aus Faserflocke zugesetzt werden, es ist aber auch möglich, nach der Herstellung der Schicht eine Monomerlösung zuzusetzen und die Beschichtungslösung mittels UV-ausgelöster Polymerisationstechnologien zu polymerisieren. Eine Polymerisation in situ ist also ein weiteres Verfahren zur Aufbringung der wasserabsorbierenden Polymere.

**[0367]** Geeignete Akquisitions- und Verteilungsschichten umfassen also 80 bis 100 Gew.-% eines Fasermaterials und 0 bis 20 Gew.-% wasserabsorbierender Polymerteilchen, bevorzugt 85 bis 99,9 Gew.-% eines Fasermaterials und 0,1 bis 15 Gew.-% wasserabsorbierender Polymerteilchen, besonders bevorzugt 90 bis 99,5 Gew.-% eines Fasermaterials und 0,5 bis 10 Gew.-% wasserabsorbierender Polymerteilchen und ganz besonders bevorzugt 95 bis 99 Gew.-% eines Fasermaterials und 1 bis 5 Gew.-% wasserabsorbierender Polymerteilchen.

**[0368]** Bevorzugte Akquisitions- und Verteilungsschichten zeigen Flächengewichte im Bereich von 20 bis 200 gsm, ganz besonders bevorzugt im Bereich von 40 bis 60 gsm, je nach der Konzentration der wasserabsorbierenden Polymerteilchen.

**[0369]** Alternativ dazu umfasst eine Akquisitions- und Verteilungsschicht (D) eine Kunstharzfolie zwischen (89) und (80) als Verteilungsschicht, wobei der zugeführte Harn entlang der Oberfläche schnell zum oberen Seitenteil des flüssigkeitabsorbierenden Kerns (80) transportiert wird. Bevorzugt ist die Akquisitions- und Verteilungsschicht (D) kleiner als der sich darunter befindende flüssigkeitabsorbierende Kern (80). Dabei unterliegt insbesondere das Material der Akquisitions- und Verteilungsschicht (D) keiner Beschränkung. Dabei können eine derartige Folie aus einem Harz wie Polyethylen, Polypropylen, Polyethylenterephthalat, Polyurethan oder vernetztem Polyvinylalkohol sowie eine aus dem oben beschriebenen Harz hergestellte luftdurchlässige aber flüssigkeitsundurchlässige, sogenannte "atmungsaktive" Folie zum Einsatz kommen.

**[0370]** Bevorzugt umfasst die Akquisitions- und Verteilungsschicht (D) eine poröse Polyethylenfolie nicht nur zur schnellen Aufnahme, sondern auch zur schnellen Verteilung von Flüssigkeit.

**[0371]** Alternativ dazu kann ein lose oben auf dem flüssigkeitabsorbierenden Kern verteiltes Synthefaserbündel als Akquisitions- und Verteilungsschicht Verwendung finden. Geeignete Synthefasern sind aus Copolyester, Polyamid, Copolyamid, Polymilchsäure, Polypropylen oder Polyethylen, Viskose oder deren Mischungen. Ferner können Bikomponentenfasern verwendet werden. Die Synthefaserkomponente kann entweder aus einem einzigen Fasertyp mit einem kreisförmigen Querschnitt oder aus einer Mischung zweier Fasertypen mit unterschiedlichen Querschnittsprofilen bestehen. So angeordnete Synthefasern gewährleisten eine sehr schnelle Flüssigkeitstransportierung und -kanalisation. Bevorzugt werden Polyethylenfaserbündel eingesetzt.

#### Weitere optionale Komponenten (E)

##### 1. Beinabschluss

**[0372]** Typische Beinabschlüsse umfassen Vliesstoffe, herstellbar durch Verfahren der Direktextrusion, bei denen die Fasern und die Vliesstoffe gleichzeitig gebildet werden, oder durch Legeverfahren von vorgefertigten Fasern, die man zu einem späteren Zeitpunkt zu Vliesstoffen ablegen kann. Zu Beispielen für Direktextrusionsverfahren zählen Spinnbondieren, Schmelzblasen, Lösungspinnen, Elektrosinnen und deren Kombinationen. Zu Beispielen für Legeverfahren zählen das Nassvliesverfahren und das Trockenvliesverfahren (z. B. das Luftlegeverfahren, Kardieren). Zu Kombinationen der obigen Verfahren zählen Spinnbondieren-Schmelzbasen-Spinnbondieren (sms), Spinnbondieren-Schmelzbasen-Schmelzbasen-Spinnbondieren (smms), Spinnbondieren-Kardieren (sc), Spinnbondieren-Luftlegen (sa), Schmelzbasen-Luftlegen (ma) und deren Kombinationen. Die Kombinationen mit Direktextrusion sind zum gleichen Zeitpunkt oder zu einem späteren Zeitpunkt kombinierbar. In den obigen Beispielen kann man eine oder mehrere der Einzelschichten nach jedem Verfahren herstellen. Somit bedeutet "sms" einen dreischichtigen Vliesstoff und "smsms" oder "ssmms" einen fünfschichtigen Vliesstoff. Üblicherweise bezeichnen Kleinbuchstaben (sms) einzelne Schichten, Großbuchstaben (SMS) jedoch die Zusammenlegung aneinandergrenzender Schichten der gleichen Art.

**[0373]** Des Weiteren sind geeignete Beinabschlüsse mit elastischen Fäden versehen. Bevorzugte Beinabschlüsse aus Synthefasern zeigen die Schichtkombinationen sms, smms oder smsms. Vliese der Dichte 13 bis 17 gsm sind bevorzugt. Beinabschlüsse sind bevorzugt mit zwei elastischen Fäden versehen.

##### 2. Elastolemente

**[0374]** Die Elastolemente dienen dazu, den flüssigkeitabsorbierenden Artikel sicher sitzend aber flexibel um den Körper des Trägers zu verschließen und dabei z. B. am Bund und den Beinen den Austrittsschutz und die Passform zu optimieren. Dabei sind die Beingummi zwischen der äußeren und inneren Schicht des flüssigkeitabsorbierenden Artikels oder zwischen der äußeren bekleidungsseitigen Abdeckung und der dem Nutzer zugewandten, körperseitigen Auskleidung. Geeignete Elastolemente umfassen Folien, Bänder oder Fäden aus thermoplastischem Polyurethan, elastomeren Materialien, Polyetheramidblockcopolymeren, thermoplastischen Kautschuks, Styrolbutadiencopolymeren, Siliconkautschuks, Naturkautschuks, Synthetikautschuks, Styrolisoprencopolymeren, Styrolethylenbutylencopolymerer, Nyloncopolymeren, Elastanfasern mit segmentiertem Polyurethan und/oder Ethylenvinylacetatcopolymer. Dabei können die Elastolemente im gedehnten Zustand auf dem Substrat oder auch auf dem gedehnten Substrat befestigt werden. Ansonsten kann man die Elastolemente auch auf dem Substrat festmachen und anschließend elastifizieren oder krumpfen, beispielsweise durch Einwirkung von Wärme.

##### 3. Verschlusssystem

**[0375]** Das Verschlusssystem kann Verschlussbandlaschen, Landezonen, Elastomerikelemente, Pull-Ups und das Gürtelsystem oder Kombinationen davon umfassen.

**[0376]** Durch das Verschlusssystem wird wenigstens ein Teil des ersten Bundbereichs mit einem Teil des zweiten Bundbereichs verbunden, um den flüssigkeitabsorbierenden Artikel festzumachen und die Beinöffnungen und den Bund des flüssigkeitabsorbierenden Artikels herzustellen. Bevorzugt ist der flüssigkeitabsorbierende Artikel mit einem widerschließbaren Verschlusssystem versehen.

**[0377]** Das Verschlusssystem ist entweder wieder versiegelbar oder permanent, einschließlich aller für eine derartige Verwendung geeigneter Materialien, wie z. B. Kunststoffen, Elastolementen, Filmen, Schaumstoffen, ungewebten Substraten, gewebten Substraten, Papier, Tissue, Laminaten, faserverstärkten Kunststoffen und dergleichen oder Kombinationen davon. Bevorzugt umfasst das Verschlusssystem flexible Materialien und funktioniert glatt und weich, ohne die Haut des Trägers zu reizen.

**[0378]** Ein Bestandteil der Verschlusselemente ist ein Klebeband bzw. umfasst ein Paar sich seitlich erstreckender Laschen an den Seitenkanten des ersten Bundbereichs. Die Verschlussbandlaschen werden typischerweise mit dem Vorderteil verbunden und erstrecken sich seitlich aus jeder Ecke des ersten Bunds. Diese Verschlussbandlaschen haben eine nach innen gewandte Haftfläche, die typischerweise vor Einsatz durch ein dünnes, abziehbares Deckblatt geschützt wird.

**[0379]** Geeignete Verschlussbandlaschen können aus thermoplastischen Polymeren wie Polyethylen, Polyurethan, Polystyrol, Polycarbonat, Polyester, Ethylenvinylacetat-, Ethylenvinylalkohol-, Ethylenvinylacetat-crylat- oder Ethylenacrylsäurecopolymeren gebildet sein.

**[0380]** Geeignete Verschlussysteme umfassen ferner den Hakenteil eines Klettverschlusses sowie anzupfeilende Einrichtungen, die den Schlaufenteil eines Klettverschlusses umfassen.

**[0381]** Geeignete mechanische Verschlussysteme weisen eine Landezone auf. Mechanische Verschlussysteme sind direkt an der äußeren Hülle befestigbar. Die Landezone kann dabei als ein Bereich des flüssigkeitsabsorbierenden Artikels dienen, an dem die Verschlussbandlaschen möglichst anzubringen sind. Dabei kann die Landezone ein Basismaterial und mehrere Verschlussbandlaschen aufweisen. Die Verschlussbandlaschen können im Basismaterial der Landezone eingebettet sein. Das Basismaterial kann ein Schlaufenmaterial umfassen. Das Schlaufenmaterial kann ein Trägermaterial sowie eine daran befestigte Schicht eines Spinnvlieses umfassen.

**[0382]** Geeignete Landezonen sind somit durch das Spinnvliesverfahren herstellbar. Spinnvliese werden nach dem Schmelzspinnverfahren aus extrudierten schmelzflüssigen thermoplastischen Fasern hergestellt. Bevorzugt ist dabei ein biorientiertes Polypropylen (BOPP) bzw. bei mechanischen Verschlussystemen ein gerautes bzw. geschlossenes Schlaufenmaterial.

**[0383]** Ferner umfassen geeignete mechanische Verschlussysteme elasticomere Einheiten als einen flexiblen diskreten abdominalen und/oder dosalen Bund, flexible Unterleib- und/oder Dorsalzonen im Distalbereich von flüssigkeitsabsorbierenden Artikeln, wie Höschen oder Pull-Ups. Durch die elasticomeren Einheiten kann der Träger den flüssigkeitsabsorbierenden Artikel wie beispielsweise im Falle eines Trainingshöschens nach unten ziehen.

**[0384]** Geeignete flüssigkeitsabsorbierende Artikel in Höschenform verfügen über einen vorderen abdominalen Bereich, einen rückwärtigen dosalen Bereich, einen Schrittbereich, Seitenbereiche zum Verbinden der vorderen und rückwärtigen Bereiche in Lateralrichtung, einen Hüftenbereich, einen elastischen Bundbereich und eine flüssigkeitsdichte Außenschicht. Dabei wird der Hüftenbereich um den Bund des Nutzers angeordnet. Der zum einmaligen Gebrauch bestimmte flüssigkeitsabsorbierende Artikel in Höschenform (Pull-Up) besitzt günstige Flexibilitäts-, Dehnbarkeits-, Abdichtungs- und Passformeigenschaften, sorgt somit für ausgezeichneten Tragekomfort und bietet verbesserte Mobilität und Diskretion.

**[0385]** Geeignete Pull-Ups umfassen thermoplastische Filme, Folien und Lamine mit einem niedrigen Modul, einer guten Weiterreißfestigkeit und hoher elastischer Wiederholungsfähigkeit.

**[0386]** Geeignete Verschlussysteme können ferner Elastomerikelemente zur Herstellung von elastischen Bereichen innerhalb der Befestigungseinrichtungen des flüssigkeitsabsorbierenden Artikels umfassen. Elastomerikelemente gewährleisten nicht nur einen ausreichenden Schutz gegen Flüssigkeitsaustritt, sondern sorgen auch für eine anschmiegsame Passform des flüssigkeitsabsorbierenden Artikels an den Träger bei den Bund- und Beinöffnungen.

**[0387]** Geeignete Elastomerikelemente sind elastomere Polymere oder elastische Klebstoffe mit Wasserdampfdurchlässigkeits- und Flüssigkeitsbarriereigenschaften. Bevorzugte Elastomerikelemente sind in der Lage, sich nach einer Dehnung wieder auf eine ihrer Anfangslänge entsprechenden Länge zurückzuziehen.

**[0388]** Geeignete Verschlussysteme umfassen ferner ein Gürtelsystem, umfassend einen Bundgürtel und Beingürtel zur flexiblen Befestigung des flüssigkeitsabsorbierenden Artikels am Körper des Trägers und zur Gewährleistung einer verbesserten Passform am Träger. Geeignete Bundgürtel umfassen zwei elastische Gürtel, einen linken elastischen Gürtel und einen rechten elastischen Gürtel. Der linke elastische Gürtel ist jedem der linkswinkligen Kanten zugeordnet. Der rechte elastische Gürtel ist jedem der rechtwinkligen Kanten zugeordnet. Die linken und rechten Seitengürtel sind im flachgelegten Zustand des absorbierenden Kleidungsstücks



elastisch gedehnt. Die sich jeweils zwischen dem Vorder- und Hinterteil des flüssigkeitabsorbierenden Artikels erstreckenden Gürtel sind damit unter Ausbildung eines Bundlochs und von Beinlöchern verbunden.

**[0389]** Bevorzugt besteht das Gürtelsystem aus Elastomerelementen, was somit für eine anschmiegsame Passform des flüssigkeitabsorbierenden Artikels sorgt und einen ausreichenden Schutz gegen Flüssigkeitsaustritt gewährleistet.

**[0390]** Bevorzugte Verschlusssysteme sind sogenannte "elastische Ohren", angebracht mit einer Seite des Ohrs an den länglichen Seitenkanten an der rückwärtig dorsalen Längskante des Chassis des flüssigkeitabsorbierenden Artikels. Handelsübliche flüssigkeitabsorbierende Artikel umfassen dehnbare Ohren oder Seitenpaneele aus einem dehnbaren Laminat wie z. B. Vliesen aus mono- oder bikomponentigen Fasern. Insbesondere bevorzugte Verschlusssysteme sind dehnbare Lamine, umfassend einen Kern mehrerer Schichten jeweils aus verschiedenen Fasermaterialien, wie z. B. schmelzgeblasenen Fasern, spinnbondierten Fasern, enthaltend multikomponentige Fasern mit einem Kern, umfassend ein erstes Polymer mit einer ersten Schmelztemperatur und einem Mantel, umfassend ein zweites Polymer mit einer zweiten Schmelztemperatur sowie ein Vlies aus einem elastomeren Material als Ober- und Unterflächen des Laminats.

#### D. Des flüssigkeitabsorbierenden Artikels Herstellung

**[0391]** Die vorliegende Erfindung betrifft ferner das Zusammenfügen der oben erwähnten Komponenten und Schichten, Filme, Lagen, Tissues oder Substrate zum flüssigkeitabsorbierenden Artikel. Dabei werden mindestens zwei, bevorzugt alle Schichten, Filme, Lagen, Tissues oder Substrate zusammengefügt.

**[0392]** Geeignete flüssigkeitabsorbierende Artikel enthalten ein einfach- oder ein mehrfachflüssigkeitabsorbierendes Kernsystem. Bevorzugt enthalten flüssigkeitabsorbierende Artikel ein einfachflüssigkeitabsorbierendes Kernsystem.

**[0393]** Geeignete flüssigkeitsspeichernde Schichten des flüssigkeitabsorbierenden Kerns (**80**) umfassen 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% eines wasserabsorbierenden Polymermaterials. Beim Vorliegen von Fasermaterial sind die Fasermaterialien homogen oder inhomogen mit wasserabsorbierenden Polymerteilchen gemischt. Geeignete flüssigkeitsspeichernde Schichten des flüssigkeitabsorbierenden Kerns enthalten ein geschichtetes flüssigkeitabsorbierendes Kernsystem, umfassend 100 Gew.-% wasserabsorbierendes Polymermaterials oder homogener oder inhomogener Mischungen von Fasermaterialien und wasserabsorbierenden Polymerteilchen.

**[0394]** Zur Immobilisierung der wasserabsorbierenden Polymerteilchen werden angrenzende Schichten mittels thermoplastischer Kunststoffe fixiert und dadurch über die ganze Oberfläche oder alternativ dazu in diskreten Verbindungsbereichen Verbindungen aufgebaut. Für den letzteren Fall werden die wasserabsorbierenden Teilchen tragende Hohlräume oder Taschen konstruiert. Dabei können die Fügebereiche regelmäßig oder unregelmäßig gemustert sein, so beispielsweise in Ausrichtung mit der Längsachse des flüssigkeitabsorbierenden Kerns oder in einem Muster aus Vielecken, wie z. B. Fünfecken oder Sechsecken. Dabei können die Fügebereiche selbst bei Durchmesser zwischen etwa 0,5 mm und 2 mm rechteckig, kreisförmig oder quadratisch geformt sein. Flüssigkeitabsorbierende Artikel mit Fügebereichen zeigen eine bessere Nassfestigkeit.

**[0395]** Die Herstellung des Produktchassis und der darin enthaltenen Komponenten erfolgt kontrolliert durch diskrete Applizierung von Schmelzklebern, wie sie dem Fachmann bekannt sind. Mögliche Beispiele sind z. B. Dispomelt 505B, Dispomelt Cool 1101 neben anderen speziellen Funktionsklebstoffen, wie sie von Bostik, Henkel oder Fuller hergestellt werden.

**[0396]** Um ein dochtartiges Aufnehmen aufgebracht Körperflüssigkeiten zu ermöglichen, zeigen bevorzugte flüssigkeitabsorbierende Artikel Kanäle zum Zwecke eines besseren Transports. Zur Kanalbildung kommt es durch Einwirkung von Kompressionskräften beispielsweise der Oberlage gegen den flüssigkeitabsorbierenden Kern. Zur Einwirkung von Kompressionskräften kommt es beispielsweise durch Wärmebehandlung zwischen zwei erhitzten Kalandervalzen. Als Reaktion auf Kompression verformen sich sowohl die Oberlage als auch der flüssigkeitabsorbierende Kern unter Erzeugung eines Kanals. Körperflüssigkeiten fließen entlang dieses Kanals hin zu Stellen, wo sie absorbiert und am Austritt gehindert werden. Ansonsten führt die Kompression zur höheren Dichte als Zweitwirkung des Kanals zur Kanalisierung von beaufschlagten Flüssigkeiten. Des Weiteren führen Kompressionskräfte auf den Windelbau zu einer verbesserten strukturellen Integrität des flüssigkeitabsorbierenden Artikels.

**[0397]** Geeignete flüssigkeitabsorbierende Artikel gemäß der Erfindung enthalten bevorzugt keine Akquisitionsschicht (D).

**[0398]** Erfindungsgemäß verfügt ein flüssigkeitabsorbierender Artikel über  
 (A) eine obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht (**89**),  
 (B) eine untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht (**83**), und einen flüssigkeitabsorbierenden Kern (**80**), umfassend mindestens eine Schicht, umfassend 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% eines wasserabsorbierenden Polymermaterials, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierendem Polymermaterial und Fasermaterial,  
 wobei der flüssigkeitabsorbierende Artikel gemäß der Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 15 Sekunden oder weniger verfügt.

**[0399]** Der flüssigkeitabsorbierende Artikel gemäß der Erfindung enthält bevorzugt keine gelockten Fasern bzw. Flufffasern.

**[0400]** Erfindungsgemäß umfasst das wasserabsorbierende Polymermaterial der mindestens einen Schicht des absorbierenden Kerns (**80**) bevorzugt nur ein wasserabsorbierendes Polymer, und zwar bevorzugt einen schnellen Superabsorber.

**[0401]** Ein ein einkomponentiges wasserabsorbierendes Polymermaterial (ohne Akquisitionsschicht (D), gelockte Faser oder auch Zellstoff), bevorzugt einen schnellen Superabsorber, umfassender flüssigkeitabsorbierender Artikel gemäß der Erfindung verfügt über eine gemäß dem Hänge-U-Ständer-Test (HUS) bestimmte erste Einsickerzeit, die mit dem  $t_{ber.}$ -Wert des wasserabsorbierenden Materials korreliert. Zwischen der ersten Einsickerzeit und dem  $t_{ber.}$ -Wert ist eine lineare Beziehung zu beobachten. Für eine erwünschte erste Einsickerzeit von weniger als 15 Sekunden sollte der  $t_{ber.}$ -Wert (geflutete VAUL, 0,3 psi) bei 12 sec/g oder weniger liegen, für eine erste Einsickerzeit von weniger als 12,5 Sekunden sollte der  $t_{ber.}$ -Wert (geflutete VAUL, 0,3 psi) bei weniger als 7,5 Sekunden liegen, und für die erste Einsickerzeit von 10 Sekunden sollte der  $t_{ber.}$ -Wert (geflutete VAUL, 0,3 psi) bei weniger als 6 sec/g liegen. Dies wird durch **Fig. 18** veranschaulicht.

**[0402]** Erfindungsgemäß verhält sich ein eine Mischung von mindestens zwei wasserabsorbierenden Polymermaterialien, umfassend mindestens 20 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 80 Gew.-% oder weniger eines zweiten Superabsorbers, umfassender flüssigkeitabsorbierender Artikel ohne Akquisitionsschicht (D), gelockte Faser oder Zellstoff so bezüglich der durch den Hänge-U-Ständer-Test (HUS) bestimmten ersten Einsickerzeit, als ob nur der schnelle Superabsorber vorhanden ist.

**[0403]** Ein flüssigkeitabsorbierender Artikel gemäß der Erfindung verfügt bevorzugt über eine gemäß dem Hänge-U-Ständer-Test bestimmte erste Einsickerzeit von 12 Sekunden oder weniger, besonders bevorzugt von 9 Sekunden oder weniger und ganz besonders bevorzugt von 7 Sekunden oder weniger.

**[0404]** Erfindungsgemäß verfügt ein flüssigkeitabsorbierender Artikel ohne Akquisitionsschicht (D) über einen Rewet-Wert von höchstens 43 g und bevorzugt kleiner 35 g.

**[0405]** Gemäß der Erfindung, bei der eine Akquisitionsschicht (D) zwischen (**89**) und (**80**) eingefügt ist, beträgt der Rewet-Wert höchstens 25 g und bevorzugt kleiner 13 g.

**[0406]** Die absorbierenden Artikel gemäß der Erfindung zeigen eine sehr schnelle Einsickerzeit von kleiner 12 s (gemäß dem Hänge-U-Ständer-Test) bei Rewet-Werten ohne Akquisitionsschicht kleiner 43 g und mit einer mindestens 60 gsm starken Akquisitionsschicht von höchstens 25 g. Die absorbierenden Artikel gemäß der Erfindung vereinen in sich ein schnelles Einsickern, was den Flüssigkeitsaustritt vermeidet, und einen geringen Rewet-Wert und Versichern dem Träger somit insbesondere das Trockengefühl bzw. das Trockensein.

**[0407]** Weiterhin ist der absorbierende Artikel gemäß der Erfindung aufgrund seiner Fähigkeit, die Trockenheit auch ohne Akquisitionsschicht zu gewährleisten, in (der z-Richtung) sehr dünn und weniger auftragend. Eine sehr dünne Ausgestaltung des absorbierenden Artikels gemäß der Erfindung umfasst außerdem nur einen absorbierenden Kern (**80**) mit einer Schicht (**91**) an wasserabsorbierendem Polymermaterial.

**[0408]** Um die Absorption der Körperflüssigkeiten besser in Griff zu kriegen, kann es vorteilhaft sein, einen oder mehr als einen weiteren flüssigkeitabsorbierenden Kern zuzusetzen. Der Zusatz eines zweiten flüssig-

keitabsorbierenden Kerns zum ersten flüssigkeitabsorbierenden Kern bietet mehr Möglichkeiten beim Transport und bei der Verteilung der Körperflüssigkeiten. Zudem können höhere Mengen abgeschiedener Körperflüssigkeiten zurückgehalten werden. Mit der Möglichkeit, mehrere Schichten mit unterschiedlichen Konzentrationen und Gehalten an wasserabsorbierendem Polymer zu kombinieren, ist es möglich, die Dicke des flüssigkeitabsorbierenden Artikels auch dann auf ein Minimum zu reduzieren, wenn mehrere flüssigkeitabsorbierende Kerne eingebaut werden.

#### Methoden:

**[0409]** Die Messungen sollten, wenn nicht anders angegeben, bei einer Umgebungstemperatur von  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  und einer relativen Luftfeuchte von  $50 \pm 10\%$  durchgeführt werden. Die wasserabsorbierenden Polymere werden vor der Messung gut durchgemischt.

**[0410]** Die mit "WSP" bezeichneten Standard-Testmethoden werden beschrieben in: "Standard Test Methods for the Nonwovens Industry", gemeinsam herausgegeben von den "Worldwide Strategic Partners" EDANA (European Disposables and Nonwovens Association, Avenue Eugene Plasky, 157, 1030 Brüssel, Belgien, [www.edana.org](http://www.edana.org)) und INDA (Association of the Nonwoven Fabrics Industry, 1100 Crescent Green, Suite 115, Cary, N. C. 27518, U.S.A., [www.inda.org](http://www.inda.org)). Diese Veröffentlichung ist sowohl von EDANA als auch von INDA erhältlich.

#### Absorption unter null Druck (AUNL)

**[0411]** Die Absorption der wasserabsorbierenden Polymerteilchen unter null Druck wird analog der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 242.3 (11) "Gravimetric Determination of Absorption Under Pressure" bestimmt, wobei statt eines Drucks von  $21,0 \text{ g/cm}^2$  ein Druck von  $0,0 \text{ g/cm}^2$  eingestellt wird.

#### Absorption unter Druck (AUL)

**[0412]** Die Absorption der wasserabsorbierenden Polymerteilchen unter Druck wird gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 242.3 (11) "Gravimetric Determination of Absorption Under Pressure" bestimmt.

#### Absorption unter hohem Druck (AUHL)

**[0413]** Die Absorption der wasserabsorbierenden Polymerteilchen unter hohem Druck wird analog der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 242.3 (11) "Gravimetric Determination of Absorption Under Pressure" bestimmt, wobei statt eines Drucks von  $21,0 \text{ g/cm}^2$  ein Druck von  $49,2 \text{ g/cm}^2$  eingestellt wird.

#### Beschleunigter Alterungstest

**[0414]** Messung 1 (Anfangsfarbe): Eine Kunststoffschale mit einem inneren Durchmesser von 9 cm wird mit superabsorbierenden Polymerteilchen überfüllt. Die Oberfläche wird mit einem Messer auf Höhe der Petrischalenlippe flachgestrichen und die CIE-Farbwerte und der HC-60-Wert werden bestimmt.

**[0415]** Messung 2 (nach Alterung): Eine Kunststoffschale mit einem inneren Durchmesser von 9 cm wird mit superabsorbierenden Polymerteilchen überfüllt. Die Oberfläche wird mit einem Messer auf Höhe der Petrischalenlippe flachgestrichen. Die Kunststoffschale (ohne Deckel) wird anschließend in einer Klimakammer bei  $60^\circ\text{C}$  und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 86% aufbewahrt. Nach 7, 14 und 21 Tagen wird die Kunststoffschale aus der Klimakammer genommen, auf Raumtemperatur abgekühlt und die CIE-Farbwerte werden bestimmt.

#### Flächengewicht

**[0416]** Die Bestimmung des Flächengewichts wird an diskreten Bereichen des flüssigkeitabsorbierenden Kerns vorgenommen, und zwar als Gesamtdurchschnitt vorne, für die Beaufschlagungszone und als Gesamtdurchschnitt hinten.

**[0417]** Der Artikel wird vliesstoffseitig nach oben zeigend auf den Begutachtungstisch geheftet. Anschließend wird auf dem flüssigkeitabsorbierenden Artikel ein Beaufschlagungspunkt markiert. Dabei wird der Beaufschlagungspunkt auf dem Artikel gemäß Art und Geschlecht der zu prüfenden Windel markiert (d. h. für Mädchen in der Mitte des flüssigkeitabsorbierenden Kerns, für Unisex 2,5 cm nach vorne und für Jungen 5 cm nach vorne).

**[0418]** Als Nächstes werden auf dem flüssigkeitsabsorbierenden Artikel in Abhängigkeit von der zu prüfenden Windel beispielsweise für Jungenwindeln die folgenden Zonen markiert:

- für die Gesamtdurchschnittszone vorne 5,5 cm vor der Kernmitte in Richtung der vorderen Distalkante des Kerns,
- für die Beaufschlagungszone 5,5 cm vor und 0,5 cm hinter der Kernmitte,
- für die Gesamtdurchschnittszone hinten 0,5 cm hinter der Kernmitte in Richtung der rückwertigen distalen Kante des Kerns.

**[0419]** Dabei wird für die Zonen jeweils die Zonenlänge (ZL) und die Zonenweite (ZW) markiert. Als Nächstes werden die vorher markierten Zonen ausgeschnitten und für jede Zone das Rekordgewicht (ZWT) ermittelt.

**[0420]** Vor Errechnung des Flächengewichts ist zuerst für jede Zone die Fläche wie folgt zu errechnen:

$$\text{Zonenfläche (ZA)} = (\text{ZW} \times \text{ZL}) [\text{cm}^2]$$

**[0421]** Dann errechnet sich das Zonenflächengewicht (ZBW) wie folgt:

$$\text{Zonenflächengewicht (ZBW)} = \text{ZWT}/(\text{ZW} \cdot \text{ZL}) \cdot 10000 [\text{g}/\text{m}^2]$$

**[0422]** Ist beispielsweise ZW 6 cm, ZL 10 cm und ZWT 4,5 g, so errechnet sich das Zonenflächengewicht (ZBW) zu:

$$\text{ZBW} = 4,5 \text{ g}/(6 \text{ cm} \times 10 \text{ cm}) \cdot 10000 = 750 \text{ gsm}$$

**[0423]** Umrechnung von Gramm pro Quadratcentimeter  $\text{g}/\text{cm}^2$  in Gramm pro Quadratmeter  $\text{g}/\text{m}^2$ :

$$10000 \times \text{g}/\text{cm}^2 = \text{g}/\text{m}^2$$

**[0424]** Umrechnung von Gramm pro Quadratmeter  $\text{g}/\text{m}^2$  in Gramm pro Quadratcentimeter  $\text{g}/\text{cm}^2$ :

$$0,0001 \times \text{g}/\text{m}^2 = \text{g}/\text{cm}^2$$

#### BET-Verfahren (Oberfläche)

**[0425]** Das Verhältnis Fläche/Gewicht wurde wie folgt ermittelt. Das gepulverte Harz wurde bei 100°C 960 Minuten lang unter Vakuum entlüftet und die spezifische Oberfläche nach dem Brunauer-Emmett-Teller (BET) Absorptionsverfahren basierend auf Kryptongas unter Kühlen mit Flüssigwasserstoff gemessen.

#### Schüttgewicht

**[0426]** Das Schüttgewicht der wasserabsorbierenden Polymerteilchen wird gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 250.3 (11) "Gravimetric Determination of Density" bestimmt.

#### Zentrifugenretentionskapazität (CRC)

**[0427]** Die Zentrifugenretentionskapazität der wasserabsorbierenden Polymerteilchen wird gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 241.3 (11) "Free Swell Capacity in Saline, After Centrifugation" bestimmt, wobei für höhere Werte der Zentrifugenretentionskapazität größere Teebeutel verwendet werden müssen.

#### Farbwert (CIE-Farbnummern [L, a, b])

**[0428]** Die Messung des Farbwerts erfolgt mittels dem Farbmessgerät "LabScan XE S/N LX17309" (Hunter-Lab; Reston; U.S.A.) entsprechend dem CIELAB-Verfahren (Hunterlab, Band 8, 1996, Heft 7, Seiten 1 bis 4). Farbtöne werden in einem dreidimensionalen System durch die Koordinaten L, a und b beschrieben. Dabei kennzeichnet L die Helligkeit, wobei L = 0 bei schwarz und L = 100 bei weiß ist. Die Werte für a und b beschreiben die Position der Farbe auf der Farbachse rot/grün bzw. gelb/blau, wobei positive a-Werte für rote Farben, negative a-Werte für grüne Farben, positive b-Werte für gelbe Farben und negative b-Werte für blaue Farben stehen.

**[0429]** Die Messung des Farbwerts deckt sich mit dem Tristimulusverfahren gemäß DIN 5033-6.

#### Extrahierbare

**[0430]** Der Gehalt an wasserabsorbierenden Polymerteilchen an extrahierbaren Bestandteilen wird gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 270.3 (11) "Extractables" bestimmt.

#### Quellbarkeit (FSC)

**[0431]** Die Quellbarkeit FSC der wasserabsorbierenden Polymerteilchen wird gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 240.3 (11) "Free Swell Capacity in Saline, Gravimetric Determination" bestimmt, wobei für höhere Werte der Quellbarkeit größere Teebeutel verwendet werden müssen.

#### Anquellgeschwindigkeit (FSR)

**[0432]** Zur Bestimmung der Anquellgeschwindigkeit FSR wird 1,00 g (= W1) der trockenen wasserabsorbierenden Polymerteilchen in ein 25 ml Becherglas eingewogen und gleichmäßig auf dessen Boden verteilt. Dann werden 20 ml einer 0,9 gew.-%igen Kochsalzlösung mittels eines Dispensers in ein zweites Becherglas dosiert und der Inhalt dieses Glases wird dem ersten zügig hinzugefügt und eine Stoppuhr gestartet. Sobald der letzte Tropfen Salzlösung absorbiert wird, was man am Verschwinden der Reflexion auf der Flüssigkeitsoberfläche erkennt, wird die Stoppuhr angehalten. Die genaue Flüssigkeitsmenge, die aus dem zweiten Becherglas ausgegossen und durch das Polymer im ersten Becherglas absorbiert wurde, wird durch Rückwägung des zweiten Becherglases genau bestimmt (= W2). Die für die Absorption benötigte Zeitspanne, die mit der Stoppuhr gemessen wurde, wird als t bezeichnet. Das Verschwinden des letzten Flüssigkeitstropfens auf der Oberfläche wird als Zeitpunkt t definiert.

**[0433]** Daraus errechnet sich die Anquellgeschwindigkeit FSR wie folgt:

$$\text{FSR [g/gs]} = \text{W2}/(\text{W1} \times \text{t})$$

**[0434]** Wenn der Feuchtegehalt des hydrogelbildenden Polymers jedoch mehr als 3 Gew.-% beträgt, so ist das Gewicht W1 um diesen Feuchtegehalt zu korrigieren.

#### Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS)

**[0435]** Der Hänge-U-Ständer ist in **Fig. 19A** bis **M** dargestellt. Dabei zeigen die Figuren im Einzelnen:

**[0436]** **Fig. 19A:** die Gesamteinheit ohne Windel

**[0437]** **Fig. 19B:** die Gesamteinheit mit Windel

**[0438]** **Fig. 19C:** die Gesamteinheit von vorne

**[0439]** **Fig. 19D:** die Draufsicht von oben

**[0440]** **Fig. 19E:** die beiden Arme in Seitenansicht von außen

**[0441]** **Fig. 19F:** den rechten Arm von innen

**[0442]** **Fig. 19G:** den linken Arm von innen

**[0443]** **Fig. 19H:** den rechten Arm von vorne

**[0444]** **Fig. 19I:** den linken Arm von vorne

**[0445]** **Fig. 19J:** die beiden Schenkel von der Seite

**[0446]** **Fig. 19K:** die selbstzentrierende Dosierplatte von vorne

**[0447]** **Fig. 19L:** die selbstzentrierende Dosierplatte von der Seite

**[0448]** Fig. 19M: die selbstzentrierende Dosierplatte von oben

**[0449]** In Fig. 19A bis M bedeuten die Bezugsziffern:

#### Bezugszeichenliste

- |           |   |
|-----------|---|
| <b>1</b>  | Fixierschraube Nylon ¼"-29-0,5"   |
| <b>2</b>  | Nylonschraube ¼"-20-1"  |
| <b>3</b>  | Dimensionen für Windel der Größe 4  |
| <b>4</b>  | Höhe bis Mitte Dosierloch   |
| <b>5</b>  | Höhe bis Oberkante Windelbund   |
| <b>6</b>  | Häckchenverschlussband  |
| <b>7</b>  | Häckchenband  |
| <b>8</b>  | Löcher für (1) Nylonschraube  |
| <b>9</b>  | Breite Größe 4  |
| <b>10</b> | Anfang Mittellinie Kurvenlöcher   |
| <b>11</b> | Löcher haben Durchmesser 1/4", Gewinde = 20 TPI (20 Drehungen pro Zoll)   |
| <b>12</b> | Schlitz zur Aufnahme einer 5/16" starken Platte des linken Arms   |
| <b>13</b> | Rechteckiger Kasten mit Aufnahmefähigkeit für die 5/16" starke Platte (15) des linken Arms (vorne, hinten). Jeweils vorne und hinten am rechten Arm montiert            |
| <b>14</b> | Schwarze, 0,25 cm dicke Markierung am Kasten (13), 3,5 cm unter dem höchsten Punkt des Kastens. Diese Markierung soll die Platzierung einer Windel der Größe 4 anzeigen |
| <b>15</b> | Acrylplatten 5/16"  |
| <b>16</b> | 2-mal Nr. 2   |
| <b>17</b> | Lösungsmittel verschweiß  |
| <b>18</b> | ∅ 0,375 cm Dosierloch   |
| <b>19</b> | ∅ 0,375 cm Dosierloch in Schraubenmutter, steht 0,7 cm aus der Plattenfläche hervor   |
| <b>20</b> | Schraubenmutter   |
| <b>21</b> | Schlauchanschluss für Pumpe   |
| <b>22</b> | ∅ 6 mm Löcher   |
| <b>23</b> | selbstzentrierende Dosierplatte   |
| <b>24</b> | Mitte Dosierloch  |

**[0450]** Die Beschreibung der Prüfung am U-Ständer bezieht sich auf Windeln der Größe 4:

Man platziert die Windeln in einer HUS-Einheit (**Fig. 19A**) mit den Windelkanten 3,5 cm entfernt vom obersten Punkt der Prüfeinheit (**Fig. 19B, C**) (bei der schwarzen Markierung **14**). Die Dosierung erfolgt 15,5 cm vom obersten Punkt der Prüfeinheit bzw. 12 cm vom obersten Punkt der Windel entlang dem Winkel der aufrechten Teile über eine 3,75 mm große Kochsalzlösungsdosieröffnung (**18**). Die Kochsalzlösungsdosieröffnung (**18**) ist an eine Pumpe angeschlossen, die die 35°C warme Kochsalzlösung mit 15 g/Sekunde fördert. Für diese Windelgröße kommt eine Dosiermasse von 4 × 75 g zur Anwendung. Dabei werden die Einsickerzeiten jeweils (nach der ersten, zweiten, dritten und vierten Dosis von jeweils 75 g) vom Dosierungsbeginn bis zur vollständigen Aufnahme der Kochsalzlösung durch die Windel gemessen. Zwischen den Dosierungen wurde jeweils 10 Minuten ab Dosierungsbeginn abgewartet.

**[0451]** Die Prüfungsvorrichtung lässt sich auch auf andere Windelgrößen einstellen. So wird die schwarze Markierung (**14**) für größere Windeln nach oben und für kleinere Windeln nach unten geschoben, um zwischen Windel und Dosieröffnung einen vergleichbaren Abstand zu gewährleisten. Auch die Breite der Prüfeinheit ist verstellbar, so dass die Beabstandung zwischen den Armen für kleinere Windeln verkleinert und für größere Windeln vergrößert werden kann. Üblicherweise ist die Breite für Windeln der Größe 2 auf 6 cm, für alle anderen Windelgrößen durchwegs auf 7 cm eingestellt.

**[0452]** Dabei unterscheiden sich die Dosiermengen für verschieden große Windeln:

- Größe 2, 50 g × 4
- Größe 3, 60 g × 4
- Größe 4, 75 g × 4
- Größe 5, 85 g × 4
- Größe 6, 90 g × 4

## Mittlere Sphärizität bzw. Rundheit

**[0453]** Die mittlere Sphärizität wird mit dem Bildanalysesystem Camziser® (Retsch Technology GmbH; Haan; Deutschland) an der Teilchendurchmesserfraktion von 100 bis 1000 µm bestimmt.

## Feuchtegehalt

**[0454]** Der Feuchtegehalt der wasserabsorbierenden Polymerteilchen wird gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 230.3 (11) "Mass Loss Upon Heating" bestimmt.

## Teilchengrößenverteilung

**[0455]** Die Teilchengrößenverteilung der wasserabsorbierenden Polymerteilchen wird gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 220.3 (11) "Particle Size Distribution" bestimmt.

**[0456]** Dabei ist der mittlere Teilchendurchmesser ( $d_{50}$ ) der Wert der Siebgröße, der kumulativ 50 Gew.-% ergibt.

**[0457]** Der Polydispersitätsgrad  $\alpha$  der Teilchengrößenteilung errechnet sich durch

$$\alpha = (d_{84,13} - d_{15,87}) / (2 \times d_{50})$$

wobei  $d_{15,87}$  und  $d_{84,13}$  der Wert der Siebgröße ist, der kumulativ 15,87 bzw. 84,13 Gew.-% ergibt.

## Restmonomere

**[0458]** Der Gehalt der wasserabsorbierenden Polymerteilchen an Restmonomeren wird gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 210.3-(11) "Residual Monomers" bestimmt.

## Rewet-Wert

**[0459]** Dieser Test besteht aus mehrfachen Beaufschlagungen mit 0,9 gew.-%iger NaCl Lösung in entionisiertem Wasser. Als Rewet misst man die vom Artikel unter Druck wieder freigesetzte Flüssigkeitsmenge. Dabei wird Rewet nach jeder Beaufschlagung gemessen.

**[0460]** Der flüssigkeitabsorbierende Artikel wird mit der Vliesseite nach oben auf dem Besichtigungstisch aufgespannt. Der Beaufschlagungspunkt wird gemäß Art und Geschlecht der zu prüfenden Windel markiert (d. h. für Mädchen in der Mitte des Kerns, für Unisex 2,5 cm nach vorne und für Jungen 5 cm nach vorne). Über dem flüssigkeitabsorbierenden Artikel wird ein Scheidetrichter so angeordnet, dass sich der Schnabel direkt über dem markierten Beaufschlagungspunkt befindet.

**[0461]** Für die erste Beaufschlagung werden 100 g wässriger Kochsalzlösung (0,9 gew.-%ig) über den Trichter in einem Zug in den flüssigkeitabsorbierenden Artikel gegossen. Man lässt die Flüssigkeit 10 Minuten lang einsickern und platziert danach den Stapel von 10 Filterpapieren (Whatman®) mit einem Durchmesser von 9 cm und einem bekannten Trockengewicht (D1) auf den Beaufschlagungspunkt des flüssigkeitabsorbierenden Artikels. Oben auf dem Filterpapier wird zusätzlich ein 2,5 kg schweres Gewicht mit einem Durchmesser von 8 cm gestellt. Nach Ablauf von 2 Minuten wird das Gewicht wieder entfernt und werden die Filterpapiere erneut gewogen (Nassgewicht D2).

**[0462]** Der Rewet-Wert errechnet sich wie folgt:

$$RV [g] = D2 - D1$$

**[0463]** Für den Rewet-Wert der zweiten Beaufschlagung wird das Verfahren für die erste Beaufschlagung wiederholt. Dabei kommen 50 g wässriger Kochsalzlösung (0,9 gew.-%ig) und 20 Filterpapiere zur Anwendung.

**[0464]** Für den Rewet-Wert der dritten und zusätzlichen Beaufschlagung wird das Verfahren für die erste Beaufschlagung wiederholt. Bei den zusätzlichen Beaufschlagungen – der 3., 4. und 5. – kommen jeweils 50 g wässriger Kochsalzlösung (0,9 gew.-%ig) und 30, 40 bzw. 50 Filterpapiere zur Anwendung.

## Rewet under Load (RUL)

**[0465]** In diesem Test wird die von einem flüssigkeitabsorbierenden Artikel nach mehrfachen getrennten Beaufschlagungen und einer anschließenden 10-minütigen Belastung unter einem Druck von 0,7 psi (49,2 g/cm<sup>2</sup>) wieder freigesetzte Flüssigkeitsmenge gemessen. Als Rewet under Load (Rückfeuchtung unter Last) misst man die vom flüssigkeitabsorbierenden Artikel unter Druck wiederfreigesetzte Flüssigkeitsmenge. Dabei wird Rewet under Load nach jeder Beaufschlagung gemessen.

**[0466]** Der flüssigkeitabsorbierende Artikel wird mit der Vliesseite nach oben auf dem Besichtigungstisch aufgespannt. Der Beaufschlagungspunkt wird gemäß Art und Geschlecht der zu prüfenden Windel markiert (d. h. für Mädchen in der Mitte des Kerns, für Unisex 2,5 cm nach vorne und für Jungen 5 cm nach vorne). Auf den vorher markierten Beaufschlagungspunkt wird ein 3,64 kg schweres Rundgewicht (Durchmesser 10 cm) mit einer Öffnung in der Mitte (Durchmesser 2,3 cm) mit Perspex-Rohr platziert.

**[0467]** Für die erste Beaufschlagung werden 100 g wässriger Kochsalzlösung (0,9 gew.-%ig) in einem Zug in das Perspex-Rohr gegossen. Die zur vollständigen Absorbierung der Flüssigkeit in den flüssigkeitabsorbierenden Artikel erforderliche Zeit wird notiert. Nach Ablauf von 10 Minuten wird die Belastung entfernt und der Stapel von 15 Filterpapieren (Whatman®) mit einem Durchmesser von 9 cm und einem bekannten Trockengewicht (W1) wird auf den Beaufschlagungspunkt des flüssigkeitabsorbierenden Artikels platziert. Oben auf dem Filterpapier wird zusätzlich ein 2,5 kg schweres Gewicht mit einem Durchmesser von 8 cm gestellt. Nach Ablauf von 2 Minuten wird das Gewicht wieder entfernt und werden die Filterpapiere erneut gewogen (Nassgewicht W2).

**[0468]** Der Rewet under Load errechnet sich wie folgt

$$\text{RUL [g]} = W2 - W1$$

**[0469]** Für den Rewet under Load der zweiten Beaufschlagung wird das Verfahren für die erste Beaufschlagung wiederholt. Dabei kommen 50 g wässriger Kochsalzlösung (0,9 gew.-%ig) und 25 Filterpapiere zur Anwendung.

**[0470]** Für den Rewet under Load der dritten und zusätzlichen Beaufschlagungen wird das Verfahren für die erste Beaufschlagung wiederholt. Bei den zusätzlichen Beaufschlagungen – der 3., 4. und 5. – kommen jeweils 50 g wässriger Kochsalzlösung (0,9 gew.-%ig) und 30, 40 bzw. 50 Filterpapiere zur Anwendung.

## Flüssigkeitsweiterleitung (SFC)

**[0471]** Die Flüssigkeitsweiterleitung (Saline Flow Conductivity, SFC) wird gemäß EP 0 640 330 A1 als Gelschichtpermeabilität einer gequollenen Gelschicht aus wasserabsorbierenden Polymerteilchen bestimmt, wobei die in der zuvor genannten Patentanmeldung auf Seite 19 und in **Fig. 8** beschriebene Apparatur dahingehend modifiziert wurde, dass die Glasfritte (**40**) nicht mehr verwendet wird, der Stempel (**39**) aus gleichem Kunststoffmaterial besteht wie der Zylinder (**37**) und jetzt über die gesamte Auflagefläche gleichmäßig verteilt 21 Bohrungen mit einem jeweiligen Durchmesser von 9,65 mm enthält. Die Vorgehensweise sowie Auswertung der Messung bleibt unverändert gegenüber EP 0 640 330 A1. Der Durchfluss wird automatisch erfasst.

**[0472]** Die Flüssigkeitsweiterleitung (SFC) errechnet sich wie folgt:

$$\text{SFC [cm}^3\text{/s/g]} = (\text{Fg}(t = 0) \times L_0) / (d \times A \times \text{WP}),$$

wobei  $\text{Fg}(t = 0)$  der Durchfluss an NaCl-Lösung in g/s ist, der anhand einer linearen Regressionsanalyse der Daten  $\text{Fg}(t)$  der Durchflussbestimmungen durch Extrapolation gegen  $t = 0$  erhalten wird,  $L_0$  die Dicke der Gelschicht in cm,  $d$  die Dichte der NaCl-Lösung in g/cm<sup>3</sup>,  $A$  die Fläche der Gelschicht in cm<sup>2</sup> und  $\text{WP}$  der hydrostatische Druck über der Gelschicht in dyn/cm<sup>2</sup> ist.

Volumetrische Absorption unter (null) Last geflutet (VAUNL geflutet und VAUL 0,3 psi geflutet)

**[0473]** In einem offenen Behälter 10 × 10 cm wird ein 8,5 × 8,5 cm großes Netz mit 0,5 × 0,5 cm großen Löchern gelegt. Das Netz dient dazu, den Boden der Prüfwelle von dem Behälterboden zu beabstanden, so dass Flüssigkeit leicht von unten in die Prüfwelle einströmen kann. Die Prüfwelle besteht aus einem 8 cm langen Kunststoffrohr mit einem Innendurchmesser von 6,01 cm und einem am Boden befestigten Edelstahlnetz der Maschenweite 400. Der zu untersuchende Superabsorber wird in einer Menge von 2 Gramm gleichmäßig auf



den Boden der Prüfwelle verteilt und anschließend auf das oben erwähnte Netz im Prüfbehälter gestellt. Auf den Superabsorber legt man einen Kreis aus einem 10 gsm starken Vlies mit dem gleichen Durchmesser wie der Innenraum der Prüfwelle. Anschließend wird auf das Vlies eine mit einer Linearsonde verbundene perforierte Lastverteilungsplatte aufgelegt, dies entspricht der Bedingung null Last (VAUNL geflutet). Für VAUL 0,3 psi geflutet ersetzt man die perforierte Lastverteilungsplatte durch einen aus einem an einer perforierten, über einen Außendurchmesser von 6,0 cm zum Einpassen in der Prüfwelle verfügbaren Scheibe befestigten Edelstahlsieb der Maschenweite 100 und einem ein Gewicht von der Scheibe beabstandet haltenden Schaft bestehenden Acrylsockel. Das Gesamtgewicht aus Sieb, Scheibe, Schaft und Zusatzgewicht beträgt 600 g und liefert einen Belastungsdruck von 0,3 psi. Die Linearsonde ist so mit einem Computer verbunden, dass man die Höhe in Abhängigkeit von der Zeit messen kann. Dabei wird die aktuelle Höhe 30 Minuten lang im Sekundentakt erfasst und über die Gleichung für das Volumen eines Zylinders in ein Volumen umgerechnet. Die Untersuchung startet mit dem Zeitpunkt der Zugabe von 360 g Kochsalzlösung zum Behälter.

#### Berechnung $V_{\text{inf}}$ und $\tau$

**[0474]** Die aus den Untersuchungen VAUNL geflutet und VAUL 0,3 psi geflutet erhaltenen Daten werden durch den Einsatz einer Fehlerquadratsummenminimierung an die Gleichung für die Superabsorbergeschwindigkeit angepasst, um so die beste Anpassung für  $V_{\text{inf}}$  und  $\tau$  zu erzielen. Wobei unter  $V$  das Volumen aus der Messung VAUNL oder VAUL 0,3 psi zum Zeitpunkt  $t$

$$V = V_{\text{inf}}(1 - e^{-t/\tau})$$

zu verstehen ist.

#### Theoretische Zeit berichtigt ( $t_{\text{ber.}}$ )

**[0475]**  $V_{\text{inf}}$  und  $\tau$  werden nach der Methode VAUL geflutet (mit null Belastungsdruck oder mit einem Belastungsdruck von 0,3 psi) gemessen.

**[0476]** Dabei sind beide Parameter ( $V_{\text{inf}}$  und  $\tau$ ) zu berücksichtigen, weswegen man eine theoretische Absorptionszeit ( $t_{12\text{g/g}}$ ) auf Grundlage der Messwerte für  $V_{\text{inf}}$ ,  $\tau$  und das zu dem Zeitpunkt absorbierte Volumen  $V = 12 \text{ g/g}$  berechnet. Zur Ermittlung der Menge  $V = 12 \text{ g/g}$  wird die Masse der ersten Dosis (75 g) durch die Superabsorbermenge geteilt, von der zu erwarten ist, dass sie auf die erste Dosis einwirkt (6,25 g). Bei dem Wert 6,25 g handelt es sich um eine Annäherung auf Grundlage der Superabsorbergesamtmasse (13 g) in einem typischen Kern, multipliziert mit dem typischerweise vernetzten prozentualen Anteil des Kerns (48%).

$$t_{12\text{g/g}} = -\tau \times \ln \left[ 1 - \left( \frac{12}{V_{\text{inf}}} \right) \right]$$

wobei  $t_{12\text{g/g}}$  = die Zeit zur Absorbierung der ersten Dosis von 12 g/g

$V_{\text{inf}}$  = das bei  $t = \text{Unendlichkeit}$  absorbierte Volumen, abgeleitet aus VAUL 0,3 psi

$\tau$  = charakteristische Quellgeschwindigkeitskonstante, abgeleitet aus VAUL 0,3 psi.

**[0477]** Man erreicht eine weitere Berichtigung der theoretischen Absorptionszeit dieser Windeln, indem man den Wert  $t_{12\text{g/g}}$  durch das Produkt aus dem verfügbaren prozentualen Flächenanteil des Superabsorbers und der Gesamtmasse an Superabsorber im Windelkern teilt und so die berichtigte theoretische Zeit  $t_{\text{ber.}}$  erhält:

$$t_{\text{ber.}} = t_{12\text{g/g}} / ((SA/100)m_{\text{sap}})$$

wobei  $t_{12\text{g/g}}$  = Zeit aus  $V = 12 \text{ g/g}$ ,  $V_{\text{inf}}$  und  $\tau$

SA = sichtbare Oberfläche als Prozentsatz des Windelkerns

$m_{\text{sap}}$  = Gesamtmasse Superabsorber im Laminatkern.

#### Oberfläche Superabsorber im Laminat (SA)

**[0478]** Zur Bestimmung der im Laminat verfügbaren Oberfläche (SA) des Superabsorbers wird zunächst der Laminatkern vor einem schwarzen Hintergrund fotografiert. Man wiegt das Foto und schneidet anschließend die Bereiche mit sichtbarem Superabsorber ab. Die abgeschnittenen sichtbaren Bereiche an Superabsorber

werden anschließend gewogen, durch das Fotogesamtgewicht dividiert und mit 100 zur prozentualen SA multipliziert.

**[0479]** Die EDANA-Testmethoden sind beispielsweise zu beziehen bei der EDANA, Avenue Eugène Plasky 157, B-1030 Brüssel, Belgien.

#### Beispiele

##### Herstellung des Grundpolymers

##### Methoden:

**[0480]** Die Messungen sollten, wenn nicht anders angegeben, bei einer Umgebungstemperatur von  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  und einer relativen Luftfeuchte von  $50 \pm 10\%$  durchgeführt werden. Die wasserabsorbierenden Polymere werden vor der Messung gut durchgemischt.

##### Beispiel 1 (Grundpolymer)

**[0481]** Das Verfahren wurde in einer übereinstimmenden Sprühtrocknungsanlage mit integriertem Wirbelbett (27) gemäß Fig. 1 durchgeführt. Dabei hatte die Reaktionszone (5) eine Höhe von 22 m und einen Durchmesser von 3,4 m. Das interne Wirbelbett (IFB) hatte einen Durchmesser von 3 m und eine Wehrhöhe von 0,25 m.

**[0482]** Das Trocknungsgas wurde über einen Gasverteiler (3) an der Spitze des Sprühtrockners zugeführt. Das Trocknungsgas wurde teilweise über ein Zyklon als Staubabscheider (9) und eine Kühlerkolonne (12) zurückgeführt (Trocknungsgaskreislauf). Als Trocknungsgas wurde Stickstoff mit einem restlichen Sauerstoffgehalt von 1 bis 4 Vol.-% eingesetzt. Vor Beginn der Polymerisation wurde der Trocknungsgaskreislauf bis zu einem Sauerstoffgehalt von unter 4 Vol.-% mit Stickstoff gespült. Die Gasgeschwindigkeit des Trocknungsgases in der Reaktionszone (5) betrug 0,79 m/s. Der Druck innerhalb des Sprühtrockners war 4 mbar unterhalb des Umgebungsdrucks.

**[0483]** Die Temperatur des die Reaktionszone (5) verlassenden Gases wurde an drei Stellen am unteren Ende des zylindrischen Teils des Sprühtrockners gemäß Fig. 3 gemessen. Aus den drei Einzelmessungen (43) errechnet sich die mittlere Temperatur (Sprühtrocknerausgangstemperatur). Der Trocknungsgaskreislauf wurde aufgewärmt und die Dosierung von Monomerlösung gestartet. Ab diesem Zeitpunkt wurde die Sprühtrocknerausgangstemperatur durch Anpassung der Gaseingangstemperatur über den Wärmeaustauscher (20) auf  $112^\circ\text{C}$  geregelt. Die Gaseingangstemperatur betrug  $167^\circ\text{C}$ , wobei der Wasserdampfgehalt des Trocknungsgases in Tabelle 1 dargestellt ist.

**[0484]** Das Produkt wurde im internen Wirbelbett (27) bis zur Wehrhöhe des Wehrs gesammelt. Über die Leitung (25) wurde dem internen Wirbelbett (27) klimatisiertes Gas mit einer Temperatur von  $100^\circ\text{C}$  zugeführt. Die Gasgeschwindigkeit des für das interne Wirbelbett bestimmte klimatisierten Gases betrug 0,65 m/s im internen Wirbelbett (27). Die Verweilzeit des Produkts betrug 150 min. Die Temperatur der wasserabsorbierenden Polymerteilchen im internen Wirbelbett (27) betrug  $77^\circ\text{C}$ .

**[0485]** Das Abgas des Sprühtrockners wurde im Zyklon als Staubabscheider (9) filtriert und einer Kühlerkolonne (12) zum Quenchen bzw. Abkühlen zugeführt. Der Flüssigkeitsstand innerhalb der Kühlerkolonne (12) wurde durch Abpumpen überschüssigen Wassers konstant gehalten. Das Wasser innerhalb der Kühlerkolonne (12) wurde mittels eines Wärmeaustauschers (13) gekühlt und im Gegenstrom zum Gas gefördert. Die Temperatur und der Wasserdampfgehalt des die Kühlerkolonne (12) verlassenden Gases sind in Tabelle 1 dargestellt. Um Brüden der Acrylsäure auszuwaschen, war das Wasser in der Kühlerkolonne (12) durch Zudosierung von Natronlauge alkalisch gestellt.

**[0486]** Das Abgas der Kühlerkolonne (12) wurde auf das Trocknungsgaseingangsrohr (1) und das für das interne Wirbelbett bestimmte klimatisierte Gas (25) aufgeteilt. Die Gastemperaturen wurden mittels der Wärmeaustauscher (20) und (22) geregelt. Das heiße Trocknungsgas wurde dem übereinstimmenden Sprühtrockner über den Gasverteiler (3) zugeführt. Der Gasverteiler (3) besteht aus einer Reihe von Platten und hatte je nach Trocknungsgasmenge einen Druckverlust von 2 bis 4 mbar.

**[0487]** Das Produkt wurde aus dem internen Wirbelbett (27) über das Drehventil (28) in das Sieb (29) überführt. Das Sieb (29) diente zum Abtrennen von Übergrößen bzw. Klumpen mit einem Teilchendurchmesser von mehr als 800 µm. Die Gewichtsmengen der Übergrößen bzw. Klumpen sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

**[0488]** Zur Herstellung der Monomerlösung wurde zuerst Acrylsäure mit dreifach ethoxyliertem Glycerintriacrylat (Vernetzer) und anschließend mit 37,3 gew.-%iger Natriumacrylatlösung gemischt. Durch Umpumpen über einen Wärmeaustauscher wurde die Temperatur der sich ergebenden Monomerlösung auf 10°C gehalten. Im Umpumpkreis befand sich hinter der Pumpe eine Filtereinheit mit einer Maschenweite von 250 µm. Die Initiatoren wurden über die Leitungen (33) und (34) vor den Vertropfer mittels der statischen Mischer (31) und (32) gemäß Fig. 1 zugesetzt. Dabei wurde Natriumperoxodisulfatlösung mit einer Temperatur von 20°C über die Leitung (33) und [2,2'-Azobis[2-(2-imidazolin-2-yl)propan]dihydrochloridlösung zusammen mit Brüggalite® FF7 und Cublen K 9012 (Zschimmer & Schwarz Chemie GmbH, Lahnstein, Deutschland) mit einer Temperatur von 10°C über die Leitung (34) zugeführt. Jeder Initiator wird vorzugsweise im Kreis gepumpt und über Regelventile in jede Vertropfereinheit dosiert. Hinter dem statischen Mischer (32) befand sich eine zweite Filtereinheit mit einer Maschenweite von 140 µm. Zur Dosierung der Monomerlösung an der Spitze des Sprühtrockners wurden drei Vertropfereinheiten gemäß Fig. 4 verwendet.

**[0489]** Dabei bestand eine Vertropfereinheit aus einem äußeren Rohr (47) mit einer Öffnung für die Vertropferkassette (49) gemäß Fig. 5. Die Vertropferkassette (49) war mit einem Innenrohr (48) verbunden. Das innere Rohr (48) hat am Ende eine PTFE-Dichtung (50) und kann während des verfahrensgemäßen Betriebs zu Wartungszwecken aus dem äußeren Rohr (47) herausgezogen und wieder hineingeschoben werden.

**[0490]** Die Temperatur der Vertropferkassette (49) wurde mittels Wasser in den Strömungskanälen (55) gemäß Fig. 8 auf 8°C geregelt. Die Vertropferkassette (49) verfügte über 256 Bohrungen mit einem Durchmesser von 170 µm und einem Abstand zwischen den Bohrungen von 15 mm. Die Vertropferkassette (49) bestand aus einem im Wesentlichen tottraumfreien Strömungskanal (56) zur homogenen Verteilung der vorgemischten Monomer- und Initiatorlösungen und aus genau einer Vertropferplatte (53). Die Vertropferplatte (53) hatte eine abgewinkelte Anordnung mit einem Winkel von 3°. Die Vertropferplatte (53) war aus Edelstahl und hatte eine Länge von 630 mm, eine Breite von 128 mm und eine Dicke von 1 mm.

**[0491]** Der Zulauf zum Sprühtrockner bestand aus 9,56 Gew.-% Acrylsäure, 33,73 Gew.-% Natriumacrylat, 0,013 Gew.-% 3-fach ethoxyliertem Glycerintriacrylat (circa 85 gew.-%ig), 0,054 Gew.-% [2,2'-Azobis[2-(2-imidazolin-2-yl)propan]dihydrochlorid, 0,0018 Gew.-% Brüggolite® FF7 (Brüggemann Chemicals; Heilbronn; Deutschland), 0,071 Gew.-% Natriumperoxodisulfat und 0,054 Gew.-% 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure-Dinatriumsalz (Cublen K 9012) Wasser. Der Neutralisationsgrad betrug 73%. Der Zulauf pro Bohrung betrug 1,4 kg/h.

**[0492]** Die resultierenden wasserabsorbierenden Polymerteilchen wurden analysiert. Die Bedingungen und Resultate sind in den Tabellen 1 bis 3 aufgeführt.

#### Beispiel 2 – Grundpolymer

**[0493]** Das Verfahren wurde in einer übereinstimmenden Sprühtrocknungsanlage mit integriertem Wirbelbett (27) gemäß Fig. 1 durchgeführt. Dabei hatte die Reaktionszone (5) eine Höhe von 22 m und einen Durchmesser von 3,4 m. Das interne Wirbelbett (IFB) hatte einen Durchmesser von 3 m und eine Wehrhöhe von 0,25 m.

**[0494]** Das Trocknungsgas wurde über einen Gasverteiler (3) an der Spitze des Sprühtrockners zugeführt. Das Trocknungsgas wurde teilweise über ein Zyklon als Staubabscheider (9) und eine Kühlerkolonne (12) zurückgeführt (Trocknungsgaskreislauf). Als Trocknungsgas wurde Stickstoff mit einem restlichen Sauerstoffgehalt von 1 bis 4 Vol.-% eingesetzt. Vor Beginn der Polymerisation wurde der Trocknungsgaskreislauf bis zu einem Sauerstoffgehalt von unter 4 Vol.-% mit Stickstoff gespült. Die Gasgeschwindigkeit des Trocknungsgases in der Reaktionszone (5) betrug 0,79 m/s. Der Druck innerhalb des Sprühtrockners war 4 mbar unterhalb des Umgebungsdrucks.

**[0495]** Die Temperatur des die Reaktionszone (5) verlassenden Gases wurde an drei Stellen am unteren Ende des zylindrischen Teils des Sprühtrockners gemäß Fig. 3 gemessen. Aus den drei Einzelmessungen (43) ließ sich die mittlere Temperatur (Sprühtrocknerausgangstemperatur) errechnen. Der Trocknungsgaskreislauf wurde aufgewärmt und die Dosierung von Monomerlösung gestartet. Ab diesem Zeitpunkt wurde die Sprühtrocknerausgangstemperatur durch Anpassung der Gaseingangstemperatur über den Wärmeaustauscher (20) auf

115°C geregelt. Die Gaseingangstemperatur betrug 167°C, wobei der Wasserdampfgehalt des Trocknungsgases in Tabelle 1 dargestellt ist.

**[0496]** Das Produkt wurde im internen Wirbelbett (27) bis zur Wehrhöhe des Wehrs gesammelt. Über die Leitung (25) wurde dem internen Wirbelbett (27) klimatisiertes Gas mit einer Temperatur von 117°C zugeführt. Die Gasgeschwindigkeit des für das interne Wirbelbett bestimmte klimatisierten Gases betrug 0,65 m/s im internen Wirbelbett (27). Die Verweilzeit des Produkts betrug 150 min. Die Temperatur der wasserabsorbierenden Polymerteilchen im internen Wirbelbett (27) betrug 78°C.

**[0497]** Das Abgas des Sprühtrockners wurde im Zyklon als Staubabscheider (9) filtriert und einer Kühlerkolonne (12) zum Quenchen bzw. Abkühlen zugeführt. Der Flüssigkeitsstand innerhalb der Kühlerkolonne (12) wurde durch Abpumpen überschüssigen Wassers konstant gehalten. Das Wasser innerhalb der Kühlerkolonne (12) wurde mittels eines Wärmeaustauschers (13) gekühlt und im Gegenstrom zum Gas gefördert. Die Temperatur und der Wasserdampfgehalt des die Kühlerkolonne (12) verlassenden Gases sind in Tabelle 1 dargestellt. Um Brüden der Acrylsäure auszuwaschen, war das Wasser in der Kühlerkolonne (12) durch Zudosierung von Natronlauge alkalisch gestellt.

**[0498]** Das Abgas der Kühlerkolonne (12) wurde auf das Trocknungsgaseingangsrohr (1) und das für das interne Wirbelbett bestimmte klimatisierte Gas (25) aufgeteilt. Die Gastemperaturen wurden mittels der Wärmeaustauscher (20) und (22) geregelt. Das heiße Trocknungsgas wurde dem übereinstimmenden Sprühtrockner über den Gasverteiler (3) zugeführt. Der Gasverteiler (3) besteht aus einer Reihe von Platten und hatte je nach Trocknungsgasmenge einen Druckverlust von 2 bis 4 mbar.

**[0499]** Das Produkt wurde aus dem internen Wirbelbett (27) über das Drehventil (28) in das Sieb (29) überführt. Das Sieb (29) diente zum Abtrennen von Übergrößen bzw. Klumpen mit einem Teilchendurchmesser von mehr als 800 µm. Die Gewichtsmengen der Übergrößen bzw. Klumpen sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

**[0500]** Zur Herstellung der Monomerlösung wurde zuerst Acrylsäure mit dreifach ethoxyliertem Glycerintriacrylat (Vernetzer) und anschließend mit 37,3 gew.-%iger Natriumacrylatlösung gemischt. Durch Umpumpen über einen Wärmeaustauscher wurde die Temperatur der sich ergebenden Monomerlösung auf 10°C gehalten. Im Umpumpkreis befand sich hinter der Pumpe eine Filtereinheit mit einer Maschenweite von 250 µm. Die Initiatoren wurden über die Leitungen (33) und (34) vor den Vertropfer mittels der statischen Mischer (31) und (32) gemäß Fig. 1 zugesetzt. Dabei wurde Natriumperoxodisulfatlösung mit einer Temperatur von 20°C über die Leitung (33) und [2,2'-Azobis[2-(2-imidazolin-2-yl)propan]dihydrochlorid]lösung zusammen mit Brüggolite® FF7 und Blancolene® HP mit einer Temperatur von 10°C über die Leitung (34) zugeführt. Jeder Initiator wird vorzugsweise im Kreis gepumpt und über Regelventile in jede Vertropfereinheit dosiert. Hinter dem statischen Mischer (32) befand sich eine zweite Filtereinheit mit einer Maschenweite von 140 µm. Zur Dosierung der Monomerlösung an der Spitze des Sprühtrockners wurden drei Vertropfereinheiten gemäß Fig. 4 verwendet.

**[0501]** Dabei bestand eine Vertropfereinheit aus einem äußeren Rohr (47) mit einer Öffnung für die Vertropferkassette (49) gemäß Fig. 5. Die Vertropferkassette (49) war mit einem Innenrohr (48) verbunden. Das innere Rohr (48) hat am Ende eine PTFE-Dichtung (50) und kann während des verfahrensgemäßen Betriebs zu Wartungszwecken aus dem äußeren Rohr (47) herausgezogen und wieder hineingeschoben werden.

**[0502]** Die Temperatur der Vertropferkassette (49) wurde mittels Wasser in den Strömungskanälen (55) gemäß Fig. 8 auf 8°C geregelt. Die Vertropferkassette (49) verfügte über 256 Bohrungen mit einem Durchmesser von 170 µm und einem Abstand zwischen den Bohrungen von 15 mm. Die Vertropferkassette (49) bestand aus einem im Wesentlichen tottraumfreien Strömungskanal (56) zur homogenen Verteilung der vorgemischten Monomer- und Initiatorlösungen und aus genau einer Vertropferplatte (53). Die Vertropferplatte (53) hatte eine abgewinkelte Anordnung mit einem Winkel von 3°. Die Vertropferplatte (53) war aus Edelstahl und hatte eine Länge von 630 mm, eine Breite von 128 mm und eine Dicke von 1 mm.

**[0503]** Der Zulauf zum Sprühtrockner bestand aus 9,56 Gew.-% Acrylsäure, 33,73 Gew.-% Natriumacrylat, 0,013 Gew.-% 3-fach ethoxyliertem Glycerintriacrylat (circa 85 gew.-%ig), 0,071 Gew.-% [2,2'-Azobis[2-(2-imidazolin-2-yl)propan]dihydrochlorid, 0,0028 Gew.-% Brüggolite® FF7 (Brüggemann Chemicals; Heilbronn; Deutschland), 0,054 Gew.-% Blancolene® HP (Brüggemann Chemicals; Heilbronn; Deutschland), 0,099 Gew.-% Natriumperoxodisulfat und Wasser. Der Neutralisationsgrad betrug 73%. Der Zulauf pro Bohrung betrug 1,4 kg/h.

[0504] Die resultierenden wasserabsorbierenden Polymerteilchen wurden analysiert. Die Bedingungen und Resultate sind in den Tabellen 1 bis 3 aufgeführt.

Tabelle 1: Verfahrensbedingungen für die Polymerisation der Beispiele 1 bis 7

Beispiel	Dampfgehalt CC	Dampfgehalt GD	T Gaseingang	T Gasausgang	T Gas IFB	T IFB	T CC	T GDU
	kg/kg	kg/kg	°C	°C	°C	°C	°C	°C
1	0,1100	0,0651	167				54	45
2				115	107	77		

Dampfgehalt CC: Wasserdampfgehalt des die Kühlerkolonne (12) verlassenden Gases

Dampfgehalt GD: Wasserdampfgehalt des Gases vor dem Gasverteiler (3)

T Gaseingang: Temperatur des Gases vor dem Gasverteiler (3)

T Gasausgang: Temperatur des die Reaktionszone (5) verlassenden Gases

T Gas IFB: Temperatur des Gases beim Eintritt in das interne Wirbelbett (27) über die Leitung (25)

T IFB: Temperatur der wasserabsorbierenden Polymerteilchen im Wirbelbett (27)

T CC: Temperatur des die Kühlerkolonne (12) verlassenden Gases

T GDU: Temperatur des die Gastrocknungseinheit (37) verlassenden Gases

Tabelle 2: Eigenschaften der wasserabsorbierenden Polymerteilchen (Grundpolymer)

Beispiel	Schüttgewicht	CRC	AUL	Restmonomere	Extrahierbare	Feuchte	L	a	b
	g/cm <sup>3</sup>	g/g	g/g	ppm	Gew.-%	Gew.-%			
1	68,7	45,8	5,6	8990	11,3	8,3	93,9	2,1	2,9
2	69,3	61,8	7,8	5250	11,8	8,2	94,2	2,2	3,0

Tabelle 3: Teilchengrößenverteilung (PSD) der wasserabsorbierenden Polymerteilchen (Grundpolymer), nach Siebschnittanalyse

Beispiel	0-100 µm	100-200 µm	200-250 µm	250-300 µm	300-400 µm	400-500 µm	500-600 µm	600-850 µm	850-1000 µm	>1000 µm
	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%
1										
2	0,4	1,9	5,2	8,2	32,2	32,7	10,1	8,3	0,9	0,1

## Beispiel 3 und 4

## Allgemeine Beschreibung

**[0505]** In einem Schugi Flexomix® (dem Modell Flexomix 160, hergestellt durch Hosokawa Micron B. V., Doetinchem, NL) wurde bei einer Geschwindigkeit von 2000 UpM das Grundpolymer mit einer Oberflächennachvernetzerlösung über 2 oder 3 Rundsprühdüssensysteme (des Modells Gravity-Fed Spray Set-ups, External Mix Typ SU4, Fluid Cap 60100 und Air Cap SS-120, hergestellt durch Spraying Systems Co, Wheaton, Illinois, USA) beschichtet und anschließend über die Grundpolymerzufuhr (70) aufgefüllt und in einem Thermotrockner (65) (des Modells NPD 5W-18, hergestellt durch GMF Gouda, Waddinxveen, NL) mit einer Geschwindigkeit der Welle (76) von 6 UpM getrocknet. Der Thermotrockner (65) verfügt über zwei Schaufeln mit einem Wellenversatz von 90° (80) und einer festen Austragszone (71) mit zwei flexiblen Wehrplatten (73). Die Wehre haben jeweils eine Wehröffnung mit einer Wehrmindesthöhe bei 50% (75) und einer Wehrmaximalöffnung bei 100% (74) gemäß Fig. 15.

**[0506]** Der Neigungswinkel  $\alpha$  (78) zwischen der Bodenplatte und dem Thermotrockner betrug etwa 3°. Die Wehrhöhe des Thermotrockners lag bei zwischen 50 bis 100%, entsprechend einer Verweilzeit von etwa 40 bis 150 min, bei einer Produktdichte von etwa 700 bis 750 kg/m<sup>3</sup>. Die Produkttemperatur im Thermotrockner lag in einem Bereich von 120 bis 165°C. Nach dem Trocknen wurde das an der Oberfläche nachvernetzte Polymer über Austragskegel (77) in einem Kühler (des Modells NPD 5W-18, hergestellt durch GMF Gouda, Waddinxveen, NL) transportiert, um das an der Oberfläche nachvernetzte Polymer bei einer Geschwindigkeit von 11 UpM und einer Wehrhöhe von 145 mm auf ungefähr 60°C abzukühlen. Nach dem Kühlen wurde das Material mit einer Schnittmindestgröße von 150 µm und einer Schnittmaximalgröße von 710 µm gesiebt.

## Beispiel 3

**[0507]** Ethylencarbonat, Wasser und eine wässrige Aluminiumsulfatlösung (26 Gew.-%) wurden vorgemischt und als Oberflächennachvernetzerlösung gemäß Tabelle 5 verwendet. Als Aluminiumsulfat diente Gecedral® AS (hergestellt durch BK Giuliani GmbH, Ludwigshafen, Deutschland).

**[0508]** 4,7 Gew.-% einer 0,055%igen wässrigen Lösung von Span® 20, mit einer Temperatur von etwa 25°C, wurde zusätzlich in den Kühler gegeben, und zwar mittels zweier Düsen im ersten Drittel des Kühlers. Dabei waren die Düsen unter dem Produktbett angeordnet.

**[0509]** Die resultierenden wasserabsorbierenden Polymerteilchen wurden analysiert. Die Versuchsbedingungen und Ergebnisse sind in Tabellen 4 bis 6 zusammengefasst.

## Beispiel 4

**[0510]** Ethylencarbonat, Wasser, Span® 20 (Croda, Nettetal, Deutschland) und wässriges Aluminiumlactat (22 Gew.-%) wurden vorgemischt und als Oberflächennachvernetzerlösung gemäß Tabelle 5 verwendet. Als Aluminiumlactat diente Lothragon® Al 220 (hergestellt durch Dr. Paul Lohmann GmbH, Emmerthal, Deutschland).

**[0511]** 4,0 Gew.-% einer 0,125%igen wässrigen Lösung von Span®20-Lösung (Croda, Nettetal, Deutschland) und 4,4 Gew.-% einer 5,7%igen wässrigen Lösung von Aluminiumlactatlösung wurden zusätzlich in den Kühler gegeben, und zwar mittels zweier Düsen im ersten Drittel des Kühlers. Beide Lösungen mit einer Temperatur von etwa 25°C. Dabei waren die Düsen unter dem Produktbett angeordnet.

**[0512]** Die resultierenden wasserabsorbierenden Polymerteilchen wurden analysiert. Die Versuchsbedingungen und Ergebnisse sind in Tabellen 4 bis 8 zusammengefasst.

Tabelle 4: Verfahrensbedingungen des Thermotrockners für die Oberflächennachvernetzung (SXL)

Beispiel	Produkttemperatur Sollwert	Dampfdruckwelle	Dampfdruckmantel	Erhitzer T1	Erhitzer T2	Erhitzer T3	Erhitzer T4	Erhitzer T5	Erhitzer T6	Durchsatz	Erhitzer Wehr	Düsenanzahl	Düsenposition
Einheit	°C	Bar	Bar	°C	°C	°C	°C	°C	°C	kg/h	%		
3	150	5,5	5,5	92	94	119	131	142	150	470	80	3	90/180/27 0°
4	145	4,7	4,8	94	98	117	128	139	145	470	80	3	90/180/27 0°

Tabelle 5: Oberflächennachvernetzerformulierung der thermischen Behandlung im Erhitzer und Wiederbefeuchtung im Kühler

Beispiel	Grundpolymer	SXL				Kühler			
		EC	Wasser	Al-Lactat (trocken)	Al-Sulfat (trocken)	0,125 gew.-%ige wässrige Lösung von Span@20	0,055 gew.-%ige wässrige Lösung von Span@20	5,7 gew.-%ige wässrige Lösung von Aluminiumlactat	bop%
		bop%	bop%	bop ppm	bop %	bop %	bop %	bop %	bop %



3	Beispiel 1	2,0	5,0	0,2	4,7	4,7	
4	Beispiel 2	2,0	5,0	0,1	4,0		4,4

EC: Ethylencarbonat; bop: bezogen auf Polymer

Tabelle 6: Physikalische Eigenschaften der Polymerteilchen nach Oberflächenachvernetzung

Beispiel	CRC	AUL	AUHL	Feuchte	Restmonomer	Extrahierbare	Schüttgewicht
	g/g	g/g	g/g	%	ppm	%	g/100 ml
3	42,9	34,8	23,1	4,1	409	3	77
4	49,2	35,6	15,2	4,9	529	7	86

Tabelle 7: Teilchengrößenverteilung der Polymerteilchen nach Oberflächenachvernetzung - Siebschnitte

Beispiel	< 106 µm	> 106 µm	> 200 µm	> 250 µm	> 300 µm	> 400 µm	> 500 µm	> 600 µm	> 710 µm
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
3	0,2	1,2	3,3	9,3	41,7	34,9	7,5	1,6	0,2
4	0,1	1,6	7,2	15,5	53,9	20,5	0,8	0,3	0,1

Tabelle 8: Farbstabilität der Polymerteilchen nach Oberflächenachvernetzung (Beschleunigter Alterungstest)

Beispiel	0d			7d			14d			21d		
	L	A	B	L	a	b	L	a	b	L	a	b
3	93,2	-0,4	8,5	81,0	1,3	10,0	79,0	1,7	11,1	77,0	2,	11,9
4	93,6	-1,7	10,9	83,8	-1,0	10,6	83,9	-0,7	11,1	82,9	-0,5	12,1

## Beispiel 4A Agglomeration feiner Superabsorberteilchen

**[0513]** In einem Lödige-Pflugscharmischer von 5 Liter Inhalt wurden 600 g feine Superabsorberteilchen (aus der Superabsorberherstellung von ASAP 700®, einem Handelsprodukt der BASF SE, abgetrennter Anteil der oberflächlich nachvernetzten Absorberteilchen mit einer Teilchengröße von weniger als 150 µm) mit einem CRC-Wert von 29 g/g vorgelegt und auf 50°C erwärmt. Bei einer Rührgeschwindigkeit des Mixers von 400 UpM wird das schnell durchmischende Pulver über einen Zerstäuber mit einer aus 1 g Ethylenglykoldiglycidylether (EGDGE) in 235 g Wasser, 62 g 2-Propanol und 2,5 g Sokalan® CP45 (BASF SE, Ludwigshafen, Deutschland) bestehenden Lösung mit einer Zufuhrgeschwindigkeit von 45 ml/Minute besprüht. Das dabei entstandene Gemisch wird bei 130°C im explosionsgeschützten Ofen 1 Stunde lang getrocknet und anschließend auf 106–850 µm abgesiebt. Für die erhaltenen Teilchen liegt die Partikelgrößenverteilung (PSD) bei 380 µm. Für die so erhaltenen wasserabsorbierenden Polymermaterialien (Superabsorber) sind die Merkmale in den Tabellen 9 und 10 zusammengefasst.

## Beispiel 5 Händisch hergestellte flüssigkeitabsorbierende Artikel (Windeln)

**[0514]** Zunächst wurde zur Herstellung von Laminaten für den absorbierenden Kern die erwünschte Menge an wasserabsorbierendem Polymer, üblicherweise 310–340 Gramm pro Quadratmeter (gsm), auf das schon mit 0,45 g des Schmelzhaftklebers BamCare 501 von Beardow & Adams beaufschlagte 12,5 gsm starke Polypropylenvlies als Oberblatt verteilt. Anschließend werden nochmal 0,45 Gramm des Klebers aufgebracht und ein 9,5 gsm starkes Polypropylenvlies unter Vervollständigung des Laminats auf das Gebilde aufgedrückt. Dabei wird der Kleber mit einer 0,05 mm großen Sprühdüse so aufgesprüht, dass sich nur dünne Linien des Klebers ergeben. Normalerweise besteht das Gebilde aus fünf jeweils 38 cm langen Linien aus Superabsorber (insgesamt etwa 13 g Superabsorber) bei einer Gesamtlaminatkernlänge von 42 cm. Dabei verfügen die Laminatkern typischerweise über eine Breite von 10 cm. Es sind aber auch schon andere Muster untersucht worden, wie eine geschlossene Schicht des Superabsorbers und punktförmige Superabsorber.

**[0515]** Nach erfolgter Herstellung wird das Laminat, als absorbierendes Papier bzw. als absorbierender Kern) anschließend in ein aus Rückblatt und Oberblatt bestehendes Windelchassis eingebracht. Soll eine Akquisition- und Verteilungsschicht (ADL) zum Einsatz kommen, wird sie zwischen Oberblatt (**89**) und Laminat (**80**) zum Vorderteil der Windel gerichtet so angeordnet, dass sich die ADL-Mitte 13 cm von der Oberkante des Laminatkerns befindet. Anschließend wird die Windel entweder mit Band oder mit Schmelzkleber versiegelt.

## Beispiel 6 Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS)

**[0516]** Man platziert die händisch hergestellten Windeln in einer HUS-Einheit (**Fig. 19A**) mit den Windelkanten 3, 5 cm entfernt vom obersten Punkt der Prüfeinheit (**Fig. 19B, C**) (bei der schwarzen Markierung **14**). Die Dosierung erfolgt 15,5 cm vom obersten Punkt der Prüfeinheit bzw. 12 cm vom obersten Punkt der Windel entlang dem Winkel der aufrechten Teile über eine 3,75 mm große Kochsalzlösungsdosieröffnung (**18**). Die Kochsalzlösungsdosieröffnung (**18**) ist an eine Pumpe angeschlossen, die die 35°C warme Kochsalzlösung mit 15 g/Sekunde fördert. Für diese Windelgröße kommt eine Dosiermasse von 4 × 75 g zur Anwendung. Dabei werden die Einsickerzeiten jeweils (nach der ersten, zweiten, dritten und vierten Dosis von jeweils 75 g) vom Dosierungsbeginn bis zur vollständigen Aufnahme der Kochsalzlösung durch die Windel gemessen. Zwischen den Dosierungen wurde jeweils 10 Minuten ab Dosierungsbeginn abgewartet. Die Ergebnisse sind für Windeln mit unterschiedlichen Absorptionskernen in den Tabellen 10, 11, 11A und 12 aufgeführt. Für die im absorbierenden Papier bzw. Kern geprüften wasserabsorbierenden Polymermaterialien (Superabsorber) sind die Merkmale in Tabelle 9 zusammengefasst.

Tab. 9: Superabsorbereigenschaften

Superabsorber	CRC (g/g)	AUL (g/g)	Schütt- dichte (g/ml)	Oberfläche Kr BET (cm <sup>2</sup> /g)	t <sub>ber.</sub> (s/g)	SFC
Beispiel 3*	42,9	23,1	0,77	711	19,8	0
20% insta snow/80% Beispiel 3	39,1	24,1	0,67	799	16,6	4
35% insta snow/65% Beispiel 3	35,9	23,4	0,58	866	15,8	5
50% insta snow/50% Beispiel 3	32,8	22,7	0,51	932	11,6	8
65% insta snow/35% Beispiel 3	29,6	21,9	0,45	998	11,4	15
80% insta snow/20% Beispiel 3	26,4	21,2	0,41	1065	6,8	18
Insta snow	22,2	20,3	0,37	1153	4,7	20
Beispiel 4A	18,9	18,4	0,45	1161		11
30% Beispiel 4A/70% Beispiel 3	33,4	21,3	0,67	846	18,6	1
40% Beispiel 4A/60% Beispiel 3	32,2	21,5	0,62	891	17,7	2
HySorb 9400*	29,6	21,3	0,75	285	21,3	10

\*Referenzbeispiel

Hysorb® ist ein Handelsprodukt der BASF SE, Ludwigshafen, Deutschland  
 Insta snow bezogen von Steve Spangler Science, Englewood, Colorado, US.

In der nachstehenden Tabelle sind die Eigenschaften der untersuchten wasserabsorbierenden Polymermaterialien bezüglich Flüssigkeitsaufnahme und -retention zusammenfassend aufgeführt.

Tab. 10:

Superabsorber	Einsickerzeit (s)	VAUL, 0.3psi beflutet, aus 2 g			VAUNL (nulllast) beflutet, aus 2 g			t <sub>ber.</sub>	SAP-Fläche (%)	Masse
		V <sub>nr</sub> (g/g)	tau (s)	t <sub>12g/g</sub> (s)	t <sub>ber.</sub>	V <sub>nr</sub> (g/g)	tau (s)			
1										
Beispiel 3 - 100%*	30,0	30,8	329	162,2	19,8	48,4	282	80,4	9,8	13,2
20% insta snow/80% Beispiel 3	13,4	29,7	255	132,0	16,6	47,2	207	60,7	7,6	12,8
35% insta snow/65% Beispiel 3	7,9	26,3	206	125,5	15,8	44,5	150	47,1	5,9	12,8
50% insta snow/50% Beispiel 3	8,0	27,7	162	92,2	11,6	43,3	99	32,2	4,0	12,7
65% insta snow/35% Beispiel 3	5,7	23,4	127	91,5	11,4	41,7	53	18,1	2,3	12,8
80% insta snow/20% Beispiel 3	6,1	22,8	71	53,5	6,8	38,8	21	7,9	1,0	12,6
insta snow - 100%	7,1	20,3	42	37,4	4,7	40,6	12	4,2	0,5	12,8
30% Beispiel 4A/70% Beispiel 3	8,7									13,1
40% Beispiel 4A/60% Beispiel 3	9,6									13,3

\*Referenzbeispiel

Insta snow bezogen von Steve Spangler Science, Englewood, Colorado, U.S.

Die Bestimmung der Einsickerzeiten erfolgt an händisch hergestellten Windeln (ohne Akquisitions- und Verteilungsschicht, gelockte Fasern oder cellulosischen Fluff).

Wie in Tab. 10 ersichtlich, verhalten sich Mischungen eines langsam wasserabsorbierenden Polymers (hohes  $\tau$ ) mit einem schnell (niedrigem  $\tau$ ) wasserabsorbierenden Polymer als ob ausschließlich das schnell wasserabsorbierende Polymer bei der ersten Beaufschlagung vorliegt. Dies ergibt für eine graphische Auftragung von  $t_{ber}$  gegen die tatsächliche erste Einsickerzeit eine gekrümmte Beziehung.

Tab. 11: Händisch hergestellte Windeln mit 70 gsm PET ADL

	Einsickerzeit				Rewet nach 4. Dosis (g)
	1	2	3	4	
<b>Superabsorber</b>					
Beispiel 3*	30,0	35,0	40,0	30,0	0,8
20% insta snow/80% Beispiel 3	13,4	14,7	20,0	21,0	1,4
35% insta snow/65% Beispiel 3	7,9	7,3	9,3	13,0	4,5
50% insta snow/50% Beispiel 3	8,0	6,6	9,8	15,0	10,4
65% insta snow/35% Beispiel 3	5,7	6,6	7,0	10,0	12,4
80% insta snow/20% Beispiel 3	6,1	6,8	8,7	12,0	23,7
Insta snow	7,1	7,1	10,2	27,0	41
HySorb® 9400*	33,0	21,0	21,0	32,0	14,0
Swaddlers Core*	29	9,2	16,1	119,0	35,6

\*Referenzbeispiel

Die Bestimmung der Einsickerzeiten und des Rewet-Werts erfolgt mit einer 70 gsm PET ADL oben auf dem Laminat, wie sie einer in NC/USA gekauften Windel First Quality up&amp;up entnommen wurde.

Swaddlers core heißt: Kern einer kommerziellen Windel Swaddler von The Procter &amp; Gamble Company, Cincinnati, OH, USA

Tab. 11A: Händisch hergestellte Windel mit 60 gsm PET ADL

	Einsickerzeit (s)				Rewet nach 4. Dosis (g)
	1	2	3	4	
<b>Superabsorber</b>					
30% Beispiel 4A /70% Beispiel 3	8,7	13,2	17	30	1,0
40% Beispiel 4A/60% Beispiel 3	9,6	14,1	21	33	5,1

Die Bestimmung der Einsickerzeiten und des Rewet-Werts erfolgte an einer 60 gsm PET ADL oben auf dem Laminat

Tab. 12: Händisch hergestellte Windeln ohne ADL

	Einsickerzeit (s)				Rewet nach 4. Dosis (g)
	1	2	3	4	
<b>Superabsorber</b>					
Beispiel 3*	38,6	42,9	42,0	34,0	0,9
20% insta snow/80% Beispiel 3	20,3	19,9	20,0	23,0	3,6
35% insta snow/65% Beispiel 3	10,9	9,9	12,0	14,0	11,5
50% insta snow/50% Beispiel 3	7,6	7,8	9,3	11,0	22,2
65% insta snow/35% Beispiel 3	6,6	7,3	8,1	13,0	34,1
80% insta snow/20% Beispiel 3	6,7	7,6	11,0	16,0	42,4
Insta SNOW	7,8	7,1	8,6	13,0	53
Swaddlers' core ohne ADL*	52	34	66	147	43

\*Referenzbeispiele

Die Bestimmung der Einsickerzeiten und des Rewet-Werts erfolgte ohne ADL auf dem Laminat (absorbierender Kern)  
Swaddlers core heißt: Kern einer kommerziellen Windel Swaddler von The Procter & Gamble Company, Cincinnati, OH, USA



**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- EP 0348180 A1 [0006]
- WO 96/40427 A1 [0006]
- US 5269980 [0006]
- WO 2008/009580 A1 [0006]
- WO 2008/052971 A1 [0006, 0034, 0037, 0084, 0095]
- WO 2011/026876 A1 [0006]
- WO 2011/117263 A1 [0006]
- WO 2014/079694 [0006, 0034, 0037, 0084, 0095]
- WO 2011/086842 [0009]
- EP 2565031 A1 [0009, 0277]
- EP 2668936 A1 [0009]
- EP 445619 A2 [0034, 0084]
- DE 19846413 A1 [0034, 0084]
- WO 01/38402 A1 [0034, 0084]
- EP 955086 A2 [0034, 0084]
- DE 3825366 A1 [0034, 0084]
- US 6241928 [0034, 0084]
- EP 457660 A1 [0034, 0084]
- WO 2008/040715 A2 [0034, 0037, 0084, 0095]
- WO 2008/069639 A1 [0034, 0037, 0084, 0095]
- WO 2008/086976 A1 [0034, 0037, 0084, 0095, 0248]
- WO 2015/028327 [0034, 0037, 0084, 0095]
- WO 2015/028158 [0034, 0037, 0084, 0095]
- WO 2002/055469 A1 [0060]
- WO 2003/078378 A1 [0060]
- WO 2004/035514 A1 [0060, 0060]
- EP 0530438 A1 [0069]
- EP 0547847 A1 [0069]
- EP 0559476 A1 [0069]
- EP 0632068 A1 [0069]
- WO 93/21237 A1 [0069]
- WO 2003/104299 A1 [0069]
- WO 2003/104300 A1 [0069]
- WO 2003/104301 A1 [0069, 0071]
- DE 10331450 A1 [0069]
- DE 10331456 A1 [0069]
- DE 10355401 A1 [0069]
- DE 19543368 A1 [0069]
- DE 19646484 A1 [0069]
- WO 90/15830 A1 [0069]
- WO 2002/32962 A2 [0069]
- EP 2016/053317 [0086]
- US 3243321 [0101]
- WO 2011/117215 A1 [0137]
- EP 0083022 A2 [0144]
- EP 0543303 A1 [0144]
- EP 0937736 A2 [0144]
- DE 3314019 A1 [0144]
- DE 3523617 A1 [0144]
- EP 0450922 A2 [0144]
- DE 10204938 A1 [0144]
- US 6239230 [0144]
- DE 4020780 C1 [0146]
- DE 19807502 A1 [0146]
- DE 19807992 C1 [0146]
- EP 0999238 A1 [0146]
- DE 19854573 A1 [0146]
- DE 19854574 A1 [0146]
- DE 10204937 A1 [0146]
- DE 10334584 A1 [0146]
- EP 1199327 A2 [0146]
- WO 2003/31482 A1 [0146]
- DE 3713601 A1 [0147]
- WO 2012/045705 A1 [0157]
- WO 2004/024816 A1 [0157]
- WO 2007/031441 A1 [0249]
- EP 2301499 A1 [0277]
- EP 2314264 A1 [0277]
- EP 2387981 A1 [0277]
- EP 2486901 A1 [0277]
- EP 2524679 A1 [0277, 0277]
- EP 2524680 A1 [0277]
- US 6972011 [0277]
- US 2011/0162989 [0277]
- US 2011/0270204 [0277]
- WO 2010/004894 A1 [0277]
- WO 2010/004895 A1 [0277]
- WO 2010/076857 A1 [0277]
- WO 2010/082373 A1 [0277]
- WO 2010/118409 A1 [0277]
- WO 2010/133529 A2 [0277]
- WO 2010/143635 A1 [0277]
- WO 2011/084981 A1 [0277]
- WO 2011/086841 A1 [0277]
- WO 2011/086842 A1 [0277]
- WO 2011/086843 A1 [0277]
- WO 2011/086844 A1 [0277]
- WO 2011/117997 A1 [0277]
- WO 2011/136087 A1 [0277]
- WO 2012/048879 A1 [0277]
- WO 2012/052173 A1 [0277]
- WO 2012/052172 A1 [0277]
- EP 0640330 A1 [0471, 0471]

**Zitierte Nicht-Patentliteratur**

- Monographie "Modern Superabsorbent Polymer Technology", F. L. Buchholz und A. T.

- Graham, Wiley-VCH, 1998, auf den Seiten 252 bis 258 [0002]
- Monographie "Modern Superabsorbent Polymer Technology", F. L. Buchholz und A. T. Graham, Wiley-VCH, 1998, wird auf den Seiten 71 bis 103 [0005]
  - Robert F. Gould in der Veröffentlichung "Kontaktwinkel, Benetzbarkeit und Adhäsion" der American Chemical Society aus dem Jahre 1964 [0049]
  - ASTM D 5725 [0099]
  - "Thin Films" in der elektronischen Fassung von "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry" (Aktualisierte sechste Ausgabe, 2000 Electronic Release) [0102]
  - Monographie "Membranen: Grundlagen, Verfahren und Industrielle Anwendungen", K. Ohlrogge und K. Ebert, Wiley-VCH, 2012 (ISBN: 978-3-527-66033-9) [0228]
  - Monographien "Staubabscheiden", F. Löffler, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1988 (ISBN 978-3137122012) [0231]
  - "Staubabscheidung mit Schlauchfiltern und Taschenfiltern", F. Löffler, H. Dietrich und W. Flatt, Vieweg, Braunschweig, 1991 ISBN 978-3540670629) [0231]
  - Monographie "Leitfaden für Lüftungs- und Klimaanlage-Grundlagen der Thermodynamik Komponenten einer Vollklimaanlage Normen und Vorschriften", L. Keller, Oldenbourg Industrieverlag, 2009 (ISBN 978-3835631656) [0235]
  - "Standard Test Methods for the Nonwovens Industry", gemeinsam herausgegeben von den "Worldwide Strategic Partners" EDANA (European Disposables and Nonwovens Association, Avenue Eugene Plasky, 157, 1030 Brüssel, Belgien, [www.edana.org](http://www.edana.org)) [0410]
  - INDA (Association of the Nonwoven Fabrics Industry, 1100 Crescent Green, Suite 115, Cary, N. C. 27518, U.S.A., [www.inda.org](http://www.inda.org)) [0410]
  - DIN 5033-6 [0429]

## Patentansprüche

1. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel, umfassend  
 (A) eine obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht (**89**),  
 (B) eine untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht (**83**),  
 (C) einen flüssigkeitsabsorbierenden Kern (**80**) zwischen der Schicht (**89**) und der Schicht (**83**), umfassend mindestens eine Schicht (**91**), umfassend 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% eines wasserabsorbierenden Polymermaterials, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierendem Polymermaterial und Fasermaterial, wobei der flüssigkeitsabsorbierende Artikel gemäß der Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 15 Sekunden oder weniger verfügt.

2. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel, umfassend  
 (A) eine obere flüssigkeitsdurchlässige Schicht (**89**),  
 (B) eine untere flüssigkeitsundurchlässige Schicht (**83**),  
 (C) einen flüssigkeitsabsorbierenden Kern (**80**) zwischen der Schicht (**89**) und der Schicht (**83**), umfassend mindestens eine Schicht (**91**), umfassend 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% einer Mischung mindestens zweier wasserabsorbierender Polymermaterialien, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierendem Polymermaterial und Fasermaterial.

3. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach Anspruch 1 oder 2, bei dem der flüssigkeitsabsorbierende Artikel gemäß der Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 12 Sekunden oder weniger verfügt.

4. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach einem der Ansprüche 1 oder 2, bei dem der flüssigkeitsabsorbierende Artikel gemäß der Prüfung am Hänge-U-Ständer (HUS) über eine erste Einsickerzeit von 7 Sekunden oder weniger verfügt.

5. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, bei dem zwischen der oberen flüssigkeitsdurchlässigen Schicht (**89**) und dem flüssigkeitsabsorbierenden Kern (**80**) eine Akquisitions- und Verteilungsschicht (D) angeordnet ist.

6. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem der Kern eine Mischung aus mindestens 20 bis 100 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 0 bis 80 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymermaterials umfasst.

7. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem der Kern eine Mischung aus mindestens 30 bis 100 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 0 bis 70 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymermaterials umfasst.

8. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach Anspruch 6 oder 7, bei dem die Mischung und/oder zumindest der schnelle Superabsorber über einen  $t_{ber.}$ -Wert von 16 s/g oder weniger verfügt, wobei  $t_{ber.}$  gemäß der nachstehenden Gleichung:

$$t_{ber.} = \frac{t_{12g}}{g} \cdot (SA/100)m_{sap}$$

definiert ist.

9. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach Anspruch 8, bei dem die Mischung und/oder zumindest der schnelle Superabsorber über einen  $t_{ber.}$ -Wert von 9 sec/g oder weniger verfügt.

10. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach Anspruch 8, bei dem die Mischung und/oder zumindest der schnelle Superabsorber über einen  $t_{ber.}$ -Wert von 5 sec/g oder weniger verfügt.

11. Flüssigkeitsabsorbierender Artikel nach einem der Ansprüche 6 bis 10, bei dem zumindest der schnelle Superabsorber über einen SFC-Wert von mindestens  $18 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$  verfügt.

12. Flüssigkeitabsorbierender Artikel nach einem der Ansprüche 6 bis 11, bei dem zumindest das zweite wasserabsorbierende Polymermaterial über eine Sphärizität von 0,89 verfügt.
13. Flüssigkeitabsorbierender Artikel nach einem der Ansprüche 6 bis 12, bei dem zumindest der schnelle Superabsorber über eine Oberfläche von mindestens 1000 cm<sup>2</sup>/g verfügt.
14. Flüssigkeitabsorbierender Artikel nach einem der Ansprüche 1 bis 13, bei dem Bindemittel wie Klebstoffe, bevorzugt Schmelzkleber zu 0–20% enthalten sind.
15. Flüssigkeitabsorbierender Kern (**80**), umfassend mindestens eine Schicht (**91**), umfassend 0 bis 20 Gew.-% Fasermaterial und 80 bis 100 Gew.-% eines wasserabsorbierenden Polymermaterials, bezogen auf die Summe aus wasserabsorbierendem Polymermaterial und Fasermaterial, wobei die mindestens eine Schicht (**91**) eine Mischung aus mindestens 20 bis 100 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 80 bis 0 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymermaterials umfasst.
16. Flüssigkeitabsorbierender Kern (**80**) nach Anspruch 15, bei dem die mindestens eine Schicht (**91**) eine Mischung aus mindestens 30 bis 100 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 70 bis 0 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymermaterials umfasst.
17. Flüssigkeitabsorbierender Kern nach einem der Ansprüche 15 oder 16, bei dem die mindestens eine Schicht (**91**) sandwichartig zwischen Tissueschichten (**95/96**) angeordnet ist.
18. Flüssigkeitabsorbierendes Gemisch, umfassend eine Mischung aus mindestens 20 bis 100 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 0 bis 80 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymermaterials.
19. Flüssigkeitabsorbierendes Gemisch nach Anspruch 18, bei dem die Mischung mindestens 30 bis 100 Gew.-% eines schnellen Superabsorbers und 0 bis 70 Gew.-% eines zweiten wasserabsorbierenden Polymermaterials umfasst.
20. Flüssigkeitabsorbierendes Gemisch nach Anspruch 18 oder 19, bei dem der zweite Superabsorber über eine Sphärizität von mindestens 0,89 verfügt.

Es folgen 25 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

Fig. 1

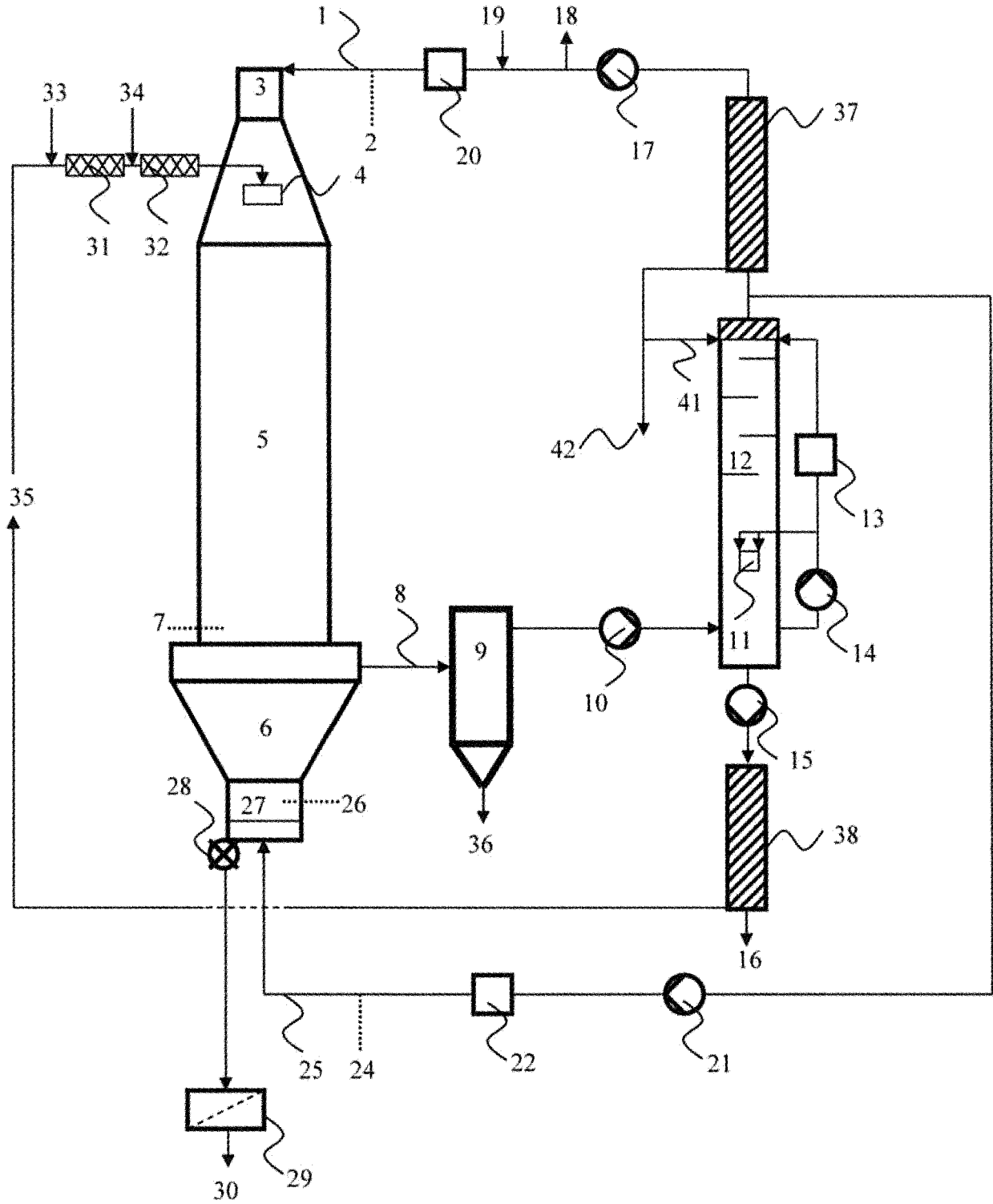


Fig. 2

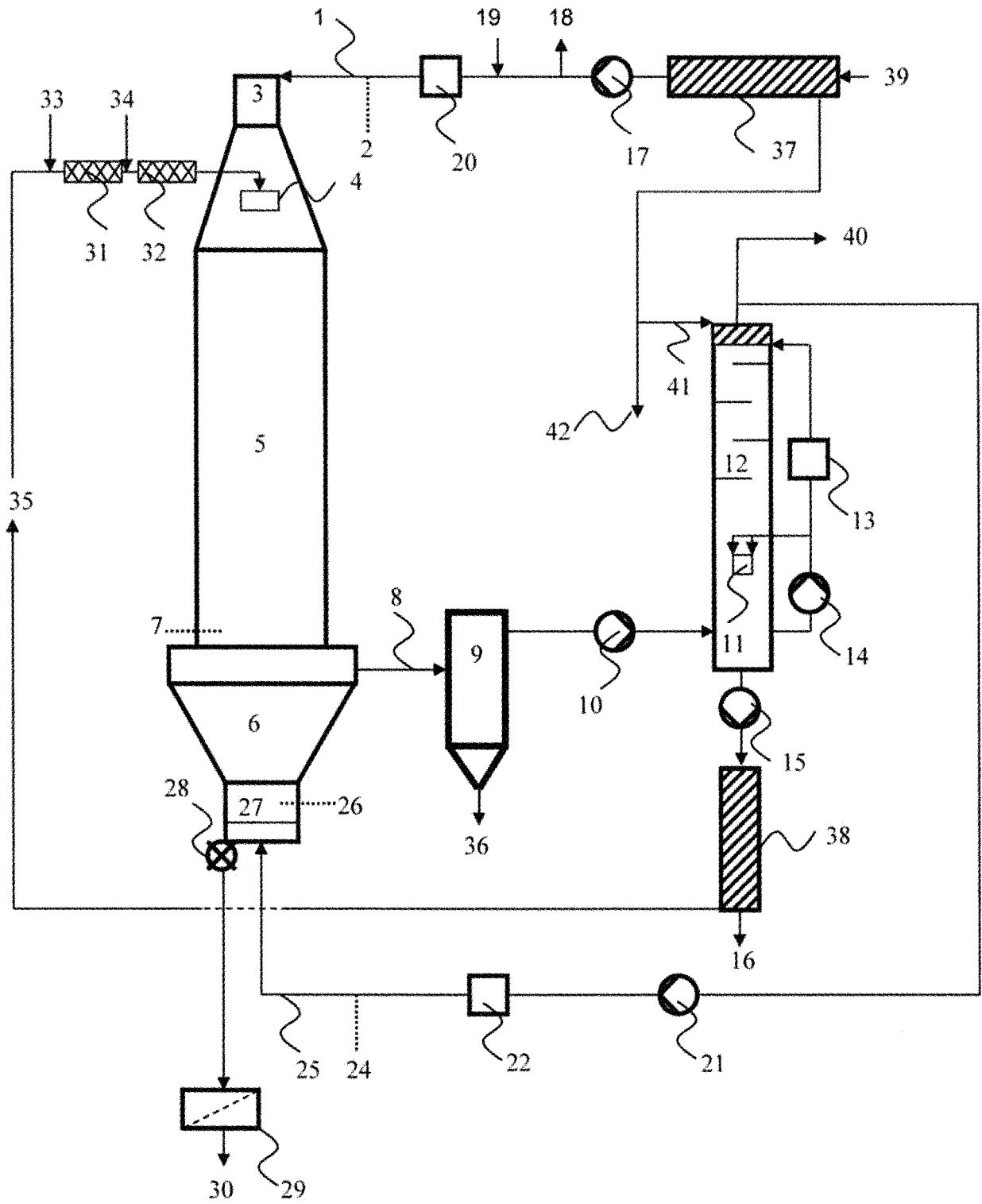


Fig. 3

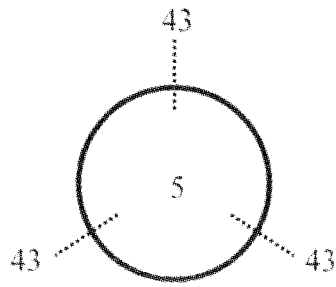


Fig. 4

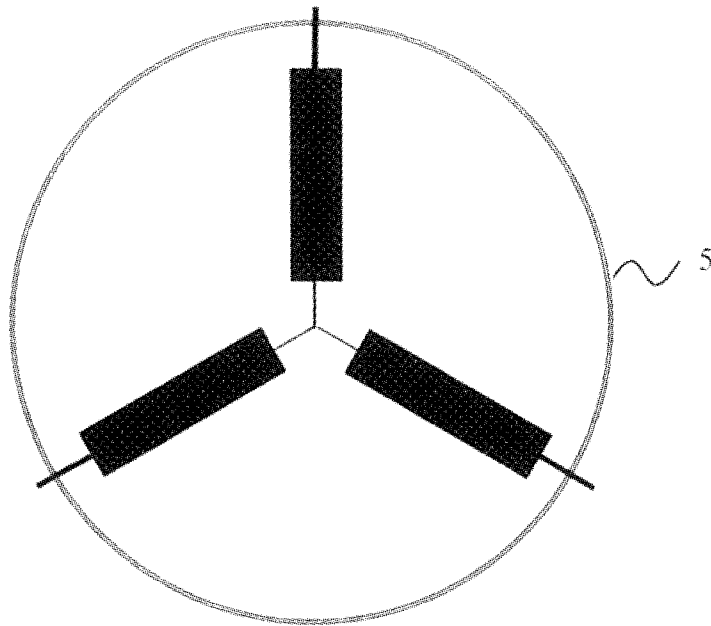


Fig. 5

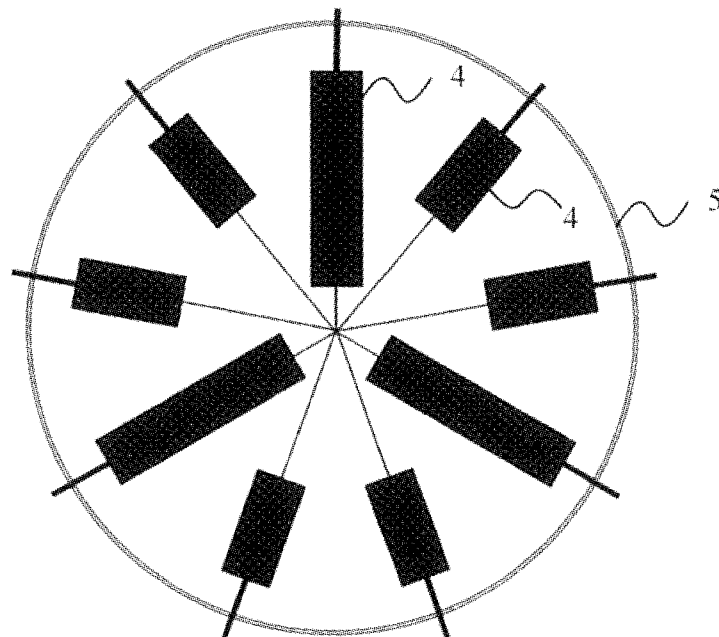


Fig. 6

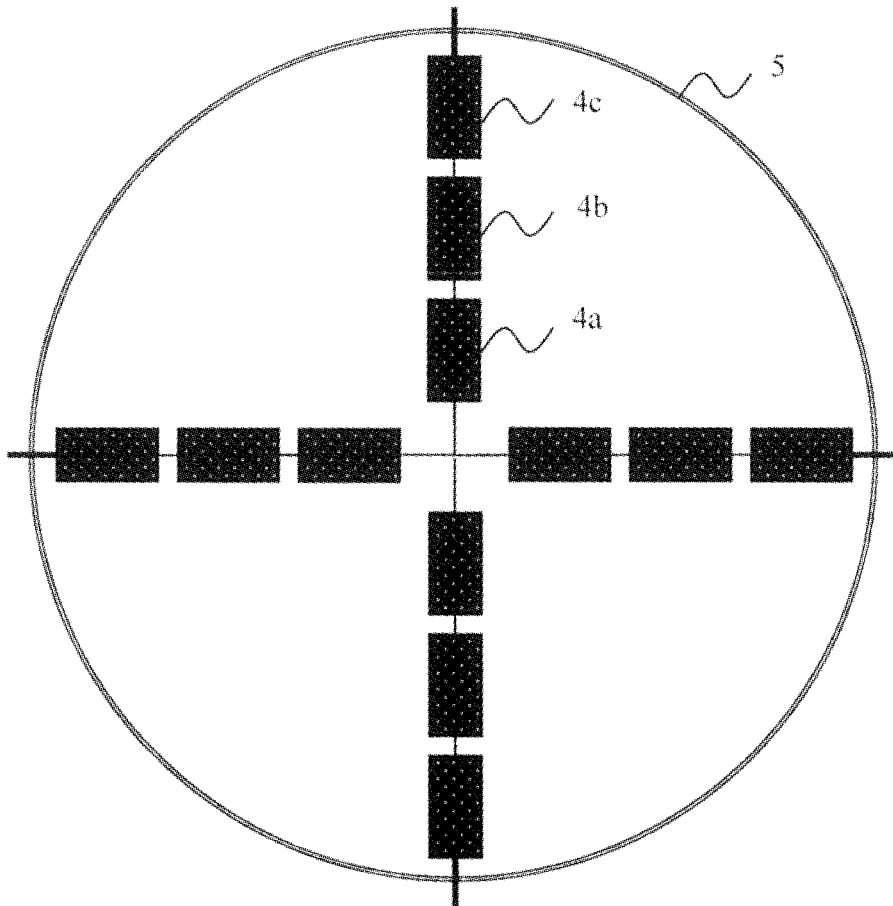


Fig. 7

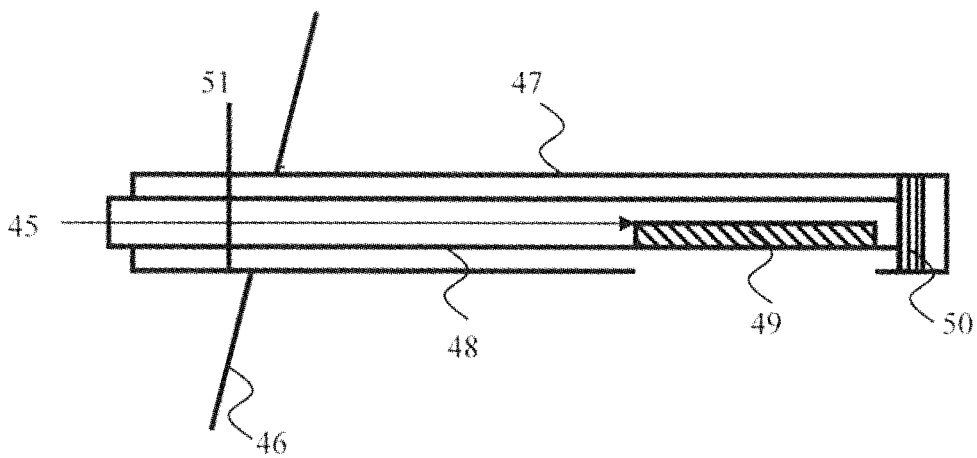




Fig. 8

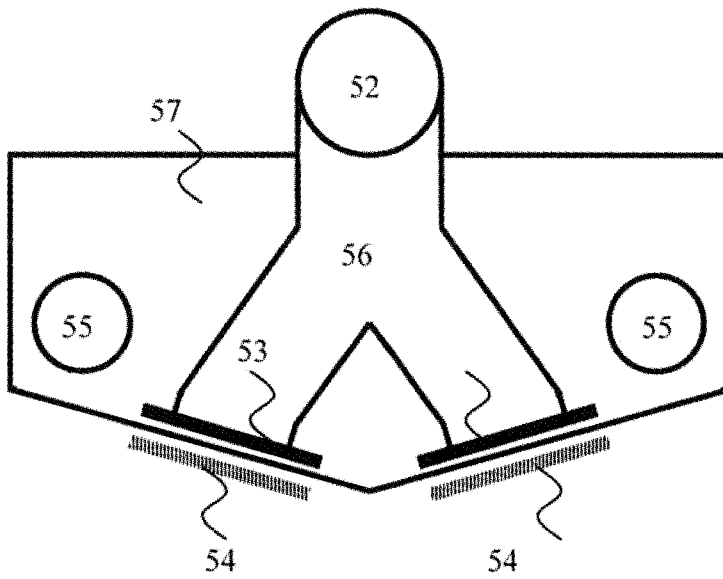


Fig. 9

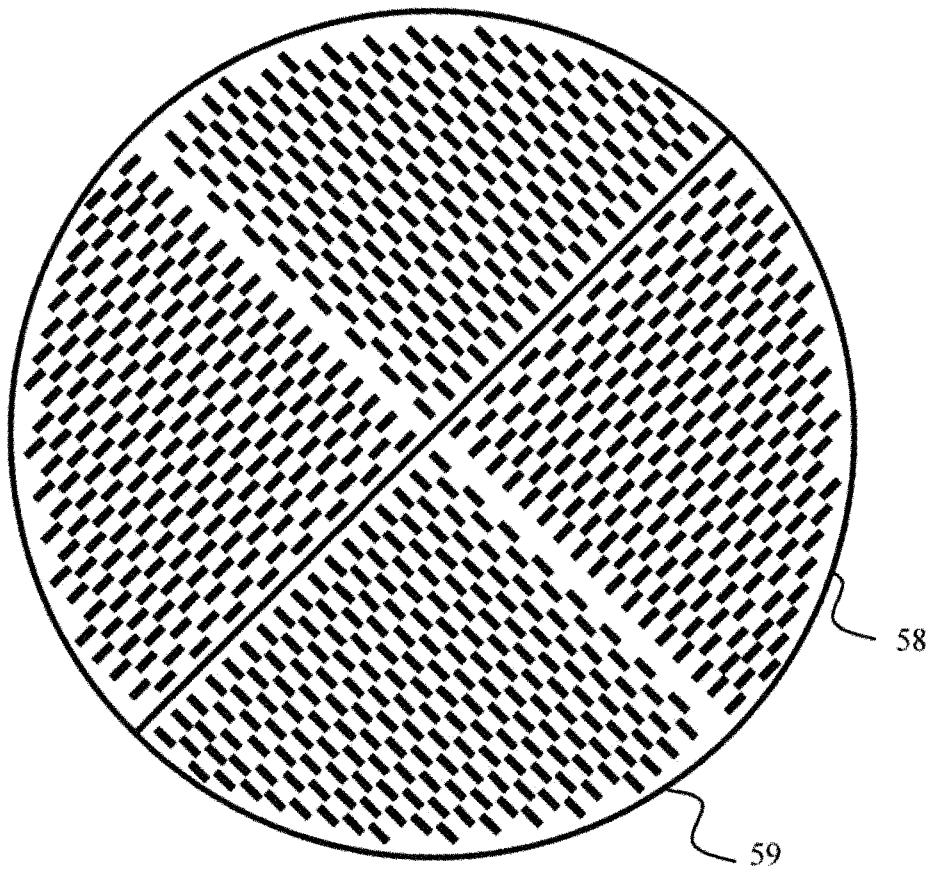


Fig. 10

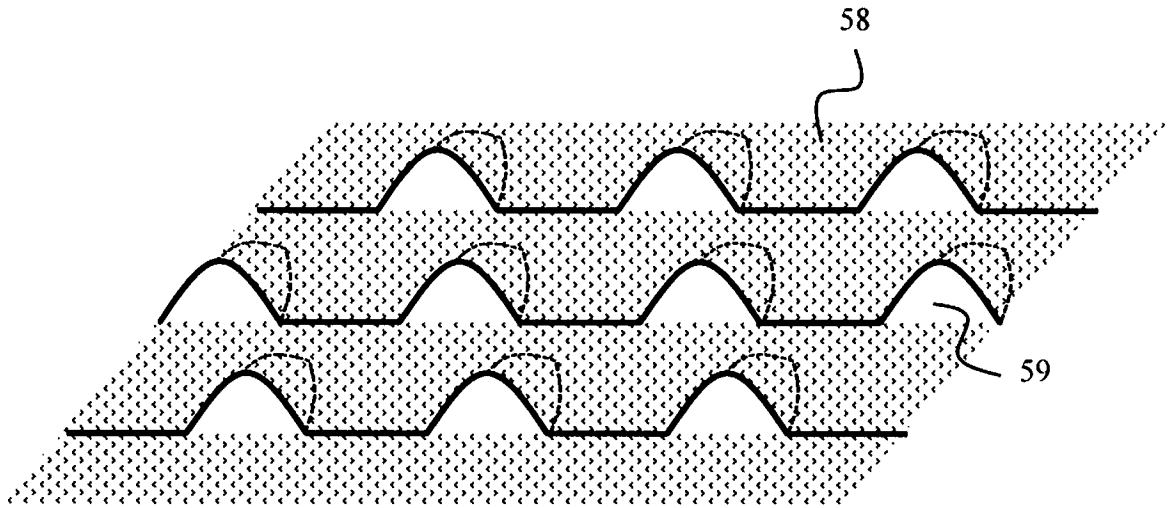


Fig. 11

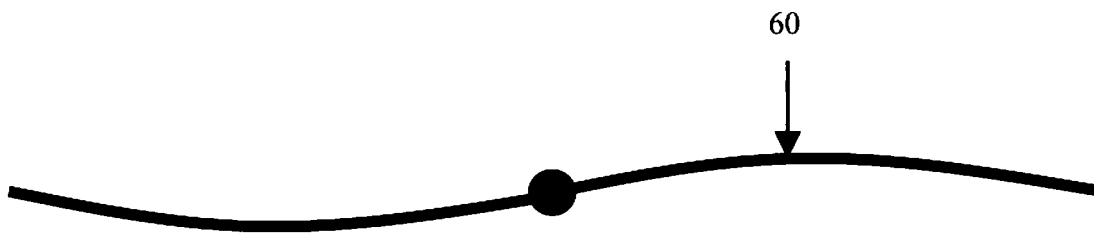


Fig. 12

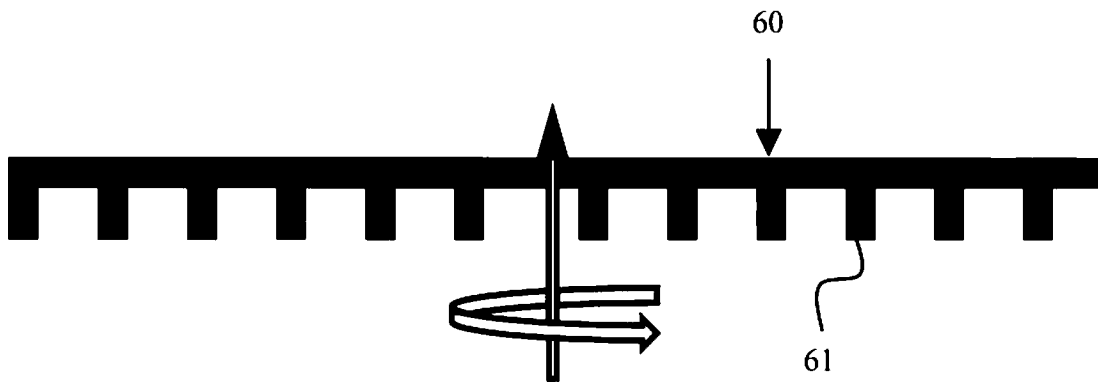


Fig. 13

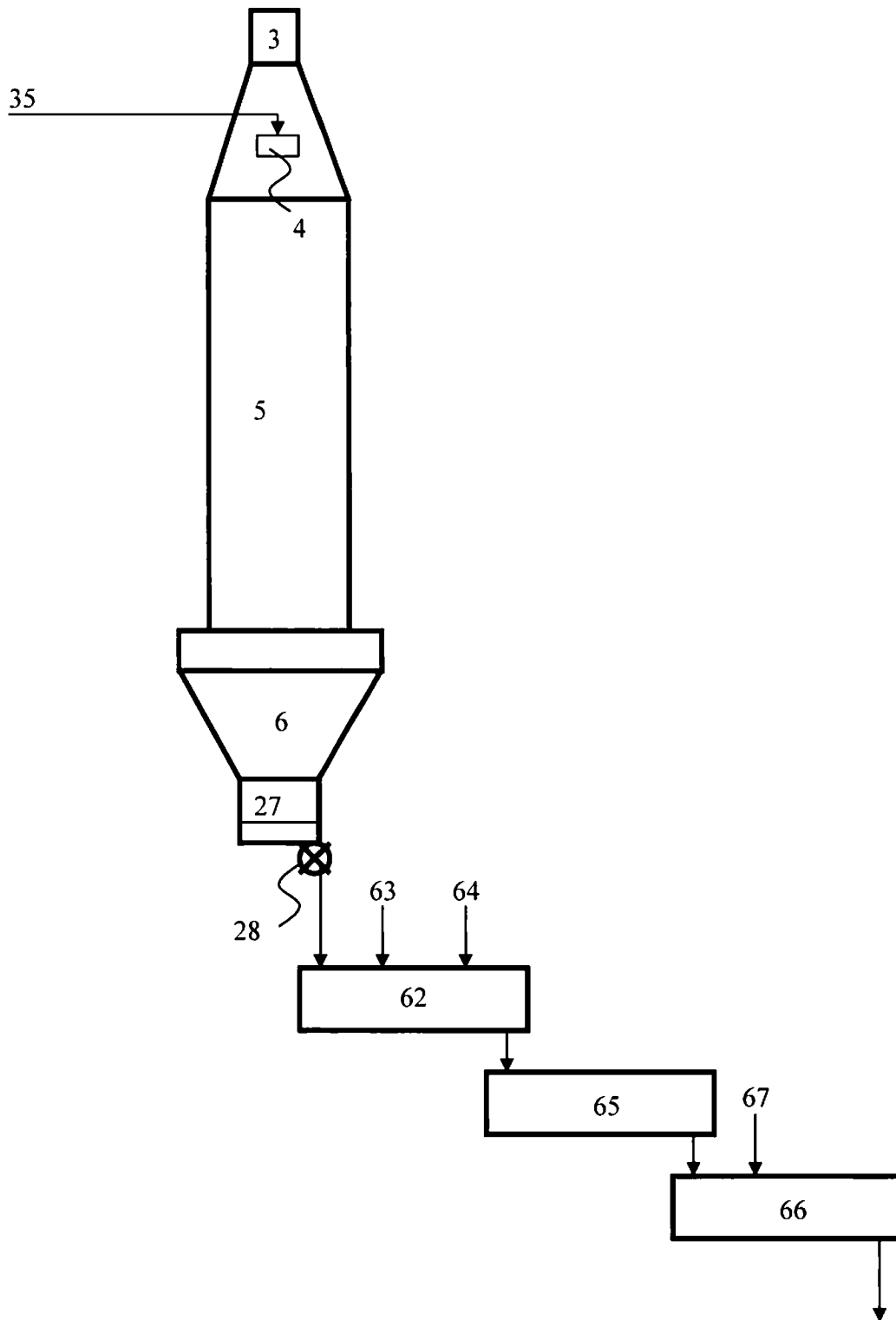


Fig. 14

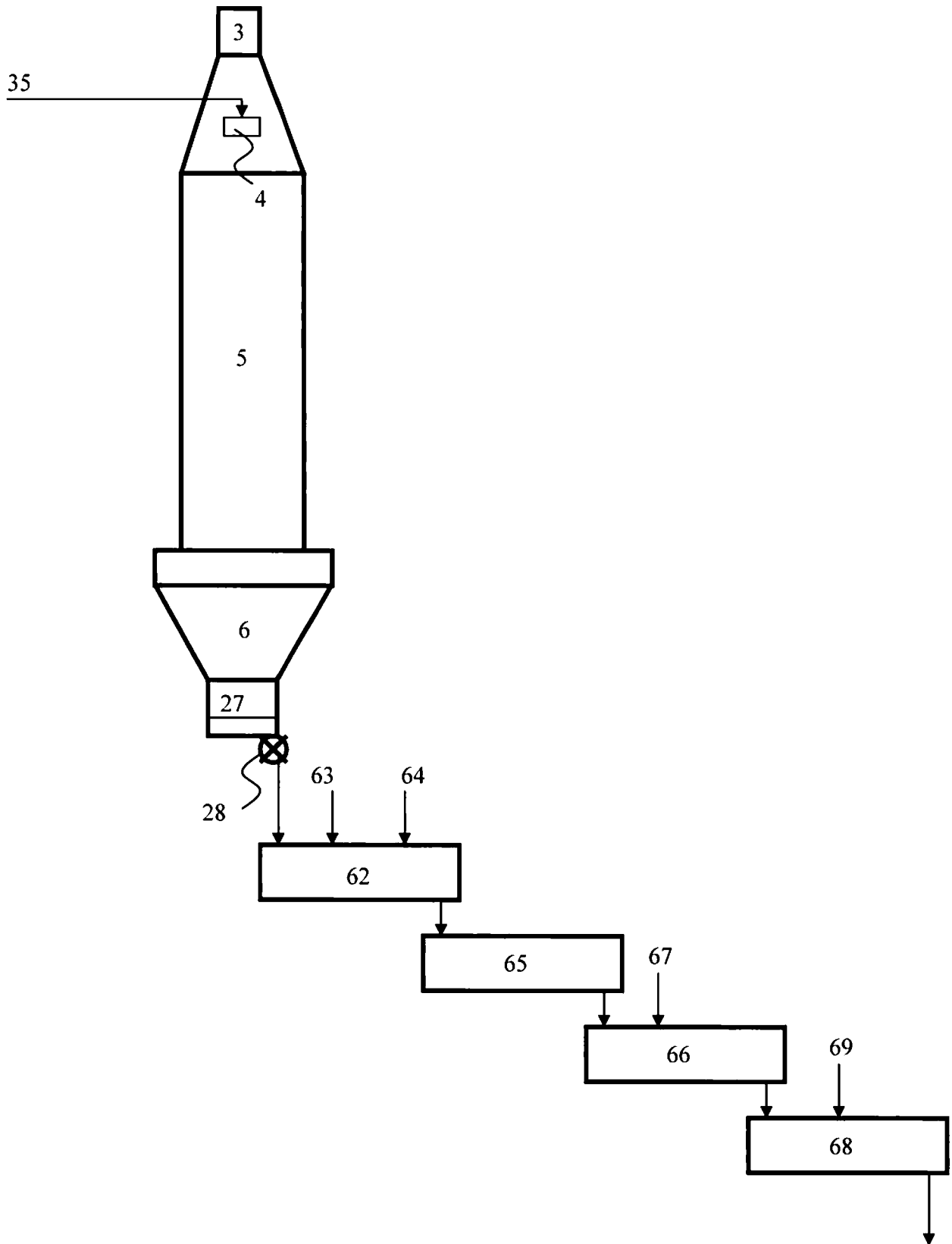


Fig. 15

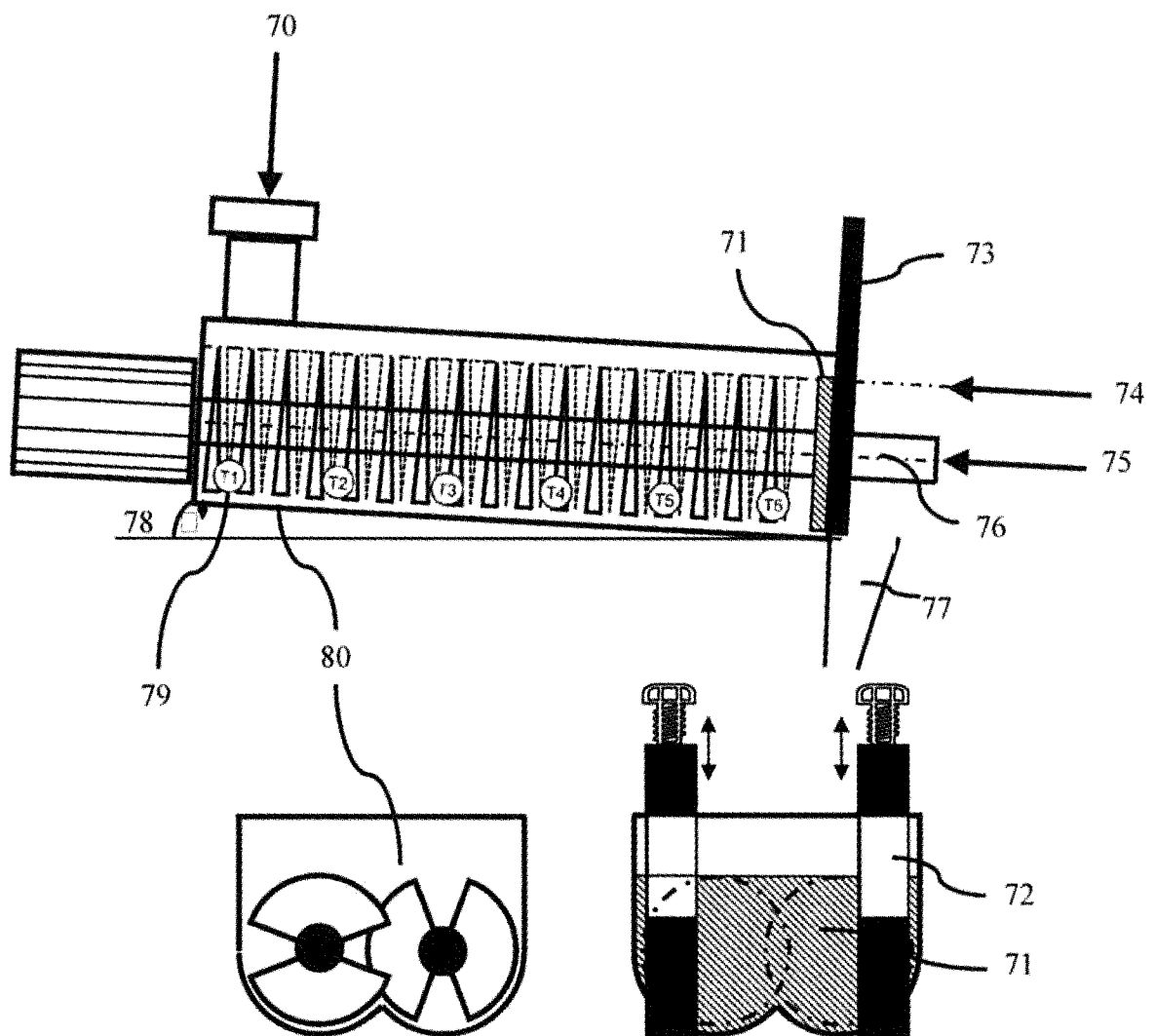


Fig. 16

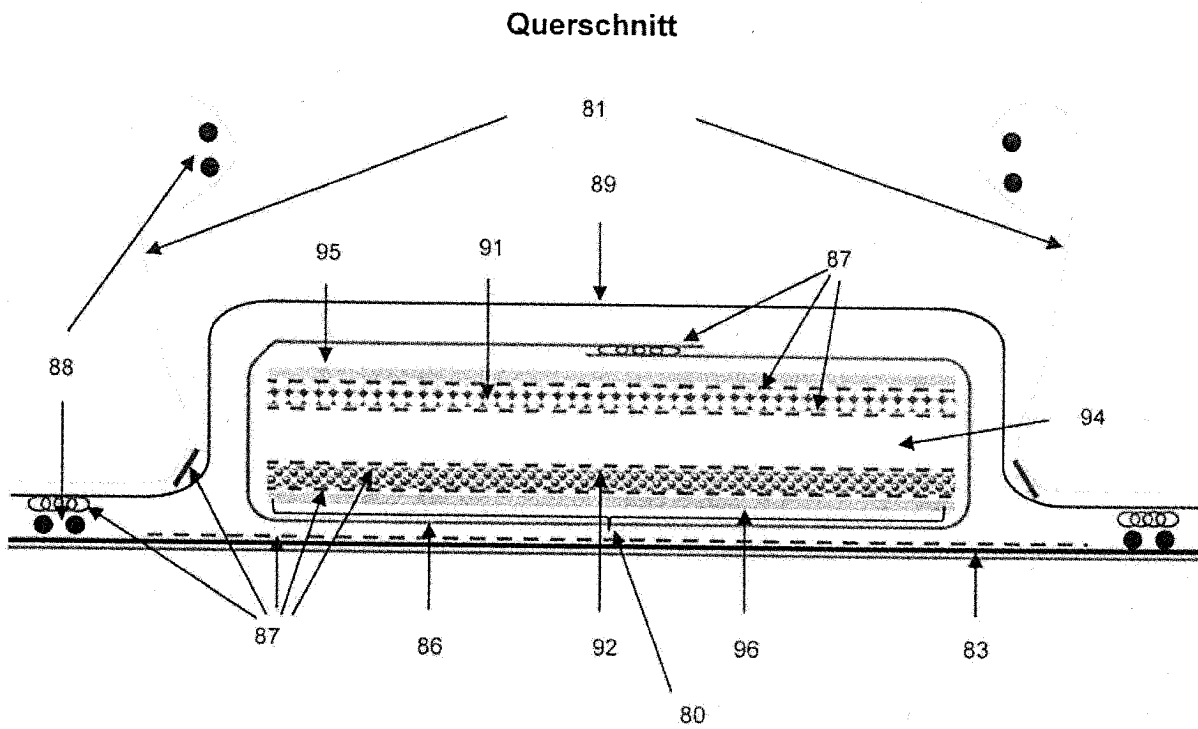


Fig. 17

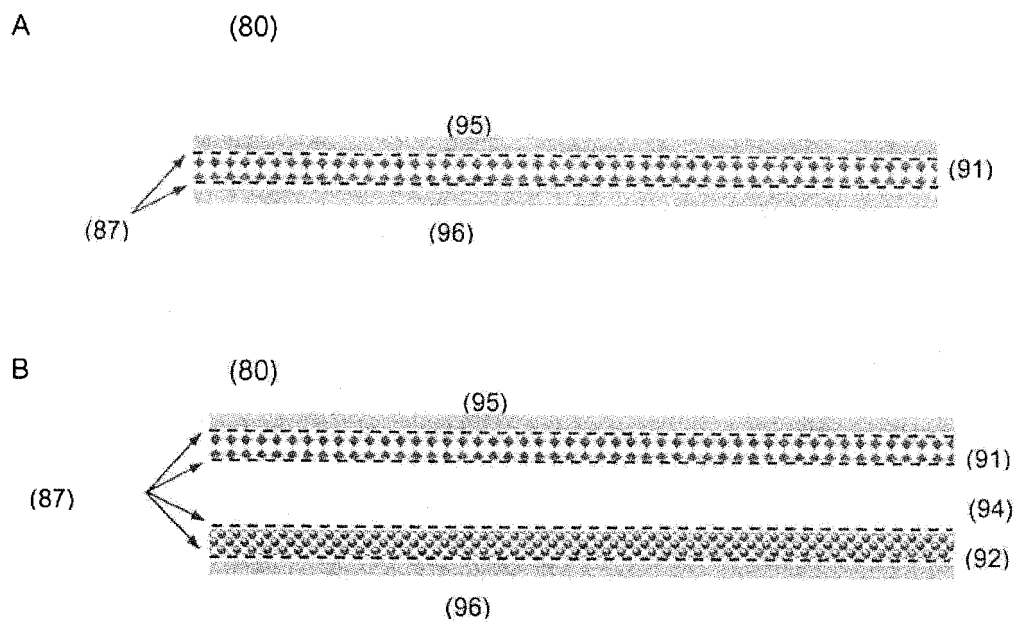


Fig. 18

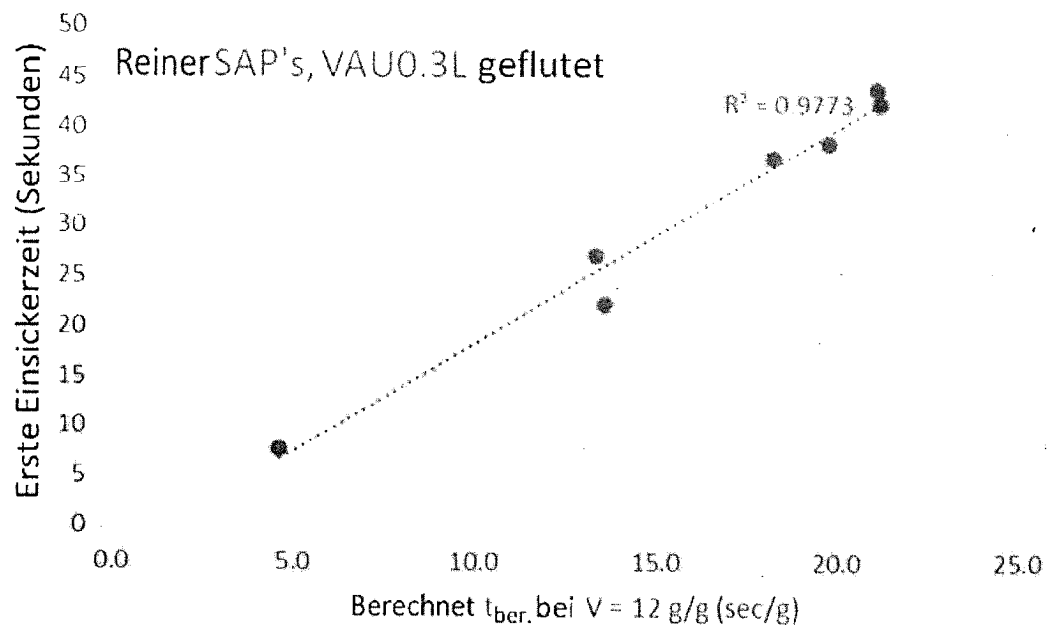




Fig. 19

A

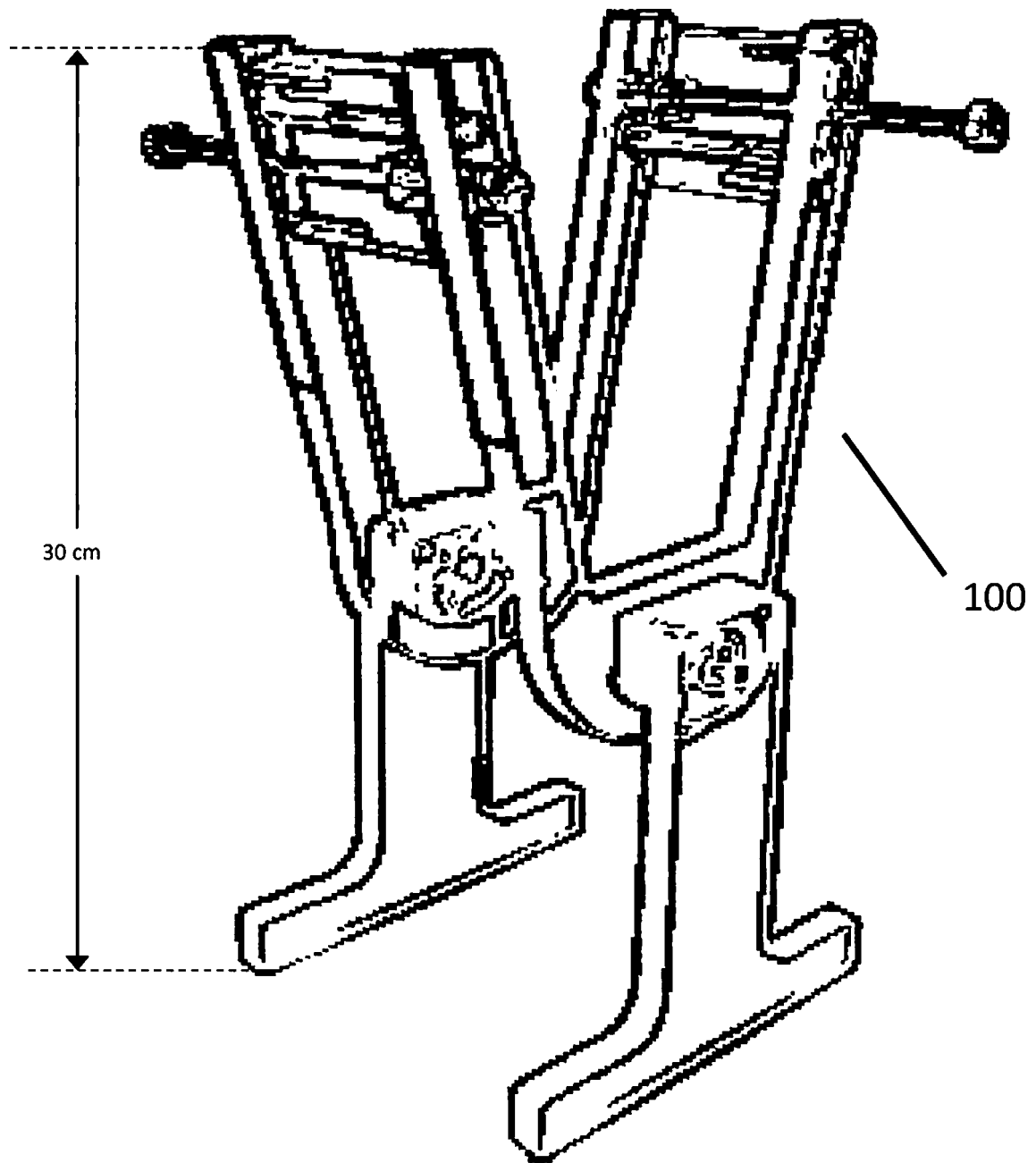


Fig 19

B

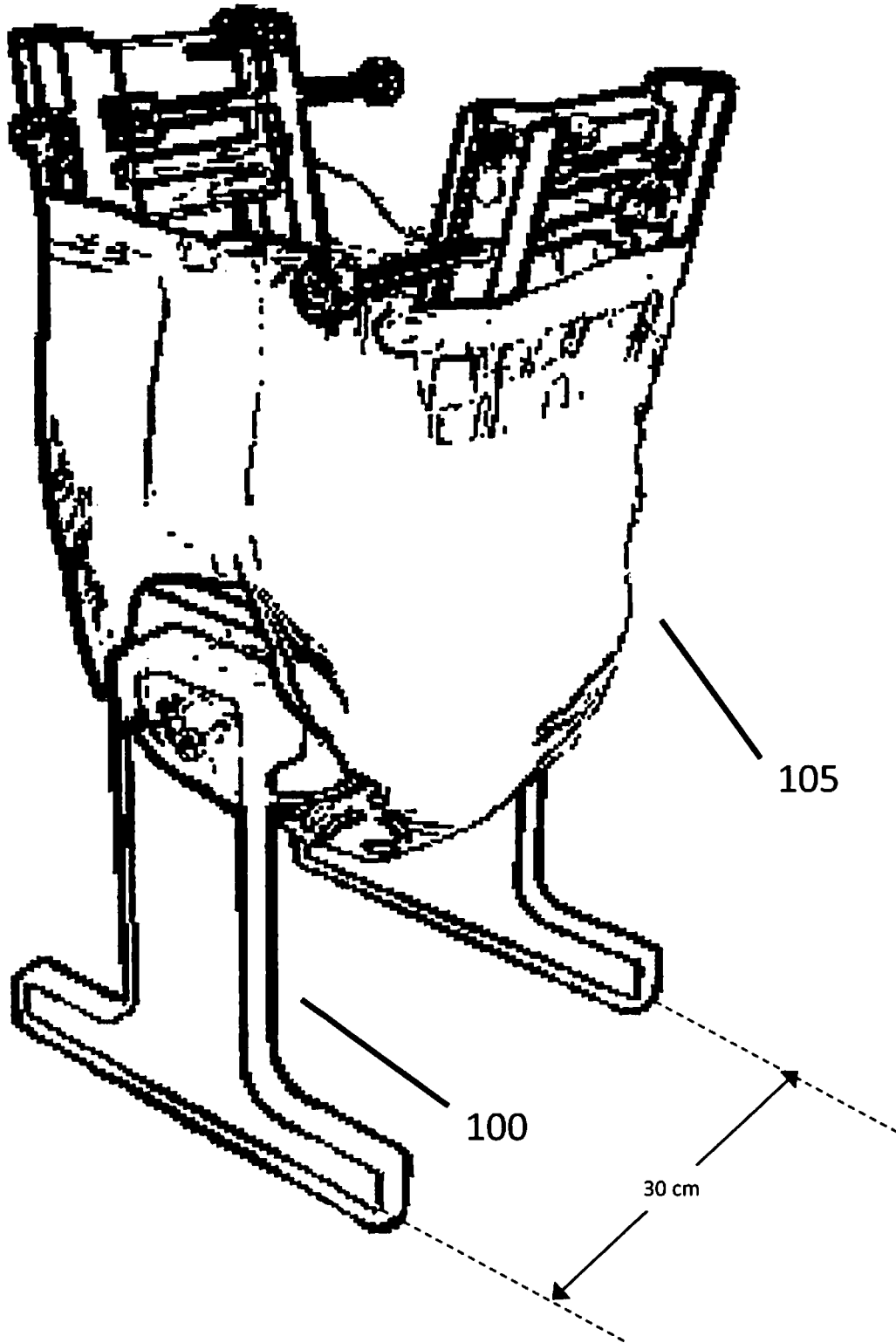


Fig. 19  
C

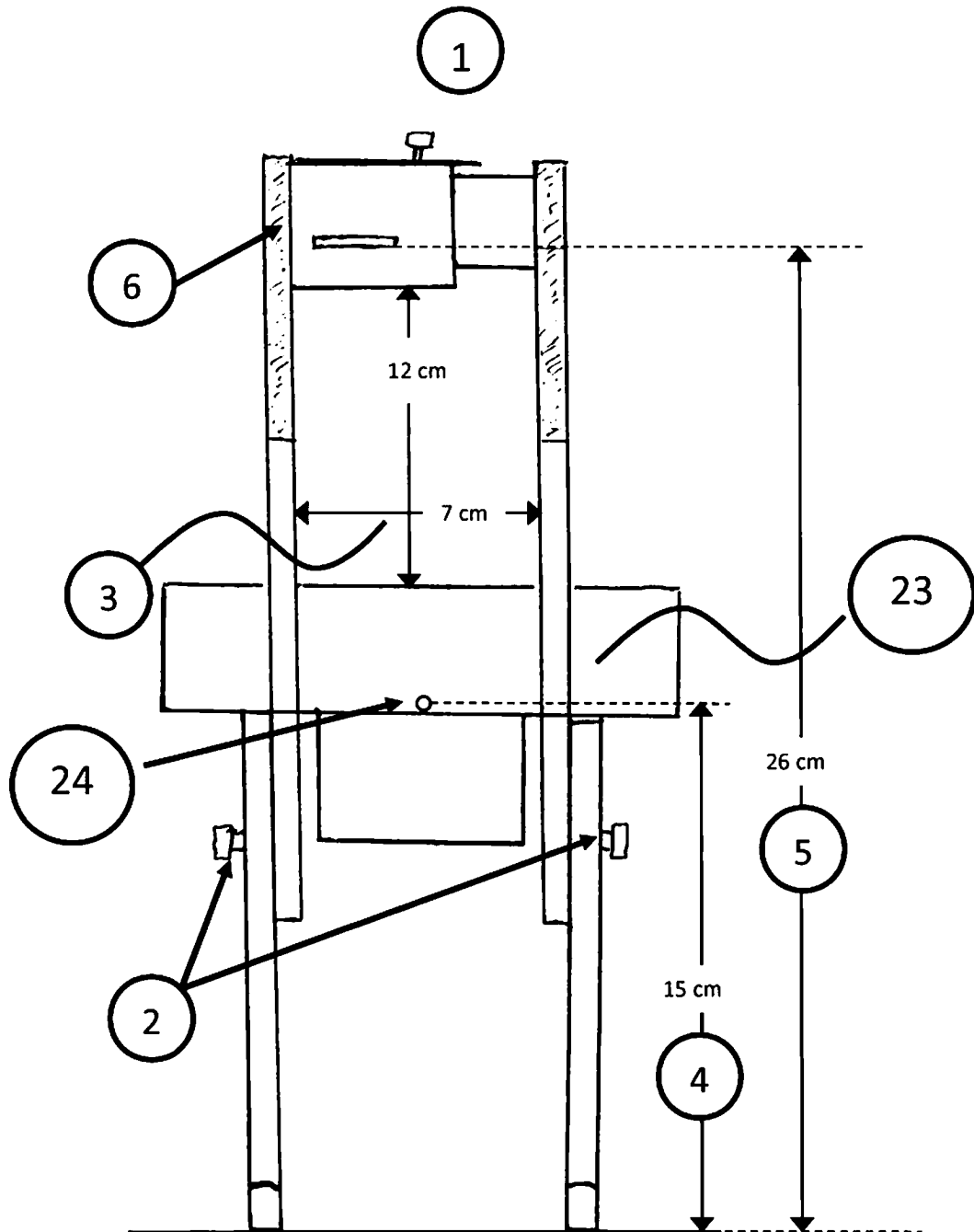


Fig. 19D

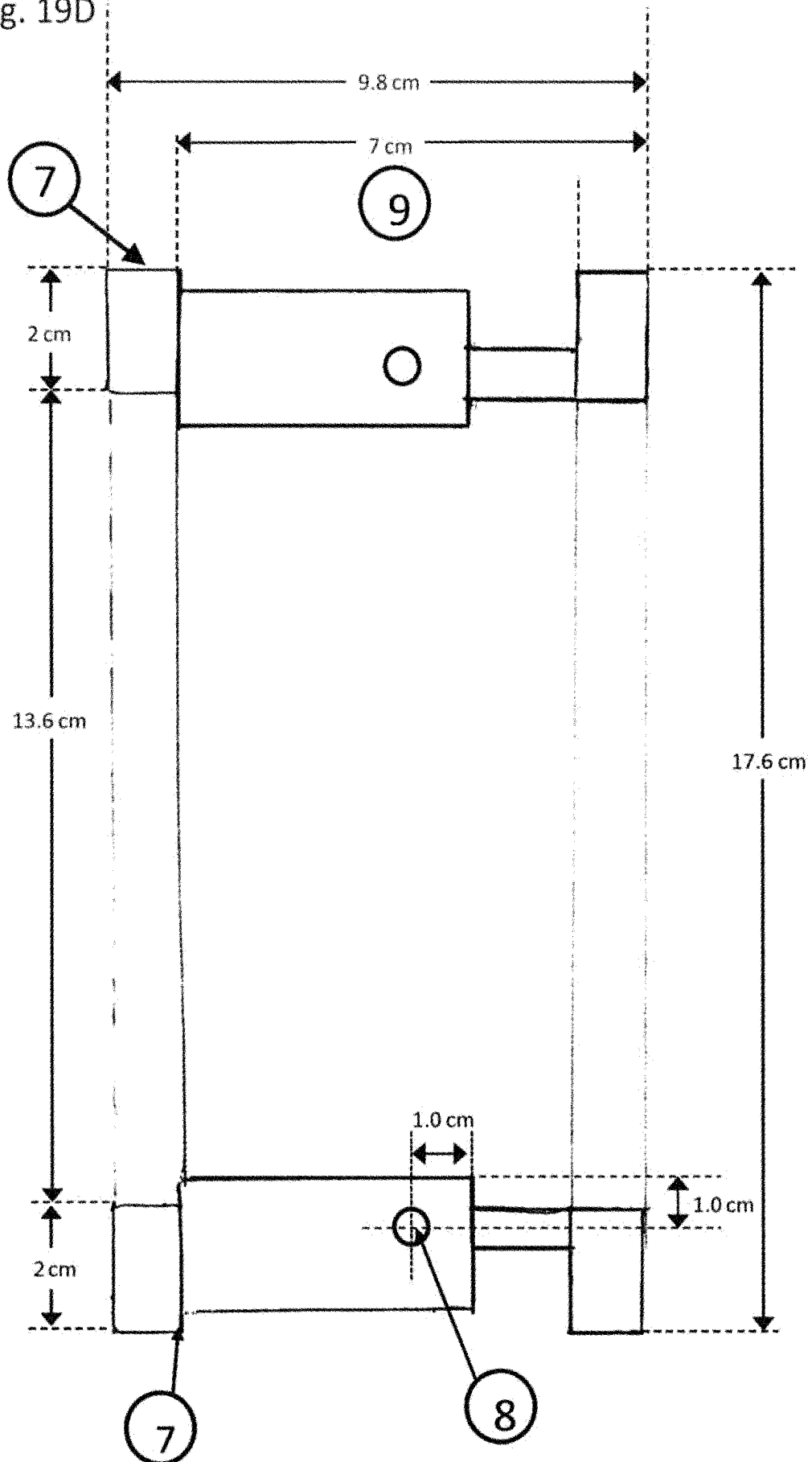




Fig. 19F

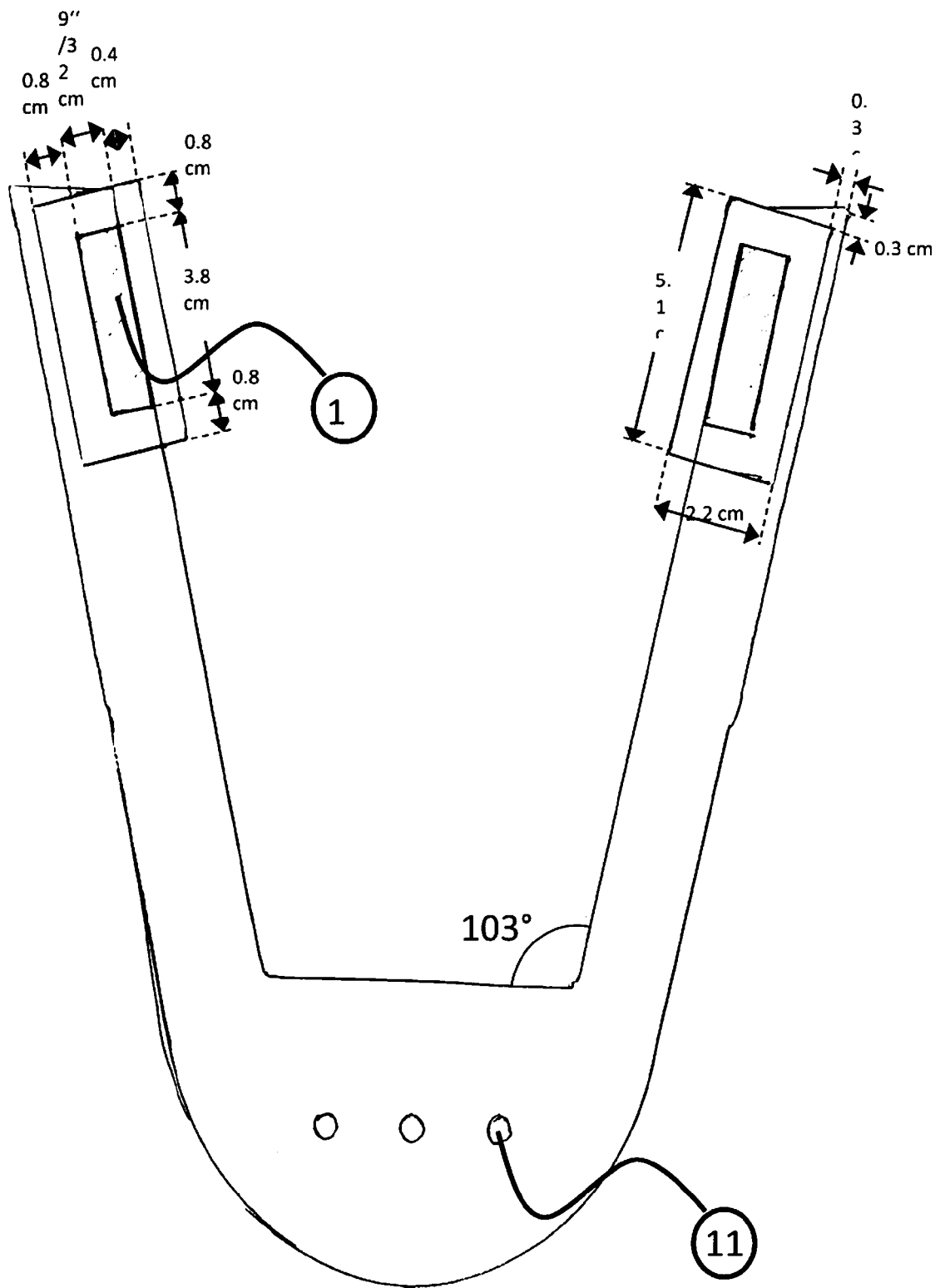


Fig. 19 G

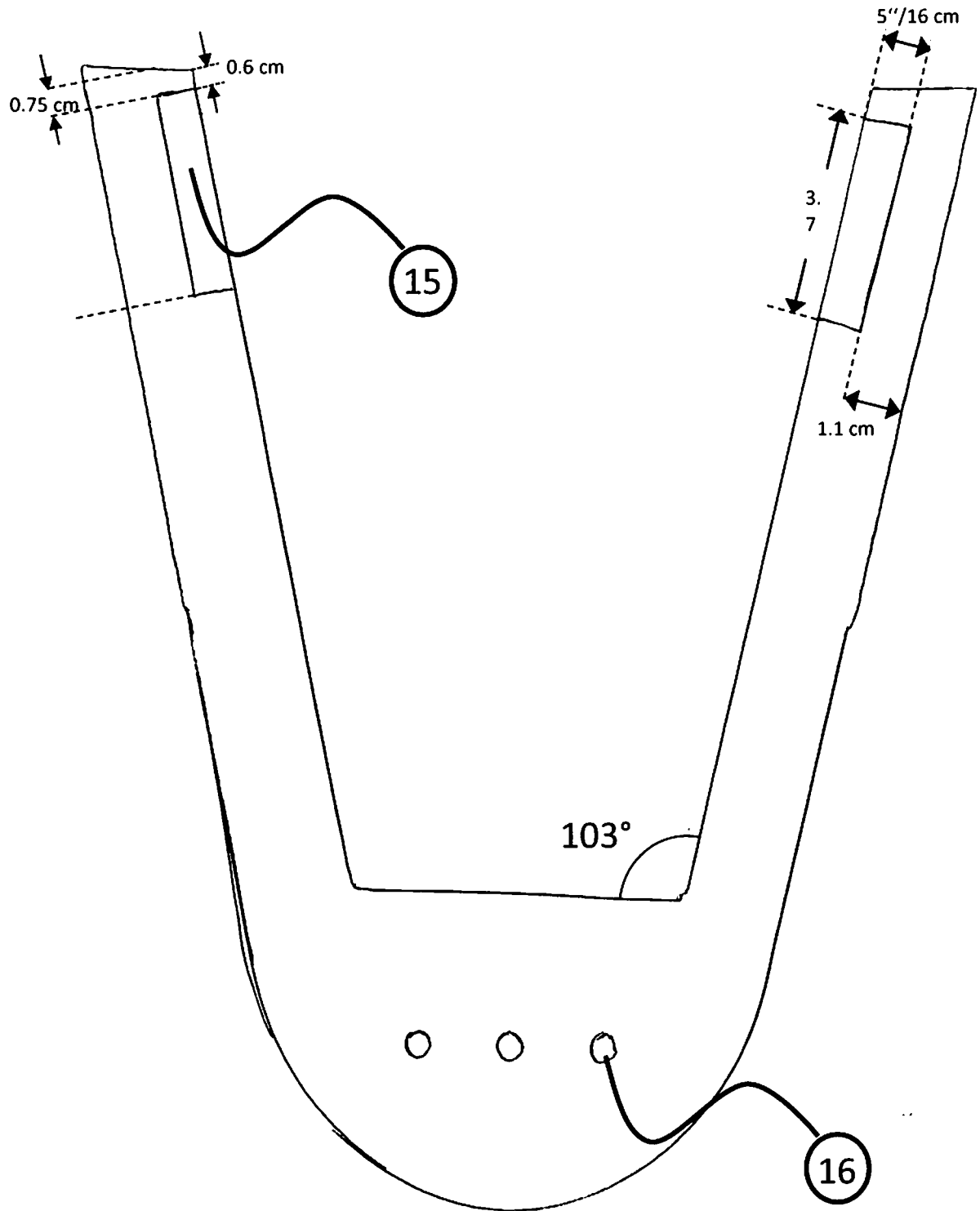


Fig. 19 H

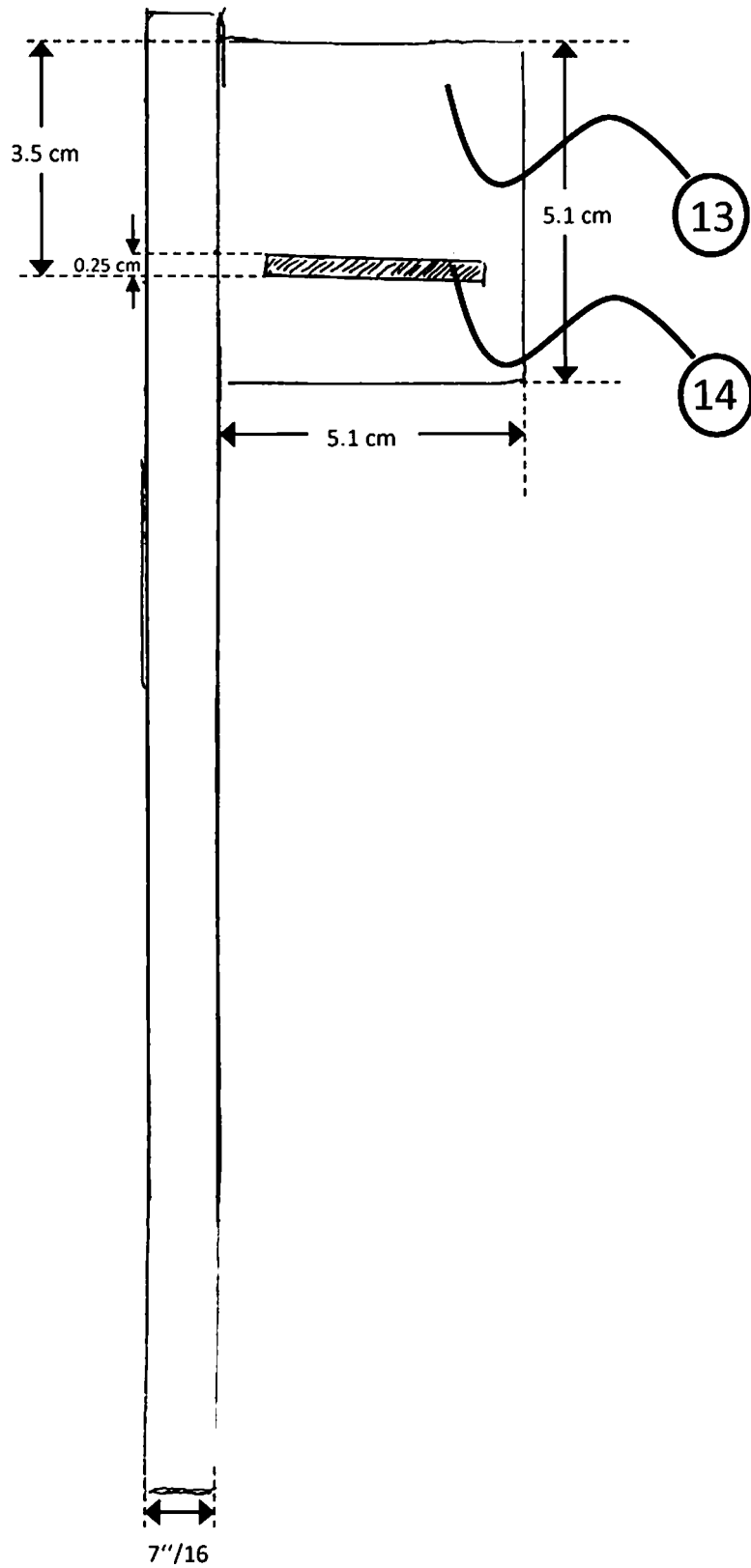




Fig. 19 I

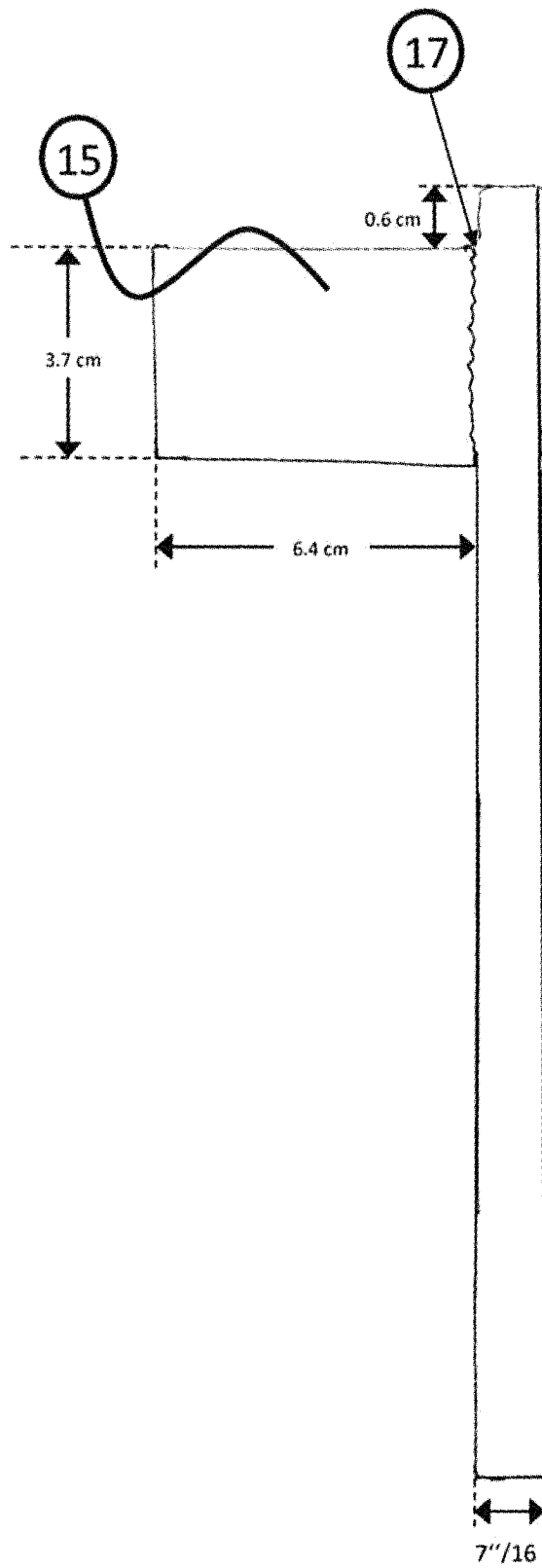


Fig. 19 J

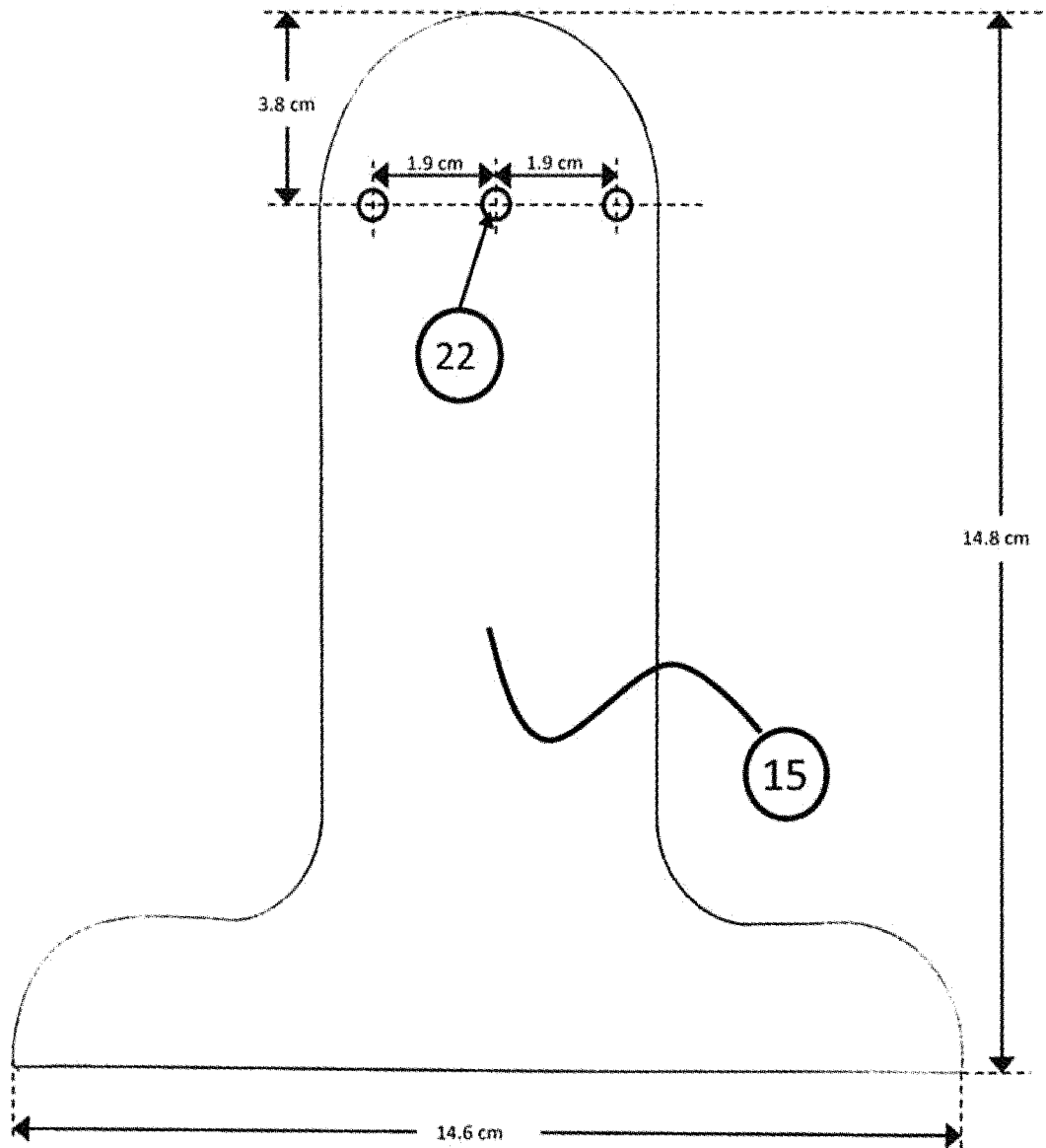


Fig. 19 K

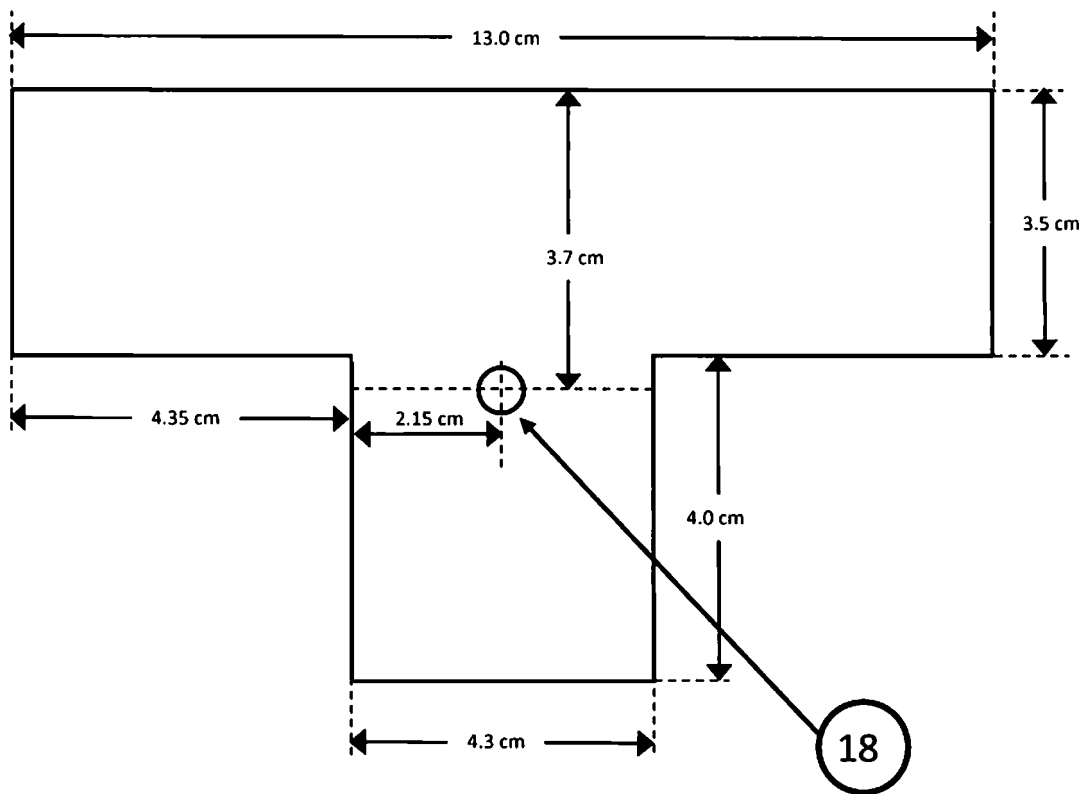


Fig. 19 L

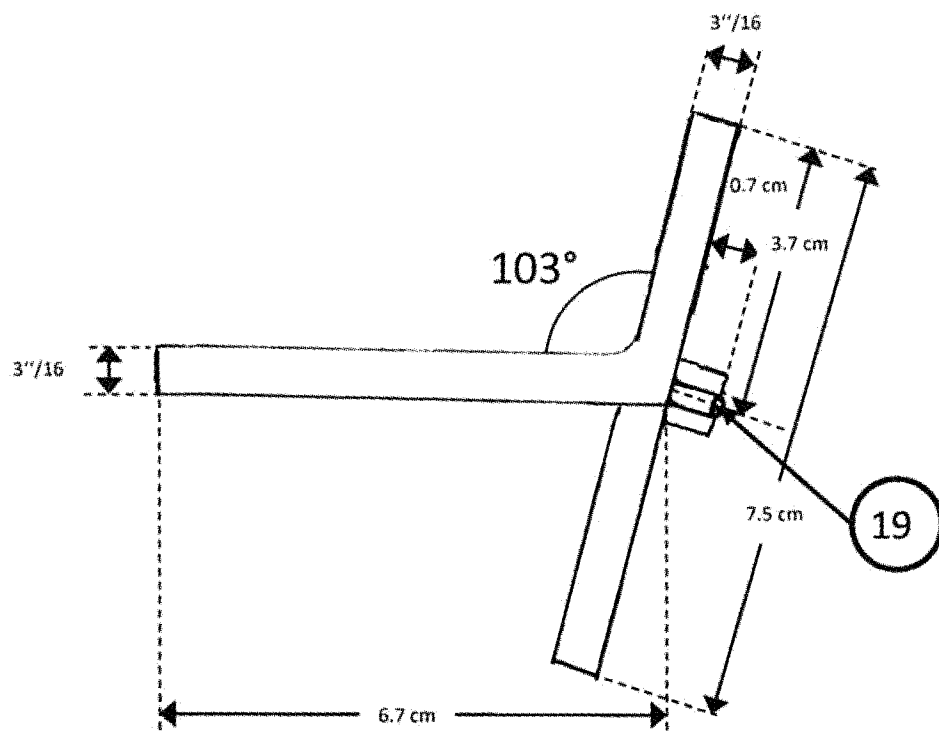


Fig. 19 M

