



**República Federativa do Brasil**  
Ministério da Indústria, Comércio Exterior  
e Serviços  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) PI 1011935-3 B1**

**(22) Data do Depósito: 22/06/2010**

**(45) Data de Concessão: 02/01/2018**



---

**(54) Título: REATOR DE POLIMERIZAÇÃO E MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMEROS SUPERABSORVENTES**

**(51) Int.Cl.:** B01J 19/18; B01F 7/16; C08F 2/01

**(30) Prioridade Unionista:** 03/07/2009 KR 1020090060530

**(73) Titular(es):** LG CHEM, LTD

**(72) Inventor(es):** TAE-YOUNG WON; GI-CHEUL KIM; SANG-GI LEE; KYU-PAL KIM; CHANG-SUN HAN



Os polímeros superabsorventes podem ser tipicamente preparados em uma forma de pós polimerizando-se os monômeros para resinas, e em seguida secando e moendo os mesmos.

No processo para preparar os polímeros superabsorventes, uma etapa de polimerizar os monômeros é crítica para determinar as propriedades dos polímeros. Para tais métodos de polimerização, uma polimerização de suspensão de fase reversa, uma polimerização térmica, e uma fotopolimerização eram conhecidas na técnica. Entre eles, alguns métodos de fotopolimerização envolvem a polimerização de uma composição de monômero colocando-se a composição de monômero para polímeros em uma esteira e irradiando-se a mesma com uma luz do topo.

Entretanto, durante tal polimerização como descrito acima, a quantidade de irradiação pode variar com uma profundidade na composição de monômero, resultando em um grau desigual de polimerização dependendo do local. Por exemplo, quando uma espessura predeterminada da composição de monômero é colocada em uma esteira, o topo da composição de monômero localizado próximo a uma fonte de luz obtém muito mais de irradiação de luz, desse modo sofrendo polimerização relativamente em excesso. Em contraste, a base da composição de monômero localizada longe da fonte de luz não garante uma quantidade suficiente de irradiação de luz de modo que a polimerização não pode prosseguir completamente e deixa para trás os monômeros quando não sendo polimerizados. Em tal caso, as propriedades dos polímeros superabsorventes podem deteriorar. Em uma tentativa de resolver estes problemas, alguém pode alterar a intensidade de luz ou o tempo de irradiação de luz dependendo da posição em uma solução de composição de monômero, porém esta medida pode tornar o processo mais complicado e levar a um tempo de processamento mais longo, reduzindo a produtividade.

## **Descrição Detalhada da Invenção**

### **Objetivos Técnicos**

A presente invenção é para fornecer um reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes que podem aumentar a produtividade com realce das propriedades dos polímeros superabsorventes, e um método para produzir polímeros superabsorventes utilizando o mesmo.

### **Soluções Técnicas**

A presente invenção fornece um reator de polimerização para produção de um polímero superabsorvente, que compreende: uma unidade de reação; uma unidade de fornecimento de composição de monômero sendo conectada à unidade de reação e fornecendo uma solução de composição de monômero contendo um monômero, um fotoiniciador e um solvente; um eixo de agitação estendido na unidade de reação de uma extremidade da unidade de reação conectada à unidade de fornecimento de composição de monômero à outra extremidade da unidade de reação; uma pluralidade de lâminas de agitação instaladas ao redor do eixo de agitação; e uma unidade de irradiação de luz fornecendo luz a solução de composição de monômero fornecida da unidade de fornecimento de composição de monômero.

A unidade de irradiação de luz pode ser sobreposta a uma parte do eixo de agitação, sendo que a unidade de irradiação de luz pode ter uma sobreposição com 1 a 40% de um comprimento total do eixo de agitação. Está na sobreposição entre o eixo de agitação e a unidade de irradiação de luz que a polimerização do monômero pode ocorrer.

A unidade de irradiação de luz pode irradiar a composição com radiação UV em uma intensidade de luz de 0,1-10 mw/cm<sup>2</sup>.

A unidade de irradiação de luz pode incluir uma primeira unidade de irradiação de luz localizada entre a unidade de fornecimento de composição de monômero e o eixo de agitação.

5 A unidade de irradiação de luz pode também compreender uma segunda unidade de irradiação de luz localizada de modo a ser sobreposta com uma porção do eixo de agitação, sendo que a segunda unidade de irradiação de luz pode ter uma sobreposição com 1-40% de um comprimento total do eixo de agitação.

10 Os materiais para uma parede externa da unidade de irradiação de luz não são particularmente limitados, porém podem ser feitos de quaisquer materiais tendo uma absorvência de luz de no máximo 20% para uma luz com um comprimento de onda de 350nm, tal como vidro e policarbonato.

15 Além disso, a presente invenção fornece um método de produção de polímeros superabsorventes, que compreende as etapas de preparar uma solução de composição de monômero compreendendo um monômero, um fotoiniciador e um solvente; e submeter a solução de composição de monômero a uma fotopolimerização utilizando-se o reator de polimerização.

20 A fotopolimerização pode ser realizada quando a solução de composição de monômero está em um fluxo.

Na fotopolimerização, a solução de composição de monômero pode ser irradiada com radiação UV em uma intensidade de luz de 0,1-10 mw/cm<sup>2</sup> por área de unidade.

25 O método de produção de polímeros superabsorventes pode também compreender uma etapa de moagem dos polímeros superabsorventes foto-polimerizados após a fotopolimerização.

Agora, o reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de acordo com uma modalidade da presente invenção será explicado com referência à Figura 1.

A Figura 1 é uma visão esquemática que ilustra um reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de acordo com uma modalidade da presente invenção.

Referindo-se à Figura 1, um reator de polimerização **100** compreende uma unidade de fornecimento de composição de monômero **P1**, uma unidade de reação **P2**, e uma unidade de moagem **P3**.

A unidade de fornecimento de composição de monômero **P1** compreende uma pluralidade de unidades de fornecimento de material bruto **A**, **B**, **C** para fornecer materiais brutos dos polímeros superabsorventes e uma unidade de fornecimento de solvente **D** para o fornecimento de solvente.

A este respeito, os materiais brutos para polímeros superabsorventes podem ser, por exemplo, monômeros, compostos alcalinos para neutralizar os monômeros, fotoiniciadores, reticuladores e todos os tipos de aditivos, e o solvente não é particularmente limitado contanto que possa dissolver os materiais brutos. Embora três unidades de fornecimento de material bruto **A**, **B**, e **C** sejam mostradas na Figura 1, a presente invenção não está limitada a isto e pode ser modificada de um modo diferente dependendo do número de materiais brutos.

Os materiais brutos do polímero superabsorvente são uniformemente misturados com um solvente em uma unidade de mistura **S** a ser preparada como uma solução de composição de monômero, que é então liberada a uma unidade de reação **P2**.

A unidade de reação **P2**, que pode ser uma coluna circular, uma coluna oval ou uma forma de coluna poligonal com um espaço

predeterminado nela, tem uma extremidade equipada com uma entrada de solução (não mostrada) funcionando da unidade de fornecimento de composição de monômero **P1** a ser fornecida com a solução e a outra extremidade equipada com uma saída (não mostrada) capaz de liberar os polímeros superabsorventes após a conclusão da reação na unidade de reação **P2** para uma unidade de moagem **P3**.

Na unidade de reação **P2** são fornecidos um eixo de agitação **50** estendido na unidade de reação **P2** de uma extremidade conectada com a unidade de fornecimento de composição de monômero **P1** à outra extremidade e uma pluralidade de lâminas de agitação **55** instaladas ao redor do eixo de agitação, e o eixo de agitação **50** pode ser conectado a e direcionado por um motor elétrico para agitação **51**.

A unidade de reação **P2** compreende uma parte para a polimerização da solução de composição de monômero de modo a produzir os polímeros superabsorventes e uma parte para secagem dos polímeros superabsorventes quando polimerizados ou submetendo-os a uma primeira moagem, na qual o eixo de agitação **50** pode agitar a solução de composição de monômero de um lado para o outro e de cima para baixo na etapa de polimerização ou na etapa de secagem (ou a primeira moagem).

Dentro ou fora da unidade de reação **P2** é fornecida uma unidade de irradiação de luz **45**. A unidade de irradiação de luz **45** irradia luz da faixa de UV de cerca de 100 a 400 nm para ativar uma fotopolimerização para a solução de composição de monômero. No caso onde a unidade de irradiação de luz **45** é fornecida fora da unidade de reação **P2**, a unidade de irradiação de luz **45** e a unidade de reação **P2** podem ser feitas de tal material transparente (por exemplo, vidro) que a luz quando irradiada da unidade de irradiação de luz **45** possa suficientemente alcançar a solução de composição de monômero. Os materiais para uma parede externa de tal unidade de irradiação de luz **45** ou a

unidade de reação transparente **P2** correspondendo a isto não é particularmente limitada, porém pode ser feita de qualquer material tendo absorvência de luz de no máximo 20% para luz cujo comprimento de onda é 350nm, por exemplo, vidro, quartzo ou policarbonato.

5                   A quantidade de irradiação da unidade de irradiação de luz **45** pode variar com os teores dos materiais brutos dos polímeros superabsorventes ou com a taxa de fluxo da solução de composição de monômero na unidade de reação, porém é preferivelmente irradiada em uma intensidade de luz de 0,1 a 10mw/cm<sup>2</sup>.

10                   Os monômeros contidos na solução de composição de monômero são polimerizados nessa parte onde a unidade de irradiação de luz **45** é sobreposta ao eixo de agitação **50**. Preferivelmente, a unidade de irradiação de luz **45** é sobreposta com 1 a 40% de um comprimento total do eixo de agitação **50**.

15                   Ao mesmo tempo em que a composição compreendendo os polímeros superabsorventes quando polimerizados da solução de composição de monômero continua a ser agitada pelo eixo de agitação **50** e pelas lâminas de agitação **51**, pelo menos uma porção do solvente quando mantido na composição, por exemplo, água pode ser removida.

20                   Para este fim, uma tapa de secagem pode ser realizada em uma temperatura de 80 a 200°C durante 20 a 120 minutos, sendo que o solvente pode ser descarregado para fora através de uma unidade de remoção de vapor.

25                   Durante a polimerização dos polímeros superabsorventes como descrito acima, a solução de composição de monômero é agitada de um lado para o outro e de cima para baixo pelo eixo de agitação **50** e pela lâmina de agitação **51** ao mesmo tempo em que continua a mudar sua posição. Conseqüentemente, é possível prevenir a polimerização não uniforme sendo que um pouco da solução de composição de

monômero localizada próxima da unidade de irradiação de luz **45** que obtém a maior parte da quantidade de irradiação da luz é polimerizada em excesso ao mesmo tempo em que a outra parte localizada mais longe da unidade de irradiação de luz **45** que obtém quantidade suficiente de irradiação de luz não conclui a polimerização. Isto pode conseguir uma polimerização uniforme dos monômeros, desse modo reduzindo a quantidade dos monômeros residuais no polímero superabsorvente, diminuindo a quantidade de componentes solúveis em água (o teor extraível) tal como um polímero de peso molecular baixo, e desse modo tornando possível melhorar as propriedades dos polímeros superabsorventes.

Além disso, os polímeros superabsorventes desse modo obtidos são agitados de um lado para o outro e de cima para baixo pelo eixo de agitação **50** e pela lâmina de agitação **51** ao mesmo tempo em que o solvente está sendo eliminado dele. Portanto, alguém pode evitar um problema do solvente ser deixado para trás no polímero superabsorvente ao mesmo tempo em que sendo eliminado somente da superfície do mesmo, e desse modo conseguir uma secagem uniforme. Além disso, o polímero superabsorvente pode ser submetido a uma primeira moagem até certo ponto pelas lâminas de agitação **51**.

Além disso, uma vez que não há nenhuma necessidade de alterar a intensidade de luz ou o tempo de irradiação de luz para o propósito de prevenir polimerização não uniforme e secagem não uniforme, alguém pode evitar um processo complicado e encurtar o tempo de processo, desse modo tornando uma melhoria na produtividade.

O polímero superabsorvente quando polimerizado na unidade de reação **P2** pode ser descarregado em uma unidade de moagem **P3** para ser cortado ou moído em um polímero menor.

Agora, um reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de acordo com outras modalidades da presente invenção será explicado com referência à Figura 2.

A **Figura 2** é uma visão esquemática que ilustra um reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de acordo com outras modalidades da presente invenção.

Referindo-se à Figura 2, semelhante à modalidade acima, o reator de polimerização **100** compreende uma unidade de fornecimento de composição de monômero **P1**, uma unidade de reação **P2**, e uma unidade de moagem **P3**.

A explicação para a unidade de fornecimento de composição de monômero **P1** será ignorada, uma vez que é a mesma como apresentada na modalidade anterior.

A unidade de reação **P2** compreende uma parte tendo uma pluralidade de unidades de irradiação de luz **45** irradiando com luz a solução de composição de monômero que está em um fluxo, e uma parte para realizar uma polimerização adicional em conjunto com uma secagem ou uma primeira moagem ao mesmo tempo em que agitando a composição compreendendo polímeros superabsorventes quando fotopolimerizados por um eixo de agitação **50** e por uma lâmina de agitação **55**. Neste respeito, cada das partes pode ser controlada por uma válvula de fornecimento **48**.

Neste momento, a solução de composição de monômero pode ser dividida em pelo menos duas partes a serem polimerizadas. Isto pode reduzir a quantidade da solução de composição de monômero que sofre uma polimerização por uma unidade de irradiação de luz **45**, tornando possível realçar a uniformidade da fotopolimerização. Além disso, a unidade de irradiação de luz **45** pode estar disposta acima e

abaixo da solução de composição de monômero para produção de polímeros superabsorventes para irradiar a composição com luz, e desse modo, a uniformidade da polimerização da solução de composição de monômero pode ser também realçada.

5 O polímero superabsorvente como polimerizado na unidade de reação **P2** pode ser descarregado em uma unidade de moagem **P3** para ser cortado ou moído em um polímero menor.

À seguir, um reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de acordo com ainda outra modalidade da presente invenção será explicado com referência à Figura 3.

A **Figura 3** é uma visão esquemática que ilustra o reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de acordo com ainda outra modalidade da presente invenção.

Referindo-se à Figura 3, semelhante às modalidades acima, o reator de polimerização **100** compreende uma unidade de fornecimento de composição de monômero **P1**, uma unidade de reação **P2**, e uma unidade de moagem **P3**.

A explicação para a unidade de fornecimento de composição de monômero **P1** será ignorada uma vez que é a mesma como apresentado na modalidade anterior.

Diferentemente das modalidades anteriores, a unidade de reação **P2** compreende duas unidades de irradiação de luz **45**.

Uma primeira unidade de irradiação de luz **45a** é uma parte onde a solução de composição de monômero quando fornecida da unidade de fornecimento de composição de monômero **P1** é irradiada com luz ao mesmo tempo em que está em um fluxo e sofre uma polimerização. Uma segunda unidade de irradiação de luz **45b** é uma parte

disposta a ser sobreposta com um eixo de agitação 50, sendo que a solução de composição de monômero sofre uma polimerização ao mesmo tempo em que sendo agitada por um eixo de agitação **50** e um eixo de agitação **55**. A segunda unidade de irradiação de luz **45b** é  
5 preferivelmente sobreposta com 1-40% de um comprimento total do eixo de agitação **50**.

Como descrito acima, a condução das etapas de irradiação da solução de composição de monômero com luz ao mesmo tempo em que está em um fluxo e irradiando a solução de composição de monô-  
10 mero com luz em conjunto com a agitação pode também aumentar um grau de polimerização e uniformidade da polimerização, desse modo realçando as propriedades do polímero superabsorvente.

O polímero superabsorvente, quando polimerizado na unidade de reação **P2**, pode ser descarregado em uma unidade de moagem  
15 **P3** para ser cortado ou moído em um polímero menor.

À seguir, um método de produzir polímeros superabsorventes utilizando-se o reator de polimerização anterior para produção de polímeros superabsorventes será explicado.

O método de produção de polímeros superabsorventes de  
20 acordo com uma modalidade da presente invenção compreende as etapas de preparar uma solução de composição de monômero compreendendo materiais brutos de polímeros superabsorventes; e submeter a solução de composição de monômero a uma fotopolimerização utilizando-se o reator de polimerização para uma fotopolimerização de acordo  
25 com as modalidades da presente invenção.

Os materiais brutos para os polímeros superabsorventes podem compreender um monômero, um composto alcalino para neutralizar o monômero, um fotoiniciador, um reticulador e todos os tipos de

aditivos.

Qualquer monômero tipicamente disponível na produção de polímeros superabsorventes pode ser utilizado com nenhuma limitação. Neste respeito, alguém pode utilizar pelo menos um selecionado do grupo consistindo em monômeros aniônicos e os sais dos mesmos, monômeros contendo hidrofílicos não iônicos, e monômeros não saturados contendo um grupo amino e seus compostos quaternizados.

Especificamente, alguém pode preferivelmente utilizar pelo menos um selecionado do grupo consistindo em monômeros aniônicos tais como ácido (met) acrílico, ácido maleico anidroso, ácido fumárico, ácido crotônico, ácido itacônico, ácido sulfônico de 2-acriloiletano, ácido 2-metacrililoletanossulfônico, ácido 2-(met)acriloilpropanossulfônico ou ácido sulfônico de propano de 2-(met)acrilamida-2-metila e os sais dos mesmos; monômeros contendo hidrofílico não iônico tal como (met)acrilamida, (met)acrilato N-substituído, 2-hidroxietil(met)acrilato, 2-hidroxipropil(met)acrilato, metoxi polietilenoglicol(met)acrilato ou polietilenoglicol(met)acrilato; e monômeros não saturados contendo um grupo amino tal como (N,N)-dimetilaminoetila(met)acrilato ou (N,N)-dimetilaminopropila(met)acrilamida e seus compostos quaternizados.

Com maior preferência, o ácido acrílico ou um sal do mesmo pode ser utilizado e a utilização desses monômero torna possível produzir o polímero superabsorvente more economicamente ao mesmo tempo em que realçando a absorvência dos polímeros superabsorventes.

Os monômeros podem ser incluídos em uma quantidade de 20 a 60% em peso com respeito a um teor total da solução de composição de monômero. Quando o monômero é incluído em uma quantidade acima da faixa, as propriedades do polímero superabsorvente preparado dele podem ser adicionalmente realçadas e o processo de preparação do e polímero superabsorvente pode ser mais conveniente.

Como composto alcalino, alguém pode utilizar qualquer composto com nenhuma limitação contanto que mostre a alcalinidade ao ser dissolvido em água. Como exemplos de tal composto alcalino, menções podem ser feitas de qualquer um selecionado dentre hidróxido de metal de álcali tal como hidróxido de potássio e hidróxido de sódio; hidretos tais como hidreto de lítio e hidreto de sódio; compostos de amida tais como amida de lítio, amida de sódio e amida de potássio; compostos de alcóxido tais como metóxido de sódio e metóxido de potássio, compostos de alcóxido tais como metóxido de sódio e metóxido de potássio; e qualquer combinação dos mesmos.

Os compostos alcalinos podem ser incluídos em uma quantidade de 7 a 20% em peso com respeito a um teor total da solução de composição de monômero. Ao ser incluído em uma quantidade acima da faixa, os compostos alcalinos podem de modo apropriado neutralizar os monômeros de modo que a solubilidade da composição de monômero em água possa ser também melhorada e o polímero superabsorvente obtido de tal composição de monômero possa ter melhores propriedades tal como absorvência e similares.

Como fotoiniciador, qualquer composto pode ser utilizado com nenhuma limitação contanto que possa formar um radical por luz tal como irradiação UV. Como o fotoiniciador, alguém pode utilizar qualquer um selecionado do grupo consistindo em benzofenona, xantona, tioxantona, acetofenona, antraquinona de etila, 2-mercaptobenzotiazol, éter de metila de benzoína, éter de Isopropila de benzoína, benzooxazolila de 2-mercapto e 2-metcaptobenzoimidazol, sozinhos ou em combinação de dois ou mais dos compostos acima.

O fotoiniciador pode ser incluído em uma quantidade de 0,01 a 0,3% em peso com respeito a um teor total da solução de composição de monômero. Quando o fotoiniciador é incluído em uma quantidade acima da faixa, a reatividade da composição de monômero pode

ser otimizada e a quantidade de componentes solúveis em água (o teor extraível) nos polímeros superabsorventes diminui tal que as propriedades do polímero superabsorvente possam ser também melhoradas.

5 Como reticulador, alguém pode utilizar qualquer um selecionado do grupo consistindo em reticuladores de diacrilato incluindo diacrilato hexanodiol, diacrilato etilenoglicol, diacrilato de dietilenoglicol, diacrilato de trietilenoglicol, diacrilato de propilenoglicol, diacrilato de dipropilenoglicol, e diacrilato de tripropileno; reticuladores de triacrilato; reticuladores de aziridina; e reticuladores epóxi, sozinhos ou  
10 em combinação de dois ou mais dos compostos acima.

O reticulador pode ser incluído em uma quantidade de 0,01 a 0,5% em peso com respeito a um teor total da solução de composição de monômero. Quando o reticulador é incluído em uma quantidade acima da faixa, o estado da polimerização dos polímeros superabsorventes obtidos do mesmo pode ser otimizado e a quantidade de componentes solúveis em água (o teor extraível) nos polímeros superabsorventes diminui tal que as propriedades do polímero superabsorvente possam ser também melhoradas.  
15

Como exemplos dos aditivos, podem ser feitas menções de um espessante, um plastificante, um estabilizador de vida de prateleira e um antioxidante.  
20

Os monômeros, os compostos alcalinos, os fotoiniciadores, os reticuladores e os aditivos podem ser preparados na forma de uma solução.

25 Os solventes disponíveis compreendem qualquer um com nenhuma limitação contanto que eles possam dissolver os componentes anteriores, e, por exemplo, qualquer um selecionado do grupo consistindo em água, etanol, etilenoglicol, dietileno glicol, trietileno glicol, 1,4-

butanodiol, propileno glicol, éter monobutílico de etilenoglicol, éter monometílico de propileno glicol, acetato de éter monometílico de propileno glicol, cetona de etila de metila, acetona, cetona de amila de metila, ciclohexanona, ciclopentanona, éter monometílico de dietilenoglicol, éter etílico de dietilenoglicol, tolueno, xileno, butirolactona, carbitol, acetato de cellosolve de metila e N,N-dimetilacetamida podem ser utilizados sozinhos ou em combinação de dois ou mais dos compostos acima.

O solvente pode ser incluído como a quantidade restante exceto dos componentes anteriores com respeito a um teor total da solução de composição de monômero.

A solução de composição de monômero é fornecida da unidade de fornecimento de composição de monômero do reator de polimerização para uma fotopolimerização e em seguida fornecida com luz tal como radiação UV da unidade de irradiação de luz para ativar a reação de polimerização. Neste momento, a solução de composição de monômero é polimerizada uniformemente de um lado para o outro e de cima para baixo utilizando o eixo de agitação estendido entre ambas as extremidades da unidade de reação e as lâminas de agitação. Também pode ser uniformemente polimerizada em um fluxo pela unidade de irradiação de luz localizada acima ou abaixo da composição.

A solução de composição de monômero pode ser uniformemente fornecida com luz da unidade de irradiação de luz. Conseqüentemente, alguém pode prevenir a solução de composição de monômero de ser dada a ela uma quantidade diferente da luz irradiada dependendo da profundidade ou do local assim que possível para produzir um polímero superabsorvente com um grau de polimerização que é uniforme independente do local. Além disso, é preciso não mudar a intensidade de luz ou o tempo de irradiação de luz dependendo do local da solução de composição de monômero para o propósito de obter uma

irradiação uniforme de luz, de modo que o processo possa ser feito simples e o tempo de processamento possa ser encurtado, o que torna possível aumentar a produtividade.

Após a polimerização da solução de composição de monô-  
5 mero, o produto de polimerização desse modo obtido é submetido aos processos tal como moagem, secagem, e similares para obter polímeros superabsorventes, e tais processos incluindo moagem ou secagem podem seguir um processo típico para a preparação dos polímeros superabsorventes.

10 Além disso, após o processo de moagem e secagem, e similares, um processo para reticular a superfície do polímero superabsorvente pode ser também realizado. Para este fim, alguém pode utilizar compostos epóxi tal como éter de diglicidila de etilenoglicol para a reticulação de superfície, seguindo um método típico de tratamento da  
15 superfície de polímeros superabsorventes.

### **Efeitos Vantajosos da Invenção**

Como descrito acima, o reator de polimerização de acordo com as modalidades da presente invenção e o método de produção de polímeros superabsorventes utilizando o mesmo pode prevenir a  
20 quantidade de irradiação de luz quando fornecida da variação com uma profundidade ou um local na solução de composição de monômero de modo que o grau uniforme de polimerização e excelentes propriedades, independente do local, possam ser obtidos. Além disso, não é necessário mudar a intensidade da luz ou o tempo de irradiação de luz depen-  
25 dendo do local na solução de composição de monômero para o propósito de uniformemente irradiar a solução de composição de monômero com a luz de modo que o processo possa ser feito simples e o tempo de processamento possa ser encurtado, por meio do qual um aumento na produtividade pode ser obtido.

### **Breve Descrição dos Desenhos**

A **Figura 1** é uma vista esquemática que ilustra um reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de acordo com uma modalidade da presente invenção.

5 A **Figura 2** é uma vista esquemática que ilustra um reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de acordo com outra modalidade da presente invenção.

A **Figura 3** é uma vista esquemática que ilustra um reator de polimerização para produção de polímeros superabsorventes de  
10 acordo com ainda outra modalidade da presente invenção.

### **Detalhes Para Praticar a Invenção**

A seguir, ações e efeitos da presente invenção serão explicados em detalhes adicionais com referência aos exemplos específicos da invenção. Entretanto, deveria ser entendido que esses exemplos são  
15 meramente ilustrativos da presente invenção e o escopo da presente invenção não deve ser determinado por eles.

#### **<Preparação de Materiais Brutos**

#### **Para Polímeros Superabsorventes>**

A composição de monômero para produção de polímeros  
20 superabsorventes foi preparada fornecendo-se ácido acrílico e soda cáustica com a utilização de uma bomba de um reservatório separado, também fornecendo água, e em seguida misturando-os. Óxido de difenil-(2,4,6-trimetilbenzoyl)-fosfina de Ciba Specialty Chemical Inc. foi utilizado para um fotoiniciador, que foi preparado em um reservatório  
25 como uma solução a 0,5% em peso junto com ácido acrílico e em seguida fornecido.

**<Preparação de Polímeros Superabsorventes>****Exemplo 1**

Um polímero superabsorvente foi preparado no seguinte método utilizando o reator de polimerização para produção de polímero superabsorvente como mostrado na Figura 1.

Entre os materiais brutos dos polímeros superabsorventes como descrito acima, soda cáustica (NaOH) e água foram colocadas em uma unidade de fornecimento de composição de monômero, respectivamente, e a unidade de fornecimento foi controlada para fornecê-los a uma unidade de mistura e uma relação de peso de 0,9 : 0,1. Na unidade de mistura, a solução aquosa de soda cáustica foi misturada com ácido acrílico para obter uma solução aquosa da composição de monômero. Na solução aquosa da composição de monômero, cada dos componentes foi ajustado tal que o grau de neutralização de ácido acrílico fosse 75% em mol, a concentração dos monômeros (isto é, ácido acrílico e seu sal de sódio) foi 45% em peso, e a concentração da reticulação foi  $2,5 \times 10^{-5}$  % em mol. Tal solução aquosa da composição de monômero foi diretamente fornecida a um reator através de uma linha. Neste momento, a solução aquosa foi fornecida tal que a altura da solução aquosa da composição de monômero fosse mantida em 2cm, e ao mesmo tempo em que a solução foi girada utilizando um eixo de agitação equipado com 9 lâminas de agitação no reator em uma velocidade de 3 a 15 rpm, a reação para a solução aquosa da composição de monômero foi realizada. Na região de 30% do comprimento total do eixo de agitação da entrada de monômero, a solução aquosa da composição de monômero sob agitação foi irradiada com radiação UV em uma intensidade de luz de  $1,2 \text{ mw/cm}^2$  durante 1 minuto e desse modo a reação de polimerização por radiação UV ocorreu para a solução aquosa da composição de monômero.

Após a reação de polimerização ter sido conduzida com radiação de UV irradiante durante 1 minuto como descrito acima, o produto resultante da polimerização foi mantido em temperatura ambiente durante 1 minuto, cortado em um tamanho de 5mm x 5mm, e  
5 secado em um forno a 160°C durante 3 horas. Por conseguinte, foi moído utilizando um moinho de Laboratório para ter um tamanho de 150 - 850µm, fornecendo uma amostra do polímero superabsorvente.

Em seguida, a amostra do polímero superabsorvente foi submetida a uma reticulação de superfície utilizando uma solução de  
10 3% em peso de éter de diglicidila de etileno glicol e em seguida reagida a 120°C durante 1 hora para produzir uma amostra de 150-180µm, pós-tratada do polímero superabsorvente.

### **Exemplo 2**

Uma amostra do polímero superabsorvente e uma amostra  
15 do polímero superabsorvente pós-tratado foram preparadas com o mesmo método como Exemplo 1 exceto que a quantidade irradiada de radiação UV foi 0,8 mw/cm<sup>2</sup>.

### **Exemplo 3**

Uma amostra do polímero superabsorvente e uma amostra  
20 do polímero superabsorvente pós-tratado foram preparadas com o mesmo método como Exemplo 1 exceto que a solução aquosa da composição de monômero foi fornecida tal que a altura da solução aquosa no reator fosse mantida em 4cm.

### **Exemplo 4**

25 Uma amostra do polímero superabsorvente e uma amostra do polímero superabsorvente pós-tratado foram preparadas com o mesmo método como Exemplo 1 exceto que a solução aquosa da

composição de monômero foi fornecida tal que a altura da solução aquosa no reator fosse mantida em 8cm e o tempo de irradiação fosse 3 minutos.

### **Exemplo Comparativo 1**

5 Um reator de esteira foi utilizado ao invés do reator de polimerização como mostrado na Figura 1. Após uma solução aquosa da composição de monômero ter sido obtida da mesma maneira e sob a mesma condição como apresentado no Exemplo 1, ele foi fornecido sobre uma esteira do reator. A solução aquosa da composição de  
10 monômero foi fornecida sobre a esteira tal que a altura da solução aquosa fosse mantida em 2cm, isto é, a mesma altura como o Exemplo 1. Ao mesmo tempo em que a solução foi irradiada com UV em uma quantidade irradiada de 1,2 mw/cm<sup>2</sup> na esteira com nenhuma agitação adicional, a reação de polimerização foi realizada. Por conseguinte, o  
15 produto resultante foi mantido em temperatura ambiente, secado, moído, e submetido a um pós-tratamento sob as mesmas condições como o Exemplo 1 para obter uma amostra do polímero superabsorvente e uma amostra do polímero superabsorvente pós-tratado.

### **Exemplo Comparativo 2**

20 Uma amostra do polímero superabsorvente e uma amostra do polímero superabsorvente pós-tratado foram preparadas com o mesmo método como Exemplo comparativo 1 exceto que a quantidade irradiada de radiação UV foi 0,8 mw/cm<sup>2</sup>.

### **Exemplo Comparativo 3**

25 Uma amostra do polímero superabsorvente e uma amostra do polímero superabsorvente pós-tratado foram preparadas com o mesmo método como Exemplo comparativo 1 exceto que a solução aquosa da composição de monômero foi fornecida tal que a altura da

solução aquosa no reator fosse mantida a 4cm.

#### **Exemplo Comparativo 4**

Uma amostra do polímero superabsorvente e uma amostra do polímero superabsorvente pós-tratado foram preparadas com o mesmo método como Exemplo comparativo 1 exceto que a solução aquosa da composição de monômero foi fornecida tal que a altura da solução aquosa no reator foi mantida em 8cm e o tempo de irradiação foi 3 minutos.

#### **<Medição das Propriedades**

#### **dos Polímeros Superabsorventes>**

As propriedades dos polímeros superabsorventes de acordo com os Exemplos 1 a 4 e Exemplos Comparativos 1 a 4 foram medidos da seguinte maneira. A medição de tais propriedades foi conduzida para cada das amostras dos polímeros superabsorventes antes do pós-tratamento e as amostras dos polímeros superabsorventes após o pós-tratamento. Como um total, a medição das propriedades foi conduzida de acordo com um método como recomendado por EDANA.

Mais especificamente, para avaliar a capacidade de retenção centrífuga (CRC) das amostras dos polímeros superabsorventes antes e após o pós-tratamento de reticulação, 0,2g de cada das amostras de polímero superabsorvente foi colocado em uma bolsa de chá e submetido a absorção por precipitação em uma solução salina a 0,9% em peso durante 30 minutos, e em seguida foi desidratado com uma força centrífuga de 250g durante 3 minutos e a quantidade de umidade como absorvida por cada amostra foi medida (em termos de uma mudança no peso).

Além disso, a taxa de conversão foi determinada pelo méto-

do sendo que o corte da amostra em um tamanho de 5mm x 5mm diretamente após a polimerização foi eluída em 1.000mL de água destilada durante 3 horas e em seguida a quantidade dos monômeros residuais foi determinada e alterada e uma taxa de conversão para o 5 polímero superabsorvente.

Além disso, a absorção sob pressão (AUP) e o teor extraível foram medidos de acordo com os métodos de EDANA, isto é, WSP 242.2 e WSP 270.2. O teor extraível foi determinado para as amostras dos polímeros superabsorventes antes e após o pós-tratamento de reticulação, e AUP foi determinado para as amostras dos polímeros superabsorventes após o pós-tratamento de reticulação. 10

Os resultados das medições dessas amostras são resumidos na Tabela 1.

**Tabela 1**

	Ex. 1	Ex. 2	Ex. 3	Ex. 4	Ex. Comp. 1	Ex. Comp. 2	Ex. Comp. 3	Ex. Comp. 4
Taxa de conversão (%)	99,3	99,1	98,2	99,2	98,4	97,6	84,4	80,1
Pós-tratamento antes de CRC (g/g)	42,1	40,4	45,5	41,3	38,3	42,6	46,0	48,6
Teor extraível antes do pós-tratamento (% em peso)	15,2	17,8	21,4	15,4	16,7	22,3	33,1	43,2
AUP após pós-tratamento (% em peso)	25,2	24,8	23	25,4	24,5	23	21,4	15,8
CRC após pós-tratamento (g/g)	37,8	36,2	41,2	36,8	33,4	38,0	41,4	43,1
Teor extraível após pós-tratamento (% em peso)	12,3	13,4	17,5	12,4	12,6	18,6	25,7	32,8

A capacidade de retenção centrífuga (CRC) do polímero superabsorvente está relacionada com a avaliação como a capacidade de

absorver umidade e associada com um desempenho básico dos polímeros superabsorventes. Em contraste, AUP dos polímeros superabsorventes avalia um desempenho de absorver umidade sob uma pressão constante e o teor extraível é direcionado para o teor de componente solúvel em águas nos polímeros superabsorventes, por exemplo, o conteúdo do componente de polimerização de peso molecular baixo.

Geralmente falando, quando a capacidade de retenção centrífuga (CRC) e AUP aumentam, os polímeros superabsorventes podem ser avaliados por terem propriedades mais excelentes. Além disso, quando o polímero superabsorvente é aplicado em produtos de cuidado pessoal tal como fraldas descartáveis, seus usuários sentem menos desconforto causado pela umidade ou similares uma vez que o polímero superabsorvente tem uma quantidade menor de componente solúvel em água (teor extraível), e desse modo pode ser avaliado por ter propriedades mais excelentes.

Tipicamente, entretanto, sabe-se que a capacidade de retenção centrífuga (CRC) está ficando maior, AUP diminui ao mesmo tempo em que o teor extraível aumenta, e isto apresentou dificuldades no realce das propriedades totais dos polímeros superabsorventes.

Em contraste, os polímeros superabsorventes preparados nos Exemplos de 1 a 4 sofreram uma polimerização mais uniforme por que eles foram preparados da fotopolimerização por raios UV sob agitação, e desse modo suas propriedades totais foram constatadas serem excelentes.

Mais especificamente, apurou-se-se que não somente os polímeros superabsorventes dos Exemplos 1 a 4 mostram taxa de conversão elevada dos monômeros para os polímeros, porém também eles são superiores aos polímeros superabsorventes dos Exemplos Comparativos 1 a 4 em pelo menos uma propriedade selecionada da capacidade de

retenção centrífuga (CRC), AUP, e do teor extraível, e eles exibem um nível igual ou mais elevado das outras propriedades não selecionadas daqueles anteriores. Em particular, isto pode ser comprovado mais definitivamente quando a comparação foi feita entre os polímeros superabsorventes obtidos sob a mesma condição, isto é, entre o Exemplo 1 e Exemplo Comparativo 1, entre o Exemplo 2 e Exemplo Comparativo 2, entre Exemplo 3 e Exemplo Comparativo 3, e entre Exemplo 4 e Exemplo Comparativo 4, respectivamente.

Além disso, referindo-se aos Exemplos 3 e 4 e Exemplos Comparativos 3 e 4, descobriu-se que mesmo quando uma quantidade maior da solução aquosa da composição de monômero é fornecida para constituir uma camada mais espessa da mesma, utilizando o reator de polimerização da Figura 1 torna possível obter irradiação UV uniforme e polimerização uniforme sob agitação e desse modo os polímeros superabsorventes com excelentes propriedades podem ser obtidos em uma taxa de conversão mais elevada. Esses resultados confirmaram que com o uso do reator de polimerização da Figura 1, uma quantidade maior dos polímeros superabsorventes pode ser produzida simultaneamente com uma produção mais elevada de modo que o processo de produção para os polímeros superabsorventes possa ser realizado mais eficazmente.

Em contraste, referência aos Exemplos Comparativos 3 e 4 confirmaram que quando a polimerização foi realizada em um reator de esteira sob irradiação UV, a solução aquosa da composição de monômero não foi capaz de obter polimerização e irradiação UV uniforme de modo que a taxa de conversão para os polímeros superabsorventes diminuiu bruscamente e as propriedades dos polímeros superabsorventes desse modo obtidos foram deterioradas, também.

A partir do precedente, foi confirmado que o método de produção da presente invenção pode produzir os polímeros superabsorven-

tes em uma taxa de conversão mais elevada com uma produtividade aumentada obtendo-se irradiação UV mais uniforme para a composição de monômero durante a reação e os polímeros superabsorventes desse modo obtidos tiveram propriedades superiores.

Aqui anteriormente, a presente invenção foi explicada em detalhes com respeito às suas modalidades preferidas, porém o escopo da presente invenção não deve ser limitado a isso e deve compreender várias modificações e melhorias que possam ser feitas por uma pessoa de experiência ordinária na técnica com o uso do conceito básico da presente invenção.

**“Reator de Polimerização e  
Método Para a Produção de Polímeros Superabsorventes”**

**Reivindicações**

**1 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente, caracterizado** pelo fato de que compreende:

uma unidade de reação;

sendo uma unidade de fornecimento de composição de monômero conectada à unidade de reação e fornecendo uma solução de composição de monômero contendo um monômero, um fotoiniciador, e um solvente;

um eixo de agitação estendido na unidade de reação de uma extremidade da unidade de reação conectada à unidade de fornecimento de composição de monômero à outra extremidade da unidade de reação;

uma pluralidade de lâminas de agitação instaladas ao redor do eixo de agitação; e

uma unidade de irradiação de luz fornecendo luz à solução de composição de monômero fornecida da unidade de fornecimento de composição de monômero.

**2 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente** de acordo com a Reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a unidade de irradiação de luz é sobreposta com uma parte do eixo de agitação.

**3 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente**, de acordo com a Reivindicação 2, **caracterizado** pelo fato de que

os monômeros são polimerizados em uma sobreposição entre o eixo de agitação e a unidade de irradiação de luz.

**4 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente**, de acordo com a Reivindicação 2, **caracterizado** pelo fato de que a unidade de irradiação de luz é sobreposta com 1-40% de um comprimento total do eixo de agitação.

**5 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente**, de acordo com a Reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a unidade de irradiação de luz irradia radiação UV em uma intensidade de luz de 0,1-10 mw/cm<sup>2</sup>.

**6 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente**, de acordo com a Reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a unidade de irradiação de luz compreende uma primeira unidade de irradiação de luz localizada entre a unidade de fornecimento de composição de monômero e o eixo de agitação.

**7 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente**, de acordo com a Reivindicação 6, **caracterizado** pelo fato de que a unidade de irradiação de luz também compreende uma segunda unidade de irradiação de luz localizada por ter uma sobreposição com uma parte do eixo de agitação.

**8 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente**, de acordo com a Reivindicação 7, **caracterizado** pelo fato de que a segunda unidade de irradiação de luz tem uma sobreposição com 1-40% de um comprimento total do eixo de agitação.

**9 - Reator de Polimerização Para Produção de Polímero Superabsorvente**, de acordo com a Reivindicação 1, sendo que os materiais para uma parede externa da unidade de irradiação de luz é vidro, quartzo ou policarbonato.

**10 - Método de Produção de Polímeros Superabsorventes, caracterizado** pelo fato de que compreende a etapas de:

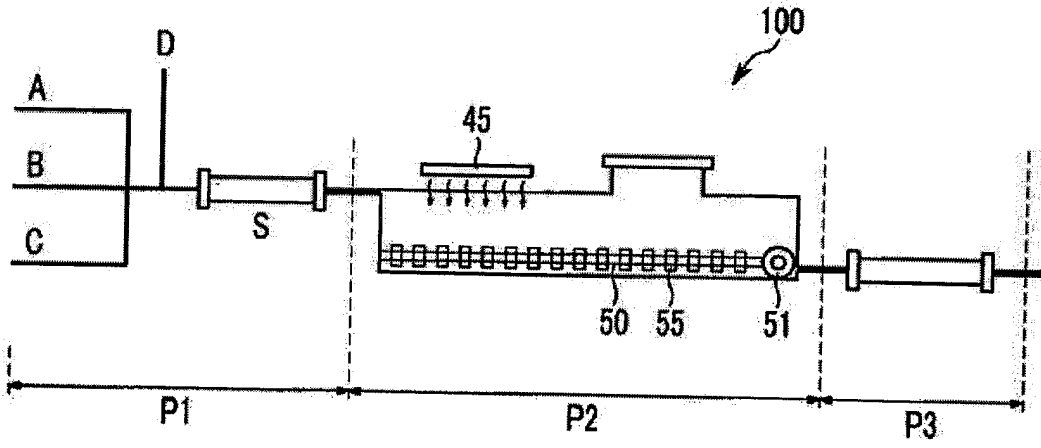
preparar uma solução de composição de monômero contendo um monômero, um fotoiniciador, e um solvente; e

submeter a solução de composição de monômero a uma fotopolimerização utilizando-se um reator de polimerização de acordo com quaisquer das Reivindicações 1 a 8.

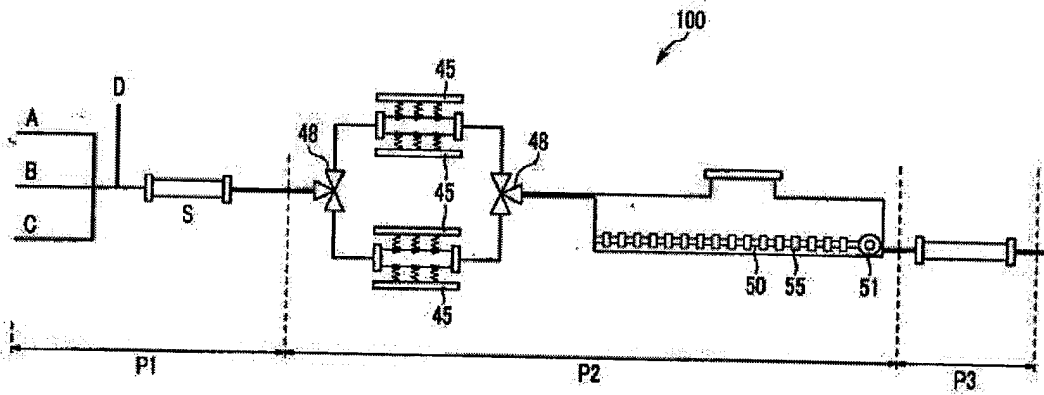
**11 - Método de Produção de Polímeros Superabsorventes**, de acordo com a Reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que a fotopolimerização é realizada ao mesmo tempo em que a solução de composição de monômero está em um fluxo.

**12 - Método de Produção de Polímeros Superabsorventes**, de acordo com a Reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que na fotopolimerização, a solução de composição de monômero é irradiada com UV em um intensidade de luz de 0,1 - 10 mw/cm<sup>2</sup> por uma área de unidade.

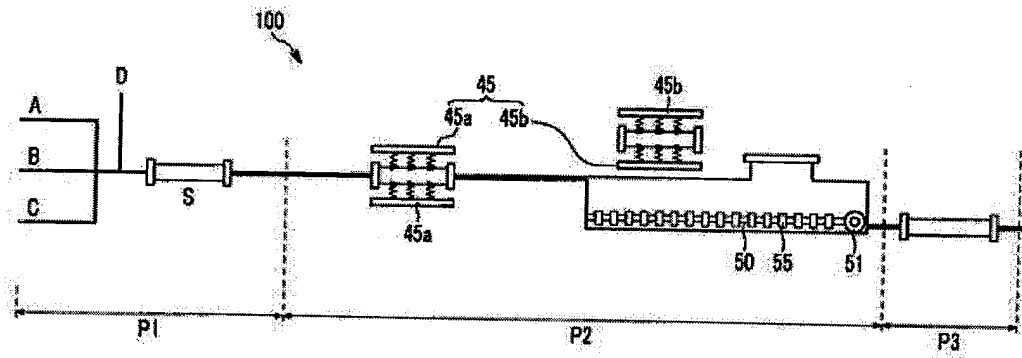
**13 - Método de Produção de Polímeros Superabsorventes**, de acordo com a Reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que compreende ainda a etapa de moagem dos polímeros superabsorventes fotopolimerizados depois da fotopolimerização.



**Figura 1**



**Figura 2**



**Figura 3**