



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0920200-5 B1



(22) Data do Depósito: 13/10/2009

(45) Data de Concessão: 09/07/2019

(54) Título: PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UM GEL DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE COM FINOS POLÍMEROS SUPERABSORVENTES RECICLADOS, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE PARTICULADO FUNDAMENTO

(51) Int.Cl.: C08F 265/04; C08F 265/06; C08L 51/00; C08J 3/00; C08L 101/02; (...).

(30) Prioridade Unionista: 22/10/2008 US 12/256038.

(73) Titular(es): EVONIK STOCKHAUSEN, LLC.

(72) Inventor(es): GONGLU TIAN; SCOTT J. SMITH; JANET PATE-LINTON.

(86) Pedido PCT: PCT EP2009063302 de 13/10/2009

(87) Publicação PCT: WO 2010/046267 de 29/04/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 19/04/2011

(57) Resumo: PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UM GEL DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE COM FINOS POLÍMEROS SUPERABSORVENTES RECICLADOS; PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE PARTICULADO; PARA A PRODUÇÃO DE COMPOSIÇÃO DE POLÍMEROS SUPERABSORVENTES; PARA A RECICLAGEM DE POLÍMEROS SUPERABSORVENTES FINOS NA PRODUÇÃO DO GEL DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE; COMPOSIÇÃO DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE PARTICULADO; POLÍMERO SUPERABSORVENTE PARTICULADO COMPOSIÇÃO ABSORVENTE; ARTIGO SANITÁRIO E FRALDA É descrito um processo para a reciclagem de polímeros superabsorventes finos em um processo que inclui o tratamento dos polímeros superabsorventes finos com soda cáustica e uma etapa de polimerização para fazer o gel de polímero superabsorvente . O processo requer o tratamento dos polímeros superabsorventes finos com uma solução cáustica, seguido pela mistura com uma solução de monômero polimerizável, e polimerização da mistura do polímero superabsorvente fino e monômero para formar o polímero absorvente fluido aquoso. No processo, os pol ímeros finos são incorporados no gel de polímero novo e tornam-se indistinguíveis. O gel pode então ser triturado em um particulado seco e, em seguida, separado em uma parte com um tamanho de partícula mínima desejado em uma porção fina tendo menos do que o tamanho desejado. O particulado pode então ser revestido com um agente de ligação de superfície (...).

PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UM GEL DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE
COM FINOS POLÍMEROS SUPERABSORVENTES RECICLADOS, PROCESSO PARA
A PRODUÇÃO DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE PARTICULADO

FUNDAMENTO

[0001] Um material superabsorvente, em geral, refere-se a um material expansível em água, insolúvel em água, capaz de absorver pelo menos cerca de 10 vezes o seu peso e até cerca de 30 vezes ou mais o seu peso em uma solução aquosa contendo 0,9 por cento em peso de solução de cloreto de sódio em água. A presente invenção refere-se a partículas de polímero superabsorvente, que absorvem água, líquidos aquosos, e sangue, e um método para fazer o polímero e partículas superabsorventes. A sigla SAP pode ser usada aqui, e é geralmente utilizada na indústria, no lugar de polímero superabsorvente, composição de polímero superabsorvente, partículas de polímero superabsorvente, ou suas variações dos mesmos.

[0002] Um polímero superabsorvente é um polímero reticulado parcialmente neutralizado que é capaz de absorver grandes quantidades de líquidos aquosos e fluidos corporais, como urina ou sangue, com inchaço e formação de hidrogéis, e de mantê-los sob uma certa pressão, de acordo com a definição geral de material superabsorvente. Uma composição de polímero superabsorvente é um polímero superabsorvente que tem tido a superfície tratada que pode incluir superfície de reticulação, tratamento de superfície, e outros tratamentos. Composições de polímero superabsorvente comercialmente disponíveis incluem ácidos poliacrílicos reticulados ou polímeros de enxerto de ácido acrílico com amido reticulado, em que alguns dos grupos carboxílicos são neutralizados com solução de hidróxido de sódio

ou hidróxido de potássio. Partículas de composição de polímero superabsorvente são partículas de polímeros superabsorventes ou composições de polímero superabsorvente, e geralmente tem um tamanho de partícula de cerca de 150microns a cerca de 850microns. Uma ampla pesquisa de polímeros superabsorventes, e seu uso e produção, é dada em FL Buchholz e Graham AT (editores), em "Modern Superabsorbent Polymer Technology", Wiley-VCH, New York, 1998.

[0003] Um uso principal de SAP e partículas de SAP está em artigos de higiene, tais como fraldas de bebês, produtos para incontinência, ou toalhas higiênicas. Para o ajuste, conforto, e por razões estéticas, e de aspectos ambientais, há uma tendência crescente para fazer artigos sanitários menores e mais finos. Isso vem sendo realizado através da redução do conteúdo de grande volume de fibra felpuda nesses artigos. Para garantir uma capacidade total de retenção de fluidos corporais constantes nos artigos sanitários, mais conteúdo SAP está sendo usado nestes artigos sanitários.

[0004] A presente invenção relaciona-se geralmente a partículas de composição de polímero superabsorvente tendo um tamanho de partícula de cerca de 150microns ou menos, que são geralmente conhecidas por aqueles especializados na arte e referidas aqui como finos polímeros superabsorventes, finos SAP, ou finos. A presente invenção refere-se à reciclagem de finos polímeros superabsorventes, durante o processo de produção. Mais particularmente, a invenção refere-se ao reprocessamento de finos polímeros superabsorventes gerados na produção de partículas de polímero superabsorvente.

[0005] Em particular, SAP finos são geralmente gerados durante o corte, trituração (pulverização), e etapas de moagem do gel de polímero seco. Polímeros superabsorventes finos são considerados indesejáveis em artigos sanitários, incluindo fraldas infantis e dispositivos para incontinência de adultos. Esses SAP finos podem migrar no dispositivo antes de usar e apresentar bloqueio de gel na aplicação. Em adição, verificou-se que as partículas de polímero superabsorvente produzidas, incluindo uma porção de polímero superabsorvente fino reciclado, têm propriedades incluindo absorção medida pelo teste de Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC), absorção sob carga (AUL) e permeabilidade (GBP) que são menos desejadas do que as partículas de polímero superabsorvente que são produzidas a partir de um processo que não inclui reciclagem de polímeros superabsorventes finos.

[0006] O documento US 5.514.754 é dirigido a um processo para aumentar o tamanho de partículas finas de SAP (ácido poliacrílico reticulado, poliacrilato reticulado, e / ou ácido poliacrílico neutralizado parcialmente reticulado) e, mais particularmente, a um processo de impregnação de partículas de SAP com uma solução aquosa de monômero de ácido acrílico e / ou sais metálicos de ácido acrílico. A impregnação é obtida pela mistura de SAP finos (por exemplo, tendo um tamanho de partícula inferior a cerca de 300µm) com a solução de monômero para formar uma pasta com uma viscosidade de, por exemplo, cerca de 20.000 a cerca de 5.000.000 centipoise. Polimerização dentro de um monômero, e secagem do mesmo, a pasta então é obtida, por exemplo, por calor.

[0007] É um objeto da presente invenção fornecer composições de partículas de polímero superabsorvente produzidas por um

processo que inclui finos polímeros superabsorventes reciclados onde as composições de partícula de polímero superabsorvente tem propriedades melhoradas, incluindo uma capacidade de absorção de reter líquidos sem carga, capacidade de absorção elevada à retenção de líquidos sob pressão como medida pela absorção da carga a 0.9psi e superfície de permeabilidade gel melhorada.

SUMÁRIO

[0008] Uma modalidade da presente invenção compreende um processo para a produção de um gel de polímero superabsorvente com fino polímero superabsorvente reciclado compreendendo as seguintes etapas: a) tratar o polímero superabsorvente fino com uma solução cáustica contendo cerca de 0,1 a cerca de 12% de soda cáustica com base no peso do polímero superabsorvente fino, b) misturar os polímeros superabsorventes finos tratados obtidos na etapa a) com uma solução de polimerização que contenha pelo menos um agente de reticulação e um monômero parcialmente neutralizado, em que o conteúdo de polímero superabsorvente fino em relação a quantidade total de monômero é de cerca de 0,1 a cerca de 30% em peso e c) polimerizar a mistura obtida na etapa b) para produzir o gel de polímero superabsorvente.

[0009] Adicionalmente, o processo pode ainda compreender as etapas de trituração do gel de polímero superabsorvente da dita etapa de polimerização; secagem do dito gel de polímero triturado; separação da dita composição de partícula de polímero superabsorvente seca em uma porção que tem um tamanho de partícula desejado de cerca de 150µm a cerca de 850µm.

[0010] O processo pode ainda compreender as etapas de produzir uma composição de polímero superabsorvente onde a etapa

compreende revestir o polímero superabsorvente particulado com uma agente de ligação de superfície e aditivos de superfície, aquecer a composição de polímero superabsorvente revestida, e separar o dito polímero superabsorvente particulado seco em uma porção tendo um tamanho de partícula desejado de cerca de 150µm a cerca de 850µm, como medido por triagem através de uma tela de malha 20 padrão dos EUA e manter em uma tela de malha 100 padrão dos EUA.

[0011] E, além disso, o processo pode ainda compreender as etapas de separação dos finos polímeros superabsorventes por terem um tamanho de partícula inferior a cerca de 150µm e reciclar os ditos finos polímeros superabsorventes para a etapa de polimerização para formar a referida partícula de composição de polímero superabsorvente.

[0012] Uma concretização da presente invenção também inclui um polímero superabsorvente particulado produzido pelo processo anterior. Adicionalmente, a presente invenção é dirigida a composições absorventes ou artigos higiênicos tais como fraldas que podem conter composições de polímero superabsorvente da presente invenção.

[0013] Foi constatado que o tratamento cáustico sobre os finos polímeros superabsorventes aumenta certas propriedades da composição de partícula de polímero superabsorvente produzida por um processo que incorpora soda cáustica aos finos polímeros superabsorventes tratados.

[0014] Várias outras características e vantagens da presente invenção serão exibidas a partir da descrição que se segue. Na descrição, é feita referência a concretizações exemplares da

invenção. Tais concretizações não representam todo o escopo da invenção. Referência deve ser feita para as reivindicações colocadas aqui para interpretar todo o escopo da invenção. No interesse da brevidade e concisão, quaisquer intervalos de valores definidos neste relatório contemplam todos os valores dentro do intervalo e devem ser interpretados como apoio para as reivindicações recitando quaisquer sub-faixas com extremos os quais são valores de número real dentro do intervalo especificado em questão. Por meio de um exemplo hipotético ilustrativo, uma divulgação desta especificação de um intervalo de 1-5 deve ser considerada para sustentar reivindicações a qualquer um dos seguintes intervalos: 1-5, 1-4, 1-3, 1-2; 2-5, 2-4; 2-3; 3-5; 3-4 e 4-5.

FIGURAS

[0015] Os antecedentes e outros fatores, aspectos e vantagens da presente invenção serão melhor compreendidos em relação à descrição seguinte, reivindicações anexadas, e os desenhos que acompanham onde:

[0016] A FIGURA 1 é uma vista lateral do dispositivo de teste utilizado para o Teste de Permeabilidade Free Swell Gel Bed;

[0017] A FIGURA 2 é uma vista lateral do corte transversal de um copo/ cilindro de montagem utilizado no dispositivo de Teste de Permeabilidade Free Swell Gel Bed mostrado na Figura 1;

[0018] A FIGURA 3 é uma vista superior de um êmbolo empregado no dispositivo de Teste de Permeabilidade Free Swell Gel Bed mostrado na Figura 1; e

[0019] A FIGURA 4 é uma vista lateral do dispositivo de teste utilizado para o Teste de Absorvência em teste de carga;

DEFINIÇÕES

[0020] Note-se que, quando utilizados para a presente invenção, os termos "compreende", "compreendendo", e outros derivados do termo radical "compreender" se destinam a serem termos abertos que especificam a presença de quaisquer características indicadas, elementos, números inteiros, etapas ou componentes, e não se destinam a impedir a presença ou adição de uma ou mais características, elementos inteiros, etapas, componentes ou grupos.

[0021] O termo "artigo absorvente" refere-se geralmente a dispositivos que podem absorver e conter líquidos. Por exemplo, artigos absorventes para cuidados pessoais referem-se a dispositivos que são colocados contra ou próximos à pele para absorver e conter os vários fluidos descarregados pelo corpo.

[0022] O termo "cáustica" ou "soda cáustica" é aqui utilizado para descrever uma substância química que forma uma solução alcalina quando dissolvida em um solvente como a água, incluindo, por exemplo, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, ou bicarbonato de sódio.

[0023] O termo "reticulado" usado em referência ao polímero superabsorvente refere-se a qualquer meio para a efetiva representação de materiais normalmente solúveis em água substancialmente insolúveis em água, mas expansíveis. Essa ligação significa que pode incluir, por exemplo, emaranhamento físico, domínios cristalinos, ligações covalentes, complexos e associações iônicas, associações hidrofílicas, tais como ligações de hidrogênio, associações hidrofóbicas, ou forças de Van der Waals.

[0024] O termo "Darcy" é uma unidade de permeabilidade CGS. Um Darcy é a permeabilidade de um sólido através do qual um centímetro cúbico de líquido, com uma viscosidade de um centipoise, fluirá em um segundo por meio de uma seção de um centímetro de espessura e um centímetro quadrado de seção de reticulação, se a diferença de pressão entre os dois lados do sólido é uma atmosfera. Acontece que a permeabilidade tem as mesmas unidades de área, uma vez que não há nenhuma unidade de permeabilidade SI, metros quadrados são usados. Um Darcy é igual a aproximadamente $0,98692 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ ou cerca de $0,98692 \times 10^{-8} \text{ cm}^2$.

[0025] O termo "descartável" é aqui utilizado para descrever artigos absorventes que não se destinam a serem lavados ou restaurados ou reutilizados como um artigo absorvente após uma única utilização. Exemplos de tais artigos absorventes descartáveis incluem, mas não são limitados a, artigos de higiene pessoal absorventes, artigos absorventes de saúde / médicos, e artigos absorventes domésticos/ industriais.

[0026] O termo "composição de polímero superabsorvente seca" geralmente se refere à composição de polímero superabsorvente com menos de aproximadamente 10% de umidade.

[0027] O termo "tamanho de partícula média de massa" de uma determinada amostra de partículas de composição de polímero superabsorvente é definido como o tamanho da partícula, que divide a amostra ao meio em uma base de massa, ou seja, metade da amostra, em peso, tem um tamanho de partícula maior que o tamanho de partícula média da massa, e metade da amostra, em massa, tem um tamanho de partícula menor do que o tamanho de partícula média de massa. Assim, por exemplo, o tamanho de

partícula média de massa de uma amostra de partículas de composição de polímero superabsorvente é de 2 microns, se metade da amostra, por peso é medida como mais de 2 microns.

[0028] Os termos "partícula", "particulado", e similares, quando usados com o termo "polímero superabsorvente", referem-se à forma de unidades discretas. As unidades podem incluir flocos, fibras, aglomerados, grânulos, pós, esferas, materiais pulverizados, ou similares, bem como suas combinações. As partículas podem ter qualquer forma desejada: por exemplo, cúbica, semelhante a bastão, poliédrica, esférica ou semi-esférica, arredondada ou semi-arredondada, angulosa, irregular etc. Formas tendo uma proporção de aspecto elevada, como agulhas, flocos e fibras, também estão previstas para inclusão aqui. Os termos "partícula" ou "particulado" podem incluir também uma aglomeração com mais de uma partícula individual, particulado, ou algo parecido. Adicionalmente, uma partícula, particulado, ou qualquer aglomeração desejada dos mesmos pode ser composta por mais de um tipo de material.

[0029] O termo "polímero" inclui, mas não está limitado a, homopolímeros, copolímeros, por exemplo, bloqueio, enxerto, e copolímeros aleatórios ou alternados, terpolímeros, etc, e misturas e variantes dos mesmos. Adicionalmente, a menos que especificamente limitado, o termo "polímero" deverá incluir todos os possíveis isômeros configuracionais do material. Essas configurações incluem, mas não estão limitadas a simetrias isotática, sindiotática e atática.

[0030] O termo "poliolefina" tal como aqui utilizado geralmente inclui, mas não está limitado a, materiais tais como o polietileno, polipropileno, poliisobutileno, poliestireno,

copolímero vinil acetato de etileno, e assim por diante, os homopolímeros, copolímeros, terpolímeros, etc, dos mesmos e misturas e suas variantes. O termo "poliolefinas" deve incluir todas as possíveis estruturas dos mesmos, que incluem, mas não são limitadas a, simetrias sindiotática, isotática e aleatória. Copolímeros incluem copolímeros em bloco e atáticos.

[0031] O termo "materiais superabsorventes" refere-se à materiais expansíveis em água, insolúveis em água, orgânicos ou inorgânicos, incluindo polímeros superabsorventes e composições de polímero superabsorvente capazes, sob a maioria das condições favoráveis, de absorver pelo menos cerca de 10 vezes o seu peso, ou pelo menos cerca de 15 vezes o seu peso, ou pelo menos cerca de 25 vezes o seu peso em uma solução aquosa contendo 0,9% em peso de cloreto de sódio.

[0032] O termo "composição de polímero superabsorvente" refere-se a um polímero superabsorvente que compreende um aditivo de superfície, em conformidade com a presente invenção.

[0033] Os termos "polímeros superabsorventes" e "pré-produtos de polímero superabsorvente" referem-se a um material que é produzido através da realização de todas as etapas para fazer um polímero superabsorvente como aqui descrito, até e incluindo a secagem do material, e granulometria grossa em um triturador.

[0034] O termo "finos polímeros superabsorventes" refere-se a uma fração de finas partículas produzidas no processo de produção de polímeros superabsorventes, com partículas menores que um determinado tamanho que pode ser de cerca de 300microns, ou cerca de 200microns, ou cerca de 150microns.

[0035] O termo "superfície de ligação" significa que o nível de ligações funcionais nas proximidades da superfície da partícula de polímero superabsorvente em geral é maior do que o nível de ligações funcionais no interior da partícula de polímero superabsorvente. Como usado aqui, "superfície" descreve as fronteiras externas da partícula. Para partículas de polímero superabsorvente porosas, superfície interna exposta também está incluída na definição de superfície.

[0036] O termo "termoplástico" descreve um material que amolece quando exposto ao calor e que substancialmente retorna a uma condição não-abrandada quando resfriado à temperatura ambiente.

[0037] O termo "% em peso", ou "% wt", quando utilizado neste documento e referindo-se aos componentes da composição de polímero superabsorvente, deve ser interpretado com base no peso da composição de polímero superabsorvente seca, a menos que especificado de outra maneira.

[0038] Estes termos podem ser definidos com linguagem adicional nas porções restantes da especificação.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[0039] Uma modalidade da presente invenção compreende um processo para a produção de um gel de polímero superabsorvente com finos polímeros superabsorventes reciclados compreendendo as seguintes etapas: a) tratar os finos polímeros superabsorventes com uma solução cáustica contendo a partir de cerca de 0,1 a cerca de 12% de soda cáustica com base no peso dos finos polímeros superabsorventes, b) misturar os finos polímeros superabsorventes tratados obtidos na etapa a) com uma solução de

polimerização que contenha pelo menos um agente de ligação e um monômero parcialmente neutralizado, em que o conteúdo dos finos polímeros superabsorventes em relação ao montante total do monômero é de cerca de 0,1 a cerca de 30 % em peso; e c) polimerizar a mistura obtida na etapa b) para produzir o gel polímero superabsorvente.

[0040] Em uma modalidade da presente invenção os finos polímeros superabsorventes tem um tamanho médio de partícula menor do que cerca de 300µm, ou cerca de 200µm, ou cerca de 150µm.

[0041] Adicionalmente, o processo pode ainda compreender as etapas de separação dos finos polímeros superabsorventes a partir das partículas de composição de polímero superabsorvente, tratando os finos polímeros superabsorventes com soda cáustica, como hidróxido de sódio, ou carbonato de sódio, bicarbonato de sódio e reciclando os finos polímeros superabsorventes tratados com soda cáustica para a etapa de polimerização para formar as ditas partículas de composição de polímero superabsorvente.

[0042] Em outra modalidade, a presente invenção é dirigida a um processo para a produção de um gel de polímero superabsorvente a partir da reciclagem de polímeros superabsorventes finos compreendendo as seguintes etapas: a) tratar os finos polímeros superabsorventes com uma solução contendo soda cáustica a partir de cerca de 0,1 a cerca de 12% de soda cáustica com base no peso dos polímeros superabsorventes finos; b) misturar os polímeros superabsorventes finos tratados obtidos na etapa a) com uma solução de polimerização que contenha pelo menos um agente de ligação e um monômero em que o conteúdo dos polímeros superabsorventes finos em relação ao montante total do monômero

é de cerca de 0,1 a cerca de 30% em peso; c) polimerizar a mistura obtida na etapa b) para produzir o gel polímero, e d) pós-neutralizar o gel de polímero para formar um gel de polímero superabsorvente.

[0043] Em outra modalidade, a presente invenção é dirigida a um processo de reciclagem de polímeros superabsorventes finos na produção do gel de polímero superabsorvente, compreendendo as etapas de: a) tratar os finos polímeros superabsorventes com uma solução cáustica contendo a partir de cerca de 0,1 a cerca de 12% de soda cáustica com base no peso dos polímeros superabsorventes finos; b) misturar os polímeros superabsorventes finos tratados obtidos na etapa a) com uma solução de polimerização que contenha pelo menos um agente de ligação e um monômero parcialmente neutralizado, em que o conteúdo dos polímeros superabsorventes finos em relação ao montante total do monômero é de cerca de 0,1 a cerca de 30% em peso; e c) polimerizar a mistura obtida na etapa b) para produzir um gel de polímero superabsorvente.

[0044] Em outra modalidade, a presente invenção é dirigida a um processo de reciclagem para a reciclagem de polímeros superabsorventes finos na produção do gel de polímero superabsorvente, compreendendo as etapas de: a) dissolução de pelo menos um monômero de ácido acrílico e / ou seu sal de sódio e um agente de ligação em uma solução aquosa para formar uma solução de monômero;

b) polimerizar a mistura obtida na etapa a) para produzir um gel de polímero superabsorvente;

c) tratar os polímeros superabsorventes finos com uma solução cáustica contendo a partir de cerca de 0,1 a cerca de 12% de soda cáustica com base no peso dos polímeros superabsorventes finos; e

d) misturar os polímeros superabsorventes finos tratados obtidos na etapa c) com o gel de polímero superabsorvente obtido na etapa b) em que o conteúdo dos polímeros superabsorventes finos em relação ao montante total do gel de polímero superabsorvente é de cerca de 0,1 a cerca de 30% em peso.

[0045] Um polímero superabsorvente, conforme estabelecido nas concretizações da presente invenção é obtido pela polimerização inicial de cerca de 55% a cerca de 99,9% em peso do polímero superabsorvente do grupo de ácido insaturado polimerizável contendo monômero. Um monômero adequado inclui qualquer um do grupo contendo carboxila, como ácido acrílico, ácido metacrílico ou ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfônico, ou suas misturas. É desejável que pelo menos cerca de 50% em peso, e mais desejável, que pelo menos cerca de 75% em peso dos grupos ácido sejam carboxilas.

[0046] Os grupos ácidos são neutralizados a ponto de pelo menos cerca de 25% mol, ou seja, os grupos ácidos estão desejavelmente presentes como sódio, potássio ou sais de amônio. Em alguns aspectos, o grau de neutralização pode ser de pelo menos aproximadamente 50% mol. Em alguns aspectos, é desejável utilizar polímeros obtidos por polimerização de ácido acrílico ou ácido metacrílico, os grupos carboxila dos quais são neutralizados, na medida de cerca de 50% mol a cerca de 80% mol, na presença de agentes de ligação interna.

[0047] Em alguns aspectos, o monômero adequado que pode ser copolimerizado com o monômero etilenicamente insaturado pode incluir, mas não se limita à acrilamida, metacrilamida, acrilato de hidroxietila, (met)acrilato de dimetilaminoalquil, (met)acrilatos etoxilados, dimetilaminopropilacrilamida, ou cloreto de acrilamidopropiltrimetilamônio. Tal monômero pode estar presente em uma escala de 0% a cerca de 40% em peso do monômero copolimerizado.

[0048] O polímero superabsorvente da invenção também inclui agentes de ligação interna. O agente de ligação interna tem pelo menos duas ligações duplas etilenicamente insaturadas ou uma dupla ligação etilenicamente insaturada e um grupo funcional que é reativo em relação aos grupos ácido do grupo ácido polimerizável insaturado contendo monômero, ou vários grupos funcionais que são reativos com grupos ácido podem ser utilizados como o componente de ligação interna e estão desejavelmente presentes durante a polimerização do grupo ácido polimerizável insaturado contendo um monômero.

[0049] Exemplos de agentes de ligação interna incluem, mas não estão limitados a, amidas alifáticas insaturadas, como metilenobisacril- ou -metacrilamida ou etilenobisacrilamida, ésteres alifáticos de polióis ou polióis alcoxilados com ácidos etilenicamente insaturados, como di(met)acrilatos ou tri(met)acrilatos de butanodiol ou etilenoglicol, poliglicóis ou trimetilolpropano, ésteres di- e triacrilato de trimetilolpropano que podem ser oxialquilados, desejavelmente etoxilados, com cerca de 1 a cerca de 30 moles de óxido de alquilenos; ésteres acrilato e metacrilato de glicerol e pentaeritritol e de glicerol e pentaeritritol oxietilado com

desejavelmente cerca de 1 a 30mol de óxido de etileno, compostos alil, tais como (met) acrilato de alil, (met) acrilato de alil alcoxilado reagido com desejavelmente cerca de 1 a cerca de 30 mol de óxido de etileno, trialil cianurato, trialil isocianurato, éster dialil de ácido maléico, ésteres poli-alila, tetraaliloxietano, trialilamina, tetraaliletilenodiamina, dióis, polióis, hidróxi alil ou compostos acrilato e ésteres de alil de ácido fosfórico ou ácido fosforoso e monômeros que são capazes de reticular, tais como compostos N-metilol de amidas insaturadas, como de acrilamida ou metacrilamida e os éteres derivados dos mesmos. Ligadores iônicos, tais como sais de metais multivalentes também podem ser empregados. Misturas dos agentes de ligação mencionados também podem ser empregadas. O conteúdo dos agentes de ligação interna é de cerca de 0,001% a cerca de 5%, em peso, tais como de cerca de 0,2% a cerca de 3%, em peso, com base na quantidade total de ácidos insaturados polimerizáveis contendo monômero.

[0050] Em alguns aspectos, iniciadores podem ser utilizados para a iniciação da polimerização por radicais livres. Iniciadores apropriados incluem, mas não estão limitados a, compostos azo ou peroxo, sistemas redox ou iniciadores UV, sensibilizadores e / ou radiação.

[0051] Após polimerização, o polímero superabsorvente é geralmente formado em partículas. As partículas de polímero superabsorvente podem estar ligadas na superfície após a polimerização por adição de um agente de ligação de superfície e de tratamento térmico. Em geral, a ligação de superfície é um processo que é acreditado para aumentar a densidade de ligação da matriz polimérica nas proximidades da superfície de

partículas de polímeros superabsorventes com respeito à densidade de ligação do interior da partícula.

[0052] Em alguns aspectos particulares, agentes de ligação de superfície desejáveis incluem substâncias químicas com um ou mais grupos funcionais que são reativos para com grupos pendentes das cadeias poliméricas, normalmente os grupos ácidos. O agente de ligação de superfície pode estar presente em uma quantidade de cerca de 0,001% a cerca de 5% em peso da composição seca de polímero superabsorvente, e tal como cerca de 0,1% a cerca de 3%, em peso, e tal como cerca de 0,1% a cerca de 1%, em peso, com base no peso da composição seca de polímero superabsorvente. Pesquisadores descobriram que uma etapa de tratamento térmico após a adição do agente de ligação de superfície é desejável.

[0053] Em um aspecto particular, o polímero superabsorvente particulado é revestido ou tratado na superfície com um carbonato de alquilenos seguido de aquecimento para afetar a ligação de superfície, que pode melhorar a densidade de ligação da superfície e as características de força do gel da composição de partícula de polímero superabsorvente. Mais especificamente, o agente de ligação de superfície é revestido com o polímero superabsorvente particulado através da mistura de polímero particulado com uma solução alcoólica aquosa de agente de ligação de superfície carbonato de alquilenos. A quantidade de álcool é determinada pela solubilidade do carbonato de alquilenos e é mantida o mais baixo possível por vários motivos. Álcoois adequados podem incluir metanol, isopropanol, etanol, butanol, ou butil glicol, bem como as misturas desses álcoois. Em alguns aspectos, o solvente desejável é água, que normalmente é usado em uma quantidade de cerca de 0,3% em peso a cerca de 5,0%, em

peso, com base no peso da composição seca de polímero superabsorvente. Em outros aspectos, o agente de ligação de superfície carbonato de alquilenos é dissolvido em água, sem álcool. Em ainda outros aspectos, o agente de ligação de superfície carbonato de alquilenos pode ser aplicado a partir de uma mistura em pó, por exemplo, com um veículo de material inorgânico, como dióxido de silício (SiO_2), ou em estado de vapor por sublimação do carbonato de alquilenos.

[0054] Para atingir as propriedades de ligação de superfície desejada, o carbonato de alquilenos é distribuído uniformemente sobre o polímero superabsorvente particulado. Para este propósito, a mistura é feita em misturadores adequados conhecidos na arte, tais como misturadores de leito fluidizado, misturadores de pás, misturadores de tambor rotativo, ou misturadores twin-worm. Também é possível realizar o revestimento do polímero superabsorvente particulado durante uma das etapas do processo de produção do polímero superabsorvente particulado. Em um aspecto particular, um processo adequado para este fim é o processo de polimerização em suspensão inversa.

[0055] O tratamento térmico, que pode acompanhar o tratamento de revestimento, pode ser realizado da seguinte forma. Em geral, o tratamento térmico é a uma temperatura de cerca de 100°C a cerca de 300°C . Temperaturas mais baixas são possíveis se agentes de ligação epóxido altamente reativos são usados. No entanto, se carbonatos de alquilenos são usados, então o tratamento térmico é adequado a uma temperatura de aproximadamente 150°C a 250°C . Neste aspecto particular, a temperatura do tratamento depende do tempo de permanência e do tipo de carbonato de alquilenos. Por exemplo, a uma temperatura

de cerca de 150 °C, o tratamento térmico é realizado por uma hora ou mais. Em contraste, a uma temperatura de cerca de 250 °C, poucos minutos (por exemplo, cerca de meio minuto a cerca de 5 minutos) são suficientes para alcançar as propriedades de ligação de superfície desejadas. O tratamento térmico pode ser realizado em secadores convencionais ou fornos conhecidos na arte.

[0056] Em alguns aspectos, a composição de polímero superabsorvente da presente invenção pode incluir de 0% a cerca de 5% em peso, ou a partir de cerca de 0,001% a cerca de 5% em peso, ou cerca de 0,01% a cerca de 0,5% em peso de composição de polímero superabsorvente seca de um revestimento polimérico, tal como um revestimento termoplástico, ou uma película catiônica, ou uma combinação de um revestimento termoplástico e uma camada catiônica. Em alguns aspectos particulares, o revestimento polimérico desejável é um polímero que pode estar em um estado sólido, emulsão, suspensão, coloidal, ou solubilizado, ou combinações dos mesmos. Revestimentos poliméricos adequados para esta invenção podem incluir, mas não estão limitados a, um revestimento termoplástico tendo uma temperatura de fusão termoplástica onde o revestimento polimérico é aplicado à superfície de partícula coincidente com ou seguido por uma temperatura da partícula de polímero superabsorvente tratado em temperatura de fusão termoplástica.

[0057] Exemplos de polímeros termoplásticos incluem, mas não estão limitados a, poliolefina, polietileno, poliéster, poliamida, poliuretano, polibutadieno estireno, polietileno de baixa densidade linear (PEBD), copolímero de etileno-ácido acrílico (CEA), copolímero de metacrilato etileno alquil (EMA),

polipropileno (PP), polipropileno maleado, copolímero de etileno acetato de vinila (EVA), poliéster, poliamida e misturas de todas as famílias de poliolefinas, tais como misturas de PP, EVA, EMA, EEA, EBA, HDPE, MDPE, LDPE, PEBD, e/ou VLDPE, também podem ser vantajosamente empregados. O termo poliolefina como aqui utilizado é definido acima. Em certos aspectos, os pesquisadores têm achado que o polipropileno maleado é um polímero termoplástico desejável para utilização na presente invenção. Um polímero termoplástico pode ser funcionalizado para ter benefícios adicionais, tais como solubilidade em água ou dispersibilidade.

[0058] Revestimentos poliméricos desta invenção também podem incluir um polímero catiônico. Um polímero catiônico como aqui utilizado refere-se a um polímero ou mistura de polímeros compreendendo um grupo funcional, ou grupos que tenham um potencial de se tornarem íons carregados positivamente sobre ionização em solução aquosa. Grupos funcionais adequados para o polímero catiônico incluem, mas não estão limitados a, grupos amino primário, secundário ou terciário, grupos imino, grupos imido, grupos amida e grupos de amônio quaternário. Exemplos de polímeros catiônicos sintéticos incluem, mas não estão limitados a, sais ou sais parciais de poli (vinil aminas), poli (alilaminas), poli (etileno imina), poli (vinil éter propanol amino), poli (cloreto de amônio trimetil acrilamidopropil), poli (cloreto de amônio dialildimetil). Poli (vinil aminas) incluem, mas não estão limitadas a, LUPAMIN ® 9095 disponível na BASF Corporation, Mount Olive, New Jersey. Exemplos de polímeros catiônicos com base natural incluem, mas não estão limitados a, quitina desacetilada parcialmente, quitosana, e sais de

quitosana. Polipeptídeos sintéticos, tais como poliasparaginas, polilisinas, poliglutaminas e poliargininas também são polímeros catiônicos adequados.

[0059] Os polímeros absorventes de acordo com a invenção podem compreender incluir de 0 a cerca de 5% em peso de um sal de metal polivalente, com base no peso da mistura, na superfície do polímero. O sal de metal multivalente é preferencialmente solúvel em água. Exemplos de cátions metálicos preferenciais incluem os cátions de Al, Fe, Zr, Mg e Zn. Preferencialmente, o cátion de metal tem uma valência de pelo menos +3, com Al sendo o mais preferido. Exemplos de ânions preferidos no sal de metal multivalente incluem halogenetos, clorohidratos, sulfatos, nitratos e acetatos, com cloretos, sulfatos, clorohidratos e acetatos sendo preferidos, clorohidratos e sulfatos sendo mais preferidos e sulfato sendo o mais preferido. Sulfato de alumínio é o sal de metal multivalente mais preferido e é prontamente disponível comercialmente. A forma preferida de sulfato de alumínio é o sulfato de alumínio hidratado, de preferência sulfato de alumínio tendo de 12-14 águas de hidratação. Misturas de sais de metais polivalentes podem ser empregadas.

[0060] O polímero e sal de metal multivalente são adequadamente misturados através de mistura seca, ou, preferencialmente, em solução, usando meios bem conhecidos por aqueles especializados na arte. As soluções aquosas são preferíveis. Com a mistura seca, um aglutinante pode ser empregado em uma quantidade que é suficiente para garantir que uma mistura substancialmente uniforme do sal e do polímero superabsorvente seja mantida. O aglutinante pode ser água ou um composto orgânico não volátil com ponto de ebulição de pelo menos

150 °C. Exemplos de ligantes incluem água, polióis, tais como propileno glicol, glicerina e poli (etileno glicol).

[0061] As composições de polímero superabsorvente de acordo com a invenção podem incluir a partir de cerca de 0,01% a cerca de 2% em peso, ou a partir de cerca de 0,01% a 1%, em peso, com base na composição de polímero superabsorvente seca de um composto metal inorgânico insolúvel em água. Os compostos metálicos inorgânicos insolúveis em água podem incluir, mas não estão limitados a, um cátion selecionado de alumínio, titânio, cálcio ou ferro e um ânion selecionado de fosfato, borato, ou sulfato. Exemplos de compostos metálicos inorgânicos insolúveis em água incluem fosfato de alumínio e um borato de metal insolúvel. Os compostos metálicos inorgânicos podem ter um tamanho de partícula médio de massa de menos de cerca de 2µm, e podem ter um tamanho de partícula médio de massa de menos de 1µm.

[0062] Os compostos metálicos inorgânicos podem ser aplicados na forma física seca e na superfície das partículas de polímero superabsorvente. Para isso, as partículas de polímero superabsorvente podem estar intimamente misturadas com o composto metálico inorgânico finamente dividido. O composto metálico inorgânico finamente dividido é geralmente adicionado em temperatura ambiente, nas partículas de polímero superabsorvente e misturado até uma mistura homogênea estar presente. Para este propósito, a mistura é feita em misturadores adequados conhecidos na arte, tais como misturadores de leito fluidizado, misturadores de pás, misturadores de tambor rotativo, ou misturadores twin-worm. A mistura de partículas SAP com o composto metálico inorgânico insolúvel em água finamente

dividido pode ocorrer antes ou depois de qualquer ligação de superfície, por exemplo, durante a aplicação do agente de ligação de superfície.

[0063] Alternativamente, uma suspensão de compostos metálicos inorgânicos insolúveis em água finamente divididos pode ser preparada e aplicada a um SAP particulado. A suspensão é aplicada, por exemplo, por pulverização. Meios de dispersão úteis para preparar a suspensão incluem água, solventes orgânicos, como álcoois, por exemplo, metanol, etanol, isopropanol, cetonas, por exemplo, acetona, metiletilcetona, ou misturas de água com os solventes orgânicos mencionados. Outros meios de dispersão úteis incluem auxiliares de dispersão, surfactantes, coloides protetores, modificadores de viscosidade, e outros auxiliares para ajudar na preparação da suspensão. A suspensão pode ser aplicada em misturadores de reação tradicionais ou sistemas misturadores e secadores, conforme descrito acima, a uma temperatura na faixa de temperatura menor do que o ponto de ebulição do meio de dispersão, de preferência aproximado da temperatura ambiente. É apropriado combinar a aplicação da suspensão com uma etapa de ligação de superfície dispersando o sal metálico insolúvel em água finamente dividido na solução do agente de ligação de superfície. Alternativamente, a suspensão também pode ser aplicada antes ou após a etapa de ligação de superfície. A aplicação da pasta pode ser seguida por uma etapa de secagem.

[0064] Em alguns aspectos, as composições de polímero superabsorvente de acordo com a invenção podem incluir de 0% a cerca de 5%, ou cerca de 0,01% a cerca de 3%, em peso da composição de polímero superabsorvente seca de sílica. Exemplos

de sílica incluem sílica coloidal, sílica precipitada, dióxido de silício, ácido silícico e silicatos. Em alguns aspectos particulares, o dióxido de silício não cristalino microscópico é desejável. Produtos incluem SIPERNAT ® 22S e AEROSIL ® 200 disponíveis na Evonik Corporation, Parsippany, Nova Jersey. Em alguns aspectos, o diâmetro da partícula do pó inorgânico pode ser de 1.000µm ou menor, como 100µm ou menor.

[0065] Em alguns aspectos, as composições de polímero superabsorvente podem incluir também a partir de 0% a cerca de 30% em peso de composição de polímero superabsorvente seca, tal como cerca de 0,1% a cerca de 5% em peso, de polímeros solúveis em água baseado no peso da composição de polímero superabsorvente seca, de acetato de polivinila total ou parcialmente hidrolisado, polivinilpirrolidona, amido ou derivados de amido, poliglicóis, óxidos de polietileno, óxidos de polipropileno, e ácidos poliacrílicos.

[0066] Em alguns aspectos, aditivos de superfície adicionais podem, opcionalmente, ser utilizados com as partículas de polímeros superabsorventes, tal como substâncias de ligação de odor, tais como ciclodextrinas, zeólitos, sais orgânicos ou inorgânicos e materiais similares; aditivos antiaglomerantes, agentes de modificação de fluxo, surfactantes, modificadores de viscosidade, e assim por diante. Adicionalmente, aditivos de superfície podem ser empregados para desempenhar diversos papéis durante as modificações de superfície. Por exemplo, um aditivo único pode ser um surfactante, modificador de viscosidade, e pode reagir para se ligar às cadeias poliméricas.

[0067] Em alguns aspectos, as composições de polímero superabsorvente da presente invenção podem ser, depois de uma

etapa de tratamento térmico, tratadas com água para que a composição de polímero superabsorvente tenha teor de água até cerca de 10% em peso da composição de polímero superabsorvente. Essa água pode ser adicionada com um ou mais dos aditivos de superfície adicionados acima ao polímero superabsorvente.

[0068] As composições de polímero superabsorvente de acordo com a invenção podem ser preparadas de forma contínua ou descontínua em uma ampla escala industrial, após-ligação sendo assim realizado em conformidade com a invenção. O monômero parcialmente neutralizado, como o ácido acrílico, é convertido em um gel por polimerização livre de radicais em solução aquosa na presença de agentes de ligação e quaisquer outros componentes, e o gel é triturado, seco, moído e peneirado para fora na granulometria desejada. As partículas de composição de polímero superabsorvente da presente invenção geralmente incluem tamanhos de partículas que variam de 150 a cerca de 850 microns. A presente invenção pode incluir pelo menos cerca de 40% em peso das partículas tendo um tamanho de partícula de cerca de 300µm a cerca de 600µm, ou pelo menos cerca de 50% em peso das partículas tendo um tamanho de partícula de 300µm a cerca de 600µm, ou em cerca de pelo menos 60% em peso das partículas tendo um tamanho de partícula de cerca de 300µm a cerca de 600µm, medido por triagem através de uma tela de malha 30 padrão dos EUA e mantidas a uma tela de malha 50 padrão dos EUA. Adicionalmente, a distribuição de tamanho das partículas SAP da presente invenção pode incluir menos de cerca de 30% em peso de partículas SAP tendo um tamanho maior do que cerca de 600microns, e menos de cerca de 30% em peso de partículas SAP tendo um tamanho menor que cerca de 300microns medido usando, por exemplo,

um Shaker RO-TAP ® Mechanical Sieve Modelo B disponível de WS Tyler, Inc., Mentor Ohio.

[0069] É bem conhecido por aqueles hábeis na arte que a distribuição de tamanho de partícula das partículas SAP se assemelha a uma distribuição normal ou a uma forma de curva de sino. Sabe-se também que por diversas razões, a distribuição normal da distribuição de tamanho de partícula pode ser distorcida em qualquer direção.

[0070] O pré-produto SAP como aqui utilizado é produzido através da repetição de todas as etapas para fazer as partículas SAP, até e incluindo a secagem do material, e granulometria grossa do polímero superabsorvente em uma britadeira, e remoção das partículas de polímero superabsorvente maiores do cerca de 850microns e menor do que aproximadamente 150microns. As partículas menores que cerca de 300µm, ou cerca de 200µm, ou cerca de 150µm são tratadas com uma solução de soda cáustica e recicladas no processo de polimerização. O objetivo do tratamento cáustico é hidrolisar parcialmente os polímeros finos. Os polímeros finos podem ser tratados na forma de lama, pasta, agregados, ou formas particuladas.

[0071] Em especial, o tratamento dos polímeros superabsorventes finos com soda cáustica pode incluir a) tratar os polímeros superabsorventes finos com uma solução contendo soda cáustica a partir de cerca de 0,1 a cerca de 12% em peso de soda cáustica com base no peso da solução aquosa fina. Isso pode ser feito misturando uma solução cáustica com os finos polímeros superabsorventes. Para este propósito, a mistura é realizada em misturadores adequados conhecidos na arte, tais como misturadores de leite fluidizado, misturadores de pás,

misturadores de tambor rotativo, ou misturadores twin-worm. A solução cáustica é distribuída uniformemente sobre os finos polímeros superabsorventes, por exemplo, por aspersão ou gotejamento.

[0072] Os finos polímeros superabsorventes tratados obtidos na etapa a) são misturados com uma solução de polimerização contendo um agente de ligação e um monômero neutralizado em que o conteúdo dos polímeros superabsorventes finos em relação à quantidade total dos monômeros, equivale a 0,1 a 30% em peso e a mistura é polimerizada para produzir um gel de polímero superabsorvente. Este processo pode incluir ainda as etapas de trituração do gel de polímero absorvente de fluido aquoso da dita etapa de polimerização; secagem do gel de polímero triturado; separação da composição de partícula seca de polímero superabsorvente em uma parte tendo um tamanho de partícula desejada de cerca de 150µm a cerca de 850µm. Em adição, as etapas podem incluir a separação dos finos polímeros superabsorventes tendo um tamanho de partícula inferior a cerca de 150µm e a reciclagem dos ditos polímeros superabsorventes finos etapa de polimerização para a formação da dita composição de partículas de polímeros superabsorventes finos e o tratamento dos SAP finos com uma solução cáustica e reciclagem dos SAP finos tratados no monômero ou gel.

[0073] Em outra modalidade da presente invenção, o polímero superabsorvente fino tratado pode ser empregado para aumentar a taxa de absorção de produtos de polímeros superabsorventes quando utiliza um carbonato ou bicarbonato contendo solução para tratar os polímeros finos, onde os finos polímeros fornecem uma liberação retardada controlável do carbonato ou agente

bicarbonato. É bem conhecido na arte que as substâncias químicas carbonato ou bicarbonato podem atuar como agentes de expansão para polímeros superabsorventes e criar um hidrogel expandido microcelular, que dá taxas de absorção rápida. Tratar os finos polímeros superabsorventes com tais agentes de expansão prevê uma liberação retardada controlável de um gás, como dióxido de carbono quando dispersos em uma solução de monômero que é aquecida ou polimerizada de acordo com a presente invenção. A liberação controlada do agente de expansão na solução de monômero permite controlar e melhorar a estrutura microcelular do hidrogel.

[0074] O produto SAP ligado à superfície como aqui utilizado é produzido através da repetição de todas as etapas para fazer as partículas SAP, até e incluindo o revestimento do material com um agente de ligação de superfície e aditivos de superfície, aquecendo o dito polímero revestido, e removendo as partículas de polímeros superabsorventes maiores que cerca de 850microns e menores que cerca de 150microns. As partículas menores que cerca de 300µm, ou cerca de 200µm, ou cerca de 150µm são tratadas com uma solução de soda cáustica e recicladas no processo de polimerização.

[0075] A composição de polímero superabsorvente da presente invenção apresenta certas características, ou propriedades, como medido pela Cama de Permeabilidade Free Swell Gel (GBP), Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC), sob carga de absorção a cerca de 0.9psi (AUL (0.9psi)), e tempo de rotação. O Teste da Cama de Permeabilidade Free Swell Gel (GBP) é uma medida da permeabilidade da cama inchada de material superabsorvente em Darcy (por exemplo, separada a partir da estrutura absorvente)

sob uma pressão confinante depois do que é comumente referido como condições "de dilatação livre". Neste contexto, o termo "de dilatação livre" significa que ao material superabsorvente é permitido inchar, sem uma restrição de carga de inchaço após a absorção da solução teste, como será descrito. O Teste de Capacidade de Retenção da Centrífuga (CRC) mede a habilidade da composição de polímeros superabsorventes para reter o líquido nela depois de ter sido saturada e submetida à centrifugação, em condições controladas. A capacidade de retenção resultante é declarada em gramas de líquido retido por grama de peso da amostra (g / g).

[0076] O Teste de Absorvência Sob Carga (AUL) mede a habilidade das partículas da composição de polímeros superabsorventes para absorver uma solução a 0,9 por cento em peso de cloreto de sódio em água destilada à temperatura ambiente (solução de teste), enquanto o material está sob uma carga de 0.9psi. O teste de vortex mede a quantidade de tempo em segundos necessária para 2 g de um material superabsorvente para fechar um vortex criado por meio de agitação de 50 ml de solução salina a 600 rotações por minuto em uma placa de agitação magnética. O tempo que leva para o vortex fechar é uma indicação da taxa de absorção de dilatação livre do material superabsorvente.

[0077] Uma composição particulada de polímero superabsorvente feita por um processo da presente invenção pode ter uma capacidade de retenção centrífuga de cerca de 5g / g a cerca de 50 g / g, ou cerca de 10 a cerca de 45g / g, e uma absorção sob carga de 0.9psi a partir de aproximadamente 10g / g a cerca de 26g / g, ou de aproximadamente 13 a cerca de 25g / g, e uma

permeabilidade de cama gel de dilatação livre de cerca de 1 a cerca de 70Darcy.

[0078] As composições de polímero superabsorvente de acordo com a presente invenção podem ser empregadas em muitos produtos, incluindo papel higiênico, fraldas, ou revestimentos de feridas, e elas têm a propriedade de absorver rapidamente grandes quantidades de sangue menstrual, urina ou outros fluidos corporais. Uma vez que os agentes de acordo com a invenção retêm os líquidos absorvidos, mesmo sob pressão e também são capazes de distribuir mais líquido dentro da construção no estado inchado, são mais desejavelmente utilizados em concentrações mais elevadas, com relação ao material de fibra hidrofílica, como penugem, quando comparados às atuais composições superabsorventes convencionais. Eles também são adequados para uso como uma camada superabsorvente homogênea, sem conteúdo de cutão na construção do tecido, como um resultado do qual, artigos finos são particularmente possíveis. Os polímeros são também adequados para uso em artigos de higiene (produtos para incontinência) para adultos.

[0079] As composições de polímero superabsorvente de acordo com a invenção podem também ser utilizadas em artigos absorventes que são adequados para outras utilizações. Em particular, as composições de polímero superabsorvente da presente invenção podem ser usadas em composições absorventes para absorventes de água ou líquidos aquosos, desejavelmente em construções para absorção de fluidos corporais, em estruturas de espuma e não-espuma, como estruturas em forma de folhas, em materiais de embalagem, em construções para produção de vegetais, como agentes de melhoria do solo, ou ainda como veículos de composto

ativo. Para isso, eles são processados em uma rede através da mistura com papel ou cutão ou fibras sintéticas ou distribuindo as partículas de composição de polímero superabsorvente entre substratos de papel, cutão, ou tecidos não-têxteis, ou pela transformação em materiais de suporte. Eles são mais adequados para uso em composições absorventes, tais como curativos, embalagens, absorventes agrícolas, bandejas de comida e almofadas, entre outros.

[0080] A presente invenção pode ser mais bem entendida como uma referência para os exemplos a seguir.

PROCEDIMENTOS DE TESTE

Teste de Capacidade de Retenção Centrífuga

[0081] O Teste de Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC) mede a capacidade do polímero superabsorvente de reter o líquido nele depois de ter sido saturado e submetido à centrifugação, em condições controladas. A capacidade de retenção resultante é declarada em gramas de líquidos retidos por grama de peso da amostra (g / g). A amostra a ser testada é preparada a partir de partículas que são pré-selecionadas através de uma malha 30 de tela padrão dos EUA e retidas em uma malha 50 de tela padrão dos EUA. Como resultado, a amostra de polímero superabsorvente compreende partículas de tamanho na faixa de cerca de 300 a cerca de 600 microns. As partículas podem ser pré-selecionadas manualmente ou automaticamente.

[0082] A capacidade de retenção é medida através da colocação de cerca de 0,2 gramas da amostra de polímero superabsorvente pré-selecionada em um saco permeável a água que irá conter a amostra, permitindo simultaneamente uma solução teste (0,9 por

cento em peso de cloreto de sódio em água destilada) para ser livremente absorvida pela amostra. Um material de saco de chá selável por calor, como o disponível na Dexter Corporation (tendo a sede de negócios em Windsor Locks, Connecticut, EUA), como designação de modelo de papel filtro selável por calor 1234T funciona bem para a maioria das aplicações. O saco é formado por uma amostra de duas vezes 5 polegadas por 3 polegadas do material do saco no meio e selando por calor duas bordas para formar uma abertura retangular de 2,5 polegadas por 3 polegadas. Os selos de calor são cerca de 0,25 centímetros no interior da borda do material. Após a amostra ser colocada na bolsa, a abertura restante da bolsa também é selada termicamente. Sacos vazios também são feitos para servir como controle. Três amostras foram preparadas para cada composição de polímero superabsorvente a ser testada.

[0083] Os sacos selados são submersos em uma panela contendo a solução teste em cerca de 23° C, certificando-se que os sacos são mantidos até que estejam completamente molhados. Após molhar, as amostras permanecem na solução por cerca de 30 minutos, até o momento em que elas são removidas da solução e, temporariamente, colocadas sobre uma superfície plana não absorvente.

[0084] Os sacos molhados são então colocados na cesta de onde os sacos molhados são separados uns dos outros e colocados na circunferência externa do cesto, onde o cesto é de uma centrífuga adequada capaz de submeter às amostras a uma força g de cerca de 350. Uma centrífuga adequada é uma CLAY ADAMS DYNAC II, modelo # 0103, com uma cesta de coleta de água, um medidor digital de rpm, e uma cesta de drenagem manufaturada adaptada para conter

e recolher as amostras de saco planas. Sempre que várias amostras são centrifugadas, as amostras são colocadas em posições opostas dentro da centrífuga para equilibrar a cesta ao girar. Os sacos (incluindo os sacos vazios, molhados) são centrifugados a cerca de 1.600 rpm (por exemplo, para atingir uma meta de força g de cerca de 290g de força com uma variação de cerca de 280 a 300g de força), por 3 minutos. Força G é definida como uma unidade de força inercial sobre um corpo que é submetido a uma aceleração rápida ou gravidade, igual a $32 \text{ m} / 2\text{seg}$ ao nível do mar. Os sacos são retirados e pesados, com os sacos vazios (controle) sendo pesados primeiro, seguidos pelos sacos contendo as amostras da composição de polímeros superabsorventes. A quantidade de solução retida pela amostra de polímero superabsorvente, tendo em conta a solução retida pelo saco em si, é a capacidade de retenção centrífuga (CRC) do polímero superabsorvente, expressa em gramas de fluido por grama de polímero superabsorvente. Mais particularmente, a capacidade de retenção é determinada pela seguinte equação:

Amostra / saco após centrifugação - saco vazio após centrifugação - peso da amostra seca

[0085] Peso da amostra seca

[0086] As três amostras são testadas, e os resultados são calculados para determinar a Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC) da composição de polímero superabsorvente.

Teste de Permeabilidade de Cama de Gel de Inchação livre (Free-Swell Gel Bed Permeability Test) (FSGBP)

[0087] Como usado aqui, o Teste de Permeabilidade "Free-Swell Gel Bed Permeability Test", também conhecido como Teste de

Permeabilidade de Cama de Gel (GBP) sob 0 psi, determina a permeabilidade de um leito de partículas de gel inchado (por exemplo, tal como a superfície de material absorvente tratado ou o material superabsorvente antes da superfície ser tratada), em que é comumente referido como condições "de inchaço livre". O termo "de inchaço livre" significa que as partículas de gel são inchadas sem uma carga de restrição da solução teste de absorção, como será descrito. Um dispositivo adequado para a realização do Teste de Permeabilidade de Cama de Gel é mostrado nas Figuras 1, 2 e 3 e indicado geralmente como 500. O conjunto de aparelhos de teste 528 compreende um recipiente de amostra, geralmente indicado em 530, e um êmbolo, geralmente indicado em 536. O êmbolo inclui um eixo de 538 com um furo de cilindro furado no eixo longitudinal e uma cabeça 550 posicionada no fundo do eixo. O furo do eixo 562 tem um diâmetro de cerca de 16 mm. A cabeça do pistão está ligada ao eixo, como por adesão. Doze orifícios 544 estão furados no eixo radial do cabo, três posicionados a cada 90 graus com diâmetros de cerca de 6,4 mm. O eixo 538 é fabricado a partir de uma haste LEXAN ou material equivalente e tem um diâmetro externo de cerca de 2,2 cm e um diâmetro interno de cerca de 16 mm.

[0088] A cabeça do êmbolo 550 tem um anel interno concêntrico de sete furos 560 e um anel externo de 14 furos 554, todos os furos com um diâmetro de cerca de 8,8 milímetros, bem como um buraco de cerca de 16 milímetros alinhado com o eixo. A cabeça do êmbolo 550 é fabricada a partir de uma haste LEXAN ou material equivalente e tem uma altura de aproximadamente 16 mm e um diâmetro de tamanho tal que ele se encaixa dentro do cilindro 534 com folga mínima da parede, mas ainda deslizando livremente.

O comprimento total da cabeça do pistão 550 e do eixo 538 é de cerca de 8,25 centímetros, mas pode ser manufaturada no topo da haste para obter a massa desejada do êmbolo 536. O pistão compreende uma tela 536 de aço inoxidável de malha 100 564, que é esticada biaxialmente para esticar e anexar à extremidade inferior do êmbolo 536. A tela é presa à cabeça do êmbolo 550 usando um solvente adequado, que faz com que a tela seja firmemente aderida à cabeça do êmbolo 550. Cuidados devem ser tomados para evitar a migração de solvente em excesso nas partes abertas da tela e redução do espaço aberto para o fluxo de líquido. Solvente acrílico soldado 4 a partir da IPS Corporation (tendo uma sede de negócios em Gardena, Califórnia, EUA) é um solvente adequado.

[0089] O recipiente da amostra 530 dispõe de um cilindro 534 e uma tela de malha 400 de aço inoxidável 566, que é esticada biaxialmente para esticar e anexar à extremidade inferior do cilindro 534. A tela é ligada ao cilindro usando um solvente adequado, que faz com que a tela seja firmemente aderida ao cilindro. Cuidados devem ser tomados para evitar a migração de solvente em excesso nas parcelas abertas da tela e reduzir o espaço aberto para o fluxo de líquido. Solvente acrílico 4 de IPS Corporation (tendo uma sede de negócios em Gardena, Califórnia, EUA) é um solvente adequado. Uma amostra de partículas de gel, indicada como 568 na FIG 2, é compatível com a tela 566 dentro do cilindro 534 durante os testes.

[0090] O cilindro de 534 pode ser furado a partir de uma haste LEXAN transparente ou material equivalente, ou ele pode ser cortado a partir de um tubo LEXAN ou material equivalente, e tem um diâmetro interno de cerca de 6 cm (por exemplo, uma área de

seção transversal de aproximadamente $28,27 \text{ cm}^2$), uma espessura de cerca de 0,5 cm e uma altura de aproximadamente 7,95 cm. Uma etapa é produzida no diâmetro externo do cilindro 534 tais que uma região 534a com um diâmetro exterior de 66 mm existe para o fundo de 31 mm do cilindro 534. Um anel 540 que encaixa o diâmetro da região 534a pode ser colocado no topo da etapa.

[0091] O peso anular 548 tem um orifício furado de cerca de 2,2 cm de diâmetro e 1,3 cm de profundidade, para que ele deslize livremente sobre o eixo 538. O peso anular também tem um orifício 548a de cerca de 16 mm. O peso anular 548 pode ser produzido de aço inoxidável ou de outros materiais adequados resistentes à corrosão na presença da solução teste, que é de 0,9 por cento em peso de solução de cloreto de sódio em água destilada. O peso combinado do êmbolo 536 e peso anular 548 equivale a aproximadamente 596 gramas (g), o que corresponde a uma pressão aplicada à amostra 568 de cerca de 0,3 libras por polegada quadrada (psi), ou cerca de $20,7 \text{ dinas/cm}^2$ ($2,07 \text{ kPa}$), sobre uma área de amostra de cerca de $28,27 \text{ cm}^2$.

[0092] Quando a solução de teste flui através do aparelho de teste durante o teste, conforme descrito abaixo, o recipiente da amostra 530 geralmente repousa sobre uma barreira 600. O objetivo da barreira é desviar o líquido que transborda na parte superior do recipiente da amostra 530 e desvia o excesso de líquido para um dispositivo de coleta seletiva 601. A barreira pode ser posicionada acima de uma escala 602 com um copo 603 descansando sobre ela para obter a solução salina passando através da amostra inchada 568.

[0093] Para a realização do Teste de Permeabilidade de Cama de Gel sob condições "de inchaço livre", o êmbolo 536, com peso

548 nela, é colocado em um recipiente de amostra vazio 530 e a altura do topo do peso 548 para o fundo do recipiente da amostra 530 é medida utilizando um medidor adequado com uma precisão de 0,01 mm. A força do calibre de espessura aplicada durante a medição deve ser tão baixa quanto possível, de preferência inferior a cerca de 0,74 Newtons. É importante medir a altura de cada recipiente de amostra vazio 530, êmbolo 536, e combinação 548 de peso e acompanhar cada par de êmbolo de peso 536 e 548 que é usado quando se utiliza aparelhos de testes múltiplos. O mesmo êmbolo 536 e peso 548 devem ser utilizados para a medição quando a amostra 568 é posteriormente inchada seguido de saturação. Também é desejável que a base onde o copo de amostra 530 é colocado, esteja no nível, e a superfície superior do peso 548 seja paralela à superfície do fundo do copo de amostra 530.

[0094] A amostra a ser testada é preparada a partir de partículas de composição de polímeros superabsorventes que são pré-selecionadas através de uma tela de malha 30 padrão dos EUA e mantidas a uma tela de malha 50 padrão dos EUA. Como resultado, a amostra teste é composta por partículas de tamanho na faixa de cerca de 300 a cerca de 600 microns. As partículas de polímeros superabsorventes podem ser pré-selecionadas com, por exemplo, um Shaker RO-TAP Mechanical Sieve Modelo B disponível de WS Tyler, Inc., Mentor, Ohio. Peneiramento é realizado por 10 minutos. Cerca de 2,0 g da amostra é colocada no recipiente da amostra 530 e espalhada uniformemente sobre o fundo do recipiente da amostra. O recipiente, com 2,0 gramas de amostra, sem o êmbolo 536 e peso 548 nele, é então mergulhado na solução salina a 0,9% por um período de cerca de 60 minutos para saturar a amostra e deixar a amostra inchar livre de qualquer retenção de carga.

Durante a saturação, o copo da amostra 530 é definido em uma rede localizada no reservatório de líquido, de modo que o copo da amostra 530 seja ligeiramente levantado acima da parte inferior do reservatório de líquido. A malha não inibe o fluxo de solução salina dentro do copo de amostra 530. Uma malha adequada pode ser obtida como número 7308 da Eagle Supply and Plastic, tendo uma sede de negócios em Appleton, Wisconsin, EUA. O sal não cobrindo integralmente as partículas da composição de polímero superabsorvente, como seria evidenciado por uma superfície salina perfeitamente plana no teste celular. Além disso, à profundidade de solução salina não é permitida cair tão baixo que a superfície interior da célula seja definida exclusivamente pelo superabsorvente inchado, ao invés de soro fisiológico.

[0095] No final deste período, o êmbolo 536 e peso 548 são colocados na amostra saturada 568 no recipiente da amostra 530 e, em seguida, o recipiente da amostra 530, êmbolo 536, peso 548, e amostra 568 são removidos da solução. Após a remoção e antes de serem mensurados, o recipiente da amostra 530, êmbolo 536, peso 548, e amostra 568 devem permanecer em repouso por cerca de 30 segundos sobre uma superfície plana adequada, de placa não-deformável de rede grande, de espessura uniforme. A espessura da amostra saturada 568 é determinada por nova medição da altura do topo do peso 548 para o fundo do recipiente da amostra 530, utilizando o mesmo medidor de espessura usado anteriormente, desde que o ponto zero esteja inalterado em relação à medida da altura inicial. O recipiente da amostra 530, êmbolo 536, peso 548, e amostra 568 podem ser colocados em uma placa não deformável de rede grande, plana, de espessura

uniforme, que vai evitar que o líquido no recipiente da amostra seja lançado sobre uma superfície plana, devido à tensão superficial. A placa tem uma dimensão global de 7,6cm por 7,6cm, e cada rede tem uma dimensão de tamanho de célula de 1,59 cm de comprimento por 1,59 cm de largura por 1,12 cm de profundidade. Um material de placa adequado não-deformável de rede grande, plano, é um painel difusor parabólico, de número de catálogo 1624K27, disponível de McMaster Carr Supply Company, tendo uma sede de negócios em Chicago, Illinois, EUA, que pode então ser cortado com as dimensões adequadas. Esta placa plana não-deformável de malha grande também deve estar presente na medição da altura do conjunto vazio inicial. A medição da altura deve ser feita o mais cedo possível após o medidor de espessura ter sido realizado. A medição da altura obtida a partir da medição do recipiente de amostra vazio 530, êmbolo 536, e peso 548 é subtraída da medida da altura obtida após saturar a amostra 568. O valor resultante é a espessura ou altura "H" da amostra inchada.

[0096] A medição da permeabilidade é iniciada através da apresentação de um fluxo de solução salina a 0,9% para o recipiente da amostra 530 com a amostra saturada 568, êmbolo 536, e peso de dentro 548. A vazão da solução teste para o recipiente é ajustada para fazer com que a solução salina transborde o topo do cilindro 534 resultando em uma pressão de cabeça consistente igual à altura do recipiente da amostra 530. A solução teste pode ser adicionada por qualquer meio adequado, que é suficiente para garantir uma pequena, mas consistente quantidade de transbordamento na parte superior do cilindro, como por exemplo, com uma bomba dosadora 604. O líquido excedente

é desviado para um dispositivo de coleta seletiva 601. A quantidade de solução passando através da amostra 568 versus o tempo é medida gravimetricamente utilizando a escala 602 e proveta 603. Os pontos de dados a partir da escala 602 são coletados a cada segundo por, pelo menos, sessenta segundos uma vez que o excesso já começou. A coleta de dados poderá ser tomada manualmente ou com o software de coleta de dados. A taxa de vazão, Q , através da amostra inchada 568 é determinada em unidades de gramas / segundo (g / s) por um ajuste pelo método dos mínimos quadrados de fluido que passa através da amostra 568 (em gramas) versus tempo (em segundos).

[0097] Permeabilidade em cm^2 é obtida pela seguinte equação: $K = [Q \cdot H \cdot \mu] / [A \cdot \rho \cdot P]$, onde K = Permeabilidade (cm^2), Q = taxa de fluxo (g / seg), H = altura da amostra inchada (cm), μ = viscosidade do líquido (poise) (cerca de um centipoise para a solução teste utilizada com este Teste), A = área transversal para fluxo de líquido ($28,27 \text{ cm}^2$ para o recipiente da amostra utilizado com este Teste), ρ = densidade do líquido (g / cm^3) (aproximadamente um g / cm^3 , para a solução teste utilizada com este Teste) e P = pressão hidrostática (dinas / cm^2) (normalmente cerca de $7.797 \text{ dinas / cm}^2$). A pressão hidrostática é calculada a partir de $P = \rho \cdot g \cdot h$, onde ρ = densidade do líquido (g / cm^3), g = aceleração da gravidade, nominalmente 981 cm / seg^2 , e h = altura do fluido, por exemplo, $7,95 \text{ cm}$ para o Teste de Permeabilidade de Cama de Gel (Gel Bed Permeability Test) aqui descrito.

[0098] Um mínimo de duas amostras é testado e os resultados são uma média para determinar a permeabilidade de cama de gel da amostra.

Absorvência sob Teste de Carga (AUL0.9psi)

[0099] O Teste de Absorvência sob Carga (AUL) mede a habilidade das partículas da composição de polímeros superabsorventes para absorver uma solução a 0,9 por cento em peso de cloreto de sódio em água destilada à temperatura ambiente (solução teste), enquanto o material está sob uma carga de 0.9psi. O aparelho para testar AUL consiste de:

- Um conjunto de AUL incluindo um cilindro, um pistão de 4.4g, e um peso padrão de 317gm. Os componentes deste conjunto são descritos em mais detalhes abaixo.
- Um suporte de plástico quadrado de fundo plano que é suficientemente amplo para permitir que o vidro seja colocado no fundo, sem contato com as paredes do tabuleiro. Uma bandeja de plástico que é de 9" por 9" (22,9 cm x 22,9 cm), com uma profundidade de 0,5 a 1" (1,3 cm a 2,5 cm) é comumente utilizada para este método de teste.
- Uma fita de vidro sinterizada de 12,5 cm de diâmetro com uma porosidade 'C' (25-50 microns). Esta fita é preparada com antecedência através de equilíbrio em solução salina (cloreto de sódio a 0,9% em água destilada, por peso). Adicionalmente sendo lavado com pelo menos duas porções de soro salino fresco, a fita deve ser imersa em solução salina por no mínimo 12 horas antes das medições AUL.
- Whatman Grau 1, círculos de papel filtro de 12,5 cm de diâmetro.
- Uma fonte de solução salina (cloreto de sódio a 0,9% em água destilada, por peso).

[0100] Referindo-se a FIG 4, o cilindro 412 do conjunto AUL 400 usado para conter as partículas de composição de polímero superabsorvente 410 é feito a partir de um tubo termoplástico de uma polegada (2,54 cm) de diâmetro interno maquinando-se um pouco para ter certeza da concentricidade. Após a maquinação, um tecido de fio de aço inoxidável 414 de malha 400 é unido ao fundo do cilindro 412 por aquecimento do fio de aço inoxidável 414 em uma chama até ficar vermelho, após o qual o cilindro 412 ser guardado sobre o tecido de fio de aço até ser resfriado. Um ferro de solda pode ser utilizado para retocar o selo se vencido ou em caso de quebra. Cuidados devem ser tomados para manter um fundo liso plano e não distorcer o interior do cilindro 412.

[0101] O pistão de 4.4g (416) é feito de um material sólido de uma polegada de diâmetro (por exemplo, PLEXIGLAS®) e é fabricado na forma sem ligação no cilindro 412.

[0102] Um peso de 317gm padrão 418 é usado para fornecer uma carga de restrição de 62.053 dyne / cm² (cerca de 0.9psi). O peso é um diâmetro de 1 polegada (2,5 cm), cilíndrico, o peso de aço inoxidável que é fabricado na forma sem ligação no cilindro.

[0103] Salvo disposição em contrário, uma amostra 410 corresponde a uma camada de pelo menos cerca de 300 gsm. (0.16g) de partículas de composição de polímero superabsorvente são utilizados para testar o AUL. A amostra 410 é tomada a partir das partículas de composição de polímero superabsorvente que são pré-selecionadas através da malha 30 padrão dos EUA e mantidas no padrão dos EUA de malha 50. As partículas de composição de polímero superabsorvente podem ser pré-selecionadas com, por exemplo, um Shaker RO-TAP® Mechanical Sieve Modelo B disponível

a partir de WS Tyler, Inc., Mentor, Ohio. Peneiramento é realizado por cerca de 10 minutos.

[0104] O interior do cilindro 412 é limpo com um tecido antiestático antes de colocar as partículas da composição de polímero superabsorvente 410 no cilindro 412.

[0105] A quantidade desejada da amostra de partículas de composição de polímero superabsorvente peneiradas 410 (cerca de 0.16g) é pesada para fora em um peso de papel e distribuída uniformemente sobre o tecido de fio 414, na parte inferior do cilindro 412. O peso das partículas de composição de polímero superabsorvente no fundo do cilindro é registrado como 'SA', para uso no cálculo AUL descrito abaixo. Toma-se cuidado para ter certeza que as partículas de polímero superabsorvente não aderem à parede do cilindro. Depois colocando cuidadosamente o pistão de 4.4g 412 e de peso 317g 418 sobre as partículas de composição de polímero superabsorvente 410 no cilindro 412, o conjunto AUL 400, incluindo o cilindro, pistão, peso e partículas de composição de polímero superabsorvente é pesado, e o peso é registrado como peso 'A'.

[0106] Uma fita de vidro sinterizado 424 (descrita acima) é colocada na bandeja de plástico 420, com salina 422 adicionado a um nível igual ao da superfície superior da fita de vidro 424. Um único círculo de papel filtro 426 é colocado suavemente sobre as fitas de vidro 424, e o conjunto AUL 400 com as partículas de composição de polímero superabsorvente 410 é então colocado em cima do papel filtro 426. O conjunto AUL 400 é então permitido a permanecer no topo do papel filtro 426 por um período de teste de uma hora, com especial atenção para manter o nível de solução salina na bandeja constante. No final de uma hora do período de

ensaio, o aparelho AUL é então pesado, com esse valor registrado como peso 'B'.

[0107] O AUL (0.9psi) é calculado da seguinte forma:

$$\text{AUL}(0.9\text{psi}) = (B-A)/SA$$

em que

A = Peso da Unidade AUL com SAP seco

B = Peso da Unidade AUL com SAP, após 60 minutos de absorção

SA = peso atual SAP

[0108] Um mínimo de dois testes é realizado e os resultados são mensurados para determinar o valor de AUL sob carga de 0.9psi. As amostras são testadas a cerca de 23 °C e cerca de 50% de umidade relativa.

Teste de Tempo de Vórtice

[0109] O teste de vórtice mede a quantidade de tempo em segundos necessária para 2 g de um material superabsorvente para fechar um vórtice criado por meio de agitação de 50 ml de solução salina a 600 rotações por minuto sobre uma placa de agitação magnética. O tempo que leva para o vórtice fechar é uma indicação da taxa de absorção de inchaço livre do material superabsorvente.

Equipamentos e materiais

[0110] 1. Schott Duran 100 ml e Proveta de 50 ml e proveta graduada.

[0111] 2. Placa de agitação magnética programável, capaz de fornecer 600 rotações por minuto (como a que está disponível

comercialmente por PMC Industries, sob a designação comercial Dataplate® Modelo # 721).

[0112] 3. Barreira de agitação magnética sem anéis, 7.9 milímetros. tempo. 32 milímetros, Teflon® coberta (como a que está comercialmente disponível por Baxter Diagnostics, sob a designação comercial S/PRIM. pacote de marca única de agitação com anel pivô removível).

[0113] 4. Cronômetro

[0114] 5. Balança, com precisão de + / - 0,01 g

[0115] 6. Solução salina, 0,87 p/p% do Banco de Sangue Salino da Baxter Diagnostics (considerado, para propósitos do presente pedido a ser o equivalente a 0,9 p% de solução salina

[0116] 7. Papel de Pesagem

[0117] 8. Quarto com atmosfera em condição padrão: Temp = 23°C+/-1°C. e Umidade Relativa = 50% + / - 2%.

Procedimento de teste

[0118] 1. Medida 50ml + / - 0.01ml de solução salina no copo de 100 ml.

[0119] 2. Colocar a barra de agitação magnética no copo.

[0120] 3. Programar a placa magnética de agitação a 600 rotações por minuto.

[0121] 4. Colocar o copo no centro da placa de agitação magnética de modo que a barra de agitação magnética seja ativada. O fundo do vórtice deve estar perto do topo da barra de agitação.

[0122] 5. Pesar 2g + / - 0,01 g do material superabsorvente a ser testado no papel de pesagem.

[0123] NOTA: O material superabsorvente é testado como recebido (ou seja, como ele iria para dentro de um composto absorvente, tal como aqui descrito). Nenhuma triagem para um tamanho de partícula específico é feita, embora o tamanho das partículas seja conhecido por ter um efeito sobre este teste.

[0124] 6. Enquanto a solução salina estiver sendo agitada, deite rapidamente o material superabsorvente a ser testado na solução salina e inicie o cronômetro. O material superabsorvente a ser testado deve ser adicionado à solução salina entre o centro do vórtice e do lado do copo.

[0125] 7. Parar o cronômetro quando a superfície da solução salina tornar-se plana e registre o tempo.

[0126] 8. O tempo, registrado em segundos, é apresentado como Tempo de Vórtice.

EXEMPLOS

[0127] Os exemplos a seguir são fornecidos para ilustrar a invenção e não para limitar o escopo das reivindicações. Salvo indicação em contrário todas as partes, e percentagens são em peso.

Procedimento Geral para a Preparação de material de polímero superabsorvente e fino

[0128] É geralmente entendido que os polímeros superabsorventes finos podem incluir partículas tendo um tamanho de partícula de cerca de 150µm ou menos, o que pode ser recuperando do processo de moagem na produção de partículas SAP.

O exemplo a seguir fornece informações sobre como fazer o SAP e polímeros finos.

[0129] Em um vaso de polietileno equipado com um agitador e serpentina foi adicionado, 2,0 kg de NaOH a 50% para 3,32 kg de água destilada e resfriado a 20 °C. 0,8 kg de ácido acrílico glacial foi então adicionado à solução cáustica e a solução novamente resfriada a 20 °C. 4,32 g de polietileno glicol monoalileter acrilato, 4,32 g de produto trimetilol propano triacrilato etoxilado SARTOMER® 454 e 1,6 kg de ácido acrílico glacial foram adicionados à primeira solução, seguido de resfriamento a 4-6 °C. Os polímeros finos foram adicionados à solução de monômero com agitação. Nitrogênio foi borbulhado através da solução de monômero por cerca de 5 minutos. A solução de monômero foi então descarregada em uma bandeja retangular. 80g de 1% em peso de solução aquosa de H₂O₂, 120g de solução de persulfato de sódio aquoso a 2 p/p%, e 72g de solução de eritorbato de sódio aquoso a 0,5 p/p% foi adicionado na solução de monômero para iniciar a reação de polimerização. O agitador foi parado e o monômero iniciado, foi permitido a polimerização por 20 minutos. O hidrogel obtido foi picado e extrusado com uma extrusora comercial Hobart 4M6, seguida de secagem em uma Procter & Schwartz Modelo 062 de ar forçado em forno a 175 °C por 12 minutos com fluxo para cima e 6 minutos, com fluxo de ar para baixo em uma bandeja de metal perfurada 20in X 40in a um nível de umidade do produto final inferior a 5% em peso. O material seco foi moído em partículas em um modelo de triturador Prodeva 315-S, moído em um MPI 666-F e peneirado com um Minox MTS 600DS3V para remover partículas maiores que 850µm e menores do que 150µm. As partículas que são menores do que 150 microns são SAP finos.

[0130] As partículas entre 150µm e 850µm foram revestidas com 1% em peso de carbonato de etileno, 3% em peso de água usando uma solução aquosa de 25% em peso, e os aditivos de superfície se for o caso. A amostra revestida foi então aquecida em um forno de convecção a 185 °C por ligação de superfície. O material particulado ligado à superfície foi então peneirado com tela de 20/100 padrão dos EUA para remover partículas maiores que 850µm e menores do que 150µm. As partículas que são menores do que 150 microns são polímeros finos ligados à superfície.

Procedimento Geral para Tratamento de Polímeros finos com Soluções Cáusticas

[0131] 400g de SAP finos foram agitados em um misturador Kitchen-Aid. Um pulverizador Paasche foi usado para aplicar as soluções cáusticas, com o misturador em velocidade alta, enquanto o líquido foi pulverizado. Os polímeros finos tratados foram postos para descansar por pelo menos 5 minutos antes da reformulação em lotes de polimerização.

Exemplos 1, 2 e Exemplo comparativo A

[0132] Os polímeros finos ligados a superfície foram tratados com NaOH utilizando uma solução aquosa de 50p/p%. Os polímeros finos tratados foram adicionados à solução de monômero em que o conteúdo dos polímeros superabsorventes finos em relação à quantidade total da solução de monômero é de 1,9% em peso (5p/p% de polímeros finos adicionados com base no peso seco dos polímeros finos e o pré-produto). No exemplo comparativo A, os polímeros finos não tratados foram adicionados diretamente na solução de monômero. Os resultados são resumidos na Tabela 1 abaixo. Comparado com o pré-produto preparado com polímeros

finos não tratados, os produtos com polímeros finos tratados demonstraram maior CRC.

Tabela 1

Exemplo	Amostra	Nível de NaOH adicionado (%)	PSXM CRC (g/g)
Exemplo Comparativo A	233-21-2	0	38.6
Exemplo 1	233-8-4	6	41.8
Exemplo 2	233-8-5	9	42.0

Nível de tratamento de NaOH foi baseado no peso de NaOH sólido e polímeros finos

Exemplos 3, 4 e Exemplo Comparativo B

[0133] O pré-produtos listados na Tabela 1 foram revestidos com 1% em peso de carbonato de etileno e 3% em peso de água, respectivamente. A amostra revestida foi então aquecida em um forno de convecção a 185 °C para ligação da superfície. Os resultados são resumidos na Tabela 2 abaixo. Comparados com o produto SXL preparado com polímeros finos não tratados, os produtos com polímeros finos tratados demonstraram AUL 0,9 psi superior.

Tabela 2

Exemplo	Nível de tratamento de NaOH (%)	Tempo de SXL (min)	CRC (g/g)	0.9psi AUL (g/g)
---------	---------------------------------------	--------------------------	--------------	------------------------

Comparativo	0		33.3	17.9
Exemplo B		30		
Exemplo 3	6	40	34.6	21.1
Exemplo 4	9	50	34	23.3

Nível de tratamento de NaOH foi baseado no peso de NaOH sólido e polímeros finos

Exemplos 5-8 e Exemplos Comparativos C e D

[0134] Os pré-produtos listados na Tabela 1 foram revestidos com 0,5% em peso de Sipernat® 22s, 1% em peso de carbonato de etileno, e 3% em peso de água, respectivamente. A amostra revestida foi então aquecida coberta em um forno de convecção a 185 °C para ligação da superfície. Os resultados são resumidos na Tabela 3 abaixo. Comparado com os produtos SXL que contenham polímeros finos não tratados, os produtos com polímeros finos tratados demonstraram AUL 0,9 psi superior e GBP superior.

Tabela 3

Exemplo	Nível de tratamento de NaOH (%)	Tempo de SXL (min)	CRC (g/g)	0.9 AUL (g/g)	GBP (Darcy)
Exemplo C	0		32.9	12.9	28.8
Comparativo		30			
Exemplo D	0		31.9	14.1	38.4
Comparativo		40			

Exemplo 5	6	40	32.8	15.3	47.7
Exemplo 6	6	50	31.8	16.1	59.4
Exemplo 7	9	40	33.2	14.7	41.9
Exemplo 8	9	50	32.8	16.4	48.2

O nível de tratamento de NaOH foi baseado no peso de NaOH sólido e polímeros finos.

Exemplos 9 e 10

[0135] Os Pré-produtos de polímeros finos foram tratados com Na_2CO_3 usando uma solução aquosa de 25p/p%. Os polímeros finos tratados foram adicionados à solução de monômero em que o conteúdo dos polímeros superabsorventes finos em relação à quantidade total da solução de monômero é 5,7 (15p/p% de polímeros finos adicionados com base no peso seco dos polímeros e pré-produtos). Os resultados são resumidos na Tabela 4 abaixo. Os produtos preparados com Na_2CO_3 e polímeros finos tratados ofereceram velocidade de absorção rápida. Produtos preparados com polímeros finos não tratados geralmente mostram o tempo de vórtice superior a 40 segundos.

Tabela 4

Exemplo	Nível de tratamento de Na_2CO_3 (%)	PSXM CRC (g/g)	Tempo de vórtice (seg)
Exemplo 9	2.5	37.8	32
Exemplo 10	5.0	34.2	22

O nível de tratamento de Na_2CO_3 foi baseado no peso de Na_2CO_3 sólido e polímeros finos.

[0136] Outros exemplos mais do que exemplos operacionais, ou quando indicado em contrário, todos os números que expressam quantidades de ingredientes, condições de reação, e assim por diante utilizados na descrição e reivindicações, devem ser entendidos como sendo modificados em todas as instâncias pelo termo "sobre". Assim, salvo indicação em contrário, os parâmetros numéricos estabelecidos na especificação seguinte e reivindicações em anexo são aproximações que podem variar dependendo das propriedades desejadas a serem obtidas pela presente invenção. Por muito menos, e não como uma tentativa de limitar a aplicação da doutrina de equivalentes ao escopo das reivindicações, cada um dos parâmetros numéricos devem ser interpretados à luz do número de dígitos significativos e abordagens ordinárias comuns.

[0137] Não obstante o que os intervalos numéricos e parâmetros estabelecem no amplo escopo da invenção são aproximações, os valores numéricos estabelecidos nos exemplos específicos são relatados com a maior precisão possível. Qualquer valor numérico, no entanto, inerentemente contém alguns erros que decorrem do desvio padrão encontrado nos seus respectivos testes de medições.

Reivindicações

1. Processo para a produção de um gel de polímero superabsorvente com finos polímeros superabsorventes reciclados caracterizado por compreender as seguintes etapas:

a) tratar os finos polímeros superabsorventes com uma solução cáustica contendo a partir de 0,1 a 12% de soda cáustica, em que a soda cáustica é selecionada a partir de hidróxido de sódio, carbonato de sódio ou bicarbonato de sódio, com base no peso do polímero superabsorvente fino, em que o polímero superabsorvente fino tem um tamanho médio de partícula menor que 150µm;

b) misturar os polímeros superabsorventes finos tratados obtidos na etapa a) com uma solução de polimerização que contenha pelo menos um agente de ligação e um monômero parcialmente neutralizado, em que o conteúdo dos polímeros superabsorventes finos em relação ao montante total do monômero é de 0,1 a 30p/p%;

c) polimerizar a mistura obtida na etapa b) para produzir o gel polímero superabsorvente;

d) triturar o polímero absorvente fluido aquoso a partir da dita etapa de polimerização, secar do dito polímero triturado; separar o dito polímero superabsorvente particulado seco em uma parcela com uma granulometria desejada de 150µm a 850µm, conforme medido pela triagem através de uma tela de

malha 20 padrão dos EUA e mantendo em uma tela de malha 100 padrão dos EUA;

e) revestir o dito polímero superabsorvente particulado com um agente de ligação de superfície e aditivos de superfície, aquecer o dito polímero revestido, separar o dito polímero superabsorvente particulado seco em uma porção tendo um tamanho de partícula desejado de 150µm a 850µm, conforme medido pela triagem através de uma tela de malha 20 padrão dos EUA e mantendo em uma tela de malha 100 padrão dos EUA.

2. Processo para a produção de polímero superabsorvente particulado de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por compreender ainda as etapas de separação dos polímeros superabsorventes finos tendo um tamanho de partícula inferior a 150µm, tratamento do polímero superabsorvente fino com uma solução cáustica contendo a partir de 0,1 a 12% de soda cáustica, em que a soda cáustica é selecionada a partir de hidróxido de sódio, carbonato de sódio ou bicarbonato de sódio, com base no peso do polímero superabsorvente fino, e reciclagem do dito polímero superabsorvente fino tratado para a etapa de polimerização para a formação do dito gel de polímero superabsorvente.

3. Processo para a produção de polímero superabsorvente particulado de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o dito monômero ser um monômero etilenicamente insaturado selecionado a partir do amido, ácido carboxílico ou seus ésteres, aminas vinil ou seus sais ou suas misturas.

4. Processo para a produção de gel de polímero superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o dito polímero ser um polímero ligado de ácido poliacrílico, poliacrilato de sódio ou copolímeros dos mesmos.

5. Processo para a produção de gel de polímero superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a dita solução de monômero incluir um iniciador.

6. Processo para a produção de um gel de polímero superabsorvente a partir da reciclagem de polímeros superabsorventes finos caracterizado por compreender as seguintes etapas:

a) tratar os finos polímeros superabsorventes com uma solução cáustica contendo a partir de 0,1 a 12% de soda cáustica, em que a soda cáustica é selecionada a partir de hidróxido de sódio, carbonato de sódio ou bicarbonato de sódio, com base no peso do polímero superabsorvente fino;

b) misturar os polímeros superabsorventes finos tratados obtidos na etapa a) com uma solução de polimerização que contenha pelo menos um agente de ligação e um monômero em que o conteúdo dos finos polímeros superabsorventes em relação ao montante total do monômero é de 0,1 a 30p/p%;

c) polimerizar a mistura obtida na etapa b) para produzir o gel de polímero; e

d) pós-neutralizar o gel de polímero para formar um gel de polímero superabsorvente.

7. Processo para a produção de gel de polímero superabsorvente de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por o polímero superabsorvente fino ter um tamanho médio de partícula de menos de 150µm.

8. Processo para a produção de gel de polímero superabsorvente de acordo com a reivindicação 7 que compreende ainda as etapas para fazer um polímero superabsorvente particulado, caracterizado por as etapas compreenderem triturar o polímero absorvente fluido aquoso da dita etapa de polimerização; secar o dito polímero triturado; separar o dito polímero superabsorvente particulado seco em uma parte que tenha um tamanho de partícula desejado de 150µm a 850µm, conforme medido pela triagem através de uma tela de malha 20 padrão dos EUA e mantido em uma tela de malha 100 padrão dos EUA e separar os polímeros superabsorventes finos tendo um tamanho de partícula inferior a 150µm e reciclar os ditos polímeros superabsorventes finos para a etapa de polimerização para a formação do dito gel de polímero superabsorvente e revestir o dito polímero superabsorvente particulado com um agente de ligação de superfície e aditivos de superfície, aquecer o dito polímero revestido, separar o dito polímero superabsorvente particulado seco em uma parte que tenha um tamanho de partícula desejado de 150µm a 850µm, conforme

medido pela triagem através de uma tela de malha 20 padrão dos EUA e mantido em uma tela de malha 100 padrão dos EUA.

9. Processo para a produção de gel de polímero superabsorvente de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por o dito polímero ser um polímero ligado de ácido poliacrílico, poliacrilato de sódio ou copolímeros dos mesmos.

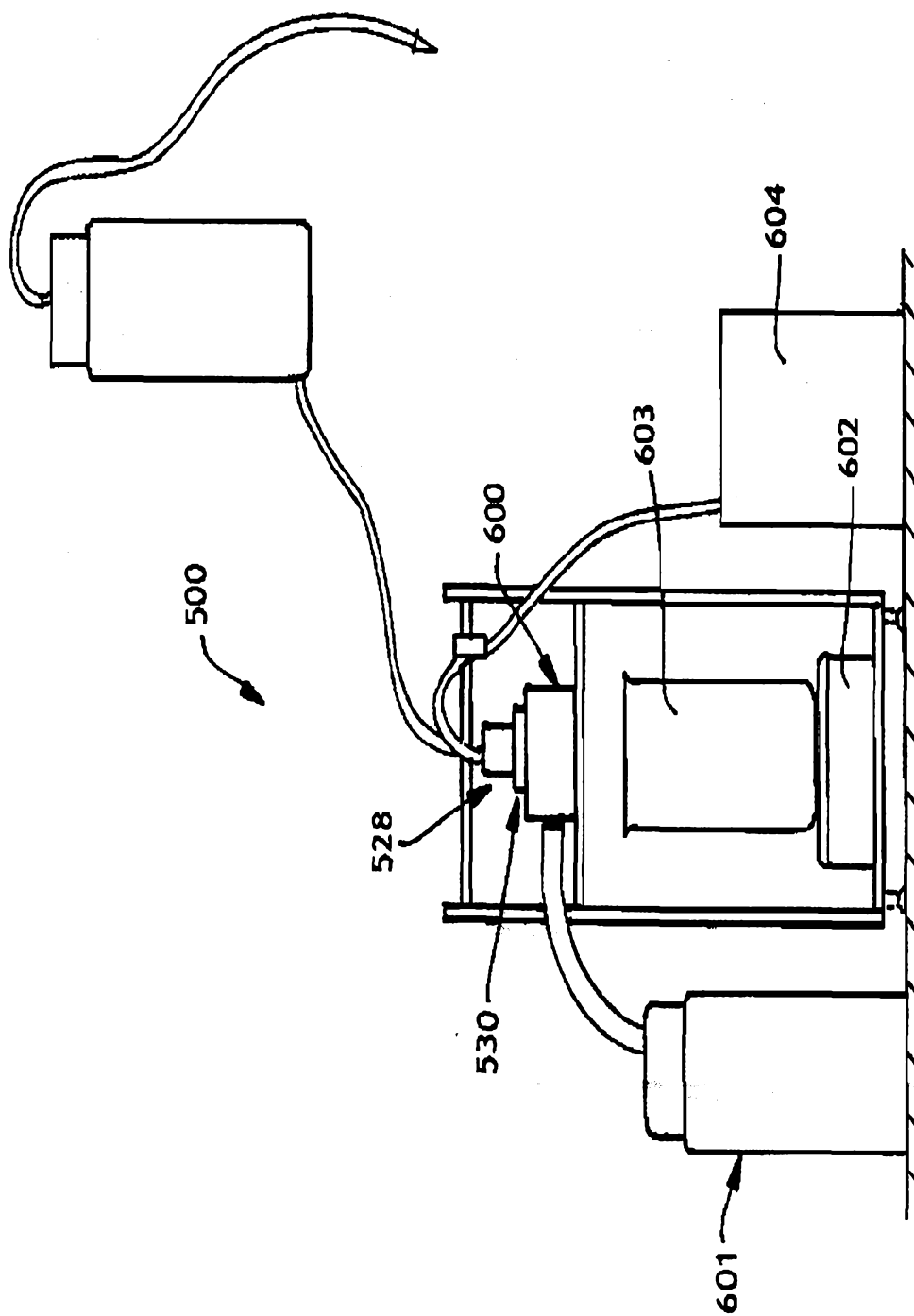


FIGURA 1

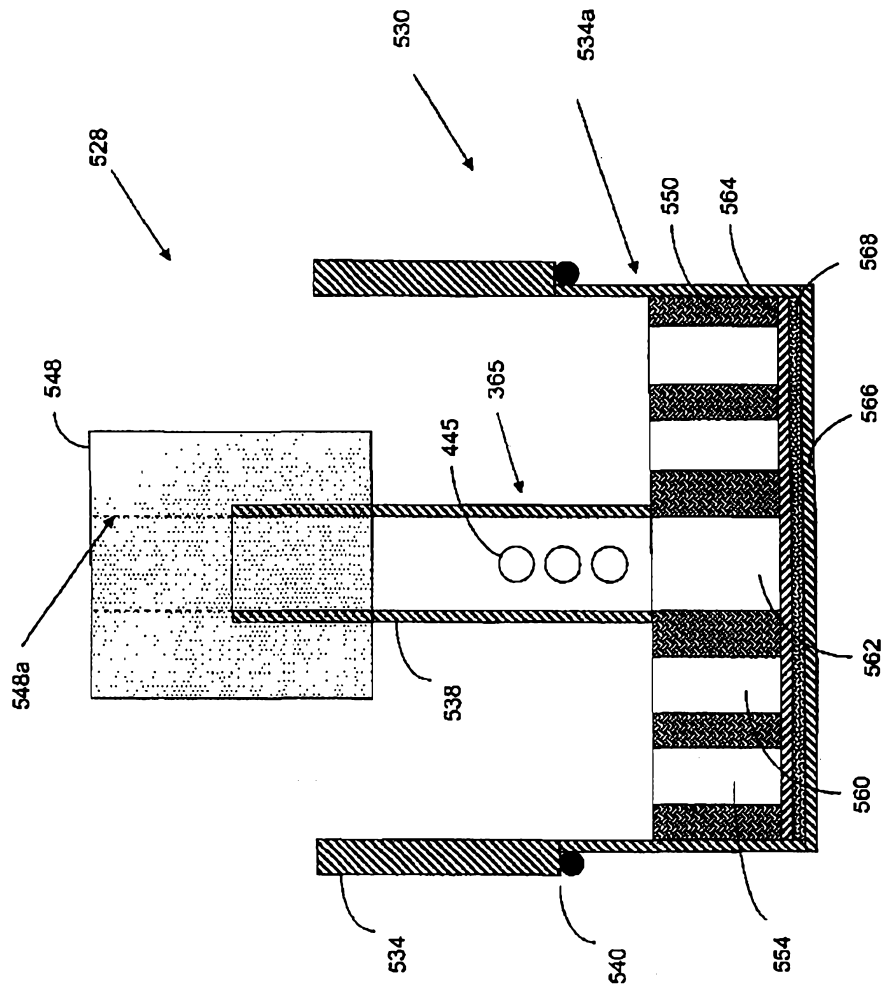


FIGURE 2

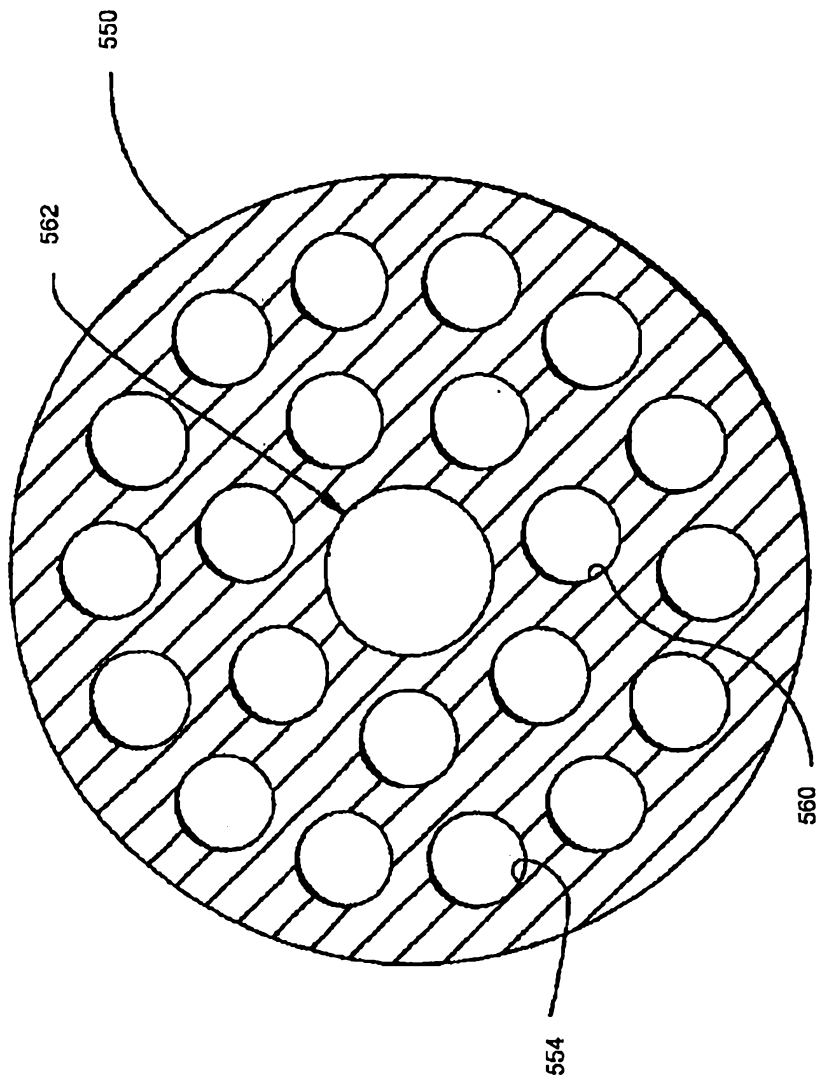


FIGURE 3

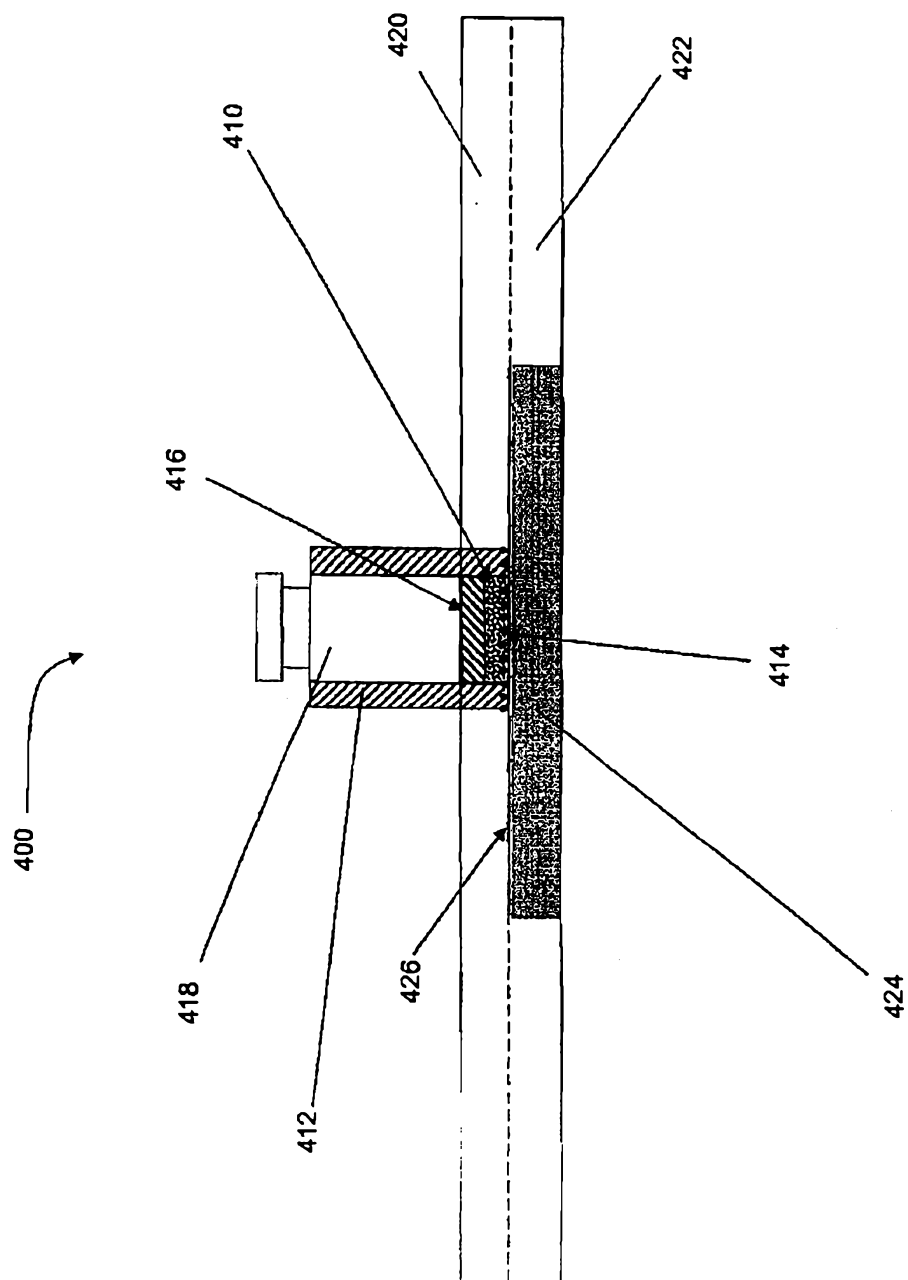


FIGURA 4