



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

(11) PI 0905742-0 B1

(22) Data do Depósito: 19/01/2009

(45) Data de Concessão: 07/08/2018



(54) Título: ARTIGOS ABSORVENTES COMPREENDENDO MATERIAIS ABSORVENTES EXIBINDO DESINTUMESCIMENTO/ REINTUMESCIMENTO

(51) Int.Cl.: A61L 15/42; A61L 15/48; A61L 15/60; A61F 13/53

(30) Prioridade Unionista: 30/01/2008 US 61/063,093, 30/06/2008 US 12/217,020

(73) Titular(es): KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC.

(72) Inventor(es): RICHARD N. DODGE II; JIAN QIN; SCOTT J. SMITH; GONGLU TIAN; YARU SHI

(85) Data do Início da Fase Nacional: 21/07/2010

**"ARTIGOS ABSORVENTES COMPREENDENDO MATERIAIS ABSORVENTES EXIBINDO
DESINTUMESCIMENTO/REINTUMESCIMENTO"**

Este pedido de patente reivindica o benefício sob a 35 U.S.C 119(e) do Pedido Provisório U.S. de No. de Série 5 61/063.093 intitulado "Absorbent Articles Comprising Absorbent Materials Exhibiting Deswell/Reswell", depositado no Escritório Americano de Marcas e Patentes, em 30 de Janeiro de 2008. A totalidade do pedido provisório de número de série 61/063.093 é incorporado neste relatório por referência.

10

HISTÓRICO

Um polímero superabsorvente é um polímero parcialmente neutralizado, reticulado, que é capaz de absorver grandes quantidades de líquidos aquosos e fluidos corporais, tais como urina ou sangue, com intumescimento e a formação de 15 hidrôgéis, e de retenção de fluidos sob uma certa pressão. Composições de polímero superabsorvente podem incluir tratamento posterior do polímero superabsorvente, tal como reticulação em superfície, tratamento de superfície e outro tratamento. Partículas de polímero superabsorvente são partículas de polímeros 20 superabsorventes ou de composições de polímero superabsorvente. A menos que de outro modo especificado, o acrônimo "SAP" pode ser utilizado aqui no lugar de polímero superabsorvente, composição de polímero superabsorvente e suas partículas.

Composições de polímero superabsorvente 25 comercialmente disponíveis incluem tipicamente poli(ácidos acrílicos) reticulados ou polímeros de enxerto de ácido acrílico-amido reticulados, nos quais alguns dos grupos carboxila são neutralizados com solução de hidróxido de sódio ou solução de hidróxido de potássio. Um uso principal de composições de polímero 30 superabsorvente é em compósitos de absorvente que são utilizados em artigos absorventes, como fraldas, calças de treinamento, produtos para incontinência, ou produtos de cuidado femininos. Por razões de adaptação, conforto e estética, e de aspectos ambientais, há uma tendência crescente em se fazer artigos 35 absorventes menores e mais finos. Isso é frequentemente realizado por redução do teor de fibra de felpa de volume elevado

tipicamente presente nesses artigos. Para assegurar capacidade de retenção total constante de fluidos corporais nos artigos higiênicos, o teor de composição de polímero superabsorvente dos artigos absorventes é tipicamente aumentado.

5 A distribuição de fluido em um compósito absorvente depende genericamente: da quantidade de líquido livre disponível para distribuição, da estrutura e dos materiais do compósito absorvente e de um fator de tempo. Entretanto, compósitos de absorvente atuais úteis em núcleos de absorvente de
10 artigos absorventes, em geral, têm propriedades inadequadas (ou menos do que desejáveis) de distribuição de fluido. A distribuição de fluido pobre diminui a eficiência de utilidade total de compósitos de absorvente, visto que nem toda a composição de polímero superabsorvente absorve o líquido (isto é, o SAP não é
15 completamente utilizado).

 Uma solução potencial conhecida na técnica, para aperfeiçoar a distribuição de fluido em um compósito absorvente, é utilizar composições de polímero superabsorvente tendo uma velocidade de absorbância lenta. A teoria para utilizar
20 composições de polímero superabsorvente de absorbância lenta é que haveria bloqueio de gel diminuído ou retardado e, por meio disto, forneceria mais líquido livre, bem como mais tempo para o líquido de distribuir para longe a partir da zona de alvo de descarga. Entretanto, embora a distribuição possa ser intensificada
25 utilizando o superabsorvente lento, o compósito absorvente tipicamente não fornece proteção necessária contra vazamento.

 Como pode ser observado no uso de composições de polímero superabsorvente de absorbância lenta, há um conflito entre as funções de aprisionamento e de distribuição. Um problema
30 é que o tempo necessário para aprisionar líquido na composição de polímero superabsorvente e estrutura compósita aberta por intumescimento de SAP é relativamente longo. É o líquido livre, que está na zona de alvo durante um período de descarga fluida que é difícil de atingir o núcleo de produto absorvente e se acredita
35 seja responsável por vazamento de líquido a partir de um produto absorvente enquanto em uso. Para reduzir vazamento, o material superabsorvente necessita aprisionar líquido em uma velocidade

similar à velocidade de entrega de líquido, de modo que um produto absorvente tenha funcionalidade de manejo de fluido adequada. Entretanto, se a composição de polímero superabsorvente absorver o líquido, então, a distribuição de líquido é reduzida, uma vez que
5 não há líquido livre a ser entregue após descarga fluida.

Há uma demanda por um compósito absorvente ou por um sistema absorvente que demonstre a capacidade de um SAP rapidamente aprisionar líquido e, então, gradualmente liberar esse líquido, de modo que possa ser distribuído para resultar em
10 comportamento de distribuição e de vazamento desejável. Há uma demanda adicional por um artigo absorvente que exiba propriedades de distribuição de fluido intensificadas, enquanto se mantém propriedades de aprisionamento aperfeiçoadas, por meio disto maximizando as capacidades de absorção do artigo absorvente e/ou
15 de seus componentes.

RESUMO

Em resposta às demandas discutidas acima, um artigo absorvente da presente invenção compreende um compósito absorvente ou um sistema absorvente que exhibe comportamento de
20 intumescimento/desintumescimento/reintumescimento.

Em alguns aspectos, um artigo absorvente compreende um núcleo absorvente, sendo que o núcleo absorvente inclui uma composição absorvente. A composição absorvente compreende a) um SAP com grupos funcionais aniônicos, b) um agente de desencadeamento de desintumescimento que compreende um primeiro
25 ente químico solúvel em água que compreende cátions X tendo uma valência ionizada de dois ou mais e c) um agente de desencadeamento de reintumescimento que compreende um segundo ente químico solúvel em água que compreende ânions Y. Além disso, os
30 cátions X do primeiro ente químico solúvel em água são capazes de se complexarem com os grupos funcionais aniônicos do SAP, e os ânions Y do segundo ente químico solúvel em água são capazes de se complexarem com os cátions X para formar um sal tendo uma constante de produto de solubilidade $K_{sp} < 10^{-5}$. Em alguns
35 aspectos, o artigo absorvente compreende ainda uma folha de topo e uma folha posterior, sendo que o núcleo absorvente está disposto entre a folha de topo e a folha posterior. Em alguns aspectos, o

núcleo absorvente compreende cerca de 60% a cerca de 95% em peso da composição absorvente, com base no peso do núcleo. Em alguns aspectos, o SAP é uma composição de polímero superabsorvente da presente invenção. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente
5 compreende ainda felpa. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente compreende ainda um tensoativo. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente compreende camadas. Em alguns aspectos, o artigo absorvente é selecionado a partir de artigos absorventes de cuidados pessoais, artigos absorventes médicos/de saúde, artigos
10 absorventes domésticos/industriais ou artigos absorventes para construção/esportes. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente compreende desde cerca de 10% em peso a cerca de 90% em peso do SAP, desde cerca de 5% em peso a cerca de 60% em peso do agente de desencadeamento de desintumescimento, e desde cerca de 5% em peso
15 a cerca de 60% em peso do agente de desencadeamento de reintumescimento. Em alguns aspectos, o SAP, o agente de desencadeamento de desintumescimento e o agente de desencadeamento de reintumescimento estão em forma de partículas e o tamanho de partícula está na faixa de cerca de 150 μm a cerca de 850 μm . Em
20 alguns aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento compreende um ente químico solúvel em água selecionado a partir de cloreto de alumínio, sulfato de alumínio, cloreto de bário, acetato de cálcio, cloreto de cálcio, formato de cálcio, acetato de magnésio, cloreto de magnésio, formato de magnésio, acetato de
25 zinco, cloreto de zinco, formato de zinco e sulfato de zinco. Em alguns aspectos, o agente de desencadeamento de reintumescimento compreende um ente químico solúvel em água selecionado a partir de fluoreto de sódio, hidrogeno carbonato de sódio, carbonato de sódio, citrato de sódio, oxalato de sódio, fosfato de sódio,
30 poli(fosfato de sódio), sulfeto de sódio, sulfato de sódio ou tripoli(fosfato de sódio). Em alguns aspectos, o primeiro ente químico solúvel em água é formato de cálcio e o segundo ente químico solúvel em água é carbonato de sódio. Em alguns aspectos, pelo menos um do agente de desencadeamento de desintumescimento
35 e/ou agente de desencadeamento de reintumescimento compreende um material de revestimento polimérico, que é selecionado a partir de copolímeros de poli(met)acrilato, copolímeros de poli(acrilato,

etil-celulose, carbóxi-metil-celulose de sódio, acetato de celulose, polietileno glicol, polipropileno maleado, copolímeros de poliolefina, ou combinações de tais. Em alguns aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento e o agente de desencadeamento de reintumescimento têm um perfil de liberação selecionado para liberar o ente químico solúvel em água após exposição a fluido aquoso e o primeiro ente químico solúvel em água tem liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água antes que o primeiro ente químico solúvel em água seja 100% liberado. Em alguns aspectos, desde cerca de 50% em peso a 100% em peso do ente químico solúvel em água são liberados a partir do agente de desencadeamento em menos do que cerca de 240 minutos após exposição a líquido aquoso, como medido pelo Teste de Medição de Perfil de Liberação. Em alguns aspectos, o SAP compreende poli(ácido acrílico) reticulado parcialmente neutralizado, tendo desde cerca de 40 a cerca de 60 por cento em mol dos grupos funcionais ácidos neutralizados e uma capacidade de retenção centrífuga de pelo menos cerca de 25 g/g. Em alguns aspectos, o SAP compreende cerca de desde 0,05% em peso a cerca de 10,0% em peso de um agente de expansão. Em alguns aspectos, o agente de expansão compreende um carbonato ou composto do mesmo. Em alguns aspectos, o agente de expansão está encapsulado com uma resina que é selecionada a partir de resinas naturais ou sintéticas, borrachas de acrilonitrila-butadieno, materiais cerâmicos endurecíveis viscosos, poliolefinas, polietileno glicol, copolímeros de olefina, olefinas poliaromáticas, compostos estirênicos ou halo-diolefinas polimerizadas. Em alguns aspectos, a resina compreende polietileno glicol. Em alguns aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento tem um perfil de liberação para liberar o ente químico solúvel em água, sendo que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal, e o agente de desencadeamento de reintumescimento tem um perfil de liberação sigmoidal para liberar o segundo ente químico solúvel em água; sendo que o primeiro ente químico solúvel em água tem uma liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico

solúvel em água após exposição a fluido aquoso e antes de cerca de 100% de liberação.

Em alguns aspectos, o artigo absorvente compreende um núcleo absorvente, sendo que o núcleo absorvente inclui uma composição absorvente. A composição absorvente compreende a) um SAP, que compreende poli(ácido acrílico) reticulado parcialmente neutralizado, sendo que desde cerca de 40 por cento em mol a cerca de 60 por cento em mol dos grupos funcionais ácidos estão neutralizados, tendo um pH menor do que cerca de 6,0; b) um agente de desencadeamento de desintumescimento, que compreende um primeiro ente químico solúvel em água; e c) um agente de desencadeamento de reintumescimento que compreende um segundo ente químico solúvel em água tendo um pH de cerca de 10 ou mais. Além disso, quando a composição absorvente for colocada em contato com um fluido aquoso, o SAP exibirá comportamento de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento e o SAP intumescido resultante terá um pH mais elevado do que o SAP de a). Em alguns aspectos, o artigo absorvente compreende ainda uma folha de topo e uma folha posterior, sendo que o núcleo absorvente está disposto entre a folha de topo e a folha posterior. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente compreende cerca de 60% a cerca de 95% em peso da composição absorvente. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente compreende camadas. Em alguns aspectos, o artigo absorvente é selecionado a partir de artigos absorventes de cuidados pessoais, artigos absorventes médicos/de saúde, artigos absorventes domésticos/industriais ou artigos absorventes para construção/esportes. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente compreende desde cerca de 10% em peso a cerca de 90% em peso do SAP, desde cerca de 5% em peso a cerca de 60% em peso do agente de desencadeamento de desintumescimento, e desde cerca de 5% em peso a cerca de 60% em peso do agente de desencadeamento de reintumescimento. Em alguns aspectos, o SAP é uma composição de polímero superabsorvente da presente invenção. Em alguns aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento compreende um ácido ou material ácido. Em alguns aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento compreende cátions tendo uma valência ionizada de pelo menos dois. Em alguns aspectos, o

primeiro ente químico solúvel em água é selecionado a partir de cloreto de alumínio, sulfato de alumínio, cloreto de bário, acetato de cálcio, cloreto de cálcio, formato de cálcio, acetato de magnésio, cloreto de magnésio, formato de magnésio, acetato de zinco, cloreto de zinco, formato de zinco e sulfato de zinco. Em alguns aspectos, o agente de desencadeamento de reintumescimento compreende um sal de carbonato. Em alguns aspectos, o primeiro ente químico solúvel em água é selecionado a partir de ácido sulfâmico e formato de cálcio e o segundo ente químico solúvel em água é carbonato de sódio. Em alguns aspectos, pelo menos um de agente de desencadeamento de desintumescimento e/ou de agente de desencadeamento de reintumescimento compreende um material de revestimento polimérico, que é selecionado a partir de copolímeros de poli(met)acrilato, copolímeros de poliacrilato, etil-celulose, carbóxi-metil-celulose de sódio, acetato de celulose, polietileno glicol, polipropileno maleado, copolímeros de poliolefina ou combinações de tais. Em alguns aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento e o agente de desencadeamento de reintumescimento têm um perfil de liberação selecionado para liberar o ente químico solúvel em água após exposição a fluido aquoso e o primeiro ente químico solúvel em água tem liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água antes que o primeiro ente químico solúvel em água seja 100% liberado. Em alguns aspectos, o SAP compreende desde cerca de 0,05% a cerca de 10,0% em peso de um agente de expansão. Em alguns aspectos, o agente de expansão está encapsulado com uma resina que é selecionada a partir de resinas naturais ou sintéticas, borrachas de acrilonitrila-butadieno, materiais cerâmicos endurecíveis viscosos, poliolefinas, polietileno glicol, copolímeros de olefina, olefinas poliaromáticas, compostos estirênicos ou halo-diolefinas polimerizadas. Em alguns aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento tem um perfil de liberação para liberar o ente químico solúvel em água, sendo que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal, e o agente de desencadeamento de reintumescimento tem um perfil de liberação sigmoidal para liberar o segundo ente químico solúvel em

água; sendo que o primeiro ente químico solúvel em água tem uma liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água após exposição a fluido aquoso e antes de cerca de 100% de liberação.

5 Inúmeras outras características e vantagens da presente invenção aparecerão a partir da seguinte descrição. Na descrição, faz-se referência aos aspectos exemplificativos da invenção. Tais aspectos não representam o escopo total da invenção. Deve-se, portanto, fazer referência às reivindicações
10 nela para interpretar o escopo total da invenção. No interesse de brevidade e concisão, quaisquer faixas de valores mostrados nesse relatório descritivo contemplam todos os valores dentro da faixa e devem ser construídos como suporte para reivindicações que mencionem quaisquer sub-faixas tendo pontos finais que sejam
15 valores de números reais dentro da faixa especificada em questão. Por meio de um exemplo ilustrativo hipotético, uma revelação neste relatório descritivo de uma faixa desde 1 a 5 será considerada como suportando reivindicações para quaisquer das seguintes faixas: 1-5; 1-4; 1-3; 1-2; 2-5; 2-4; 2-3; 3-5; 3-4 e 4-5.

20 **BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS**

As características, os aspectos e as vantagens acima e outros, da presente invenção, tornar-se-ão melhor entendidos com respeito à seguinte descrição, reivindicações apenas e desenhos em anexo, em que:

25 A Figura 1 é um aparelho para o Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento;

A Figura 2 é uma vista lateral de um aparelho para o Teste de Admissão em Berço;

30 A Figura 3 é uma vista em planta de uma concretização de um artigo absorvente, que pode ser utilizado com a presente invenção;

A Figura 4 é um diagrama esquemático de uma versão de um processo e aparelho para produzir um núcleo absorvente;

35 A Figura 5 é uma seção transversal de um compósito absorvente que compreende SAP e agentes de desencadeamento distribuídos de um modo homogêneo;

A Figura 6 é uma seção transversal de um compósito absorvente que compreende SAP e agentes de desencadeamento, os quais estão dispostos para ter regiões ricas em composição de polímero superabsorvente e regiões ricas em agente de desencadeamento na direção-z;

A Figura 7 é uma seção transversal de um compósito absorvente que compreende agentes de desencadeamento que estão preferencialmente localizados em uma zona de alvo;

A Figura 8A é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual agentes de desencadeamento estão localizados em camadas discretas;

A Figura 8B é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual agentes de desencadeamento estão localizados em uma zona de alvo nas camadas discretas;

A Figura 8C é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma camada discreta acima de um compósito absorvente, enquanto um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada discreta abaixo do compósito absorvente;

A Figura 8D é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma zona de alvo de uma camada discreta acima de um compósito absorvente, enquanto um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma zona de alvo de uma camada discreta abaixo do compósito absorvente;

A Figura 8E é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada discreta acima de um compósito absorvente, enquanto um agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma camada discreta abaixo do compósito absorvente;

A Figura 8F é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma zona de alvo de uma camada discreta acima de um compósito absorvente, enquanto um agente de

desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma zona de alvo de uma camada discreta abaixo do compósito absorvente;

A Figura 8G é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em um compósito absorvente, um agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma camada discreta acima do compósito absorvente e SAP está localizado em uma camada discreta abaixo do compósito absorvente;

A Figura 8H é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em um compósito absorvente, um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada discreta acima do compósito absorvente e SAP está localizado em uma camada discreta abaixo do compósito absorvente;

A Figura 8I é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em um compósito absorvente, SAP está localizado em uma camada discreta acima do compósito absorvente e o agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma camada discreta abaixo do compósito absorvente;

A Figura 8J é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em um compósito absorvente, SAP está localizado em uma camada discreta acima do compósito absorvente e um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada discreta abaixo do compósito absorvente;

A Figura 9 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de ácido sulfâmico revestido com poli(met)acrilato;

A Figura 10 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de formato de cálcio revestido com poli(met)acrilato;

A Figura 11 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de formato de cálcio revestido com acetato de celulose ou acetato de celulose/etil-celulose;

A Figura 12 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de carbonato de sódio revestido com poli(met)acrilato;

A Figura 13 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de carbonato de sódio revestido como polipropileno maleado;

5 A Figura 14 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento para um produto de SAP específico com várias misturas de agentes de desencadeamento de desintumescimento;

10 A Figura 15 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para um produto de SAP específico e com várias misturas de agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento;

15 A Figura 16 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para material superabsorvente de SAP-B e com agentes de desencadeamento de TA_D -A e TA_R -B;

20 A Figura 17 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para SAP-C e SAP-D com várias misturas de agentes de desencadeamento TA_D -A e TA_R -B;

25 A Figura 18 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para um produto de SAP específico e com agentes de desencadeamento TA_D -C e TA_R -A;

30 A Figura 19 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para material superabsorvente de SAP-B e com várias misturas de agentes de desencadeamento TA_D e TA_R ;

35 A Figura 20 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para material superabsorvente de SAP-D e com várias misturas de agentes de desencadeamento TA_D -F e TA_R -C;

A Figura 21 é uma vista lateral dos Exemplos 41 a 44;

35 A Figura 22 é uma vista lateral dos Exemplos 47 a 49;

A Figura 23 é uma vista lateral dos Exemplos 52 a 54;

A Figura 24 é uma vista de topo dos Exemplos 52 a 54;

5 A Figura 25A é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual SAP está uniformemente distribuído ao longo de toda a camada de compósito absorvente, e um agente de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento está localizado substancialmente somente em pelo menos uma camada discreta localizada acima e abaixo da camada de compósito absorvente;

10 A Figura 25B é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual o agente de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento está substancialmente localizado em uma zona de alvo de pelo menos uma camada discreta;

15 A Figura 25C é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma camada discreta localizada acima da camada de compósito absorvente e um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado substancialmente em uma camada discreta localizada abaixo da
20 camada de compósito absorvente;

A Figura 25D é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual os agentes de desencadeamento estão presentes, cada um, em uma zona de alvo de uma camada discreta;

25 A Figura 25E é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada discreta localizada acima da camada de compósito absorvente e um agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado substancialmente em uma camada discreta localizada abaixo da
30 camada de compósito absorvente;

A Figura 25F é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual os agentes de desencadeamento estão presentes, cada um, em uma zona de alvo de uma camada discreta;

35 A Figura 25G é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada de compósito absorvente, um agente de desencadeamento de desintumescimento está

localizado em uma camada discreta acima da camada de compósito absorvente e SAP está localizado em uma camada discreta abaixo da camada de compósito absorvente;

5 A Figura 25H é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual SAP está localizado em uma camada de compósito absorvente, um agente de desencadeamento desintumescimento está localizado em uma camada discreta acima da camada de compósito absorvente e um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada adicional
10 localizada acima da camada de agente de desencadeamento de desintumescimento;

A Figura 25I é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada de compósito
15 absorvente, SAP está localizado em uma camada discreta acima da camada de compósito absorvente e agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma camada discreta abaixo da camada de compósito absorvente; e

A Figura 25J é uma seção transversal de um sistema absorvente, no qual um SAP está localizado em uma camada de compósito absorvente, agente de desencadeamento de desintumescimento está localizado em uma camada discreta abaixo da
20 camada de compósito absorvente e um agente de desencadeamento de reintumescimento está localizado em uma camada adicional abaixo da camada de agente de desencadeamento de reintumescimento.
25

Uso repetido de caracteres de referência no presente relatório descritivo e desenhos pretende representar características ou elementos iguais ou análogos da presente invenção.

30

MÉTODOS DE TESTE

A menos se mencionado de outro modo, todos os testes são conduzidos em uma temperatura de 21°C e uma umidade relativa entre 10% e 60%. A menos se mencionado de outro modo, o fluido de teste utilizado em todos os métodos de teste descritos
35 abaixo é uma solução de cloreto de sódio à 0,9% em peso aquosa (à qual se refere também aqui como "salina à 0,9% em peso", ou meramente como "salina"), tal como aquela disponível a partir de

Ricca Chemical Company, tendo um local de negócios em Arlington, Texas, EUA.

Teste de Capacidade de Retenção Centrífuga

O Teste de Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC) mede a capacidade do SAP (ou a composição absorvente) em reter líquido nele após estar saturado e submetido à centrifugação sob condições controladas. A capacidade de retenção resultante é indicada como gramas de líquido retido por peso em gramas da amostra (g/g). A amostra a ser testada é preparada a partir de partículas que são pré-selecionadas através de uma tela de 30 mesh padrão do padrão norte-americano e retida em uma tela de 50 mesh do padrão norte-americano. Como um resultado, a amostra de SAP compreende partículas com tamanho na faixa desde cerca de 300 a cerca de 600 microns. As partículas podem ser pré-selecionadas manualmente ou automaticamente.

A capacidade de retenção é medida por colocação de cerca de 0,2 gramas da amostra de SAP pré-selecionada (ou da composição absorvente) em uma bolsa permeável à água que conterá a amostra, embora permitindo que uma solução de teste (cloreto de sódio à 0,9 por cento em peso em água destilada) seja absorvida livremente pela amostra. É adequado um material de bolsa de chá selável com calor, tal como aquele disponível a partir de *Dexter Corporation* (tendo local de negócios em Windsor Locks, Connecticut, EUA), como designação de modelo papel de filtro selável com calor 1234T. A bolsa é formada por dobradura de uma amostra de 12,7 cm por 7,6 cm do material de bolsa ao meio e selagem com calor de duas das bordas abertas para formar uma bolsa retangular. Os selos com calor são de cerca de 1,52 centímetros do lado de dentro da borda do material. Depois que a mostra for colocada na bolsa, a borda aberta remanescente da bolsa é também selada com calor. Bolsas vazias são também feitas para servirem como controles. Três amostras são preparadas para cada amostra a ser testada.

As bolsas seladas são submersas em uma tigela contendo a solução de teste em cerca de 23°C, certificando-se de que as bolsas sejam mantidas imersas até que elas estejam completamente molhadas. Depois de molhar, as amostras permanecem

na solução durante cerca de 30 minutos, em cujo momento elas são removidas da solução e temporariamente colocadas em uma superfície plana não absorvente.

As bolsas molhadas são, então, colocadas na
5 cesta, sendo que as bolsas molhadas são separadas umas das outras e são colocadas na borda circunferencial externa da cesta, sendo que a cesta é de uma centrífuga adequada capaz de submeter as amostras a uma força G de cerca de 350. Uma centrífuga adequada é uma CLAY ADAMS DYNAC II, modelo #0103, tendo uma cesta de coleta
10 de água, um medidor de rpm digital e uma cesta para drenagem usinada adaptada para reter e drenar as amostras de bolsa chatas. Quando múltiplas amostras forem centrifugadas, as amostras são colocadas em posições opostas dentro da centrífuga para equilibrar a cesta quando da rotação. As bolsas (incluindo as bolsas vazias
15 molhadas) são centrifugadas em cerca de 1.600 rpm (por exemplo, para se atingir uma força G como alvo de cerca de 290 g-força com uma variância de desde cerca de 280 a cerca de 300 g-força), durante 3 minutos. A força G é definida como uma unidade de força inercial em um corpo que é submetido à aceleração rápida ou
20 gravidade, igual a $9,75 \text{ m/s}^2$ ao nível do mar. As bolsas são removidas e pesadas, com as bolsas vazias (controles) sendo pesadas em primeiro lugar, seguidas pelas bolsas contendo o SAP ou as amostras de composição absorvente. A quantidade de solução retida pela amostra, levando-se em consideração a solução retida
25 pela própria bolsa, é a capacidade de retenção centrífuga (CRC) do SAP ou da composição absorvente, expressa como gramas de líquido por gramas de SAP ou da composição absorvente. Mais particularmente, a capacidade de retenção é determinada pela seguinte equação:

$$30 \quad \frac{\text{amostra/bolsa depois de centrifugar} - \text{bolsa vazia depois de centrifugar} - \text{peso de amostra seca}}{\text{peso de amostra seca}}$$

As três amostras de um SAP ou composição
absorvente desejados são testados, e toma-se a média dos
resultados para determinar a Capacidade de Retenção Centrífuga
35 (CRC) do material. O desvio de medições de CRC pode ser de $\pm 0,5$.

Teste de pH de Polímero Superabsorvente

Esse teste mede o pH de uma solução de SAP (ou de composição absorvente) em salina à 0,9% em peso.

Materiais Necessários:

1. Medidor de pH.
- 5 2. Eletrodo de pH (*Brinkman, Unitrode, PN#20910674* ou equivalente).
3. Bécher de 250 mL.
4. Placa de agitação capaz de 500 rpm.
5. Barra de agitação (de cerca de 3 cm).
- 10 6. Salina à 0,9% em peso (Solução de Cloreto de Sódio Aquosa, número de parte 7213.09-5 a partir de *Ricca*, ou equivalente).
7. Barca de pesagem.
8. Balança (acurada para 0,0001 grama).
- 15 9. Temporizador (rastreador NIST).
10. Cilindro Graduado (classe A, capacidade de 100 mL).
11. Água ultra-pura.

Procedimento:

1. Obter um bécher de 250 mL.
- 20 2. Medir 150 mL de salina à 0,9% em peso para um cilindro graduado, e verter a salina no bécher de 250 mL.
3. Colocar uma barra de agitação no bécher.
4. Colocar a barca de pesagem por sobre a balança e tarar.
5. Pesar 1,0 g \pm 0,001 de superabsorvente para a barca de pesagem.
- 25 6. Verter a amostras no bécher de 250 mL.
7. Rotular o bécher com uma ID de amostra.
8. Colocar o bécher por sobre a placa de agitação à 500 rpm.
9. Dar partida no temporizador e ajustar para 3 minutos.
- 30 10. Deixar a amostra agitar durante 3 minutos.
10. Quando 3 minutos tiverem expirado, imergir o eletrodo de pH no bécher.
11. Continuar a agitar suavemente a amostra.
12. Ajustar o temporizador para 6 minutos.
- 35 13. Dar partida no temporizador e medir o pH.

14. Quando o tempo (isto é, 6 minutos) tiver expirado, registrar o valor medido.
15. Remover o eletrodo de pH a partir da amostra e enxaguar completamente com água ultra-pura.

5 Teste de Tempo de Vórtex

Descrição Geral

O teste de vórtex mede a quantidade de tempo em segundos necessária para 2 gramas de um SAP ou de uma composição absorvente fecharem um vórtex criado por agitação de 50 mililitros de solução de salina à 600 revoluções por minuto em uma placa de agitação magnética. O tempo que leva para o vórtex fechar é uma indicação da velocidade de absorção de intumescimento livre do SAP ou da composição absorvente.

Equipamento & Materiais

- 15 1. Bécher, 100 mililitros.
2. Placa de agitação magnética programável, capaz de fornecer 600 revoluções por minuto (tal como uma *Dataplate.RTM*, Modelo #721, comercialmente disponível a partir de *PMC Industries*).
- 20 3. Barra de agitação magnética sem anéis, 7,9 mm x 32 mm, recoberta com *teflon* (tal como S/PRIM), barras de agitação redondas de pacote único de marca com anel de pivô removível a partir de *Baxter Diagnostics*).
4. Cronometrar.
- 25 5. Balança, acurada para $\pm 0,001$ grama.
6. Solução de salina, 0,87% em peso de Salina de Banco de Sangue disponível a partir de *Baxter Diagnostics* (considerada para este teste a ser o equivalente de salina à 0,9% em peso).
- 30 7. Papel de pesagem.
8. Armazenar com atmosfera de condição padrão (Temperatura = $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa = $50\% \pm 0,2\%$).

Procedimento de Teste

1. Medir 50 g \pm 0,01 grama da solução de salina para o bécher de 100 mililitros.
2. Colocar a barra de agitação magnética no bécher.
3. Programar a placa de agitação magnética para 600
5 revoluções por minuto.
4. Colocar o bécher no centro da placa de agitação magnética, tal que a barra de agitação magnética seja ativada. O fundo do vórtex deve estar perto do topo da barra de agitação.
- 10 5. Pesar cada 2 gramas \pm 0,001 grama da amostra de polímero (isto é, SAP ou composição absorvente) a ser testada em papel de pesagem.

NOTA: A amostra é testada conforme recebida (isto é, ela iria para um compósito absorvente, tal como aqueles descritos aqui). Nenhuma seleção em relação a tamanho de partícula específico é feita, embora o tamanho de partícula seja conhecido para ter um efeito sobre este teste.
- 15 6. Enquanto a solução de salina estiver sendo agitada, verter rapidamente o SAP ou a composição absorvente a ser testada na solução de salina e iniciar a cronometragem. A amostra a ser testada deve ser adicionada à solução de salina entre o centro do vórtex e o lado do bécher.
- 20 7. Parar a cronometragem, quando a superfície da solução de salina se tornar plana e registrar o tempo.
- 25 8. O tempo, registrado em segundos, é relatado como o Tempo de Vórtex.

Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento

O Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento pretende medir a capacidade de absorção de
30 líquido da composição absorvente *versus* tempo.

Um aparelho adequado para esse teste é mostrado na Figura 1. Em uma extremidade deste aparelho está um reservatório de fluido 210 contendo solução salina à 0,9%. A outra extremidade do aparelho é um cilindro 280 para retenção da
35 composição absorvente, e uma pequena caixa plástica 240 para entrega de solução de salina para a composição absorvente. Por exemplo, um cilindro de Plexiglas (diâmetro interno do cilindro =

25 mm; altura 33 mm) com tecido de filtro de tela no fundo (400 mesh = 36 microns) pode ser usado para o teste. A placa de topo da caixa 240 tem orifícios (cerca de 1 mm de diâmetro) sobre ela. Um pedaço de papel de filtro 270 é colocado entre o cilindro 280 e a caixa 240 para assegurar bom contato de composição absorvente com solução de salina. A caixa 240 é colocada em um estrado 250 em uma balança eletrônica 260, que está conectada a um computador para registro da mudança de peso da composição absorvente durante a medição. A caixa 240 é conectada ao reservatório 210 através de um tubo flexível 230.

Antes da medição, a altura do reservatório 210 é ajustada a um nível adequado, de modo que a superfície do líquido no reservatório 210 esteja no mesmo nível que a superfície de topo da caixa 240.

O teste é iniciado por:

1. adição de 0,16 gramas da amostra de teste no cilindro 280 e colocação de um pistão plástico no topo da amostra de teste;
2. colocação do cilindro na caixa 240, tal que o fundo do cilindro esteja em contato com o líquido; e
3. iniciar imediatamente o registro da mudança de peso da amostra de teste.

O teste é interrompido depois de 240 minutos. A capacidade de absorção do material absorvente é calculado por divisão da absorção de líquido pelo peso do polímero superabsorvente na composição absorvente. A curva de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento é gerada por lançamento em gráfico da capacidade de absorção *versus* o tempo.

Teste de Medição de Perfil de Liberação

Teste de Liberação de Ácido Sulfâmico Revestido

A liberação de ácido sulfâmico é determinada por embebição do ácido sulfâmico revestido em água deionizada à temperatura ambiente (23°C) e medição do pH da solução usando um medidor de pH ORION (Modelo Nº 290A) e um eletrodo de pH (Modelo Nº ORION 8-172BNWP).

O ácido sulfâmico revestido (2,00 g) é selado em uma bolsa de chá. É adequado um material de bolsa de chá selável com calor, tal como aquele disponível a partir de *Dexter Corporation* (tendo um local de negócios em Windsor Locks, Connecticut, EUA) como designação de modelo papel de filtro selável com calor 1234T. 1.800 g de água deionizada são adicionados em um bécher de vidro com uma barra de agitação magnética (10 mm x 70 mm). O bécher é colocado em um agitador magnético, e a solução é agitada à 200 rpm. A bolsa de chá é embebida na água. Uma pequena quantidade de líquido (cerca de 20 g) é retirada em intervalos desejados (tal como a cada 2 minutos, ou a cada 5 minutos, ou a cada 10 minutos, ou a cada 20 minutos, por exemplo). O peso real de solução removida é registrado. O pH da solução removida é medido com o medidor de pH. Os dados a partir do eletrodo são convertidos em concentração de ácido sulfâmico liberado por uso da curva de calibração gerada com soluções padrão de ácido sulfâmico. A percentagem do ácido sulfâmico liberado é calculada com base no peso de ácido sulfâmico liberado e no peso total de ácido sulfâmico na amostra revestida.

20 Teste de Liberação de Formato de Cálcio Revestido

A liberação de formato de cálcio é determinada de acordo com o mesmo procedimento que para o Teste de Liberação de Ácido Sulfâmico Revestido, exceto pelo fato de que a concentração de formato de cálcio liberado é medida usando-se um *Varian Inductively Coupled Plasma* (Modelo N° Vista MPX Radical).

25 Teste de Liberação de Carbonato de Sódio Revestido

A liberação de carbonato de sódio é medida de acordo com o mesmo procedimento que para o Teste de Liberação de Ácido Sulfâmico Revestido, exceto pelo fato de que o carbonato de sódio liberado é determinado seguindo a liberação de íon sódio usando um eletrodo seletivo para sódio *Accumet* (disponível a partir de *Fisher Scientific*, # 13-620-503).

Teste de Admissão em Berço

Esse teste utiliza formação de imagem de raios X para determinar a quantidade de fluido localizado em vários locais

do compósito absorvente ou sistema absorvente. A formação de imagem de raios X é conhecida na técnica conforme discutido, por exemplo, em um artigo intitulado "Fluid Distribution: comparison of X-ray Imaging Data" por David F. Ring, Oscar Lijap e Joseph Pascente em *Nonwovens Worldmagazine*, verão de 1995, nas páginas 65-70, que é aqui incorporado por referência, de uma maneira que seja consistente com ela. Em geral, esse procedimento compara as imagens de raios X em escala de cinzas de uma amostra molhada e seca, a fim de calcular o teor em líquido em vários locais. Tais sistemas de raios X estão disponíveis, por exemplo, a partir de *Precision X-ray Inc.*, tendo um local de negócios localizado em 31 Business Park Drive, Branford, Connecticut, EUA, como modelo nº 10561 HF 100 com fechamento. Esse sistema pode usar *software* de análise de imagens a partir de *Optimus Inc.*, tendo um local de negócios localizado em Ft. Collins, Colorado, EUA, como BIO-SCAN OPTIMATE S/N OPM4101105461 versão 4.11, ou equivalente. O sistema de raios X é operado com um tempo de exposição de 1,5 segundos, com uma voltagem de tubo de 40 KV e corrente de 16 mA. A amostra de compósito absorvente ou de sistema absorvente é mantida na configuração de berço durante a formação de imagem de raios X.

Procedimento:

1. Amostras de compósito absorvente (ou amostras de sistema absorvente), medindo 7,6 cm de largura por 38,1 cm, são colocadas em um berço em formato de U (Figura 2) tal que o ponto médio da direção longitudinal esteja posicionado no fundo do berço.
2. Uma bomba peristáltica (tal como uma *Masterflex-Digistaltic* modelo #7526-00 disponível a partir de *Cole-Parmer*, tendo um local de negócios em Barrington, Illinois, EUA) é usada para entregar 70 cm³ de solução de salina à 0,9% em uma velocidade de 15 cm³/s. A solução de salina é distribuída através de um bocal com uma abertura de 3,0 mm de diâmetro. O líquido é adicionado em um ponto alvo, que corresponde ao ponto médio da amostra na direção do comprimento e da largura.

3. 50 minutos depois da entrega de líquido, uma imagem de raios X da amostra é tomada para medir como a solução de salina é distribuída ao longo de todo o compósito absorvente ou o sistema absorvente.
- 5 4. 60 minutos depois da primeira entrega de líquido, uma segunda entrega de líquido e imagem de raios X é tomada, repetindo-se as etapas 2-3.
5. 60 minutos depois da segunda entrega de líquido, uma terceira entrega de líquido e imagem de raios X é tomada, repetindo-se as etapas 2-3.
- 10 6. Três replicatas de cada amostra são testadas e um perfil de distribuição de fluido médio é determinado tomando-se a média das imagens de raios X de cada uma das replicatas.

15 Teste de Distribuição Horizontal

1. Uma amostra (de compósito absorvente ou de sistema absorvente da presente invenção) de 2,5 cm de largura por 38,1 cm é colocada por sobre uma superfície horizontal plana.
- 20 2. Solução de salina à 0,9% é adicionada à amostra em um ponto de alvo correspondendo ao ponto médio da direção do comprimento e da largura. A solução de salina é adicionada por uso de um sistema de funil e torneira suspenso sobre a amostra. A solução de salina é
- 25 adicionada em uma velocidade suficiente, tal que ocorra mínima acumulação na superfície da amostra.
3. 20 cm³ de solução de salina à 0,9% são adicionados à amostra e deixados a ser absorvidos em e distribuídos através da amostra.
- 30 4. 50 minutos depois da entrega de líquido, o comprimento da amostra, que está molhada pela solução salina, é observado visualmente.
5. 60 minutos depois da primeira entrega de líquido, uma segunda entrega de líquido e medição de comprimento
- 35 molhado são conduzidas, repetindo-se as etapas 3-4.

6. 60 minutos depois da segunda entrega de líquido, uma terceira entrega de líquido e medição de comprimento molhado são conduzidas, repetindo-se as etapas 3-4.
7. 3 replicatas de cada amostra são testadas e o comprimento molhado médio de cada descarga é determinado.

Teste de Assimilação e Distribuição Horizontais

Esse teste utiliza formação de imagem de raios X, para determinar a quantidade de fluido localizado em vários locais de uma amostra (isto, compósito absorvente ou sistema absorvente).

10 A formação de imagem de raios X é conhecida na técnica conforme discutido, por exemplo, em um artigo intitulado "Fluid Distribution: comparison of X-ray Imaging Data" por David F. Ring, Oscar Lijap e Joseph Pascente em *Nonwovens Worldmagazine*, verão de 1995, nas páginas 65-70, que é aqui incorporado por referência, de

15 uma maneira que seja consistente com ela. Em geral, esse procedimento compara as imagens de raios X em escala de cinzas de uma amostra molhada e seca, a fim de calcular o teor em líquido em vários locais. Tais sistemas de raios X estão disponíveis, por exemplo, a partir de *Precision X-ray Inc.*, tendo um local de

20 negócios localizado em 31 Business Park Drive, Branford, Connecticut, EUA) como modelo nº 10561 HF 100 com fechamento. Esse sistema pode usar *software* de análise de imagens a partir de *Optimus Inc.*, tendo um local de negócios localizado em Ft. Collins, Colorado, EUA, como BIO-SCAN OPTIMATE S/N OPM4101105461

25 versão 4.11, ou equivalente. O sistema de raios X é operado com um tempo de exposição de 1,5 segundos, com uma voltagem de tubo de 40 KV e corrente de 16 mA. A amostra absorvente é mantida em uma configuração plana, horizontal, durante a formação de imagem de raios X.

30 Procedimento:

1. Uma amostra (compósito absorvente ou sistema absorvente), 7,6 cm de largura por 38,1 cm de comprimento é colocada por sobre uma superfície horizontal, plana.
 2. Uma ferragem, compreendendo um tubo de 2,5 cm de diâmetro
- 35 interno, com um fundo flangeado, que pode repousar sobre a amostra, é colocada de maneira tal que o centro do

diâmetro interno do tubo corresponda ao ponto médio da direção do comprimento e da largura da amostra.

3. 70 cm³ de solução de salina são vertidos no tubo e deixados embeber na amostra.
- 5 4. 50 minutos depois da entrega de líquido, o comprimento da amostra, que está molhado pela solução de salina, é medido usando imagens de densitometria por raios X.
5. 60 minutos depois da primeira entrega de líquido, uma segunda entrega de líquido e determinação de comprimento
- 10 molhado são conduzidas, repetindo-se as etapas 3-4.
6. 60 minutos depois da primeira entrega de líquido, uma terceira entrega de líquido e determinação de comprimento molhado são conduzidas, repetindo-se as etapas 3-4.
7. Três replicatas de cada amostra são testadas e o
- 15 comprimento molhado médio, depois de cada descarga, é determinado.

Teste com Manequim

O procedimento de Teste com Manequim envolve a colocação de um artigo absorvente por sobre um manequim estático, representando o torso de um ser humano dimensionado de maneira

20 apropriada. Manequins adequados podem ser obtidos, por exemplo, a partir de *Coutray Consulting*, tendo um local de negócios localizado em Douai, França. Fluido é adicionado ao produto por meio de um tubo correndo através do interior do manequim. Uma vez

25 que o líquido vaze a partir do produto, ele é detectado por sensores que interrompem a adição de líquido àquele produto. A quantidade de líquido adicionado ao produto, quando ele vaza, pode ser determinada por pesagem dos produtos antes e depois que eles sejam removidos a partir do manequim.

30 Produtos podem ser avaliados em relação a seu desempenho de vazamento, usando o procedimento de Teste com Manequim revelado aqui. O desempenho de vazamento de salina é testado em um sistema de manequim estático. O sistema de manequim estático pode ser usado em um protocolo de vazamento forçado, no

35 qual o manequim permanece na mesma posição para a avaliação, nesse caso, na posição de braços (simulando a condição quando o usuário do produto estiver deitado sobre seu estômago). O sistema de

manequim usa um conjunto de válvulas e de sensores, controlado por computador, para entregar automaticamente fluido a um manequim particular e determinar quando um evento de vazamento tiver ocorrido. A quantidade de líquido adicionado e a frequência de
5 adição de líquido podem ser controladas. Para um teste em particular, essas condições podem ser fixadas. Quando um produto tiver vazado, conforme indicado por um sensor ou constatando-se visualmente o vazamento, ele é removido e pesado para determinar a
10 quantidade de fluido que tiver sido absorvida (isto é, carga em vazamento). Depois da remoção dos produtos a partir dos manequins, os produtos podem ser radiografados para verificar a distribuição de fluido.

Esse teste utiliza a formação de imagem de raios X, para determinar a quantidade de fluido localizado em vários
15 locais do sistema absorvente. A formação de imagem de raios X é conhecida na técnica conforme discutido, por exemplo, em um artigo intitulado "Fluid Distribution: comparison of X-ray Imaging Data" por David F. Ring, Oscar Lijap e Joseph Pascente em *Nonwovens Worldmagazine*, verão de 1995, nas páginas 65-70, que é aqui
20 incorporado por referência, de uma maneira que seja consistente com ela. Em geral, esse procedimento compara as imagens de raios X em escala de cinzas de uma amostra molhada e seca, a fim de calcular o teor em líquido em vários locais. Tais sistemas de raios X estão disponíveis, por exemplo, a partir de *Precision X-ray Inc.* (tendo um local de negócios localizado em 31 Business
25 Park Drive, Branford, Connecticut, EUA), como modelo nº 10561 HF 75 com fechamento. Esse sistema pode usar *software* de análise de imagens a partir de *Optimus Inc.* (tendo um local de negócios localizado em Ft. Collins, Colorado, EUA), como BIO-SCAN OPTIMATE
30 S/N OPM4101105461 versão 6.1, ou equivalente.

O procedimento é como se segue:

1. A fralda a ser testada é colocada por sobre um manequim de criança dimensionado de maneira apropriada, que está
35 equipado com tubulação, que permite a entrega de solução de salina ao produto, em uma localização anatomicamente acurada.

2. O manequim, com a fralda instalada, é colocado em uma posição de bruços (sobre o estômago).
3. 70 cm³ de solução salina são adicionados em uma localização alvo, correspondendo a 11,4 cm a partir da
5 borda frontal do sistema absorvente. Para a outra metade dos produtos a serem testados, 35 cm³ de solução de salina são adicionados à mesma localização alvo.
4. A solução salina é adicionada à 15 cm³/s usando uma bomba peristáltica (tal como uma *Masterflex-Digistaltic* modelo
10 #7526-00 disponível a partir de *Cole-Parmer*, tendo um local de negócios em Barrington, Illinois, EUA) e um genital do sexo masculino anatomicamente representativo com um diâmetro interno de bocal de 3,1 mm.
5. A cada hora, uma descarga de 70 cm³ adicional de solução
15 de salina é adicionado ao produto, usando a bomba acima e sistema de bocal.
6. Quando o produto vazar líquido, o produto é removido a partir do manequim.
7. Depois de colocar o produto usado de maneira plana e
20 horizontalmente, é tomada uma imagem de raios X do produto usado. Tempo de exposição, voltagem e corrente durante as imagens de raios X são 5,0 segundos, 23 KV e 14 mA. A área em que exista líquido no produto é determinada a partir da imagem de raios X.

25 DEFINIÇÕES

Deve-se observar que, quando empregados na presente revelação, os termos "compreende", "compreendendo" e outros derivados a partir do termo raiz "compreender", pretende-se que sejam termos de final aberto, que especificam a presença de
30 quaisquer características, elementos, números inteiros, etapas ou componentes indicados, e que não se pretende excluir a presença ou adição de um ou mais outros características, elementos, números inteiros, etapas, componentes ou grupos de tais.

O termo "artigo absorvente", em geral, se refere
35 a dispositivos que podem absorver e conter fluidos. Por exemplo, artigos absorventes de cuidados pessoais se referem a dispositivos

que são colocados contra ou próximo à pele, para absorver e conter vários fluidos descarregados a partir do corpo.

O termo "compósito absorvente" é usado aqui a se referir a uma mistura de SAP e/ou agentes de desencadeamento com
5 uma matriz de veículo incluindo, mas não limitada a, fibras, espumas, não tecidos, filmes ou outros materiais de veículo.

O termo "composição absorvente" se refere a uma combinação de SAP e pelo menos um agente de desencadeamento, para se conseguir um comportamento de intumescimento-desintumescimento-
10 reintumescimento da presente invenção.

O termo "sistema absorvente" é usado aqui a se referir a uma combinação de um compósito absorvente e pelo menos uma camada discreta adicional, que compreende pelo menos um agente de desencadeamento e/ou SAP, em que tal camada está em contato
15 físico direto com uma superfície do compósito absorvente. A camada discreta adicional pode consistir somente no SAP e/ou agente de desencadeamento, ou pode ser um trem de camadas de camada adesiva, camada de tecido, camada de espuma, laminado adesivo/tecido, e os similares, que compreende o SAP e/ou agente de desencadeamento.

O termo "agente ativo" se refere ao ente químico liberado por um agente de desencadeamento, que interage com um SAP para causar comportamento de desintumescimento e/ou de
20 reintumescimento.

O termo "revestimento" é usado aqui a significar
25 uma camada de qualquer substância espalhada sobre uma superfície.

O termo "complexante" é usado aqui para descrever a formação de moléculas pela combinação de ligantes (tais como ânions) e íons de metal.

O termo "reticulado", usado em referência a SAP, se refere a qualquer meio para tornar, de maneira efetiva,
30 materiais, normalmente solúveis em água, substancialmente insolúveis em água, mas intumescíveis. Tal meio reticulante pode incluir, por exemplo, embaraçamento físico, domínios cristalinos, ligações covalentes, complexos e associações iônicas, associações
35 hidrofílicas, tal como ligação por pontes de hidrogênio, associações hidrofóbicas, ou forças de Van der Waals.

O termo "corrente", quando usado como uma referência temporal, se refere a um período de tempo de cerca de a data de prioridade do presente pedido.

O termo "desabsorção" é usado aqui a significar a
5 liberação de fluidos a partir de um SAP.

O termo "desintumescimento" é usado aqui a se referir à diminuição de tamanho de um SAP, que ocorre enquanto fluidos estiverem sendo desabsorvidos a partir do SAP.

O termo "descartável" é usado aqui para descrever
10 itens, tais como artigos absorventes que não se pretende sejam lavados ou de outra maneira restaurados ou reutilizados (por exemplo, como um artigo absorvente) depois de um único uso.

O termo "seco", quando se referir a um SAP, em geral, se refere ao SAP tendo menos do que cerca de 10% de
15 umidade.

O termo "artigos absorventes de saúde/médicos" inclui uma variedade de produtos de cuidados com a saúde de profissionais e de consumo, incluindo, mas não limitados a, produtos para aplicar terapia quente ou fria, roupões médicos
20 (isto é, roupões protetores e/ou cirúrgicos), campos cirúrgicos, capas, luvas, máscaras faciais, bandagens, curativos de ferimentos, lenços, coberturas, recipientes, filtros, vestimentas descartáveis e almofadas de leitos, vestimentas absorventes médicas, forros diversos e os similares.

O termo "artigos absorventes domésticos/industriais" inclui fornecimentos para construção e para embalagens, produtos para limpeza e para desinfecção, lenços, coberturas, filtros, toalhas, folhas de corte descartáveis, tecidos para banho, tecido facial, artigos em rolos não tecidos,
30 produtos para o conforto do lar, incluindo travesseiros, almofadas, esteiras, almofadas de assento, máscaras e produtos para o cuidado do corpo, tais como produtos usados para limpar ou tratar a pele, revestimentos de laboratório, coberturas diversas, sacos de lixo, removedores de manchas, composições tópicas, forros
35 absorventes para cuidado de pequenos animais, absorvedores de sujeira/tinta em lavanderia, aglomeradores de detergente, separadores de fluidos lipofílicos, e os similares.

O termo "íons multivalentes" é usado aqui a significar um átomo ou grupo de átomos eletricamente carregados, formado pela perda ou ganho de mais de um elétron, como um cátion (íon positivo), que é criado por uma perda de um ou mais elétrons, ou como um ânion (íon negativo), que é criado por um ganho de um ou mais elétrons.

Os termos "partícula", "particulado" e os similares, quando usados com respeito à composição absorvente da presente invenção, se referem à forma de unidades discretas. As unidades podem compreender flocos, fibras, aglomerados, grânulos, pós, esferas, materiais pulverizados ou os similares, assim como suas combinações. As partículas podem ter qualquer formato desejado: por exemplo, cúbico, semelhante à haste, poliédrico, esférico ou semi-esférico, arredondado ou semi-arredondado, angular, irregular, etc. Formatos tendo uma elevada razão de aspecto, semelhante a agulhas, flocos e fibras, são também contemplados para inclusão aqui. Os termos também podem incluir uma aglomeração compreendendo mais do que uma partícula individual, particulado ou os similares. Adicionalmente, uma partícula, particulado ou qualquer aglomeração desejada de tais podem ser compostas por mais do que um tipo de material.

O termo "artigo absorvente de cuidados pessoais" inclui, mas não está limitado a, artigos absorventes, tais como fraldas, calças de fralda, lenços para bebês, calças de treinamento, ceroulas absorventes, calças de cuidado de crianças, roupas de banho e outras vestimentas descartáveis; produtos de cuidado femininos, incluindo absorventes higiênicos, lenços, tampões menstruais, calças menstruais, forros de calcinhas, escudos de calcinhas, interlabiais, tampões e aplicadores de tampões; produtos de cuidado de adultos, incluindo lenços, almofadas, tais como almofadas para os seios, recipientes, produtos para incontinência e escudos urinários; componentes de roupas; aventais; produtos atléticos e de recreação; e os similares.

O termo "polímero" inclui, mas não está limitado a, homopolímeros, copolímeros, por exemplo, copolímeros, terpolímeros, etc, em blocos, de enxerto, aleatórios e

alternantes, e suas misturas e modificações. Além disso, a menos se limitado especificamente de outra maneira, o termo "polímero" incluirá todos os isômeros configuracionais possíveis do material. Essas configurações incluem, mas não estão limitadas a, simetrias isotáticas, sindiotáticas e atáticas.

O termo "poliolefina", conforme usado aqui, em geral, inclui, mas não está limitado a, materiais, tais como polietileno, polipropileno, poli-isobutileno, poliestireno, copolímero de etileno e acetato de vinila, e os similares, os homopolímeros, copolímeros, terpolímeros, etc., de tais, e suas misturas e modificações. O termo "poliolefina" incluirá todas as suas possíveis estruturas, que incluem, mas não estão limitadas a, simetrias isotáticas, sindiotáticas e aleatórias. Copolímeros incluem copolímeros atáticos e em blocos.

O termo "perfil de liberação", conforme usado aqui, se refere à quantidade ou montante de agente ativo (que faz com que um SAP se desintumesça ou se reintumesça), que é liberado para solução a partir dos agentes de desencadeamento, como uma função do tempo, que é tipicamente ilustrado como a liberação cumulativa, expressa como uma percentagem da quantidade total de agente ativo presente nos agentes de desencadeamento, como uma função do tempo e pode ser mostrado como um sumário gráfico da liberação do agente ativo para solução de uma substância particular.

O termo "reintumescimento" é usado aqui a se referir ao crescimento de tamanho do SAP, que ocorre enquanto fluidos estiverem sendo absorvidos pelo SAP depois do desintumescimento.

O termo "SAP" pode ser usado aqui no lugar de polímero superabsorvente, composição de polímero superabsorvente, e suas partículas.

O termo "perfil de liberação singular", em geral, se refere a um perfil de liberação que é representado por uma curva descendente côncava. A velocidade de liberação inicial é rápida, mas gradualmente se torna mais lenta.

O termo "perfil de liberação sigmoidal" se refere a um perfil de liberação que seja representado por uma curva

côncava ascendente, então, côncava descendente. Ele é, em geral, caracterizado por uma fase lag inicial, uma fase de liberação intermediária íngreme e uma fase de liberação final lenta.

5 O termo "constante de produto de solubilidade" é uma constante de equilíbrio simplificada (K_{sp}) definida para equilíbrio entre um sólido e seus íons respectivos em uma solução. Seu valor indica o grau no qual um composto se dissocia em água. Quanto maior a constante de produto de solubilidade, tanto mais solúvel é o composto. A expressão de K_{sp} para um sal é o produto
10 das concentrações dos íons, com cada concentração elevada a uma potência igual ao coeficiente daquele íon na equação balanceada para o equilíbrio de solubilidade.

O termo "artigos absorventes esportivos/de construção" inclui faixas para cabeça, faixas para os punhos e
15 outros auxiliares para absorção de perspiração, enrolamentos absorvíveis para cabos e alças de equipamento esportivo, e toalhas ou lenços absorventes para limpeza e secagem de equipamento durante o uso.

O termo "composição de polímero superabsorvente" se refere a um polímero superabsorvente compreendendo um aditivo de superfície de acordo com a presente invenção.
20

Os termos "polímero superabsorvente" e "pré-produto de polímero superabsorvente" se referem a um material que é produzido por condução de todas as etapas para a preparação de
25 um polímero superabsorvente conforme descrito aqui, até através de secagem do material, e moagem grosseira em um esmagador.

O termo "reticulação em superfície" significa que o nível de reticulações funcionais na vizinhança da superfície de uma partícula de SAP, em geral, é mais elevado do que o nível de
30 reticulações funcionais no interior da partícula de SAP. Conforme usado aqui, "superfície" descreve as fronteiras voltadas para o exterior da partícula. Para partículas de SAP porosas, superfícies internas expostas também estão incluídas na definição de superfície.

35 O termo "intumescimento" é usado aqui a se referir ao crescimento de tamanho de um SAP, que ocorre enquanto fluidos estiverem sendo absorvidos pelo SAP.

O termo "superabsorvente" se refere a materiais intumescíveis com água, insolúveis em água, orgânicos ou inorgânicos, capazes, sob as condições muitíssimo favoráveis, de absorver pelo menos 10 vezes o seu peso, ou pelo menos 15 vezes o seu peso, ou pelo menos 25 vezes o seu peso, em uma solução aquosa contendo cloreto de sódio à 0,9% em peso.

O termo "zona de alvo" se refere a uma área de um núcleo absorvente, em que a maioria de uma descarga com fluido, tal como urina, menstruação ou movimento intestinal, inicialmente entra em contato. Em particular, para um núcleo absorvente com um ou mais pontos de descarga com fluido em uso, a zona de alvo de descarga se refere à área do núcleo absorvente que se estende por uma distância igual a cerca de 10% a cerca de 30% do comprimento total do compósito a partir de cada ponto de descarga em ambas as direções. O termo "região de perímetro" se refere à área do lado de fora da zona de alvo.

O termo "termoplástico" descreve um material que se amolece quando exposto ao calor e que substancialmente retorna a uma condição não amolecida quando resfriado para temperatura ambiente.

O termo "agente de desencadeamento" é usado aqui a se referir a um material que inclui um ente químico de agente ativo que, quando liberado, faz com que um SAP se desintumesça ou se reintumesça conforme desejado.

O termo "% em peso" ou suas variações, quando usado aqui e referindo-se a componentes de um SAP, deve ser interpretado como baseado no peso de SAP seco, a menos se especificado de outra maneira aqui.

Esses termos podem ser definidos com linguagem adicional nas porções restantes do relatório descritivo.

DESCRIÇÃO DETALHADA

Artigos absorventes da presente invenção podem compreender um compósito absorvente ou sistema absorvente. Em alguns aspectos, o compósito absorvente ou sistema absorvente pode funcionar como o componente de núcleo absorvente de um artigo absorvente. Portanto, um artigo absorvente da presente invenção pode ter um núcleo absorvente, e, em alguns aspectos, pode

opcionalmente incluir uma folha de topo e/ou uma folha posterior. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente pode estar disposto entre uma folha de topo e uma folha posterior. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente compreende um compósito absorvente ou sistema absorvente, que inclui a composição absorvente da presente invenção. Em alguns aspectos, o compósito absorvente ou sistema absorvente funciona como o artigo absorvente. Em alguns aspectos, o artigo absorvente é desejavelmente descartável.

Em alguns aspectos, o artigo absorvente da presente invenção compreende uma composição absorvente, que utiliza materiais multifuncionais para intensificar a distribuição de fluidos. SAP comerciais correntes funcionam para se intumescerem e absorverem fluidos. O artigo absorvente da presente invenção pode incluir SAP, que se intumescem e absorvem fluidos, e que também pode se desintumescer e liberar fluidos para longe do SAP intumescido, e que podem se reintumescer ulteriormente e absorverem fluidos a partir de uma descarga com fluido adicional.

Os artigos absorventes da presente invenção podem compreender SAP e agentes de desencadeamento. Os agentes de desencadeamento desta invenção compreendem entes químicos de agente ativo, que desencadeiam polímeros superabsorvente a se desintumescerem e/ou se reintumescerem.

Em alguns aspectos, o SAP desta invenção se intumescem durante a absorção de fluidos e, em alguns aspectos particulares, pode ser desencadeado a se desintumescer e a liberar fluido por pelo um agente de desencadeamento. O líquido livre liberado pelo desintumescimento desencadeado pode, então, estar livre para ser distribuído para longe do SAP intumescido, no qual a descarga inicial ocorreu no artigo absorvente. Em aspectos adicionais, o SAP desintumescido pode ser desencadeado a se reintumescer e a absorver fluido por um agente de desencadeamento de reintumescimento, tal como fluido durante uma descarga subsequente. O ciclo de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento permite que líquido de descarga seja aprisionado, liberado e, então, distribuído ao longo de todo um compósito absorvente ou sistema absorvente, e, então, seja capaz de reintumescimento ou subsequente descargas com líquido, utilizando

completamente as capacidades absorventes de um artigo absorvente, enquanto se minimiza o vazamento.

Em alguns aspectos desta invenção, um SAP pode ser desencadeado a se desintumescer e a se reintumescer por uma mudança na solubilidade dos agentes de desencadeamento. Em um aspecto, uma composição absorvente pode compreender um SAP tendo grupos funcionais aniônicos, um agente de desencadeamento de desintumescimento compreendendo um primeiro ente químico solúvel em água compreendendo cátions X tendo uma valência ionizada de dois ou mais, e um agente de desencadeamento de reintumescimento compreendendo um segundo ente químico solúvel em água compreendendo ânions Y, sendo que os cátions X do primeiro ente químico solúvel em água são capazes de se complexarem com os ânions Y do segundo ente químico solúvel em água para formar um sal tendo uma constante de produto de solubilidade $K_{sp} < 10^{-5}$.

Em alguns aspectos da presente invenção, agentes de desencadeamento tendo um perfil de liberação selecionado, para liberar de um agente ativo a partir dos agentes de desencadeamento, e um processo para a preparação de tais agentes de desencadeamento, é também incluído. Aplicações absorventes diferentes e/ou agentes de desencadeamento diferentes podem exigir diferentes tipos de perfis de liberação, tais como um perfil de liberação singular ou um perfil de liberação sigmoidal. Em um aspecto, o perfil de liberação dos agentes de desencadeamento pode ser controlado por seleção de polímeros de revestimento apropriados, que são aplicados sobre a superfície dos entes químicos solúveis em água. Em outro aspecto, o perfil de liberação também pode ser controlado por ajuste do processo de revestimento para aplicação de polímeros de revestimento.

Em alguns aspectos, a composição absorvente dos artigos absorventes demonstrando comportamento de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento e um método de controle da cronologia do ciclo de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento são também incluídos. Um aspecto desta invenção é um artigo absorvente tendo uma composição absorvente compreendendo um SAP, um agente de desencadeamento de desintumescimento tendo um perfil de liberação selecionado para liberar de um primeiro ente

químico sólido solúvel em água, e um agente de desencadeamento de reintumescimento tendo um perfil de liberação para liberar de um segundo ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento de reintumescimento, sendo que o primeiro ente químico solúvel em água tem liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água depois de exposição a fluido aquoso, tal como salina à 0,9% em peso, e antes que o primeiro ente químico solúvel em água esteja cerca de 100% liberado. O cronograma para absorção/liberação de fluido pode ser controlado por seleção de perfis de liberação adequados para os agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento, e/ou por ajuste das velocidades de liberação dos agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento, e/ou por alteração da velocidade de absorção do SAP, e/ou por alteração da razão de mistura do SAP, do agente de desencadeamento de desintumescimento e do agente de desencadeamento de reintumescimento. Os acrônimos "TA_D" e "TA_R" podem ser usados no lugar de "agentes de desencadeamento de desintumescimento" e de "agentes de desencadeamento de reintumescimento", respectivamente aqui.

Em alguns aspectos desta invenção, SAP tendo eficiência de capacidade de absorção aperfeiçoada e eficiência de massa no ciclo de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento estão incluídos. Aperfeiçoamento de eficiência de capacidade de absorção, em geral, se refere ao aumento da capacidade de intumescimento ou de reintumescimento de uma composição absorvente comparada com a composição absorvente compreendendo um SAP comercial corrente. O aperfeiçoamento de eficiência de massa se refere à utilização de uma menor percentagem de agente de desencadeamento de reintumescimento com respeito ao SAP, embora se alcançando a mesma quantidade de líquido de desintumescimento.

O aperfeiçoamento de eficiência de massa também se refere à utilização de uma menor percentagem de agente de desencadeamento de reintumescimento com respeito a SAP, embora se alcançando a mesma quantidade de capacidade de reintumescimento. O aperfeiçoamento de eficiência de capacidade pode ser alcançado por

ajuste do grau de neutralização e de reticulação de SAP, e/ou por alteração da velocidade de absorção de SAP, e/ou por alteração da razão de mistura do SAP, do agente de desencadeamento de desintumescimento e do agente de desencadeamento de reintumescimento. O aperfeiçoamento de eficiência de massa também pode ser alcançado da mesma maneira.

Para se obter um melhor entendimento da presente invenção, a atenção é dirigida à Figura 3, para finalidades exemplificativas, mostrando um artigo absorvente exemplificativo, da presente invenção, na forma de uma fralda. Entende-se que a presente invenção seja adequada para uso com vários outros artigos absorventes, incluindo, mas não limitados a, outros artigos absorventes de cuidados pessoais, artigos absorventes de saúde/médicos, artigos absorventes domésticos/industriais ou artigos absorventes esportivos/de construção, e os similares, sem se desviar do escopo da presente invenção.

A Figura 3 ilustra uma fralda 130. A fralda 130 é mostrada na Figura 3 em um estado desdobrado, achatado não contraído (isto é, com todo o aperto e contração induzidos por elástico removidos). Porções da estrutura são parcialmente removidas por corte para mais claramente mostrar a construção interior da fralda 130, com a superfície da fralda 130, que entra em contato com o usuário, voltada para o observador. A Figura 3 ilustra uma fralda descartável 130 como tendo uma região frontal 132, uma região traseira 134 e uma região de forquilha 136 localizada entre as regiões frontal e traseira. A fralda 130 compreende uma folha posterior 138, uma folha de topo 140 e um núcleo absorvente 142 situado entre a folha posterior e a folha de topo. As bordas exteriores da fralda 130 definem uma periferia 144 com bordas laterais 146, transversalmente opostas, que se estendem longitudinalmente; bordas de extremidade 148, longitudinalmente opostas, que se estendem transversalmente; e um sistema de membros de aperto elastomérico, tal como um sistema incluindo elásticos para pernas 150 e elásticos para a cintura 152. As bordas laterais longitudinais 146 definem os orifícios distribuidores de pernas 154 para a fralda 130, e, opcionalmente, são curvilíneas e contornadas. As bordas de extremidade transversas 148 são

ilustradas como retas, mas, opcionalmente, podem ser curvilíneas. A fralda 130 também pode compreender componentes adicionais para auxiliarem a aquisição, a distribuição e o armazenamento de resíduos corporais. Por exemplo, a fralda 130 pode compreender uma
5 camada de transporte, tal como descrito na Patente U.S. No. 4.798.603, concedida a Meyer et al, ou uma camada de gerenciamento de descarga súbita, tal como descrito na Publicação de Pedido de Patente Europeu de número 0 539 703, publicado em 5 de maio de 1993, cada uma das quais é aqui incorporada por
10 referência de uma maneira que seja consistente com isso.

A fralda 130, em geral, define uma dimensão 156 de comprimento que se estende longitudinalmente, e uma dimensão 158 de largura que se estende lateralmente. A fralda 130 pode ter qualquer forma desejada, tal como retangular, em forma de I, uma
15 forma de ampulheta, ou uma forma de T, por exemplo.

A folha posterior 138 define um comprimento e uma largura que, na versão ilustrada, coincidem com o comprimento e a largura da fralda 130. O núcleo absorvente 142, de maneira geral, define um comprimento e uma largura que são menores do que o
20 comprimento e a largura da folha posterior 138, respectivamente. Portanto, porções marginais da fralda 130, tal como seções marginais da folha posterior 138, podem se estender passadas as bordas laterais terminais 160, que se estendem longitudinalmente, transversalmente opostas e/ou as bordas de extremidade terminais
25 162, que se estendem transversalmente, longitudinalmente opostas, do núcleo absorvente 142, para formar margens laterais 164 e margens de extremidade 166 da fralda 130. A folha de topo 140 é, em geral, coextensiva com a folha posterior 138, mas podem opcionalmente recobrir uma área que seja maior ou menor do que a
30 área da folha posterior, conforme desejado. Pretende-se que a folha posterior 138 e a folha de topo 140 se voltem para a vestimenta e o corpo do usuário, respectivamente, enquanto em uso. A folha de topo 140 e a folha posterior 138 podem, por exemplo, ser unidas uma com a outra em pelo menos uma porção da periferia
35 da fralda 144 por mecanismos de fixação (não mostrados), tais como laços adesivos, laços sônicos, laços térmicos, alfinetes, pontos

de costura, ou uma variedade de outras técnicas conhecidas na técnica, assim como suas combinações.

A folha de topo 140 adequadamente apresenta uma superfície que se volta para o corpo, que seja compatível, de toque macio e não irritante à pele do usuário. Adicionalmente, a
5 folha de topo 140 pode ser menos hidrofílica do que o núcleo absorvente 142, para apresentar uma superfície relativamente seca ao usuário, e é suficientemente porosa para ser permeável a líquido, permitindo que o líquido penetre prontamente através de
10 sua espessura. Uma folha de topo 140 adequada pode ser fabricada a partir de uma ampla seleção de materiais de rede, tais como espumas porosas, espumas reticuladas, filmes plásticos abertos, fibras naturais, fibras sintéticas (por exemplo, fibras de poliéster ou de polipropileno), ou uma combinação de fibras
15 naturais e sintéticas. A folha de topo 140 é adequadamente empregada para ajudar a isolar a pele do usuário de líquidos mantidos no núcleo absorvente 142.

Vários panos tecidos e não tecidos podem ser usados para a folha de topo 140. Por exemplo, a folha de topo 140
20 pode ser composta por uma rede soprada em fusão ou em forma enrolada de fibras de poliolefina. A folha de topo 140 também pode ser uma rede tecida-cardada composta por fibras naturais e/ou sintéticas. A folha de topo 140 pode ser composta por um material substancialmente hidrofóbico, e o material hidrofóbico pode,
25 opcionalmente, ser tratado com um tensoativo, ou processado de outra maneira, para conferir um nível desejado de molhabilidade e hidrofiliçidade. Especificamente, a folha de topo 140 pode ser um tecido de polipropileno não tecido, não fiado.

A folha posterior 138 pode ser adequadamente
30 composta por um material que seja ou permeável a líquido ou impermeável a líquido. É geralmente desejável que a folha posterior 138 seja formada a partir de um material substancialmente impermeável a líquido. Por exemplo, uma folha posterior 138 típica pode ser fabricada a partir de um filme
35 plástico fino ou outro material impermeável a líquido flexível. Adicionalmente, a folha posterior 138 pode ser formada por uma camada de rede fibrosa tecida ou não tecida, que tenha sido

totalmente ou parcialmente construída ou tratada para conferir um nível desejado de impermeabilidade a líquido a regiões selecionadas, que estejam adjacentes ou próximas ao núcleo absorvente 142. Ainda adicionalmente, a folha posterior 138 pode
5 opcionalmente ser composta por material "respirável" microporoso, que permita aos vapores escaparem a partir do núcleo absorvente 142, embora ainda evitando que os exsudados de líquido passem através da folha posterior 138.

O núcleo absorvente 142 pode compreender uma
10 matriz de fibras hidrofílicas, tais como uma rede de felpa celulósica, misturada com partículas de composição absorvente, tal como SAP e agentes de desencadeamento da presente invenção. Em alguns aspectos, o núcleo absorvente 142 compreende uma mistura de
15 partículas de composição absorvente e felpa de polpa de madeira. A felpa de polpa de madeira pode ser substituída por fibras sopradas em fusão, poliméricas, sintéticas, ou por uma combinação de fibras sopradas em fusão e fibras naturais. As partículas de composição absorvente podem ser misturadas de maneira substancialmente homogênea com as fibras ou podem ser misturadas de maneira não
20 uniforme.

Conforme ilustrado de maneira representativa na Figura 3, a fralda 130 pode incluir um par de abas de contenção 157, que são configuradas para fornecer uma barreira ao escoamento lateral de exsudados corporais. As abas de contenção 157 podem
25 estar localizadas ao longo das bordas laterais 146 que se estendem longitudinalmente da fralda 130, adjacentes às bordas laterais do núcleo absorvente 142. Cada aba de contenção 157 tipicamente define uma borda não fixada, que é configurada para manter uma configuração perpendicular, vertical, em pelo menos a região de
30 forquilha 136 da fralda 130, para formar um selo contra o corpo do usuário. As abas de contenção 157 podem se estender longitudinalmente ao longo de todo o comprimento do núcleo absorvente 142 ou pode somente se estender parcialmente ao longo do comprimento do núcleo absorvente 142. Quando as abas de
35 contenção 157 forem mais curtas em comprimento do que o núcleo absorvente 142, as abas de contenção 157 podem ser posicionadas de maneira seletiva em qualquer lugar ao longo das bordas laterais

146 da fralda 130 na região de forquilha 136. As abas de contenção 157 podem se estender ao longo de todo o comprimento do núcleo absorvente 142 para melhor conter os exsudados corporais.

5 A fralda 130 pode incluir adicionalmente elásticos nas bordas de extremidade 148 e bordas laterais 146 da fralda 130, para evitar, adicionalmente, vazamento de exsudados corporais e para suportar o núcleo absorvente 142. A fralda 130 também pode incluir um par de elásticos de cintura 152, que estejam conectados às bordas de extremidade 148 da fralda 130. Os
10 elásticos de perna 150 e os elásticos de cintura 152, em geral, são adaptados para se ajustarem em torno das pernas e da cintura de um usuário em uso para manter um relacionamento de contato positivo com o usuário, para reduzir efetivamente ou eliminar o vazamento de exsudados corporais a partir da fralda 130.

15 Os elásticos podem estar aderidos à folha posterior 138 em uma posição esticada, ou eles podem ser fixados à folha posterior 138 enquanto a folha posterior 138 estiver dobrada, tal que forças constritivas elásticas sejam conferidas à folha posterior 138. Os elásticos de perna 150 também podem
20 incluir materiais tais como poliuretano, borracha sintética e natural. Os elásticos de cintura 152 podem ser formados por cordões elásticos fixados à folha posterior 138 ou eles podem ser formados por fixação de pedaços separados de materiais esticáveis às regiões de cintura do artigo.

25 Os artigos absorventes descartáveis podem, mas necessariamente não necessitam, compreender fixadores 167 para prenderem o artigo absorvente em torno da cintura do usuário. A versão ilustrada da fralda 130 compreende tais fixadores 167. Em pelo menos um aspecto, os fixadores 167 estão situados na região
30 traseira 134 da fralda 130, e estão localizados internamente de cada borda lateral 146 que se estende longitudinalmente. Os fixadores 167 podem ser configurados para circundar as coxas do usuário e se conectarem à folha posterior 138 da região frontal 132 da fralda 130 para manutenção da fralda no usuário. Fixadores
35 adequados são bem conhecidos pelos técnicos conhecidos no assunto e podem compreender fixadores de etiqueta de fita adesiva, fixadores de gancho e alça, fixadores em cogumelo, botões de

pressão, alfinetes, cintas e os similares, e suas combinações. Desejavelmente, os fixadores 167 são conectáveis de maneira liberável diretamente com a superfície que se volta à vestimenta da folha posterior 138. Desejavelmente, os fixadores 167
5 compreendem um sistema de fixação mecânica.

Somente por meio de ilustração, vários materiais e métodos para construção de outros artigos absorventes são revelados no Pedido de Patente PCT WO 00/37009, publicado em 29 de junho de 2000, por A. Fletcher et al.; na Patente U.S.
10 No. 4.940.464, emitida em 10 de julho de 1990 para Van Gompel et al.; na Patente U.S. No. 5.766.389, emitida em 16 de junho de 1998 para Brandon et al., e na Patente U.S. No. 6.645.190, emitida em 11 de novembro de 2003 para Olson et al., que são aqui incorporadas por referência de uma maneira que seja consistente
15 (isto é, não em conflito) com isso.

Em alguns aspectos da presente invenção, o artigo absorvente pode compreender um compósito absorvente ou sistema absorvente da presente invenção, que pode funcionar como o núcleo absorvente 142. O compósito absorvente ou sistema absorvente pode
20 ter vários componentes, particularmente os componentes absorventes, tendo configurações correspondentes de estrutura, configurações de capacidades absorventes, configurações de densidades, configurações de pesos de base e/ou configurações de tamanhos, que são construídas de maneira seletiva e dispostas para
25 fornecer combinações desejadas de tempo de admissão de líquido, capacidade de saturação absorvente, capacidade de retenção absorvente, distribuição de líquido, manutenção de forma, e estética. Por incorporação de suas várias características e configurações, isoladamente e em combinações operativas, o artigo
30 da invenção pode fornecer um compósito absorvente ou sistema absorvente aperfeiçoado, tendo uma combinação desejada de capacidades de intumescimento, desintumescimento e/ou reintumescimento. O artigo pode ser menos suscetível a vazamento prematuro e pode fornecer conforto e ajuste aperfeiçoados,
35 proteção aperfeiçoada e confiança aumentada ao usuário.

Em alguns aspectos, o compósito absorvente ou sistema absorvente da presente invenção compreende fibras, tais

como felpa, ou mais particularmente, fibras celulósicas. Tais fibras celulósicas podem incluir, mas não estão limitadas a, polpas de madeira químicas, tais como polpas de sulfito e de sulfato (algumas vezes denominadas *Kraft*), assim como polpas mecânicas, tais como madeira moída, polpa termomecânica e polpa químio-termomecânica. Mais particularmente, as fibras de polpa podem incluir algodão, outras polpas de madeira típicas, acetato de celulose, polpa de madeira química desagregada, e suas combinações. Podem ser usadas polpas derivadas tanto de árvores decíduas quanto de árvores coníferas. Adicionalmente, as fibras de celulose podem incluir materiais hidrofílicos, tais como fibras vegetais naturais, fio de serralha, fibras de algodão, celulose microcristalina, celulose microfibrilada, ou qualquer um destes materiais em combinação com fibras de polpa de madeira. Fibras de felpa celulósica adequadas podem incluir, por exemplo, NB480 (disponível a partir de *Weyerhaeuser Co.*); NB416, uma polpa de *Kraft* de madeira macia sulina branqueada (disponível a partir de *Weyerhaeuser Co.*); COOSABSORB S, uma polpa de *Kraft* de madeira macia sulina branqueada (disponível a partir de *Bowater Inc.*, uma empresa tendo escritórios localizados em Greenville, South Carolina, EUA); SULPHATATE HJ, uma polpa de madeira dura modificada quimicamente (disponível a partir de *Rayonier Inc.*, uma empresa tendo escritórios localizados em Jesup, Georgia, EUA); NF 405, uma polpa de *Kraft* de madeira macia sulina branqueada tratada quimicamente (disponível a partir de *Weyerhaeuser Co.*); e CR 1654, uma polpa de *Kraft* de madeira dura e de madeira macia sulina branqueada mista (disponível a partir de *Bowater Inc.*). Em alguns aspectos, a felpa de polpa de madeira pode ser substituída por ou combinada com fibras sopradas em fusão, poliméricas, sintéticas, ou por uma combinação de fibras sopradas em fusão e fibras naturais.

O compósito absorvente ou sistema absorvente pode ser formado usando métodos conhecidos na técnica. Embora não se estando limitado ao processo específico de fabricação, o compósito absorvente ou sistema absorvente pode utilizar um processo de sopro em fusão (*meltblown*) e, em alguns aspectos, pode ser ulteriormente formado em uma linha de sopro em fusão ou de

coformação (coform). Processos de sopro em fusão exemplificativos são descritos em várias patentes e publicações, incluindo *NRL Report 4364*, "Manufacture of Super-Fine Organic Fibers" por V. A. Wendt, E. L. Boone e C. D. Fluharty; *NRL Report 5265*, "An Improved Device For the Formation of Super-Fine Thermoplastic Fibers" por K. D. Lawrence, R. T. Lukas e J. A. Young; e Patentes U.S. Nos. 3.849.241 para Butin et al., e 5.350.624 para Georger et al., todas as quais são aqui incorporadas por referência de uma maneira que seja consistente com isso.

Para formar materiais "de coformação", componentes adicionais são misturados com as fibras sopradas em fusão, conforme as fibras sejam depositadas por sobre uma superfície em formação. Por exemplo, a composição absorvente da presente invenção e felpa, tais como fibras de polpa de madeira, podem ser injetadas na corrente de fibras sopradas em fusão, de modo a serem aprisionadas e/ou ligadas às fibras sopradas em fusão. Exemplos de processos de coformação são descritos nas Patentes U.S. Nos. 4.100.324 para Anderson et al; 4.587.154 para Hotchkiss et al.; 4.604.313 para McFarland et al; 4.655.757 para McFarland et al.; 4.724.114 para McFarland et al.; 4.100.324 para Anderson et al.; e a Patente U.K. No. GB 2.151.272 para Minto et al., cada uma das quais é aqui incorporada por referência de uma maneira que seja consistente com isso. Redes sopradas em fusão elastoméricas, absorventes, contendo elevadas quantidades de superabsorvente, são descritas na Patente U.S. No. 6.362,389 para D. J. McDowall, e redes sopradas em fusão elastoméricas, absorventes, contendo elevadas quantidades de superabsorvente e baixos valores de consolidação de superabsorvente, são descritas no pedido de Patente U.S. em andamento de número 10/883174 para X. Zhang et al., cada um dos quais é aqui incorporado por referência de uma maneira que seja consistente com isso.

Um exemplo de um método de formação de um compósito absorvente ou sistema absorvente, para uso na presente invenção é ilustrado na Figura 4. As dimensões do aparelho na Figura 4 são descritas aqui por meio de exemplo. Outros tipos de aparelho tendo dimensões diferentes e/ou estruturas diferentes também podem ser usados para formar o compósito absorvente ou

sistema absorvente. Conforme mostrado na Figura 4, material elastomérico 72, na forma de péletes, pode ser alimentado através de dois alimentadores de péletes 74, a duas extrusoras de parafuso único 76, que, cada uma, alimentam uma bomba rotativa 78. O material elastomérico 72 pode ser uma mistura de elastômeros multicomponente, disponível sob a designação comercial VISTMAXX 2370 a partir de *ExxonMobil Chemical Company* (uma empresa tendo escritórios localizados em Houston, Texas, EUA), assim como outros mencionados aqui. Cada bomba rotativa 78 alimenta o material elastomérico 72 a um molde de sopro em fusão 80 separado. Cada molde de sopro em fusão 80 pode ter 30 orifícios por polegada (hpi). O ângulo de molde pode ser ajustado em qualquer valor entre 0 e 70 graus a partir da horizontal, e é adequadamente ajustado em cerca de 45 graus. A altura de formação pode estar em um máximo de cerca de 40,64 centímetros, mas essa restrição pode diferir com equipamento diferente.

Uma calha 82 tendo uma largura de cerca de 24 polegadas (61 cm) pode ser posicionada entre os moldes de sopro em fusão 80. A profundidade, ou espessura, da calha 82 pode ser ajustável em uma faixa de desde cerca de 0,5 a cerca de 1,25 polegadas (1,3 cm a 3,2 cm), ou desde cerca de 0,75 a cerca de 1,0 polegada (1,9 cm a 2,5 cm). Um apanhador 144 se conecta ao topo da calha 82. O apanhador 144 é usado para fibrizar as fibras de polpa 86. O apanhador 144 pode estar limitado ao processamento de polpas de baixa resistência ou desagregadas (tratadas), em cujo caso, o apanhador 144 pode limitar o processo ilustrado a uma faixa muito pequena de tipos de polpa. Ao contrário de moinhos de martelo convencionais, que usam martelos para impactar as fibras de polpa repetidamente, o apanhador 144 usa pequenos dentes para rasgar as fibras de polpa 86 separando-as. Fibras de polpa 86 adequadas, para uso no processo ilustrado na Figura 4, incluem aquelas mencionadas aqui, tais como NB480 (disponíveis a partir de *Weyerhaeuser Co.*, uma empresa tendo escritórios localizados em Federal Way, Washington, EUA).

Em uma extremidade da calha 82, oposta ao apanhador 144, está um alimentador de SAP 88. O alimentador 88 pode verter o SAP 90 da presente invenção em um orifício 92 em uma

tubulação 94, que, então, o alimenta a um soprador 96. Passado o soprador 96, está um comprimento de tubo 98 de 4 polegadas (10 cm) de diâmetro suficiente para o desenvolvimento de um escoamento turbulento completamente desenvolvido em cerca de 5.000 pés por minuto, que permite que as partículas de SAP 90 se tornem distribuídas. O tubo 98 se alarga desde um diâmetro de 4 polegadas (10 cm) para a calha 82 de 24 polegadas por 0,75 polegadas (61 cm por 1,9 cm), em cujo ponto o SAP 90 se mistura com as fibras de polpa 86 e a mistura cai direto para baixo e se torna misturada em cada lado em um ângulo de cerca de 45 graus com o material elastomérico 72. A mistura de SAP 90, fibras de polpa 86 e material elastomérico 72 cai por sobre uma transportadora de fio 100 que se move desde cerca de 14 a cerca de 35 pés por minuto. Entretanto, antes de colidir com a transportadora de fio 100, uma barragem de aerossol 102 opcionalmente asperge uma mistura de tensoativos aquosa 104 em uma névoa através da mistura, por meio disto tornando o compósito absorvente 44 resultante molhável. A mistura de tensoativos 104 pode ser uma mistura 1:3 de GLUCOPON 220 UP (disponível a partir de *Cognis Corporation* tendo um local de negócios em Cincinnati, Ohio, EUA) e AHCVEL Base N-62 (disponível a partir de *Uniqema*, tendo um local de negócios em New Castle, Delaware, EUA). Um vácuo sob o fio 106 é posicionado subjacente à transportadora 100 para auxiliar na formação de um compósito absorvente 44.

O compósito absorvente ou sistema absorvente da presente invenção inclui uma quantidade desejada de composição absorvente, tais como o SAP e os agentes de desencadeamento da presente invenção. Em alguns aspectos, a composição absorvente tem a propriedade ou capacidade de absorver rapidamente grandes quantidades de fluidos, tais como urina ou outros fluidos corporais. Uma vez que a composição absorvente de acordo com a invenção tem a capacidade de aprisionar líquido rapidamente e, então, liberar gradualmente este líquido, de modo que o líquido possa ser distribuído ao longo de todo o compósito absorvente, ela pode resultar em eficiência de utilidade mais elevada de compósitos de absorvente, de modo que eles sejam mais desejavelmente empregados em artigos mais finos com reduzido

gramatura, ou compósitos de absorvente altamente conformados com forquilha estreita para melhor ajuste, quando comparados a produtos absorventes correntes convencionais. Em alguns aspectos, tais compósitos de absorvente ou sistemas absorventes também podem ser adequados para uso como uma camada de composição absorvente homogênea sem felpa ou outro teor em fibras dentro da construção de fralda, resultando na possibilidade de artigos higiene mais finos.

A composição absorvente da presente invenção também pode ser empregada em artigos absorventes que sejam adequados para usos adicionais. Em particular, a composição absorvente desta invenção pode ser usada em compósitos de absorvente ou sistemas absorventes para produtos absorventes, para água ou líquidos aquosos, desejavelmente em construções para absorção de fluidos corporais, em estruturas semelhantes a folha espumadas e não espumadas, em materiais de embalagem, em construções para crescimento de plantas, como agentes de aperfeiçoamento contra sujeira, ou como veículos de composto ativo. Para isto, eles são processados em uma rede por mistura com papel ou felpa ou fibras sintéticas ou por distribuição das partículas de composição absorvente entre substratos de papel, felpa ou têxteis não tecidos, ou por processamento em materiais de veículo. Eles são adicionalmente adequados para uso em artigos absorventes, tais como curativos para ferimentos, embalagem, absorventes agrícolas, bandejas para tecidos e almofadas, e os similares.

Em um aspecto desta invenção, o SAP da presente invenção é capaz de se intumescer e de absorver fluido e, quando um agente de desencadeamento de desintumescimento for aplicado, de se desintumescer e de liberar fluidos, e, quando um agente de desencadeamento de reintumescimento for aplicado, de se reintumescer e de absorver fluido novamente. "Intumescimento" se refere ao crescimento de tamanho do SAP, que ocorre enquanto fluidos estiverem sendo absorvido pelo SAP. Para que o intumescimento ocorra no SAP, os fluidos têm que ser absorvidos; portanto, dizer que um SAP está se intumescendo também significa que o SAP está absorvendo fluido. "Desintumescimento" se refere à

diminuição de tamanho do SAP, que ocorre enquanto fluidos estiverem sendo desabsorvidos a partir do SAP. Para o desintumescimento ocorrer em um SAP, os fluidos absorvidos têm que ser desabsorvidos, ou liberados a partir do SAP; portanto, dizer que um SAP está se desintumescendo também significa que o SAP está liberando líquido. "Reintumescimento" se refere ao aumento de tamanho uma vez mais do SAP, que ocorre enquanto fluidos estiverem sendo absorvidos pelo SAP depois de desintumescimento. Para que o reintumescimento ocorra no SAP, fluidos têm que ser reabsorvidos; portanto, dizer que um SAP está se reintumescendo também significa que o SAP está novamente absorvendo fluido.

SAPs desta invenção são capazes de desintumescimento e de desabsorção de fluidos depois de interação com agente de desencadeamento. Em um aspecto desta invenção, um agente de desencadeamento de desintumescimento funciona depois que o SAP esteja saturado, ou substancialmente saturado, com líquido absorvido. O agente de desencadeamento de desintumescimento faz com que o SAP se desintumesça e libere uma porção desejada do líquido absorvido.

O SAP e os agentes de desencadeamento podem estar presentes em, ou em uma superfície de, um material absorvente em uma razão em peso de desde cerca de 1 : 0,01 a cerca de 1 : 10, tal como desde cerca de 1 : 0,1 a cerca de 1 : 2. Em alguns aspectos, o compósito absorvente ou sistema absorvente resultante pode incluir desde cerca de 10 a cerca de 90% em peso de SAP, tal como desde cerca de 20 a cerca de 80% em peso de SAP; desde cerca de 5 a cerca de 60% em peso de um agente de desencadeamento de desintumescimento; e desde cerca de 5 a cerca de 60% em peso de um agente de desencadeamento de reintumescimento.

Os agentes de desencadeamento, conforme descritos aqui, podem ser de um tamanho que, quando incorporados em um produto de cuidados pessoais, tal como uma fralda de bebê, não possam migrar prontamente para fora do produto de compósito. Em geral, os agentes de desencadeamento podem ter um tamanho de partícula de desde cerca de 5 μm a cerca de 1.000 μm , tal como desde cerca de 50 μm a cerca de 1.000 μm , ou desde cerca de 100 μm a cerca de 850 μm , ou desde cerca de 150 μm a cerca de 850 μm .

Agentes de desencadeamento podem ser aplicados ao compósito absorvente ou sistema absorvente por meio de mistura, encapsulação, revestimento, fixação usando um material aglutinante, estampagem, laminação, mistura de maneira estratégica e /ou em bolsos específicos dos compósitos, combinações destes, ou outros meios. Agentes de desencadeamento podem ter efeitos retardados no tempo, e somente começarem a funcionar (isto é, a liberar os agentes ativos), quando tais efeitos forem eliminados.

Em alguns aspectos desta invenção, pelo menos um dos agentes de desencadeamento está espacialmente separado do SAP e/ou do outro agente de desencadeamento.

O SAP desta invenção se intumescce durante a absorção de fluidos e, em alguns aspectos, pode ser desencadeado a se desintumescer e a liberar fluido pelo agente de desencadeamento de desintumescimento. O SAP desintumescido também pode ser desencadeado a se reintumescer e a absorver fluido por um agente de desencadeamento de reintumescimento. Em alguns aspectos, o ciclo de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento pode ser repetido múltiplas vezes.

Em alguns aspectos da invenção, certos SAPs podem ser mais eficazes quando usados com certos agentes de desencadeamento. Para maximizar os beneficios da presente invenção, pode ser desejável categorizar os SAPs e os agentes de desencadeamento em grupamentos baseados não rigorosamente em alguma característica, tal como perfil químico e/ou de liberação, por exemplo. Portanto, em alguns aspectos, os SAPs e os agentes de desencadeamento podem ser agrupados como se segue: química de solubilidade e química de neutralização. De preferência, um SAP, um agente de desencadeamento de desintumescimento e um agente de desencadeamento de reintumescimento, serão todos selecionados a partir de um único grupamento.

O grupamento químico baseado em solubilidade inclui entes químicos capazes de atingir baixas constantes de produto de solubilidade (isto é, K_{sp}). Em alguns aspectos, o grupamento químico baseado em solubilidade pode incluir o seguinte: um SAP tendo grupos funcionais aniônicos; um agente de desencadeamento de desintumescimento compreendendo um primeiro

ente químico solúvel em água compreendendo cátions X tendo uma valência ionizada de dois ou mais; e uma segunda composição de desencadeamento compreendendo um segundo ente químico solúvel em água compreendendo ânions Y; sendo que os cátions X do primeiro ente químico solúvel em água são capazes de se complexarem com os grupos funcionais aniônicos do SAP; e os ânions Y do segundo ente químico solúvel em água são capazes de se complexarem com os cátions X para formar um sal tendo uma constante de produto de solubilidade $K_{sp} < 10^{-5}$.

10 O grupamento químico baseado em neutralização inclui entes químicos capazes de controlar o grau de neutralização (DN) do SAP. Em alguns aspectos, o grupamento químico baseado em neutralização pode incluir o seguinte: a) um SAP compreendendo poli(ácido acrílico) reticulado parcialmente neutralizado, sendo 15 que desde cerca 40 por cento em mol a cerca de 60 por cento em mol dos grupos funcionais ácidos, tendo um pH de menos do que cerca de 6,0; b) um agente de desencadeamento de desintumescimento compreendendo um primeiro ente químico solúvel em água; e c) um agente de desencadeamento de reintumescimento compreendendo um 20 segundo ente químico solúvel em água tendo pH de cerca de 10 ou mais; sendo que, quando a composição absorvente estiver em contato com um fluido aquoso, o SAP exhibe comportamento de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento e o SAP intumescido resultante tem um pH mais elevado do que o SAP de a).

25 Em adição, um grupamento químico baseado em liberação pode incluir entes químicos capazes de controlar o perfil de liberação dos grupos químicos baseados em solubilidade e/ou dos grupos químicos baseados em neutralização descritos acima. Em alguns aspectos, o grupamento químico baseado em 30 liberação pode incluir o seguinte: um SAP compreendendo um agente de expansão opcional; um agente de desencadeamento de desintumescimento compreendendo um primeiro ente químico sólido solúvel em água, sendo que agente de desencadeamento de desintumescimento tem um perfil de liberação para liberar o ente 35 químico sólido solúvel em água (agente ativo) a partir da composição de desencadeamento, sendo que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou um

perfil de liberação sigmoidal; e um agente de desencadeamento de reintumescimento compreendendo um segundo ente químico sólido solúvel em água, sendo que a segunda composição de desencadeamento tem um perfil de liberação sigmoidal para liberar o segundo ente químico sólido solúvel em água (agente ativo) a partir da
5 composição de desencadeamento; e sendo que o primeiro ente químico solúvel em água tem uma liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água depois de exposição a fluido aquoso e antes de liberação de cerca de 100%.

10 Em alguns aspectos, o SAP, o agente de desencadeamento de desintumescimento e o agente de desencadeamento de reintumescimento do grupamento químico baseado em solubilidade e do grupamento químico baseado em neutralização podem ser usados por eles mesmos, ou em conjunto com os entes químicos do
15 grupamento químico baseado em liberação, para se atingir o comportamento de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento da presente invenção. Entretanto, em geral, os entes químicos do grupamento químico baseado em liberação não podem ser utilizados por eles mesmos para se atingir o comportamento de intumescimento-
20 desintumescimento-reintumescimento da presente invenção.

Portanto, em alguns aspectos desta invenção, um SAP pode ser desencadeado para se desintumescer e se reintumescer por uma mudança na solubilidade dos entes químicos de agente de desencadeamento. Em alguns aspectos desta invenção, uma composição
25 absorvente pode compreender um SAP tendo grupos funcionais aniônicos; um agente de desencadeamento de desintumescimento compreendendo um primeiro ente químico solúvel em água compreendendo cátions X tendo uma valência ionizada de dois ou mais; e um agente de desencadeamento de reintumescimento
30 compreendendo um segundo ente químico solúvel em água compreendendo ânions Y, sendo que os cátions X do primeiro ente químico solúvel em água são capazes de se complexarem com os ânions Y do segundo ente químico solúvel em água para formar um sal tendo uma constante de produto de solubilidade $K_{sp} < 10^{-5}$. Sem
35 se pretender estar ligado por meio isto, formula-se a hipótese de que a reação de troca de íons entre o agente de desencadeamento de desintumescimento e o SAP pode resultar em reticulação iônica na

rede de gel que desencadeia o SAP para se desintumescer e liberar o líquido absorvido. A reação de troca de íons, entre o agente de desencadeamento de reintumescimento e o SAP desintumescido, pode remover pelo menos uma porção de reticulação iônica, de modo que o SAP possa se reintumescer e absorver líquido adicional.

O primeiro ente químico solúvel em água, conforme descrito aqui, compreende cátions tendo uma valência ionizada de dois ou mais. Exemplos específicos do primeiro ente químico incluem, por exemplo, cloreto de alumínio, sulfato de alumínio, cloreto de bário, acetato de cálcio, cloreto de cálcio, formato de cálcio, acetato de magnésio, cloreto de magnésio, formato de magnésio, acetato de zinco, cloreto de zinco, formato de zinco e sulfato de zinco.

O ente químico solúvel em água do agente de desencadeamento de reintumescimento, conforme descrito aqui, inclui ânions que sejam capazes de formar um sal insolúvel com os cátions do agente de desencadeamento de desintumescimento. Os ânions podem ser selecionados a partir de ânions F^- , HCO_3^- , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , oxalato, citrato, sulfeto e polifosfato. Exemplos específicos deste ente químico incluem, por exemplo, fluoreto de sódio, hidrogeno carbonato de sódio, carbonato de sódio, citrato de sódio, oxalato de sódio, fosfato de sódio, poli(fosfato de sódio), sulfeto de sódio, sulfato de sódio ou tripoli(fosfato de sódio).

Observa-se que os agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento discutidos acima são adequados para SAPs aniônicos. Entretanto, se forem utilizados SAPs catiônicos, os próprios agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento podem ser diferentes, mas o mecanismo (isto é, química baseada em solubilidade e química baseada em neutralização) para selecionar os agentes de desencadeamento permanecerá o mesmo.

Os agentes de desencadeamento, conforme descritos aqui, podem compreender adicionalmente um material de revestimento polimérico para se conseguir liberação controlada de entes químicos solúveis em água. Exemplos específicos do material de revestimento incluem, por exemplo, copolímeros de

poli(met)acrilatos, copolímeros de poliacrilatos, etil-celulose, carbóxi-metil-celulose de sódio, acetato de celulose, polietileno glicol, polipropileno maleado, copolímeros de poliolefinas, ou suas combinações. Em certos aspectos preferidos, o revestimento polimérico usado nos revestimentos da presente invenção compreende copolimerizados de ésteres de ácido acrílico e de ácido metacrílico, com um baixo teor de grupos amônio quaternários. A tais copolimerizados, frequentemente, refere-se como copolímeros de metacrilato de amônio, e estão comercialmente disponíveis a partir de *Rohm Pharma AG*, por exemplo, sob o nome comercial EUDRAGIT. Em certos aspectos, o revestimento polimérico usado nos revestimentos da presente invenção compreende etil-celulose e/ou acetato de celulose. Em outros aspectos, o revestimento polimérico, usado nos revestimentos da presente invenção, pode compreender polipropileno maleado.

Conforme observado acima, em alguns aspectos da invenção, a composição absorvente pode incluir agentes de desintumescimento e de reintumescimento tendo um perfil de liberação selecionado, respectivamente, para liberar o ente químico solúvel em água depois de exposição a fluido aquoso, sendo que o primeiro ente químico solúvel em água tem liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água antes que o primeiro ente químico solúvel em água seja 100% liberado. O perfil de liberação é selecionado a partir de perfil de liberação singular ou perfil de liberação sigmoidal.

Em alguns aspectos, a composição absorvente pode incluir agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento, cada um tendo um perfil de liberação, sendo que desde cerca de 50% em peso a 100% em peso do ente químico sólido solúvel em água é liberado a partir do agente de desencadeamento de desintumescimento ou de reintumescimento em menos do que cerca de 240 minutos depois de exposição a líquido aquoso, conforme medido pela medição de perfil de liberação em Teste de Perfil de Liberação conforme descrito aqui.

Em outro aspecto, a composição absorvente pode incluir um SAP compreendendo poli(ácido acrílico) reticulado parcialmente neutralizado, tendo desde cerca de 40 a cerca de 60

por cento em mol dos grupos funcionais ácidos neutralizados, e uma capacidade de retenção centrífuga de pelo menos cerca de 15 gramas de solução de cloreto de sódio à 0,9% em peso por grama de superabsorvente (g/g), ou pelo menos cerca de 25 g/g, ou pelo menos cerca de 30 g/g, ou desde cerca de 25 g/g a cerca de 60 g/g, conforme descrito pelo Teste de Capacidade de Retenção Centrífuga aqui descrito.

Em outro aspecto, a composição absorvente pode incluir um SAP que pode incluir desde cerca de 0,05 a cerca de 10,0% em peso de um agente de expansão. Em alguns aspectos, o agente de expansão pode estar encapsulado por uma resina que pode ser selecionada a partir de resinas naturais ou sintéticas, borrachas de acrilonitrila-butadieno, materiais cerâmicos endurecíveis viscosos, poliolefinas, polietileno glicol, copolímeros de olefinas, olefinas poliaromáticas, compostos estirênicos ou halo-diolefinas polimerizadas. Em outros aspectos, a composição absorvente pode incluir um SAP que tenha um tempo de vórtex de 45 segundos ou menos, conforme medido pelo Teste de Vórtex aqui descrito. Foi constatado que o aumento de velocidade de absorção do SAP descrito aqui pode aperfeiçoar a capacidade de intumescimento e de reintumescimento no ciclo de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento.

Conforme referenciado acima, em alguns aspectos desta invenção, foi constatado que a eficiência de massa e a eficiência de capacidade de absorção pode ser aperfeiçoada pela diminuição de grau de neutralização e pela diminuição de reticulação interna de polímeros superabsorventes. Em outro aspecto desta invenção, um SAP pode ter um grau de neutralização menor do que 70% de grau de neutralização. Em particular, a composição absorvente compreende um SAP compreendendo poli(ácido acrílico) reticulado parcialmente neutralizado, sendo que desde cerca de 40 por cento em mol a cerca de 60 por cento em mol dos grupos funcionais ácidos estão neutralizados, e tendo um pH menor do que cerca de 6,0, um agente de desencadeamento de desintumescimento que inclui um primeiro ente químico solúvel em água, e um agente de desencadeamento de reintumescimento tendo um pH de cerca de 10 ou mais, sendo que a composição absorvente exhibe

um comportamento de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento e o SAP intumescido resultante tem um pH maior do que o SAP original. Em alguns aspectos, os SAPs, conforme descritos aqui, podem ser tornados mais sensíveis aos agentes de desencadeamento, por exemplo, quando o agente de desencadeamento de desintumescimento compreender um ácido, tal como ácido sulfâmico (também conhecido como ácido amidossulfônico, ácido amidossulfúrico, ácido aminossulfônico e ácido sulfamídico) ou um ente químico solúvel em água tendo cátions multivalentes, tais como Ca^{2+} , e o agente de desencadeamento de reintumescimento compreender uma base ou um material básico, tal como carbonato de sódio.

Uma vantagem desta invenção é que uma menor porcentagem dos agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento, com respeito a uma composição de polímero superabsorvente da presente invenção, pode ser utilizada para se atingir a mesma quantidade de líquido de desintumescimento e capacidade de reintumescimento, quando comparado a um polímero superabsorvente comercial. Em adição, a composição absorvente, conforme descrita aqui, mostra um aumento das capacidades de intumescimento e de reintumescimento comparada com a mesma composição absorvente, mas, compreendendo um polímero superabsorvente comercial, ao invés de uma composição de polímero superabsorvente da presente invenção.

Em outro aspecto desta invenção, o SAP e os agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento estão em forma de partículas, e as partículas de SAP e as partículas de agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento têm um tamanho de partícula médio desde cerca de 150 μm a cerca de 850 μm , conforme medido por seleção através de tela de 20 mesh de padrão norte-americano e retidas em uma tela de 100 mesh de padrão norte-americano.

Em outro aspecto desta invenção, pelo menos um dos agentes de desencadeamento está espacialmente separado do SAP.

Em outro aspecto desta invenção, pelo menos um agente de desencadeamento tem um perfil selecionado a partir de um

perfil de liberação sigmoidal ou de um perfil de liberação singular.

Conforme referenciado acima, em outro aspecto desta invenção, a composição absorvente compreende um SAP compreendendo um agente de expansão opcional; um agente de desencadeamento de desintumescimento compreendendo um primeiro ente químico sólido solúvel em água, sendo que o agente de desencadeamento de desintumescimento tem um perfil de liberação para liberar o ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento, sendo que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal; e um agente de desencadeamento de reintumescimento compreendendo um segundo ente químico sólido solúvel em água, sendo que o agente de desencadeamento de reintumescimento tem um perfil de liberação sigmoidal para liberar o segundo ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento, sendo que o primeiro ente químico solúvel em água tem liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água, depois de exposição a fluido aquoso e antes de liberação de cerca de 100%.

Em outro aspecto desta invenção, uma composição absorvente compreende um SAP compreendendo poli(ácido acrílico) reticulado parcialmente neutralizado, e tendo uma primeira capacidade de absorção; um agente de desencadeamento de desintumescimento; e um agente de desencadeamento de reintumescimento, sendo que o SAP e os agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento estão em forma de partículas, e as partículas de SAP e as partículas dos agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento têm um tamanho de partícula de desde mais do que cerca de 150 μm a menos do que 1.000 μm .

Em outro aspecto desta invenção, uma composição absorvente compreende um SAP; um agente de desencadeamento compreendendo um ente químico sólido solúvel em água, sendo que o agente de desencadeamento tem um perfil de liberação para liberar o ente químico sólido solúvel em água, a partir do agente de desencadeamento, sendo que o perfil de liberação é selecionado a

partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal, sendo que o SAP e o agente de desencadeamento estão em forma de partículas, e as partículas de SAP e as partículas do agente de desencadeamento têm um tamanho de partícula de desde mais do que cerca de 150 μm a menos do que 1.000 μm .

O ente químico sólido solúvel em água, conforme descrito aqui, é selecionado a partir de ácido sulfâmico, ácido cítrico, formato de cálcio, cloreto de cálcio, hidróxido de cálcio, óxido de cálcio, acetato de cálcio, acetato de magnésio, cloreto de magnésio, formato de magnésio, cloreto de bário, cloreto de alumínio, sulfato de alumínio, aluminato de sódio, cloreto de zinco, acetato de zinco, formato de zinco, sulfato de zinco, fluoreto de sódio, hidrogeno carbonato de sódio, carbonato de sódio, sulfato de sódio, fosfato de sódio, poli(fosfato de sódio), oxalato de sódio, sulfeto de sódio ou tripoli(fosfato de sódio).

Em outro aspecto desta invenção, um material absorvente compreende um SAP; um agente de desencadeamento de desintumescimento compreendendo um primeiro ente químico sólido solúvel em água, sendo que o agente de desencadeamento de desintumescimento pode ter um perfil de liberação para liberar o ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento, sendo que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal; e um agente de desencadeamento de reintumescimento compreendendo um segundo ente químico sólido solúvel em água, sendo que o agente de desencadeamento de reintumescimento tem um perfil de liberação para liberar o segundo ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento, sendo que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal; sendo que o primeiro ente químico solúvel em água tem liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água depois de exposição a fluido aquoso e antes de liberação de cerca de 100%.

Uma vantagem da composição absorvente da presente invenção é que o cronograma do ciclo de intumescimento-desintumescimento-reintumescimento pode ser controlado por ajuste de tais variáveis, conforme a velocidade de absorção do SAP, a velocidade de liberação dos agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento, e a razão de mistura do SAP e dos agentes de desencadeamento.

Esta invenção se refere adicionalmente a agentes de desencadeamento compreendendo um ente químico sólido solúvel em água; e um material de revestimento polimérico, que reveste o ente químico solúvel em água na quantidade de desde cerca de 0,1% em peso a cerca de 50% em peso do ente químico solúvel em água, e sendo que o agente de desencadeamento tem um perfil de liberação singular ou sigmoidal, para liberar o ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento, conforme medido pelo Teste de Medição de Perfil de Liberação e sendo que o agente de desencadeamento está em forma de partículas, e tem um tamanho de partícula de menos do que cerca de 1.000 μm .

Em outro aspecto desta invenção, o agente de desencadeamento compreende um ente químico sólido solúvel em água selecionado a partir de ácido sulfâmico, ácido cítrico, cloreto de alumínio, sulfato de alumínio, cloreto de bário, acetato de cálcio, cloreto de cálcio, formato de cálcio, acetato de magnésio, cloreto de magnésio, formato de magnésio, acetato de zinco, cloreto de zinco, formato de zinco, sulfato de zinco, fluoreto de sódio, hidrogeno carbonato de sódio, carbonato de sódio, citrato de sódio, oxalato de sódio, fosfato de sódio, poli(fosfato de sódio), sulfeto de sódio, sulfato de sódio ou tripoli(fosfato de sódio), sendo que o ente químico sólido solúvel em água está revestido com um revestimento polimérico selecionado a partir de copolímeros de poli(met)acrilato, copolímeros de poliacrilato, polipropileno maleado, etil-celulose, carbóxi-metil-celulose de sódio, acetato de celulose, polietileno glicol, copolímeros de poliolefina, ou uma combinação de tais; e sendo que o agente de desencadeamento tem um perfil de liberação singular ou sigmoidal para liberar o ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento como medido pelo Teste de Medição de

Perfil de Liberação e sendo que o agente de desencadeamento está na forma de partículas, e tem um tamanho de partícula maior do que cerca de 150 μm a menos do que cerca de 1.000 μm .

5 Outro aspecto desta invenção inclui um agente de desencadeamento que compreende a) um ente químico sólido solúvel em água; e b) um material de revestimento polimérico que reveste o ente químico solúvel em água na quantidade de cerca de 0,1% em peso a cerca de 50% em peso do ente químico solúvel em água; sendo que o agente de desencadeamento tem um perfil de liberação para
10 liberar o ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento após exposição a uma solução aquosa do agente de desencadeamento, sendo que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal.

15 Em outro aspecto desta invenção, desde cerca de 50% em peso a 100% em peso do ente químico sólido solúvel em água são liberados a partir do agente de desencadeamento em menos do que cerca de 240 minutos após a descarga inicial.

20 Em outro aspecto desta invenção, um agente de desencadeamento compreende um ente químico sólido solúvel em água selecionado a partir de ácido sulfâmico, formato de cálcio, fluoreto de sódio, hidrogeno carbonato de sódio, carbonato de sódio, ácido cítrico, cloreto de cálcio, hidróxido de cálcio, óxido de cálcio, cloreto de magnésio, formato de magnésio, cloreto
25 de bário, sulfato de alumínio, aluminato de sódio, sulfato de sódio, fosfato de sódio, poli(fosfato de sódio), oxalato de sódio, sulfeto de sódio ou tripoli(fosfato de sódio); e o ente químico sólido solúvel em água está revestido com um revestimento polimérico selecionado a partir de copolímeros de
30 poli(met)acrilato, copolímeros de poliacrilato, polipropileno maleado, etil-celulose, carbóxi-metil-celulose de sódio, acetato de celulose, polietileno glicol, copolímeros de poliolefina ou uma combinação de tais. Em certos aspectos, o revestimento polimérico utilizado nos revestimentos da presente invenção compreende
35 copolimerizados de ésteres de ácido acrílico e de ácido metacrílico com um baixo teor em grupos amônio quaternários. A tais copolimerizados, frequentemente, refere-se como copolímeros

de metacrilato de amônio, e estão comercialmente disponíveis a partir de *Rohm Pharma AG*, por exemplo, sob o nome comercial EUDRAGIT. Em certos aspectos da presente invenção, o revestimento acrílico é derivado a partir de uma mistura de duas lacas de resina acrílica usadas na forma de dispersões aquosas, comercialmente disponíveis a partir de *Rohm Pharma*, sob o nome comercial EUDRAGIT RL 30 D e EUDRAGIT RS 30 D, respectivamente. EUDRAGIT RL 30 D e EUDRAGIT RS 30 D são copolímeros de ésteres acrílicos e metacrílicos com um baixo teor em grupos amônio quaternários, a razão molar de grupos amônio em relação aos ésteres (met)acrílicos neutros restantes sendo de 1:20 em EUDRAGIT RL 30 D e de 1:40 em EUDRAGIT RS 30 D. O peso molecular médio é de cerca de 150.000.

Vários aspectos da presente invenção incluem um agente de desencadeamento, ou uma forma do mesmo como um agente de desencadeamento de desintumescimento ou um agente de desencadeamento de reintumescimento, compreendendo um ente químico sólido solúvel em água e um material de revestimento polimérico, que reveste o ente químico solúvel em água na quantidade de desde cerca de 0,1% em peso a cerca de 50% em peso, ou quantidades entre esses dois limites, do ente químico solúvel em água, sendo que o agente de desencadeamento pode ter um perfil de liberação para liberar o ente químico sólido solúvel em água a partir do agente de desencadeamento depois de uma descarga de uma solução aquosa do agente de desencadeamento, sendo que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal.

Esta invenção refere-se ainda a agentes de desencadeamento tendo um perfil de liberação selecionado para liberar o agente ativo a partir dos agentes de desencadeamento, e a um método para a preparação de tais agentes de desencadeamento. Em um aspecto, o perfil de liberação dos agentes de desencadeamento pode ser controlado por seleção de polímeros de revestimento apropriados, que são aplicados sobre a superfície dos entes químicos solúveis em água. Em outro aspecto, o perfil de liberação pode ser controlado por ajuste do processo de revestimento para aplicar os polímeros de revestimento.

O(s) agente(s) de desencadeamento de acordo com a presente invenção podem ser preparados por vários métodos conhecidos pelos técnicos especializados no assunto de preparação de composições de liberação controlada revestidas. O agente de desencadeamento pode ser preparado de maneira contínua ou descontínua em laboratório ou em um modo industrial de grande escala.

Um aspecto de um primeiro processo para preparar agente(s) de desencadeamento pode incluir as seguintes etapas:

- 10 a. fornecimento das partículas de ente químico sólido solúvel em água;
- b. colocação do ente químico solúvel em água em um recipiente;
- c. fluidização das partículas do ente químico sólido solúvel em água;
- 15 d. aspersão de um revestimento polimérico por sobre as partículas fluidizadas; e
- e. secagem das partículas revestidas, por exemplo, em cerca de 50°C, durante cerca de 2 dias.

20 Um segundo processo para preparar agentes de desencadeamento pode incluir as seguintes etapas:

- a. agitação das partículas de ente químico sólido solúvel em água em um misturador;
- b. adição de revestimento polimérico às partículas de ente químico sólido solúvel em água; e
- 25 c. aquecimento das partículas revestidas, por exemplo, em cerca de 50°C, durante cerca de 2 horas.

30 Um terceiro processo para preparar agentes de desencadeamento é um processo de leito fluidizado e pode incluir as seguintes etapas:

- a. preparação de uma solução de revestimento do revestimento polimérico, talco e citrato de trietila;
- b. fluidização das partículas de ente químico sólido solúvel em água;
- 35 c. aspersão da solução de revestimento por sobre as partículas de ente químico sólido solúvel em água; e

d. secagem das partículas revestidas, por exemplo, em cerca de 40°C, durante cerca de 24 horas.

Um produto estabilizado do agente de desencadeamento pode ser obtido submetendo o substrato revestido a aquecimento em forno em uma temperatura acima da temperatura de transição vítrea (T_g) do polímero acrílico plastificado durante o período de tempo exigido, os valores ótimos para temperatura e tempo para a formulação particular sendo determinados experimentalmente.

As composições revestidas, curadas, da presente invenção fornecem um perfil de dissolução estável, quando armazenados durante períodos estendidos de tempo à temperatura ambiente e à umidade ambiente (por exemplo, testagem de longo prazo (tempo real)), e quando testadas sob condições de armazenamento aceleradas.

Em alguns aspectos, os agentes de desencadeamento podem estar presentes em um compósito absorvente ou sistema absorvente como partículas discretas (incluindo outras formas, tais como filme, flocos, fibras, nanopartículas e similares). Em outros aspectos, pelo menos um dos agentes de desencadeamento pode ser revestido por sobre o SAP, tais como uma partícula de polímero de superabsorvente.

Em alguns aspectos, o SAP pode ser uma composição de polímero superabsorvente da presente invenção. Uma composição de polímero superabsorvente, conforme descrita em aspectos da presente invenção, é obtida pela polimerização inicial de desde cerca de 55% a cerca de 99,9% em peso da composição de polímero superabsorvente de monômero contendo grupo ácido insaturado polimerizável. Um monômero insaturado pode incluir qualquer um daqueles contendo grupos carboxila, tais como ácido acrílico, ácido metacrílico ou ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfônico, ou suas misturas. Pelo menos cerca de 50% em peso, ou pelo menos cerca de 75% em peso dos grupos ácidos podem ser grupos carboxila.

Os grupos ácidos podem ser neutralizados na extensão de pelo menos cerca de 25% em peso, isto é, os grupos ácidos podem estar presentes como sais de sódio, de potássio ou de amônio. Em alguns aspectos, o grau de neutralização pode ser de

pelo menos 40% em mol ou pelo menos 50% em mol, tal como pelo menos 60% em mol, ou pelo menos 70% em mol, ou desde cerca de 40% em mol a cerca de 60% em mol. Em alguns aspectos, é desejável utilizar polímeros obtidos por polimerização de ácido acrílico ou ácido metacrílico, os grupos carboxila dos quais estão neutralizados à extensão de desde cerca de 50% em mol a cerca de 80% em mol, na presença de agentes de reticulação interna.

Em alguns aspectos, o monômero adequado, que pode ser copolimerizado com o monômero etilenicamente insaturado, pode incluir, mas não está limitado a, acrilamida, metacrilamida, acrilato de hidróxi-etila, (met)acrilato de dimetil-amino-alquila, (met)acrilatos etoxilados, dimetilamino-propil-acrilamida, ou cloreto de acrilamido-propil-trimetil-amônio. Tal monômero pode estar presente em uma faixa de desde 0% a cerca de 40% em peso do monômero copolimerizado.

A composição de polímero superabsorvente da invenção também pode incluir agentes de reticulação internos. O agente de reticulação interno tem pelo menos duas ligações duplas etilenicamente insaturadas, ou uma ligação dupla etilenicamente insaturada e um grupo funcional que seja reativo em face de grupos ácidos do monômero contendo grupos ácidos insaturado polimerizável, ou vários grupos funcionais que sejam reativos em face de grupos ácidos, pode ser usado como componente de reticulação interno e está desejavelmente presente durante a polimerização do monômero contendo grupo ácido insaturado polimerizável.

Exemplos de agentes de reticulação internos incluem, mas não estão limitados a, amidas insaturadas alifáticas, tais como metileno-bis-acril- ou -metacril-amida ou etileno-bis-acrilamida; ésteres alifáticos de polióis ou polióis alcoxilados com ácidos etilenicamente insaturados, tais como di(met)acrilatos ou tri(met)acrilatos de butanodiol ou etileno glicol, poliglicóis ou trimetilolpropano; ésteres de di- e triacrilato de trimetilolpropano, que podem estar oxialquilados, desejavelmente etoxilados, com cerca de 1 a cerca de 30 moles de óxido de alquilenos; ésteres de acrilato e de metacrilato de glicerol e de pentaeritritol e de glicerol e de pentaeritritol oxietilado com

desejavelmente cerca de 1 a cerca de 30 moles de óxido de etileno; compostos de alila, tais como (met)acrilato de alila, (met)acrilato de alila alcoxilado reagido com desejavelmente cerca de 1 a cerca de 30 moles de óxido de etileno, cianurato de trialila, isocianurato de trialila, éster de dialila de ácido maléico, ésteres de polialila, tetra-alilóxi-etano, trialilamina, tetra-alil-etileno-diamina, dióis, polióis, compostos de hidróxi-alila ou de acrilato e ésteres de alila de ácido fosfórico ou ácido fosforoso; e monômeros que sejam capazes de reticulação, tais como compostos de N-metilol de amidas insaturadas, tais como de metacrilamida ou acrilamida, e os éteres derivados a partir deles. Reticulantes iônicos, tais como, sais de metais multivalentes também podem ser empregados. Misturas dos agentes de reticulação mencionados também podem ser empregadas. O teor nos agentes de reticulação internos é desde cerca de 0,001% a cerca de 5% em peso, tais como a partir de cerca de 0,2% a cerca de 3% em peso, com base na quantidade total do monômero contendo grupo ácido insaturado polimerizável.

Em outro aspecto da presente invenção, desde cerca de 0,05 a cerca de 10% em peso, tal como desde cerca de 0,2% em peso a cerca de 5% em peso, a partir de cerca de 0,2% em peso a cerca de 5% em peso, de um agente de expansão (com base no peso de solução de monômero total) pode ser adicionado à solução de monômero. Os agentes de expansão podem ser adicionados a, simultaneamente com, ou imediatamente depois que, a polimerização seja iniciada. Os agentes de expansão não são tão eficazes se adicionados depois que o hidrogel seja formado, nem são eles eficazes quando adicionados depois de corte ou de secagem do polímero gelificado. Por variação da quantidade do agente de expansão, a liberação do agente de expansão pode ser programada para fornecer a mais vantajosa estrutura microcelular do hidrogel resultante.

Os agentes de expansão podem incluir qualquer sal contendo carbonato ou bicarbonato, ou sal misto, carbonato de sódio, carbonato de potássio, carbonato de amônio, carbonato de magnésio, ou carbonatos (hidrolíticos) de magnésio, carbonato de cálcio, carbonato de bário, bicarbonatos e hidratos destes,

compostos azo ou outros cátions, assim como carbonatos que ocorrem naturalmente, tal como dolomita, ou suas misturas. Agentes de expansão podem incluir sais de carbonato de cátions multivalentes, tais como Mg^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} , e os similares. Embora alguns dos

5 cátions de metais de transição multivalentes possam ser usados, alguns deles, tais como cátion férrico, podem causar tingimento de cor e podem estar sujeitos a reações de redução-oxidação ou a equilíbrios de hidrólise em água. Isso pode conduzir a dificuldades em controle de qualidade do produto polimérico final.

10 Além disso, outros cátions multivalentes, tais como Ni^{2+} , Ba^{2+} , Cd^{2+} e Hg^{2+} , seriam inaceitáveis por causa dos efeitos tóxicos potenciais e dos efeitos de sensibilização da pele potenciais. Um agente de expansão preferido é $MgCO_3$, que também pode ser representado pela fórmula $(MgCO_3)_4.Mg(OH)_2.5H_2O$. Outro agente de

15 expansão preferido é $(NH_4)_2CO_3$. Os agentes de expansão $MgCO_3$ e $(NH_4)_2CO_3$ também podem ser usados em misturas.

Tais agentes de expansão podem estar encapsulados em resinas. A encapsulação de tais agentes de expansão fornece uma liberação retardada controlável de um gás, tal como dióxido de

20 carbono, quando dispersos em uma solução de monômero, que é aquecido ou polimerizado de acordo com a presente invenção. O processo para encapsulação compreende o revestimento de um agente de expansão particular com uma resina que pode estar diluída em uma solução de solvente. O solvente utilizado pode ser um solvente

25 orgânico ou inorgânico, tal como água, dependendo da natureza do revestimento a ser aplicado. Um segundo revestimento, em geral chamado de um revestimento selante, pode ser aplicado sobre o agentes de expansão encapsulado.

Resinas empregadas no encapsulamento do agente de

30 expansão na composição de polímeros superabsorventes da presente invenção podem incluir, mas não estão limitadas a, resinas naturais e sintéticas, poliolefinas (por exemplo, polietileno e polipropileno), copolímeros de olefinas (por exemplo, copolímeros de etileno e acetato de etil-vinila), olefinas poliaromáticas,

35 compostos estirênicos e halo-diolefinas polimerizadas (por exemplo, neoprene, copolímeros de etileno-propileno, poli(cloreto de vinila), poli(álcool de vinila), poli(acetato de vinila),

derivados de poli(ácido acrílico), policarbonato, poliésteres, poli(α -metil-estireno) e poliestireno), amido, gelatina e celulose. Materiais de resina preferidos incluem polióis, tais como polietileno glicol.

5 Desde 0 a cerca de 95% em peso do solvente apropriado podem ser adicionados à resina para formar uma solução e revestido por sobre o agente de expansão. A solução de resina pode ser aplicada no agente de expansão em uma quantidade de desde cerca de 10% a cerca de 80% em peso do composto de encapsulação,
10 tal como desde cerca de 30% a cerca de 70% em peso do composto de encapsulação, e pode ser aplicado com qualquer processo de encapsulação comumente empregado na técnica, incluindo, mas não limitado a, aplicação em tambor ou aspersão. A finalidade da resina de encapsulação é retardar a liberação de gás pelo agente
15 de expansão pelo agente de expansão na solução de monômero, até um estágio posterior do processo de polimerização, permitindo o controle da e aperfeiçoamento da estrutura microcelular do hidrogel.

A encapsulação do agente de expansão pelo
20 substrato resinoso pode ser realizada à temperatura ambiente, mas temperaturas são preferidas. O substrato resinoso pode ser de desde cerca de 30% a cerca de 70% em peso do composto encapsulado.

A composição de polímero superabsorvente da invenção também pode incluir desde cerca 50 ppm a cerca de 1.000
25 ppm de um iniciador térmico com base no monômero contendo grupo ácido insaturado polimerizável. Iniciadores térmicos podem incluir persulfatos, tais como persulfato de sódio, persulfato de potássio e persulfato de amônio; peróxidos, tais como peróxido de hidrogênio, peróxido de benzoíla, peróxido de t-butila e peróxido
30 de metil etil cetona; peróxi-ésteres, tais como peróxi-pivalato de t-butila, peróxi-pivalato de t-amila, peróxi-2-etil-hexanoato de t-amila e peróxi-isobutirato de t-butila; e compostos azo, tais como compostos de azonitrila, compostos de azoamidina, compostos de azoamidina cíclica, compostos de azoamida, compostos de alquil-
35 azo, dicloridrato de 2,2'-azobis (2-amidino-propano) e dicloridrato de 2,2'-azobis (2-(2-imidazolin-2-il) propano).

Em alguns aspectos, iniciadores podem ser usados para iniciação da polimerização via radicais livres. Iniciadores adequados podem incluir, mas não estar limitados a, compostos de azo ou de peroxo, sistemas redox ou iniciadores de UV, sensibilizadores e/ou radiação.

Depois de polimerização, o polímero superabsorvente se torna um hidrogel reticulado que pode ser preparado em partículas de polímero superabsorvente. As partículas de polímero superabsorvente podem, então, ser reticulados em superfície pela adição de um agente de reticulação em superfície e tratamento térmico. Em geral, a reticulação em superfície é um processo que, acredita-se, aumenta a densidade de reticulação da matriz de polímero na vizinhança da superfície das partículas superabsorventes, com respeito à densidade de reticulação do interior da partícula.

Em alguns aspectos particulares, agentes de reticulação em superfície desejáveis incluem entes químicos com um ou mais grupos funcionais que sejam reativos em face de grupos pendentes das cadeias de polímero, tipicamente os grupos ácidos. O agente de reticulação em superfície pode estar presente em uma quantidade de desde cerca de 0,001% a cerca de 5% em peso da composição de polímero superabsorvente seca, tais como desde cerca de 0,1% a cerca de 3% em peso, ou tal como desde cerca de 0,1% a cerca de 1% em peso, com base no peso da composição de polímero superabsorvente seca. Os inventores constataram que uma etapa de tratamento térmico, depois da adição do agente de reticulação em superfície, é desejável.

Agentes de reticulação em superfície são compostos químicos, que podem conter grupos funcionais capazes de reagir com grupos de ácido carboxílico ou carboxila. Agentes de reticulação em superfície podem incluir dois grupos funcionais, tais como alguns grupos álcool, amina, aldeído e carbonato, podem ser usados. Moléculas de reticulante tendo múltiplas diferentes funções também podem ser empregadas, tais como polióis, poliaminas, poli-amino-alcoóis e carbonatos de alquilenos. Etileno glicol, dietileno glicol, trietileno glicol, polietileno glicol, glicerol, poliglicerol, propileno glicol, dietanolamina,

trietanolamina, polipropileno glicol, copolímeros em bloco de óxido de etileno e de óxido de propileno, ésteres de ácidos graxos de sorbitano, ésteres de ácidos graxos de sorbitano etoxilados, trimetilolpropano, trimetilolpropano etoxilado, pentaeritritol, 5 pentaeritritol etoxilado, poli(álcool de vinila), sorbitol, carbonato de etileno e carbonato de propileno podem ser usados. Polióis e carbonato de etileno podem ser usados como agentes de reticulação em superfície.

Agentes de reticulação em superfície pode ser um 10 carbonato de alquileno seguido por aquecimento para efetuar reticulação em superfície, que pode aperfeiçoar a densidade de reticulação em superfície e as características de resistência de gel da partícula de polímero superabsorvente. Mais especificamente, o agente de reticulação em superfície pode ser 15 revestido por sobre o particulado de polímero superabsorvente por mistura do particulado de polímero com uma solução aquoso-alcoólica do agente de reticulação em superfície de carbonato de alquileno. A quantidade de álcool pode ser determinada pela solubilidade do carbonato de alquileno e é mantida tão baixa 20 quanto possível por várias razões. Alcoóis adequados são metanol, isopropanol, butanol ou butil-glicol, assim como misturas destes alcoóis. Em alguns aspectos, o solvente desejavelmente é água, que tipicamente é usada em uma quantidade de cerca de 0,3% em peso a cerca de 5,0% em peso, com base no peso do polímero 25 superabsorvente seco. Em outros aspectos, o agente de reticulação em superfície de carbonato de alquileno pode estar dissolvido em água sem qualquer álcool. Ainda em outros aspectos, o agente de reticulação em superfície de carbonato de alquileno pode ser aplicado a partir de uma mistura em pó, por exemplo, com um 30 material de veículo inorgânico, tal como dióxido de silício (SiO_2), ou em um estado de vapor por sublimação do carbonato de alquileno.

Para se atingir as propriedades de reticulação em superfícies desejadas, o carbonato de alquileno é distribuído 35 igualmente sobre o polímero superabsorvente particulado. Para esta finalidade, mistura é efetuada em misturadores adequados conhecidos na técnica, tais como misturadores de leito fluidizado,

misturadores com pás, misturadores de tambores rotativos ou misturadores com parafusos alimentadores gêmeos. É também possível realizar o revestimento do polímero superabsorvente particulado durante uma das etapas de processo na produção do polímero superabsorvente particulado. Em um aspecto particular, um processo adequado para essa finalidade é o processo de polimerização em suspensão inversa.

O tratamento térmico, que pode seguir o tratamento de revestimento, pode ser realizado como se segue. Em geral, o tratamento térmico é em uma temperatura de desde cerca de 100°C a cerca de 300°C. Temperaturas mais baixas são possíveis se agentes de reticulação de epóxido altamente reativos forem usados. Entretanto, se carbonatos de alquileno forem usados, então, o tratamento térmico é adequadamente em uma temperatura de desde cerca de 150°C a cerca de 250°C. Neste aspecto particular, a temperatura de tratamento depende do tempo de intumescimento e do tipo de carbonato de alquileno. Por exemplo, em uma temperatura de cerca de 150°C, o tratamento térmico pode ser realizado durante uma hora ou mais longamente. Ao contrário, em uma temperatura de cerca de 250°C, uns poucos minutos (por exemplo, de desde cerca de 0,5 minutos a cerca de 5 minutos) são suficiente para se atingir as propriedades de reticulação em superfície desejadas. O tratamento térmico pode ser realizado em secadores ou fornos convencionais conhecidos na técnica.

A composição de polímero superabsorvente da presente invenção pode incluir adicionalmente desde 0 a cerca de 5% em peso de um sal de metal multivalente na superfície do polímero, com base no peso da composição de polímero superabsorvente seca. O sal de metal multivalente é, de preferência, solúvel em água. Exemplos de cátions de metal incluem os cátions de Al, Fe, Zr, Mg e Zn. O cátion de metal pode ter uma valência de pelo menos +3, tal como com Al^{+3} sendo muitíssimo preferido. Exemplos de ânions no sal de metal multivalente incluem halogenetos, cloro-hidratos, sulfatos, lactatos, nitratos e acetatos. Exemplos de tais sais de metais multivalentes incluem sulfato de alumínio e lactato de alumínio. Uma forma de sulfato de alumínio é sulfato de alumínio hidratado, de preferência, sulfato

de alumínio tendo desde 12 a 14 águas de hidratação. Misturas de sais de metais multivalentes podem ser empregadas.

O polímero e o sal de metal multivalente, de maneira adequada, podem ser misturados por mistura à seco, ou estar em solução, tal como uma solução aquosa, usando meios bem conhecidos pelos técnicos especializados no assunto. Com secagem à seco, um aglutinante pode ser empregado em uma quantidade, que seja suficiente para assegurar que uma mistura substancialmente uniforme do sal e do polímero superabsorvente seja mantida. O aglutinante pode ser água ou um composto orgânico não volátil tendo um ponto de ebulição de pelo menos 150°C. Exemplos de aglutinantes incluem água, polióis, tais como propileno glicol, glicerina e poli(etileno glicol).

Em alguns aspectos, a composição de polímero superabsorvente da presente invenção pode incluir até cerca de 5% em peso, e desde cerca de 0,001% a cerca de 5% em peso, e desde cerca de 0,01% a cerca de 0,5% em peso da composição de polímero superabsorvente seca de um revestimento polimérico, tal como um revestimento termoplástico, ou de um revestimento catiônico, ou uma combinação de um revestimento termoplástico e de um revestimento catiônico. Em alguns aspectos particulares, o revestimento polimérico pode ser um polímero que pode estar em um estado sólido, de emulsão, de suspensão, coloidal ou solubilizado, ou combinações de tais. Revestimentos poliméricos adequados para esta invenção podem incluir, mas não estão limitados a, revestimento termoplástico tendo uma temperatura de fusão termoplástica, sendo que o revestimento polimérico pode ser aplicado à superfície de partícula coincidente com, ou seguido por, uma temperatura da partícula de polímero superabsorvente tratada em cerca de a temperatura de fusão termoplástica.

Exemplos de polímeros termoplásticos, que também podem ser empregados, incluem, mas não estão limitados a, poliolefina, polietileno, poliéster, poliamida, poliuretano, estireno, polibutadieno, polietileno de baixa densidade linear (LLDPE), copolímero de etileno-ácido acrílico (EAA), copolímero de etileno-metacrilato de alquila (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, LLDPE e/ou VLDPE. Um polímero termoplástico pode estar funcionalizado para ter benefícios adicionais, tais como

5 solubilidade ou dispersabilidade em água.

Revestimentos poliméricos desta invenção também podem incluir um polímero catiônico. Um polímero catiônico, conforme usado aqui, se refere a um polímero ou mistura de polímeros compreendendo um grupo ou grupos funcionais, tendo um

10 potencial de se tornarem íons positivamente carregados quando da ionização em uma solução aquosa. Grupos funcionais adequados para um polímero catiônico incluem, mas não estão limitados a, grupos amino primários, secundários ou terciários, grupos imino, grupos imido, grupos amido, e grupos amônio quaternários. Exemplos de

15 polímeros catiônicos sintéticos incluem, mas não estão limitados a, os sais ou sais parciais de poli(vinil-aminas), poli(álil-aminas), poli(etileno-imina), poli(amino-propanol-vinil-éteres), poli(cloreto de acrilamido-propil-trimetil-amônio) e poli(cloreto de dialil-dimetil-amônio). Poli(vinil-aminas) incluem, mas não

20 estão limitadas a, LUPAMIN 9095 disponível a partir de *BASF Corporation*, Mount Olive, New Jersey. Exemplos de polímeros catiônicos naturais incluem, mas não estão limitados a, quitina parcialmente desacetilada, quitosana e sais de quitosana. Polipeptídeos sintéticos, tais como poliasparaginas, polilisinas,

25 poliglutaminas e poliargininas são também polímeros catiônicos adequados.

As composições de polímero superabsorvente, de acordo com a invenção, podem incluir desde 0 a cerca de 5% em peso, ou desde 0,05 a cerca de 2,0% em peso, de um sal de metal

30 multivalente, com base na composição de polímero superabsorvente seca. O sal de metal multivalente pode ser aplicado à superfície da composição de polímero superabsorvente. O sal de metal multivalente pode ser solúvel em água. Exemplos de cátions de metal incluem os cátions de Al, Fe, Zr, Mg e Zn. O cátion de metal

35 pode ter uma valência de pelo menos +3, com Al sendo muitíssimo preferido. Exemplos de ânions no sal de metal multivalente incluem halogenetos, cloro-hidratos, sulfatos, lactatos, nitratos e

acetatos, com cloretos, sulfatos, cloro-hidratos e acetatos sendo preferidos, cloro-hidratos e sulfatos sendo mais preferidos, e sulfatos sendo os muitíssimo preferidos. Sulfato de alumínio é o sal de metal multivalente muitíssimo preferido e está prontamente
5 comercialmente disponível. O sal de metal multivalente pode ser um sulfato de alumínio, tal como sulfato de alumínio hidratado, tal como sulfato de alumínio tendo desde 12 a 14 águas de hidratação. O sal de metal multivalente pode ser lactato de alumínio. Misturas de sais de metais multivalentes podem ser empregadas.

10 As composições de polímero superabsorvente, de acordo com a invenção, podem incluir desde cerca de 0,01% a cerca de 2% em peso ou desde cerca de 0,01% a cerca de 1% em peso, com base na composição de polímero superabsorvente seca de um composto de metal inorgânico insolúvel em água. O composto de metal
15 inorgânico insolúvel em água pode ser aplicado à superfície da composição de polímero superabsorvente. Os compostos de metais inorgânicos insolúveis em água podem incluir, mas não estão limitados a, um cátion selecionado a partir de alumínio, titânio, cálcio ou ferro e um ânion selecionado a partir de fosfato, borato
20 ou cromato. Exemplos de compostos de metais inorgânicos insolúveis em água incluem fosfato de alumínio e um borato de metal insolúvel. O borato de metal insolúvel pode ser selecionado a partir de borato de titânio, borato de alumínio, borato de ferro, borato de magnésio, borato de manganês ou borato de cálcio. A
25 fórmula química $TiBO$ será usada aqui para designar borato de titânio e compostos análogos, tais como borato de titânio (III) $TiBO_3$. Em adição, a formulação química também designa o caso, em que borato de titânio (III) $TiBO_3$ é tratado com peróxido de hidrogênio, para se obter borato de titânio (IV). O composto de
30 metal inorgânico pode ter um tamanho de partícula médio ponderal de menos do que cerca de 2 μm , e pode ter um tamanho de partícula médio ponderal de menos do que cerca de 1 μm .

O composto de metal inorgânico pode ser aplicado na forma física seca à superfície das partículas de polímero
35 superabsorvente. Para isto, as partículas de polímero superabsorvente podem ser misturadas intimamente com o composto de metal inorgânico finamente dividido. O composto de metal

inorgânico finamente dividido pode ser adicionado, próximo à temperatura ambiente, às partículas da composição de polímero superabsorvente e misturados ali até que esteja presente uma mistura cerca de homogênea. Para esta finalidade, a mistura é
5 efetuada em misturadores adequados conhecidos na técnica, tais como misturadores de leito fluidizado, misturadores com pás, misturadores de tambores rotativos ou misturadores com parafusos alimentadores gêmeos. A mistura das partículas de polímero superabsorvente com o composto de metal inorgânico insolúvel em
10 água finamente dividido pode ocorrer antes ou depois de qualquer reticulação em superfície, por exemplo, durante a aplicação do agente de reticulação em superfície.

Alternativamente, uma suspensão de um composto de metal inorgânico insolúvel em água finamente dividido pode ser
15 preparada e aplicada a um polímero absorvente de água particulado. A suspensão pode ser aplicada, por exemplo, por aspersão. Meios de dispersão úteis para preparação da suspensão incluem água, solventes orgânicos, tais como alcoóis, por exemplo, metanol, etanol, isopropanol, cetonas, por exemplo, acetona, metil etil
20 cetona, ou misturas de água com os solventes orgânicos mencionados anteriormente. Outros meios de dispersão úteis incluem auxiliares de dispersão, tensoativos, colóides protetores, modificadores de viscosidade e outros auxiliares para ajudarem na preparação da suspensão. A suspensão pode ser aplicada em misturadores de reação
25 convencionais, ou em sistemas de mistura e de secagem, conforme descrito acima, em uma temperatura na faixa desde a temperatura ambiente a menos do que o ponto de ebulição do meio de dispersão, ou próxima à temperatura ambiente. É apropriado combinar a aplicação da suspensão com uma etapa de reticulação em superfície
30 por dispersão do sal de metal insolúvel em água finamente dividido na solução do agente de reticulação em superfície.

Alternativamente, a suspensão também pode ser aplicada antes ou depois da etapa de reticulação em superfície. A aplicação da lama pode ser seguida por uma etapa de secagem.

35 Em alguns aspectos, as composições de polímero superabsorvente, de acordo com a invenção, também podem incluir desde 0% a cerca de 5%, ou alternativamente desde cerca de 0,01% a

cerca de 3% em peso, da composição de polímero superabsorvente seca, de sílica. Exemplos de sílica incluem sílica defumada, sílica precipitada, dióxido de silício, ácido silícico e silicatos. Em alguns aspectos particulares, dióxido de silício não cristalino microscópico pode ser desejável. Produtos incluem SIPERNAT 22S e AEROSIL 200 disponível a partir de *Degussa Corporation*, Parsippany, Nova Jersey. Em alguns aspectos, o diâmetro de partícula do pó inorgânico pode ser de 1.000 μm ou menor, tal como 100 μm ou menor.

Em alguns aspectos, as composições de polímero superabsorvente também podem incluir desde 0% a cerca de 30% em peso da composição de polímero superabsorvente seca, tal como desde cerca de 0,1% a cerca de 5% em peso, de polímeros solúveis em água com base no peso da composição de polímero superabsorvente seca, de poli(acetato de vinila), polivinilpirrolidona, amido ou derivados de amido, poliglicóis, óxidos de polietileno, óxidos de polipropileno ou poli(ácidos acrílicos), parcialmente ou completamente hidrolisados.

Em alguns aspectos, aditivos de superfície adicionais podem ser opcionalmente empregados com as partículas de polímero superabsorvente, tais como substâncias que se ligam a odor, tais como ciclodextrinas, zeólitas, sais inorgânicos ou orgânicos, e materiais similares, aditivos anti-aglomerante, agentes modificadores de escoamento, tensoativos, modificadores de viscosidade, e os similares. Em adição, aditivos de superfície podem ser empregados, que realizem vários papéis durante modificações de superfície. Por exemplo, um único aditivo pode ser um tensoativo, um modificador de viscosidade, e pode reagir para formar cadeias de polímero de reticulação.

Em alguns aspectos, as composições de polímero superabsorvente da presente invenção, depois de uma etapa de tratamento térmico, podem ser tratadas com água, de modo que a composição de polímero superabsorvente tenha um teor em água de até 10% em peso da composição de polímero superabsorvente. Essa água pode ser adicionada com um ou mais dos aditivos de superfície a partir dos acima, adicionados ao polímero superabsorvente.

Em alguns aspectos, as composições de polímero superabsorvente, de acordo com a invenção, podem ser preparadas por dois processos. Em alguns aspectos, a composição pode ser preparada de maneira contínua ou descontínua, de uma maneira em grande escala industrial, a pós-reticulação de acordo com a invenção sendo realizada de maneira correspondente.

De acordo com um processo, o monômero parcialmente neutralizado, tal como ácido acrílico, pode ser convertido em um gel por polimerização via radicais livres em solução aquosa, na presença de agentes de reticulação e de quaisquer outros componentes, e o gel pode ser cominuído, secado, moído e removido por peneiração para o tamanho de partícula desejado. Para a presente invenção, o tamanho das partículas da composição de polímero superabsorvente de elevada capacidade é dependente do processo de fabricação, incluindo moagem e peneiramento. É bem conhecido dos técnicos especializados no assunto que a distribuição dos tamanhos de partícula das partículas de polímero superabsorvente se parece com uma distribuição normal ou uma curva em forma de sino. É também conhecido que, por várias razões, a distribuição normal da distribuição de tamanhos de partícula pode estar inclinada em outra direção.

As partículas de polímero superabsorvente da presente invenção, em geral, incluem tamanhos de partícula variando desde cerca de 50 a cerca de 1.000 μm , ou desde cerca de 150 a cerca de 850 μm . A presente invenção pode incluir pelo menos cerca de 40% em peso das partículas tendo um tamanho de partícula desde cerca de 300 μm a cerca de 600 μm , pelo menos cerca de 50% em peso das partículas tendo um tamanho de partícula desde cerca de 300 μm a cerca de 600 μm , ou pelo menos cerca de 60% das partículas tendo um tamanho de partícula desde cerca de 300 μm a cerca de 600 μm , conforme medido por seleção através de uma tela de 30 mesh de padrão norte-americano e retidas em uma tela de 50 mesh de padrão norte-americano. Em adição, a distribuição de tamanhos das partículas de polímero superabsorvente da presente invenção pode incluir menos do que cerca de 30% em peso de partículas tendo um tamanho maior do que cerca de 600 microns, e

menos do que cerca de 30% em peso de partículas tendo um tamanho menor do que cerca de 300 microns, conforme medido usando, por exemplo, um *RO-TAP Mechanical Sieve Shaker Model B* disponível a partir de *W. S. Tyler, Inc.*, Mentor, Ohio.

5 Embora a forma das partículas possa ser usada, por meio de exemplo, da forma física de composição de polímero superabsorvente, a invenção não está limitada a esta forma e é aplicável a outras formas, tais como fibras, espumas, filmes, contas, hastes, e as similares, conforme discutido acima. Em
10 alguns aspectos, quando a composição de polímero superabsorvente existir como partículas ou em forma de grânulos, será desejável que estas partículas tenham um tamanho de desde cerca de 150 μm a cerca de 850 μm , com base no processo de peneiração, que é bem conhecido na indústria de superabsorvente.

15 De acordo com outro processo, polimerização em suspensão inversa e em emulsão também podem ser usadas para preparação dos produtos de acordo com a invenção. De acordo com esses processos, uma solução de monômero parcialmente neutralizada, aquosa, tal como ácido acrílico, pode ser dispersa
20 em um solvente orgânico hidrofóbico com o auxílio de colóides protetores e/ou emulsificantes, e a polimerização é iniciada por iniciadores de radicais livres. Os agentes de reticulação internos ou podem estar dissolvidos na solução de monômero e são adicionados dosadamente em conjunto com ela, ou são adicionados
25 separadamente e opcionalmente durante a polimerização. A adição de um polímero solúvel em água, como a base de enxerto, opcionalmente ocorre via a solução de monômero ou por introdução direta no solvente orgânico. A água é, então, removida azeotropicamente a partir da mistura, e o polímero é removido por filtração e
30 opcionalmente secado. A reticulação interna pode ser realizada por polimerização local de um agente de reticulação polifuncional dissolvido na solução de monômero e/ou por reação de agentes de reticulação adequados com grupos funcionais do polímero durante as etapas de polimerização.

35 As composições de polímero superabsorvente da presente invenção pode ter um tempo de vórtex, conforme medido pelo procedimento de teste aqui descrito, de cerca de 45 segundos

ou menor, ou um tempo de vórtex de desde cerca de 45 segundos a cerca de 5 segundos, ou desde cerca de 40 segundos a cerca de 10 segundos, ou desde cerca de 35 segundos a cerca de 15 segundos. Em adição, as composições de polímero superabsorvente podem ter uma

5 Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC), conforme medida pelo Teste de CRC, de desde cerca de 15 g/g a cerca de 60 g/g, ou cerca de 20 g/g ou mais, ou desde cerca de 20 g/g a cerca de 60 g/g, ou cerca de 25 g/g ou mais, ou desde cerca de 25 g/g a cerca de 60 g/g.

10 O resultado desses processos é um pré-produto superabsorvente. Um pré-produto superabsorvente, conforme usado aqui, é produzido por repetição de todas as etapas para preparação do superabsorvente, até e incluindo a secagem do material, e a moagem grosseira em um esmagador, e remoção de partículas maiores

15 do que cerca de 850 μm e menores do que cerca de 150 μm .

Conforme referenciado acima, o compósito absorvente ou sistema absorvente da presente invenção pode ter configurações de estrutura particulares, para fornecer benefícios aperfeiçoados. Por exemplo, em alguns aspectos, referindo-se à

20 Figura 5, está apresentada uma vista de seção transversal de um compósito absorvente 810 tendo uma direção X 97 e uma direção Z 99 compreendendo SAP 812, um agente de desencadeamento de desintumescimento 814 e um agente de desencadeamento de reintumescimento 816 localizados ao longo de todo (por exemplo,

25 uniformemente ao longo de todo) o compósito absorvente 810.

Referindo-se à Figura 6, em alguns aspectos, o compósito absorvente 810 pode compreender uma região tendo predominantemente SAP 812 (a que se refere, nas partes que se seguem, como região rica em SAP) 820 e uma região tendo

30 predominantemente agente de desencadeamento de desintumescimento e/ou de reintumescimento 814, 816 (a que se refere, nas partes que se seguem, como região rica em TA) 822, sendo que as regiões estão configuradas na direção Z.

Referindo-se à Figura 7, em alguns aspectos, o

35 compósito absorvente 810 pode compreender uma zona de alvo 830. Em alguns aspectos, o compósito absorvente 810 pode incluir SAP 812 uniformemente distribuído ao longo de todo o compósito, com

agentes de desencadeamento de desintumescimento e/ou de reintumescimento 814, 816, respectivamente, substancialmente localizados somente em uma zona de alvo 830 e com a região de perímetro 832 compreendendo substancialmente somente SAP 812.

5. A composição absorvente da presente invenção pode compreender um compósito absorvente. Referindo-se à Figura 8A, em alguns aspectos, o compósito absorvente 810 pode compreender SAP 812 uniformemente distribuído em pelo menos uma região de meio 844 do compósito absorvente 810, e um agente de desencadeamento de
10 desintumescimento 814 e/ou um agente de desencadeamento de reintumescimento 816 localizado substancialmente somente em pelo menos uma região superior 842 ou região inferior 843 do compósito absorvente 810. Referindo-se à Figura 8B, em outros aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento e/ou de
15 reintumescimento 814, 816 pode estar substancialmente localizado em uma zona de alvo 830 de pelo menos uma de uma região superior 842 ou região inferior 843, e SAP pode estar localizado pelo menos em uma região de meio 844. Em características particulares, o SAP e agentes de desencadeamento estão presentes nas regiões 842, 843,
20 844 em pesos bases uniformes ou variáveis. Em outras características particulares, os agentes de desencadeamento podem estar presentes em uma zona de alvo 830 das regiões 842, 843 em pesos de base uniformes ou variáveis. Referindo-se à Figura 8C, em outros aspectos, um agente de desencadeamento de desintumescimento
25 814 pode estar localizado substancialmente somente em uma região superior 842 do compósito absorvente 810 e/ou um agente de desencadeamento de reintumescimento 816 pode estar localizado substancialmente somente em uma região inferior 843 do compósito absorvente 810, e o SAP pode estar localizado pelo menos em uma
30 região de meio 844 do compósito absorvente 810. Referindo-se à Figura 8D, em outras características particulares, os agentes de desencadeamento 814, 816 estão, cada um, presentes, em uma zona de alvo 830 de uma região superior 842 ou região inferior 843 e SAP está localizado pelo menos em uma região de meio 844. Referindo-se
35 à Figura 8E, em outros aspectos, um agente de desencadeamento de reintumescimento 816 pode estar localizado substancialmente somente em uma região superior 842 do compósito absorvente 810

710. Referindo-se à Figura 25B, em outros aspectos, o agente de desencadeamento de desintumescimento e/ou de reintumescimento 714, 716 pode estar substancialmente localizado em uma zona de alvo 730 de pelo menos uma camada discreta 742, 743. Em características
5 particulares, os agentes de desencadeamento estão presentes nas camadas discretas em pesos de base uniformes ou variáveis. Em outras características particulares, os agentes de desencadeamento estão presentes em uma zona de alvo 730 das camadas discretas em pesos de base uniformes ou variáveis. Referindo-se à Figura 25C,
10 em outros aspectos, um agente de desencadeamento de desintumescimento 714 pode estar localizado em uma camada discreta 742 localizada acima da camada de compósito absorvente 710 e/ou um agente de desencadeamento de reintumescimento 716 pode estar localizado substancialmente em uma camada discreta 743 localizada
15 abaixo da camada de compósito absorvente 710. Referindo-se à Figura 25D, em outras características particulares, os agentes de desencadeamento estão presentes, cada um, em uma zona de alvo 730 de uma camada discreta 742, 743. Referindo-se à Figura 25E, em outros aspectos, um agente de desencadeamento de reintumescimento
20 716 pode estar localizado em uma camada discreta 742 localizada acima da camada de compósito absorvente 710 e/ou um agente de desencadeamento de desintumescimento 714 pode estar localizado substancialmente em uma camada discreta 743 localizada abaixo da camada de compósito absorvente 710.

25 Referindo-se à Figura 25F, em outras características particulares, os agentes de desencadeamento 714, 716 estão presentes, cada um, em uma zona de alvo 730 de uma camada discreta 742, 743. Referindo-se à Figura 25G, em outras características particulares, um agente de desencadeamento de
30 reintumescimento 716 está localizado na camada de compósito absorvente 710, um agente de desencadeamento de desintumescimento 714 está localizado em uma camada discreta 742 acima da camada de compósito absorvente 710, e SAP 712 está localizado em uma camada discreta 743 abaixo da camada de compósito absorvente 710.

35 Referindo-se à Figura 25H, em outras características particulares, SAP 712 está localizado na camada de compósito absorvente 710, um agente de desencadeamento de desintumescimento 714 está localizado

em uma camada discreta 742 acima da camada de compósito absorvente 710, e um agente de desencadeamento de reintumescimento 716 está localizado em uma camada adicional 748 localizada acima da camada de agente de desencadeamento de desintumescimento 742. Referindo-se à Figura 25I, em outras características particulares, um agente de desencadeamento de reintumescimento 716 está localizado na camada de compósito absorvente 710, SAP 712 está localizado em uma camada discreta 742 acima da camada de compósito absorvente 710, e agente de desencadeamento de desintumescimento 714 está localizado em uma camada discreta 743 abaixo da camada de compósito absorvente 710. Referindo-se à Figura 25J, em outras características particulares, um SAP 712 está localizado na camada de compósito absorvente 710, agente de desencadeamento de desintumescimento 714 está localizado em uma camada discreta 743 abaixo da camada de compósito absorvente 710, e um agente de desencadeamento de reintumescimento 716 está localizado em uma camada adicional 746 abaixo da camada de agente de desencadeamento de reintumescimento 743.

Ainda em outros aspectos, os agentes de desencadeamento poderiam estar localizados em camadas adicionais, tais como camadas de descarga súbita, camadas adesivas, camadas de tecido, camadas de espuma, laminados de adesivo/tecido e os similares dos sistemas absorventes.

A distribuição do SAP e dos agentes de desencadeamento, dentro do compósito absorvente ou sistema absorvente, pode ser determinada por vários métodos. Por exemplo, análise por imagens, tal como SEM, formação de imagem de raios X, pode ser usada. Adicionalmente, extração com solvente seguida por métodos de análise de imagem. A extração com solvente deve ser conduzida de uma maneira que somente o agente de desencadeamento estará dissolvido nos meios solventes. Por exemplo, uma mistura de álcool e água pode ser usada para limitar o intumescimento do SAP, mas, ao mesmo tempo, dissolvendo o agente de desencadeamento.

É entendido que os vários aspectos estruturais apresentados acima são fornecidos somente como exemplo, e que inúmeras variações adicionais também estão contempladas sem se desviar do escopo da invenção. Em outras características

particulares, os agentes de desencadeamento estão presentes em uma zona de alvo das camadas adicionais em pesos de base desejáveis.

A presente invenção pode ser melhor entendida com referência aos seguintes exemplos.

5

EXEMPLOS

A presente invenção pode ser melhor entendida com referência às figuras e aos seguintes exemplos. Os seguintes exemplos e SAPs para os exemplos são fornecidos para ilustrar a invenção e não limitam o escopo das reivindicações. A menos se
10 indicado de outra maneira, todas as partes e percentagens estão em peso.

Composições de Polímero Superabsorvente

Pré-produto B

Em um recipiente de polietileno, equipado com um
15 agitador e serpentinas de resfriamento, são adicionados 1.167 gramas de NaOH à 50% e 2.032 gramas de água destilada e resfriados para 20°C. 500 gramas de ácido acrílico glacial foram, então, adicionados à solução cáustica e a solução foi novamente resfriada para 20°C. 3,75 gramas de monoalil-éter-acrilato de polietileno
20 glicol, 3,75 gramas de produto SARTOMER 454 de triacrilato de trimetilol propano etoxilado e 1.000 gramas de ácido acrílico glacial foram adicionados à primeira solução, seguido por resfriamento para 4-6°C. Nitrogênio foi borbulhado através da solução de monômero durante cerca de 10 minutos. As serpentinas de
25 resfriamento foram removidas a partir do recipiente. Imediatamente antes da adição de iniciadores, 47 g do carbonato de sódio grau 50 FMC revestido foram adicionados à solução de monômero como um agente de expansão (O agente de expansão revestido foi preparado por aspersão de 9 gramas de solução de polietileno glicol 8000
30 (16,5% em peso em água) por sobre 300 gramas de pó de carbonato de sódio. O pó revestido foi relaxado em temperatura ambiente durante pelo menos 1 hora, antes que ele fosse usado na batelada de polimerização). À solução de monômero, foram adicionados 50 g de solução aquosa de H₂O₂ à 1% em peso, 150 g de solução de persulfato
35 de sódio aquosa à 2% em peso e 45 g de solução de eritorbato de

sódio aquosa à 0,5% em peso, para iniciar a reação de polimerização. O agitador foi parado e o monômero iniciado foi deixado polimerizar durante 20 minutos. O hidrogel resultante foi cortado e extrusado com uma extrusora comercial *Hobart 4M6*, seguido por secagem em um forno de ar forçado *Procter & Schwartz Model 062* à 175°C durante 10 minutos com escoamento ascendente e 6 minutos com escoamento descendente de ar em uma bandeja de metal perfurada de 50,80 centímetros x 101,60 centímetros, até um nível de umidade de produto final de menos do que 5% em peso. O material secado foi grosseiramente moído em um esmagador *Prodeva Model 315-S*, moído em um moinho de rolos de três estágios *MPI 666-F* e peneirado com um *Minox MTS 600DS3V* para remover partículas maiores do que 850 µm e menores do que 150 µm. O produto tinha uma CRC de 38 g/g e um tempo de vórtex de 32 segundos.

15 Pré-produto C

Em um recipiente de polietileno equipado com um agitador e serpentinas de resfriamento, foram adicionados 1.333 gramas de NaOH à 50% e 3.988 gramas de água destilada e resfriados para 20°C. 800 gramas de ácido acrílico glacial foram, então, adicionados à solução cáustica e a solução foi novamente resfriada para 20°C. 3,6 gramas de monoalil-éter-acrilato de polietileno glicol, 3,6 gramas de produto SARTOMER 454 de triacrilato de trimetilol propano etoxilado e 1.600 gramas de ácido acrílico glacial foram adicionados à primeira solução, seguido por resfriamento para 4-6°C. Nitrogênio foi borbulhado através da solução de monômero durante cerca de 10 minutos. As serpentinas de resfriamento foram removidas a partir do recipiente. À solução de monômero, foram adicionados 80 g de solução aquosa de H₂O₂ à 1% em peso, 120 g de solução de persulfato de sódio aquosa à 2% em peso e 72 g de solução de eritorbato de sódio aquosa à 0,5% em peso, para iniciar a reação de polimerização. O agitador foi parado e o monômero iniciado foi deixado polimerizar durante 20 minutos. O hidrogel resultante foi cortado e extrusado com uma extrusora comercial *Hobart 4M6*, seguido por secagem em um forno de ar forçado *Procter & Schwartz Model 062* à 175°C durante 10 minutos com escoamento ascendente e 6 minutos com escoamento descendente

de ar em uma bandeja de metal perfurada de 50,80 centímetros x 101,60 centímetros, até um nível de umidade de produto final de menos do que 5% em peso. O material secado foi grosseiramente moído em um esmagador *Prodeva Model 315-S*, moído em um moinho de rolos de três estágios *MPI 666-F* e peneirado com um *Minox MTS 600DS3V* para remover partículas maiores do que 850 μm e menores do que 150 μm . O produto tinha uma CRC de 36,2 g/g e um tempo de vórtex de 60 segundos.

Pré-produto D

10 Em um recipiente de polietileno equipado com um agitador e serpentinas de resfriamento, foram adicionados 972 gramas de NaOH à 50% e 1.976 gramas de água destilada e resfriados para 20°C. 583 gramas de ácido acrílico glacial foram, então, adicionados à solução cáustica e a solução foi novamente resfriada
15 para 20°C. 2,625 gramas de monoalil-éter-acrilato de polietileno glicol, 2,625 gramas de produto SARTOMER 454 de triacrilato de trimetilol propano etoxilado e 1.167 gramas de ácido acrílico glacial foram adicionados à primeira solução, seguido por resfriamento para 4-6°C. Nitrogênio foi borbulhado através da
20 solução de monômero durante cerca de 10 minutos. As serpentinas de resfriamento foram removidas a partir do recipiente. Imediatamente antes da adição de iniciadores, 51,8 g do carbonato de sódio grau 50 FMC revestido foram adicionados à solução de monômero como um agente de expansão (O agente de expansão revestido foi preparado
25 por aspersão de 9 gramas de solução de polietileno glicol 8000 (16,5% em peso em água) por sobre 300 gramas de pó de carbonato de sódio. O pó revestido foi relaxado em temperatura ambiente durante pelo menos 1 hora, antes que ele fosse usado na batelada de polimerização). À solução de monômero, foram adicionados 50 g de
30 solução aquosa de H₂O₂ à 1% em peso, 150 g de solução de persulfato de sódio aquosa à 2% em peso e 45 g de solução de eritorbato de sódio aquosa à 0,5% em peso, para iniciar a reação de polimerização. O agitador foi parado e o monômero iniciado foi deixado polimerizar durante 20 minutos. O hidrogel resultante foi
35 cortado e extrusado com uma extrusora comercial *Hobart 4M6*, seguido por secagem em um forno de ar forçado *Procter & Schwartz*

Model 062 à 175°C durante 10 minutos com escoamento ascendente e 6 minutos com escoamento descendente de ar em uma bandeja de metal perfurada de 50,80 centímetros x 101,60 centímetros, até um nível de umidade de produto final de menos do que 5% em peso. O material
5 secado foi grosseiramente moído em um esmagador *Prodeva Model 315-S*, moído em um moinho de rolos de três estágios *MPI 666-F* e peneirado com um *Minox MTS 600DS3V* para remover partículas maiores do que 850 µm e menores do que 150 µm. O produto tinha uma CRC de 34,1 g/g e um tempo de vórtex de 29 segundos.

10 Pré-produtos E

O Pré-produto E é produzido usando o processo de preparação de Pré-produto C, exceto que a quantidade de NaOH à 50%, mono-alil-éter-acrilato de polietileno glicol e triacrilato de trimetilol propano etoxilado foram modificadas para 1.066
15 gramas, 2,4 gramas e 2,4 gramas, respectivamente. O produto tinha uma CRC de 34,1 g/g e tempo de vórtex de 70 segundos.

Pré-produto F

O Pré-produto F foi produzido seguindo o mesmo processo que o Pré-produto D, exceto que a quantidade de mono-alil-éter-acrilato de polietileno glicol e triacrilato de
20 trimetilol propano etoxilado foram modificadas para 1,75 gramas e 1,75 gramas, respectivamente. O produto tinha uma CRC de 40,1 g/g e tempo de vórtex de 26,3 segundos.

Composição de Polímero Superabsorvente A (SAP-A)

25 SAP-A é um produto superabsorvente comercialmente disponível FAVOR SXM-9300, preparado por *Evonik Stockhausen Inc.*, Greensboro, N.C. Ele tem um grau de neutralização desde cerca de 65% a cerca de 75%.

Composição de Polímero Superabsorvente B (SAP-B)

30 O Pré-produto B foi revestido com 0,5% de SIPERNAT 22s, carbonato de etileno à 1% em peso e água à 3% em peso usando uma solução aquosa à 25% em peso. O Pré-produto B revestido foi, então, aquecido em um forno de convecção à 185°C durante 45 minutos. O material particulado reticulado em
35 superfície foi, então, posteriormente tratado com 1.000 ppm de

polietileno glicol 8000 (polietileno glicol com peso molecular médio de 8000) e 5% de água.

Composição de Polímero Superabsorvente C (SAP-C)

O Pré-produto C foi revestido com 0,5% de
5 SIPERNAT 22s, carbonato de etileno à 1% em peso e água à 3% em
peso usando uma solução aquosa à 25% em peso. O Pré-produto C
revestido foi, então, aquecido em um forno de convecção à 150°C
durante 40 minutos. O material particulado reticulado em
superfície foi, então, posteriormente tratado com 500 ppm de
10 polietileno glicol 8000 (polietileno glicol com peso molecular
médio de 8000) e 2% de água.

Composição de Polímero Superabsorvente D (SAP-D)

O Pré-produto D foi revestido com 0,5% de
SIPERNAT 22s, carbonato de etileno à 1% em peso e água à 3% em
15 peso usando uma solução aquosa à 25% em peso. O Pré-produto D
revestido foi, então, aquecido em um forno de convecção à 165°C
durante 40 minutos. O material particulado reticulado em
superfície foi, então, posteriormente tratado com 500 ppm de
polietileno glicol 8000 (polietileno glicol com peso molecular
20 médio de 8000) e 2% de água.

Composição de Polímero Superabsorvente E (SAP-E)

O Pré-produto E foi revestido com 0,5% de
SIPERNAT 22s, carbonato de etileno à 1% em peso e água à 3% em
peso usando uma solução aquosa à 25% em peso. O Pré-produto E
25 revestido foi, então, aquecido em um forno de convecção à 150°C
durante 40 minutos. O material particulado reticulado em
superfície foi, então, posteriormente tratado com 500 ppm de
polietileno glicol 8000 (polietileno glicol com peso molecular
médio de 8000) e 2% de água.

30 Composição de Polímero Superabsorvente F (SAP-F)

O Pré-produto F foi revestido com 0,5% de
SIPERNAT 22s, carbonato de etileno à 1% em peso e água à 3% em
peso usando uma solução aquosa à 20% em peso. O Pré-produto F
revestido foi, então, aquecido em um forno de convecção à 155°C
35 durante 40 minutos. O material particulado reticulado em

superfície foi, então, posteriormente tratado com 1.000 ppm de polietileno glicol 8000 (polietileno glicol com peso molecular médio de 8000) e 5% de água.

5 As composições de polímero superabsorvente anteriores têm as propriedades, conforme mostrado na seguinte Tabela A.

Tabela A - Propriedades de Composições de Polímero Superabsorvente

SAP	Capacidade de retenção centrífuga (g/g)	Tempo de vórtex (min)	Grau de neutralização (%)	pH
SXM9300	29,5	86		
SAP-B	29,4	25	70	6,0
SAP-C	30	67	50	5,2
SAP-D	29,4	31	50	5,3
SAP-E	29,1	65	40	4,9
SAP-F	33	41	50	5,3

Exemplos de Agentes de Desencadeamento

Tabela B - Agentes de Desencadeamento

Agente de desencadeamento	Ente químico solúvel em água	Polímero de revestimento	Perfil de liberação
TA _D -A	ácido sulfâmico	5% de EUDRAGIT RS 30D	sigmoidal
TA _D -B	ácido sulfâmico	10% de EUDRAGIT RS 30D	sigmoidal
TA _D -C	formato de cálcio	5% de EUDRAGIT RS 30D	singular
TA _D -D	formato de cálcio	10% de EUDRAGIT RS 30D	singular
TA _D -E	formato de cálcio	2,25% de acetato de celulose	singular
TA _D -F	formato de cálcio	3% de acetato de celulose e 3,5% de etil-celulose	singular
TA _D -G	formato de cálcio	0,1% de carbóxi-metil-celulose de sódio	
TA _R -A	carbonato de sódio	5% de EUDRAGIT RS 30D	sigmoidal
TA _R -B	carbonato de sódio	10% de EUDRAGIT RS 30D	sigmoidal
TA _R -C	carbonato de sódio	18% de EUDRAGIT RS 30D	sigmoidal
TA _R -D	carbonato de sódio	27% de EUDRAGIT RS 30D	sigmoidal
TA _R -E	carbonato de sódio	2% de propileno maleado	singular
TA _R -F	carbonato de sódio	6% de propileno maleado	singular

10

As abreviações SAP-A, SAP-B, SAP-C, SAP-D, SAP-E, SAP-F, TA_D-A, TA_D-B, TA_D-C, TA_D-D, TA_D-E, TA_D-F, TA_D-G, TA_R-A, TA_R-B, TA_R-C, TA_R-D, TA_R-E e TA_R-F, a partir das Tabelas A e B, podem ser usadas nos exemplos seguintes.

Exemplo 1**Preparação de ácido sulfâmico revestido com poli(met)acrilato (TA_D-A e TA_D-B)**

5 Uma solução ou dispersão de polímero foi aspergida sobre a superfície de entes químicos sólidos solúveis em água, para formar uma camada de revestimento. Bem adequadas para esta finalidade, são dispersões aquosas de poli(met)acrilato, por exemplo, EUDRAGIT RS 30D, que está comercialmente disponível a partir de *Evonik Pharma Polymers*.

10 A dispersão de polímero de revestimento foi preparada de acordo com a seguinte formulação:

	EUDRAGIT RS 30D (dispersão aquosa à 30%)	1.200 g
	Citrato de trietila	36 g
	Talco	180 g
15	Água	1.464 g

A mistura de materiais de revestimento foi agitada em um recipiente usando um misturador de cabeça. A mistura foi agitada durante pelo menos 15 minutos, para assegurar boa mistura antes que ela fosse usada para revestir o ente químico sólido solúvel em água.

20 Cerca de 800 g de partículas de ácido sulfâmico (tamanho de partícula entre 100-20 mesh, Série de Peneiras Norte-Americana) obtidas a partir de *Sigma-Aldrich Company*, foram colocados em um aparelho de leite fluidizado *Glatt WSG 5*. A unidade *Glatt* foi ajustada para fornecer aerossol de topo por inserção de um acessório de aerossol de topo e uma bolsa de filtro de 150 microns foi utilizada. O ar usado para fluidizar as partículas de ácido sulfâmico foi condicionado para remover vapor de água no ar. O material de revestimento foi aplicado em uma temperatura de material de revestimento de cerca de 25°C, uma pressão de ar de aerossol de 2,0 bar, e uma velocidade de escoamento de aerossol de 8 g/min/Kg. Depois que o material de revestimento foi aplicado, as partículas revestidas foram secadas à 40°C durante 24 horas. O produto revestido foi produzido tendo 35 5% ou 10% em peso de revestimento de polímero.

A liberação de ácido sulfâmico foi medida usando um medidor de pH, conforme descrito no Método de Teste para a

"Medição de Perfil de Liberação-Teste de Liberação de Ácido Sulfâmico Revestido" acima. Os resultados estão tabulados na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1

Tempo (min)	TA _D -A (5% revestimento)	TA _D -B (10% revestimento)
0	0,0	0,0
2	2,1	1,0
4	9,0	1,7
6	18,2	2,7
8	28,1	3,9
10	37,6	5,2
15	60,0	7,9
20	77,5	11,9
25	89,1	15,4
30	96,3	20,8
40	97,3	33,3
50	97,9	46,6
60	99,4	59,1
80		78,2
100		90,4

5 A Figura 9 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de ácido sulfâmico revestido com poli(met)acrilato. Esses agentes de desencadeamento mostraram perfis de liberação sigmoidais. E a velocidade de liberação foi controlada pela quantidade de polímero de revestimento.

10 Exemplo 2

Preparação de formato de cálcio revestido com poli(met)acrilato (TA_D-C e TA_D-D)

Os procedimentos gerais destacados no Exemplo 1 foram usados para aplicar revestimento com polímero EUDRAGIT RS 15 30D sobre partículas de formato de cálcio (comercialmente disponível a partir de *Fisher Scientific*). As partículas revestidas consistiram em 5% ou 10% em peso de revestimento de polímero.

20 A liberação de formato de cálcio foi medida de acordo com os procedimentos gerais descritos no método de teste,

"Teste de Liberação de Formato de Cálcio Revestido". Os resultados estão tabulados na Tabela 2 abaixo.

Tabela 2

Tempo (min)	TA _D -C (5% revestimento)	TA _D -D (10% revestimento)
0	0,0	0,0
2	49,4	18,8
5	67,8	45,3
10	93,2	73,3
20	98,6	91,4
30	99,6	94,9
45	99,6	96,9
60	99,6	98,7

A Figura 10 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de formato de cálcio revestido com poli(met)acrilato. Esses agentes de desencadeamento mostraram perfis de liberação singulares. Essa velocidade de liberação foi controlada pela quantidade de polímero de revestimento.

Exemplo 3

10 Formato de cálcio revestido com acetato de celulose (TA_D-E)

400 g de partículas de formato de cálcio (comercialmente disponível a partir de *Fisher Scientific*, tamanho de partícula conforme mostrado na Tabela 4) foram agitadas em um misturador KITCHEN-AID. 45 mL de solução de acetato de celulose (EASTMAN CA-398-3, à 20% em acetona) foram adicionados por sobre as partículas gota a gota usando uma seringa durante um período de dois minutos. Depois de agitação da mistura durante um minuto, as partículas revestidas foram secadas com ar, então, secadas em forno à 50°C durante duas horas. O material secado foi peneirado para remover partículas maiores do que 850 µm e menores do que 150 µm. O perfil de liberação de formato de cálcio foi medido de acordo com o procedimento geral descrito no método de teste "Teste de Liberação de Formato de Cálcio Revestido". Os resultados estão tabulados na Tabela 3 abaixo.

25 Exemplo 4

Formato de cálcio revestido com acetato de celulose e etil-celulose (TA_D-F)

400 g de partículas de formato de cálcio (comercialmente disponível a partir de *Fisher Scientific*, tamanho de partícula conforme mostrado na Tabela 4) foram agitados em um misturador KITCHEN-AID. 60 mL de solução de acetato de celulose (EASTMAN CA-398-3, à 20% em acetona) foram adicionados por sobre as partículas gota a gota usando uma seringa durante um período de dois minutos. Depois de agitação da mistura durante um minuto, as partículas revestidas foram secadas com ar. Então, as partículas foram revestidas com 70 mL de solução de etil-celulose (comercialmente disponível a partir de *Sigma-Aldrich*, 10 cP, 20% em etanol) da mesma maneira para dar uma segunda camada de revestimento. Então, a amostra foi secada em forno à 50°C durante duas horas. O material secado foi peneirado para remover partículas maiores do que 850 µm e menores do que 150 µm. O perfil de liberação de formato de cálcio foi medido de acordo com o procedimento geral descrito no método de teste "Teste de Liberação de Formato de Cálcio Revestido". Os resultados estão tabulados na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3

Tempo (min)	TA _D -E	TA _D -F
0	0,0	0,0
2	60,8	7,3
5	92,1	12,6
10	98,1	22,5
15	99,2	30,5
20	99,3	37,1
30	99,3	51,3
45	99,9	60,7
60	99,4	64,0
120	99,2	71,1

A Figura 11 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de formato de cálcio revestido com acetato de celulose ou com acetato de celulose/etil-celulose. Esses agentes de desencadeamento mostraram perfis de liberação singulares.

Exemplo 5

Preparação de formato de cálcio revestido com carbóxi-metil-celulose de sódio (TA_D-G)

400 g de partículas de formato de cálcio (comercialmente disponível a partir de *Fisher Scientific*, tamanho de partícula conforme mostrado na Tabela 4) foram agitadas em um misturador KITCHEN-AID. 40 mL de solução de carbóxi-metil-celulose de sódio (CMC) (à 1% em água) foram adicionados por sobre as partículas gota a gota usando uma seringa, durante um período de um minuto. Depois de agitação da mistura durante um minuto adicional, as partículas revestidas foram secadas em forno à 110°C durante 30 minutos. Então, a amostra foi peneirada usando peneiras de 20/80 mesh (Série de Peneiras Norte-Americana). As partículas sobre a peneira de 80 mesh foram coletadas para fornecer 320 gramas de produto. As partículas revestidas mostraram rápida velocidade de liberação em água, 77% liberados em um minuto, 100% liberados em 2 minutos. A amostra revestida tinha tamanho de partícula maior do que a amostra não revestida, conforme mostrado na Tabela 4 abaixo.

Tabela 4 - Distribuição de tamanhos de partículas de formato de cálcio revestido com CMC (TA_D-G)

Amostra	850-300 microns (%)	300-180 microns (%)	< 180 microns (%)
Formato de cálcio comercial	8	32	60
TA _D -G (formato de cálcio revestido com CMC)	77,4	22,5	0,1

Exemplo 6

20 Preparação de carbonato de sódio revestido com poli(met)acrilato (TA_R-A a TA_R-D)

Os procedimentos gerais destacados no Exemplo 1 foram usados para aplicar revestimento de polímero EUDRAGIT RS 30D sobre partículas de carbonato de sódio (comercialmente disponível a partir de *Sigma-Aldrich*, tamanho de partícula entre 100-20 mesh, Série de Peneiras Norte-Americana). As partículas revestidas consistiam em 5%, 10%, 18% ou 27% em peso de revestimento de polímero.

30 A liberação de carbonato de sódio foi medida de acordo com os procedimentos gerais descritos no método de teste

"Liberação de Carbonato de Sódio Revestido". Os resultados estão tabulados na Tabela 5 abaixo.

Tabela 5

Tempo (min)	TAR-A (5% revestimento)	TAR-B (10% revestimento)	TAR-C (18% revestimento)	TAR-D (27% revestimento)
0	0,0	0,0	0,0	0,0
2	3,6	0,3	0,4	0,2
4	9,5	0,6	0,5	0,3
6	15,7	1,1	0,7	0,4
8	22,1	1,8	0,8	0,4
10	28,4	3,6	1,0	0,5
15	43,5	10,4	1,5	0,8
20	56,5	17,3	3,9	1,0
25	66,8	25,0	8,1	1,4
30	75,2	32,3	12,9	2,1
40	86,1	47,5	22,6	5,9
50	91,9	60,6	32,6	12,7
60	95,0	71,6	42,5	20,2
80	99,0	86,0	61,3	35,6
100		92,4	76,3	49,4
120		96,1	84,7	60,0
150			89,9	72,9
210			98,9	94,8
280				99,8

5 A Figura 12 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de carbonato de sódio revestido com poli(met)acrilato. Esses agentes de desencadeamento mostraram perfis de liberação sigmoidais.

Exemplo 7

Preparação de carbonato de sódio revestido com MPP (TAR-E, TAR-F)

10 400 g de partículas de carbonato de sódio (100-20 mesh) foram colocados em um balde de plástico de um galão. O balde foi colocado em um Agitador Peristáltico para fluidizar as partículas. Emulsão de polipropileno maleado (MPP) (20% em água, comercialmente disponível a partir de Chemcor, Chester, N.Y.) foi
 15 aspergida por sobre partículas usando uma pistola de atomização durante um período de 20 minutos. As partículas revestidas foram

secadas em forno à 50°C durante 2 dias. As partículas revestidas consistiam em 2% ou 6% em peso de revestimento de polímero.

A liberação de carbonato de sódio foi medida de acordo com os procedimentos gerais descritos no método de teste "Liberação de Carbonato de Sódio Revestido". Os resultados estão tabulados na Tabela 6 abaixo.

Tabela 6

Tempo	TAR-E (2% revestimento)	TAR-F (6% revestimento)
0	0,0	0,0
2	20,2	17,7
5	42,1	26,9
10	69,5	48,6
15	87,8	61,4
20	95,7	81,1
30	99,1	94,1
40	99,6	96,2
60	100,0	96,2

A Figura 13 é um lançamento em gráfico de perfis de liberação de carbonato de sódio revestido com polipropileno maleado. Esses agentes de desencadeamento mostraram perfis de liberação singulares.

Exemplos 8-13

Intumescimento/desintumescimento de SAP por formação de sais insolúveis

FAVOR SXM-9300, um SAP comercialmente disponível, fabricado por *Evonik Stockhausen Inc.*, Greensboro, NC, foi usado para demonstrar o intumescimento e desintumescimento desencadeado por formação de sais insolúveis. O SAP foi primeiro exposto a uma solução de sal contendo cátions multivalentes. Então, ele foi exposto a uma segunda solução de sal contendo ânions, que são capazes de se complexarem com os cátions multivalentes do primeiro sal, para formar um sal insolúvel tendo constante de produto de solubilidade $K_{sp} < 10^{-5}$. No exemplo comparativo 13, KCl foi adicionado como o agente de desencadeamento de desintumescimento e Na_2SO_4 como o agente de desencadeamento de reintumescimento.

Especificamente, 0,20 g de composição de polímero superabsorvente foram colocados em uma bolsa de chá. A primeira capacidade de retenção centrífuga da amostra de SAP foi testada de acordo com o Teste de Capacidade de Retenção Centrífuga. Então, a bolsa de chá foi imersa em uma solução de desintumescimento, que foi preparada por dissolução de quantidade específica do agente de desencadeamento de desintumescimento em 10 g de solução de cloreto de sódio à 0,9% em peso. Depois de 10 minutos de tempo de embebimento, a bolsa foi colocada em uma centrífuga e a capacidade de retenção foi medida para dar a segunda capacidade de retenção centrífuga. Então, a bolsa foi imersa em uma solução de reintumescimento, que foi preparada por dissolução de quantidade específica do agente de reintumescimento em 20 g de solução de cloreto de sódio à 0,9% em peso. Depois de 20 minutos de tempo de embebimento, a bolsa foi colocada em uma centrífuga e a capacidade de retenção foi medida para dar a terceira capacidade de retenção. Os resultados da testagem estão resumidos na Tabela 7 abaixo. As Constantes de Produto de Solubilidade, listadas na Tabela 7, se referem aos sais formados a partir dos cátions do primeiro ente químico de desencadeador e os ânions do segundo ente químico de desencadeador. Elas podem ser obtidas a partir da fonte *online*: <http://www.csudh.edu/oliver/chemdata/data-ksp.htm>.

Tabela 7

Exemplo	SAP	Agente de desencadeamento desintumescimento	Agente de desencadeamento reintumescimento	Razão de mistura de SAP/agente de desintumescimento /agente de reintumescimento	1 ^o /2 ^o /3 ^a CRC (g/g)	Constante de produto de solubilidade*
8	SXM9300	AlCl ₃	Na ₅ P ₃ O ₁₀	1/0,2/0,33	29,5/19,3/26,8	6,3 x 10 ⁻¹⁹
9	SXM9300	CaCl ₂	Na ₂ CO ₃	1/0,4/0,38	29,5/11,0/18,0	3,8 x 10 ⁻⁹
10	SXM9300	CaCl ₂	Na ₅ P ₃ O ₁₀	1/0,2/0,53	29,5/20,5/25,8	1 x 10 ⁻²⁶
11	SXM9300	CaCl ₂	Na ₅ P ₃ O ₁₀	1/0,4/1	29,5/11,0/23,7	1 x 10 ⁻²⁶
12	SXM9300	formato de cálcio	Na ₂ CO ₃	1/0,4/0,4	29,5/12,5/16,7	3,8 x 10 ⁻⁹
13	SXM9300	KCl	Na ₂ SO ₄	1/0,4/0,4	29,5/26/26	> 10 ⁻⁵

Os resultados a partir dos Exemplos 8-12 demonstraram a capacidade de desintumescer SAP por exposição do SAP intumescido a uma solução de sal compreendendo cátions tendo uma valência ionizada de dois ou mais. Em adição, os resultados também mostraram que o SAP desintumescido poderia se reintumescer na presença de uma segunda solução de sal contendo ânions que

sejam capazes de se complexarem com os cátions do primeiro sal, para formar um sal insolúvel tendo constante de produto de solubilidade $K_{sp} < 10^{-5}$. No Exemplo 13, o cátion (K^+) do primeiro sal tem uma valência ionizada de menos do que dois e os ânions (SO_4^{2-}) do segundo sal formam um sal solúvel com os cátions (K^+) do primeiro sal (KCl). Nesse caso, o SAP falhou em exibir um desintumescimento e um reintumescimento eficazes. Segunda e terceira capacidades de CRC ligeiramente reduzidas são principalmente devido ao efeito de envenenamento do sal causado pelo primeiro e segundo sais solúveis.

Exemplos 14-16

Intumescimento/desintumescimento de SAP por formação de sais insolúveis

A Tabela 8 abaixo lista os resultados de avaliação de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para SAP-B, SAP-D e SAP-F a partir do Teste de Capacidade de Retenção Centrífuga. Polímeros superabsorventes com menor grau de neutralização (SAP-D e SAP-F, 40-60% DN) demonstraram capacidade de reintumescimento aperfeiçoada com o SAP tendo grau de neutralização regular (cerca de 70% de DN).

Tabela 8

Exemplo	SAP	Agente de desencadeamento desintumescimento	Agente de desencadeamento reintumescimento	Razão de Mistura de SAP/agente desintumescimento /agente reintumescimento	1 ^o /2 ^o /3 ^o CRC (g/g)	Constante de Produto de Solubilidade*
14	SAP-B	formato de cálcio	Na ₂ CO ₃	1/0,3/0,6	29,4/16,0/20,7	$3,8 \times 10^{-9}$
15	SAP-D	formato de cálcio	Na ₂ CO ₃	1/0,3/0,6	29,4/16,1/22,6	$3,8 \times 10^{-9}$
16	SAP-F	formato de cálcio	Na ₂ CO ₃	1/0,2/0,2	33/26,5/31,8	$3,8 \times 10^{-9}$

Exemplos 17-21.

Intumescimento/desintumescimento de polímeros superabsorventes com baixo DN

Composições de polímero superabsorvente tendo 40-60% do grau de neutralização (DN) foram usadas para demonstrar a eficiência de massa e aperfeiçoamento de capacidade de reintumescimento sobre os polímeros superabsorventes comercialmente disponíveis, tais como SXM-9300. Ácido sulfâmico foi usado como o agente de desencadeamento de desintumescimento e

carbonato de sódio foi usado como o agente de desencadeamento de reintumescimento. As avaliações foram realizadas seguindo os procedimentos gerais conforme descrito nos Exemplos 8-13. Os resultados estão tabulados na Tabela 9 abaixo.

5

Tabela 9

Exemplo	SAP	Agente de desencadeamento desintumescimento	Agente de desencadeamento reintumescimento	Razão de Mistura de SAP/agente desintumescimento /agente reintumescimento	1 ^a /2 ^a /3 ^a CRC (g/g)
17	SAP-A SXM9300	ácido sulfâmico	Na ₂ CO ₃	1/0,4/0,4	29,5/17,9/26,2
18	SAP-C	ácido sulfâmico	Na ₂ CO ₃	1/0,2/0,4	30/21,9/31,2
19	SAP-C	ácido sulfâmico	Na ₂ CO ₃	1/0,4/0,4	30/14,1/29,9
20	SAP-E	ácido sulfâmico	Na ₂ CO ₃	1/0,2/0,4	29,1/18/29,5
21	SAP-E	ácido sulfâmico	Na ₂ CO ₃	1/0,4/0,4	29,1/11/29,9

Conforme claramente visto na Tabela 9, SAPs com menor grau de neutralização (SAP-C e SAP-E) mostrarão capacidade de reintumescimento aperfeiçoada e eficiência de massa comparados com o polímero com grau de neutralização regular, tal como SXM-9300.

10

Exemplo 22

Composições absorventes compreendendo SXM-9300 e ácido sulfâmico revestido com poli(met)acrilato foram usados para demonstrar o comportamento de intumescimento/desintumescimento das composições absorventes. Uma mistura de SXM-9300 e ácido sulfâmico revestido (agentes de desencadeamento TA_D-A ou TA_D-B) foi colocado em um cilindro com fundo rosqueado e a capacidade de absorção foi medida de acordo com os procedimentos gerais descritos no Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento da composição absorvente. Os resultados estão tabulados na Tabela 10 abaixo.

20

Tabela 10

SAP	Agente desencadeamento	Razão em peso de SAP e agente de desencadeamento	Ponto de partida de etapa de desintumescimento (min)	Capacidade de intumescimento máxima (g/g)
SXM-9300	TA _D -A	1/1,6	11	26
SXM-9300	TA _D -A	1/1,2	13,5	27,4
SXM-9300	TA _D -A	1/0,8	14,6	29
SXM-9300	TA _D -B	1/1,2	33	33,5

A partir dos resultados na Tabela 10 e da Figura 14, pode ser visto que a capacidade de intumescimento e o tempo de desintumescimento foram controlados pelo nível de revestimento com polímero no agente de desencadeamento, assim como pela razão de mistura de SAP e o agente de desencadeamento.

Exemplos 23-27

A Tabela 11 lista as composições absorventes compreendendo um polímero superabsorvente ou composição de polímero superabsorvente, um agente de desencadeamento de desintumescimento compreendendo ácido sulfâmico, e um agente de desencadeamento de reintumescimento compreendendo um material básico, tal como carbonato de sódio. As curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento foram medidas de acordo com os procedimentos gerais descritos no Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento da composição absorvente.

Tabela 11 - Composições absorventes tendo agentes de desencadeamento

Exemplos	SAP	Agente de desencadeamento de desintumescimento	Agente de desencadeamento de reintumescimento	Razão
23	SXM-9300	TA _D -A	TA _R -B	1:1,2:1,2
24	SXM-9300	TA _D -A	TA _R -C	1:1,2:1,2
25	SAP-B	TA _D -A	TA _R -B	1:1,2:1,2
26	SAP-C	TA _D -A	TA _R -B	1:0,6:1
27	SAP-D	TA _D -A	TA _R -B	1:0,6:1

A Figura 15 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento de uma mistura seca de SXM-9300 com agentes de desencadeamento tanto de desintumescimento quanto de reintumescimento para os Exemplos 23-

24 e conforme mostrado na Tabela 11. Nesses exemplos, o ponto de partida para a etapa de reintumescimento foi controlada pela velocidade de liberação do agente de desencadeamento de reintumescimento.

5 A Figura 16 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para Exemplos 25 e conforme mostrado na Tabela 11. Nesse exemplo, SAP-B, uma composição de polímero superabsorvente compreendendo um agente de expansão encapsulado, deu capacidade de intumescimento
10 aperfeiçoada devido à rápida velocidade de absorção comparado com SXM-9300.

 A Figura 17 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para os Exemplos 26-27 e conforme mostrado na Tabela 11. Nesses exemplos,
15 SAP-C e SAP-D, composições de polímero superabsorvente tendo cerca de 50% de DN, forneceu capacidades de intumescimento e de reintumescimento e eficiência de massa aperfeiçoadas comparadas com SXM-9300. SAP-D exibe uma capacidade de intumescimento
20 aperfeiçoada sobre SAP-C, também devido à sua rápida velocidade de absorção.

Exemplos 28-32

 A Tabela 12 resume as composições absorventes compreendendo SXM-9300 ou uma composição de polímero superabsorvente da presente invenção, um agente de desencadeamento
25 de desintumescimento compreendendo cátions multivalentes, e um agente de desencadeamento de reintumescimento compreendendo ânions que sejam capazes de se complexarem com os cátions multivalentes do agente de desencadeamento de desintumescimento para formar um sal insolúvel tendo constante de produto de solubilidade
30 $K_{sp} < 10^{-5}$. As curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento foram medidas de acordo com os procedimentos gerais descritos no Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento.

Tabela 12 - Composições absorventes tendo agentes de desencadeamento

Exemplos	SAP	Agente de desencadeamento de desintumescimento	Agente de desencadeamento de reintumescimento	Razão
28	SXM-9300	TA _D -C	TA _R -A	1:0,8:1,6
29	SAP-B	TA _D -C	TA _R -A	1:1:1,2
30	SAP-B	TA _D -F	TA _R -C	1:1:1
31	SAP-D	TA _D -F	TA _R -C	1:0,4:0,8
32	SAP-D	TA _D -F	TA _R -C	1:0,5:1

A Figura 18 é um lançamento em gráfico de curvas de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para o Exemplo 28 e conforme mostrado na Tabela 12, conforme medidas pelo Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento. Nesse exemplo, os SAPs exibiram comportamento de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento depois de exposição à solução de salina à 0,9%.

A Figura 19 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para os Exemplos 29-30 e conforme mostrado na Tabela 12, conforme medido pelo Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento. Nesses exemplos, SAP-B, uma composição de polímero de superabsorvente compreendendo um agente de expansão encapsulado, forneceu capacidade de intumescimento aperfeiçoada comparada com SXM-9300.

A Figura 20 é um lançamento em gráfico de curvas de intumescimento/desintumescimento/reintumescimento para os Exemplos 31-32 e conforme mostrado na Tabela 12, conforme medido pelo Teste de Intumescimento/Desintumescimento/Reintumescimento. Nesses exemplos, SAP-D, uma composição de polímero superabsorvente compreendendo um agente de expansão encapsulado e tendo cerca de 50% de DN, demonstrou a vantagem de capacidades de intumescimento e de reintumescimento aperfeiçoadas e aperfeiçoamento de eficiência de massa.

Exemplos 33 a 38

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenços para as mãos por conformação com ar padrão.

Os compósitos de lenço para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

Uma modificação para a unidade de formação foi usada, a qual permitiu que zonas individuais de 7,6 cm de comprimento fossem formadas com quantidades específicas de fibras de polpa e materiais particulados (ou SAP, ou agentes de desencadeamento, ou suas combinações) (ver a Tabela 13 abaixo). Entretanto, é observado que as duas zonas do lado de fora produziram redes que tinham 10,2 cm de comprimento.

A felpa usada foi polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSASORB 100% (disponível a partir de *Bowater Corporation*, tendo um local de negócios em Coosa Pines, Alabama, EUA). O SAP para o Exemplo 33 foi FAVOR SXM-9300 (disponível a partir de *Evonik Stockhausen, Inc.*, tendo um local de negócios em Greensboro, North Carolina, EUA). A composição de polímero superabsorvente para os Exemplos 34-38 era SAP-D. O agente de desencadeamento de desintumescimento usado nos Exemplos 34-38 era de TA_D-A. O agente de desencadeamento de reintumescimento usado nos Exemplos 34-38 era TA_R-C.

Para os Exemplos 34-38, para cada zona, a quantidade necessária de materiais particulados (SAP-D, TA_D-A e TA_R-C) foi medida (ver a Tabela 13) e misturada manualmente em um bécher antes da formação de rede.

A felpa e os materiais particulados foram formados por sobre um tecido de formação tendo uma gramatura de cerca de 16,6 g/m² (disponível como WHITE WRAP SHEET, disponível a partir de *Cellu Tissue Holdings*, tendo um local de negócios em East Hartford, Connecticut, EUA).

Os lenços para as mãos foram produzidos com o procedimento seguinte. Uma folha do tecido de formação foi colocada no fundo do formador. Então, a composição de polímero superabsorvente (em conjunto com quaisquer agentes de desencadeamento) e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de materiais particulados) para cada zona identificada na Tabela 13 abaixo. Cada porção de felpa e materiais particulados foram alternativamente introduzidas no topo do formador, e permitindo

que o ar comprimido se misturasse à felpa e aos materiais particulados, enquanto o vácuo retirava o material através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação. Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida, formando uma distribuição substancialmente uniforme de felpa e de materiais particulados. Isso forneceu compósitos absorventes, que tinham uma gramatura (de composição de polímero superabsorvente combinada e felpa) de 700 g/m^2 . Quaisquer agentes de desencadeamento adicionados dentro da zona resultaram em uma gramatura total maior do que 700 g/m^2 para aquela zona.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito formado.

Tabela 13 - Folhas de lenço em zonas com agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento em uma configuração em zonas

No. do Exemplo	Quantidade de componentes usados para lenços para mãos em zonas produzidos - cada zona de 7,6 cm de comprimento por 25,4 cm de largura (exceto zonas 1 e 5 que apresentam 7,6 cm de comprimento e 25,4 cm de largura)																			
	Zona 1				Zona 2				Zona 3				Zona 4				Zona 5			
	SAP	TA ₀ -A	TA _R -C	felpa	SAP	TA ₀ -A	TA _R -C	felpa	SAP	TA ₀ -A	TA _R -C	felpa	SAP	TA ₀ -A	TA _R -C	felpa	SAP	TA ₀ -A	TA _R -C	felpa
Exemplo 33	10,84 g	0g	0g	7,23 g	8,13 g	0g	5,42 g	8,13 g	8,13 g	0g	0g	5,42 g	8,13 g	0g	0g	5,42 g	10,84 g	0g	0g	7,23 g
Exemplo 34	10,84 g	6,50 g	10,84 g	7,23 g	8,13 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	5,42 g	10,84 g	6,50g	10,84g	7,23 g
Exemplo 35	10,84 g	0g	0g	7,23 g	8,13 g	5,42 g	5,42 g	8,13 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	5,42 g	10,84 g	0g	0g	7,23 g
Exemplo 36	10,84 g	0g	0g	7,23 g	8,13 g	2,71 g	5,42 g	8,13 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	2,71 g	4,07 g	5,42 g	10,84 g	0g	0g	7,23 g
Exemplo 37	10,84 g	0g	0g	7,23 g	8,13 g	1,36 g	5,42 g	8,13 g	8,13 g	2,71 g	4,07 g	5,42 g	8,13 g	1,36 g	2,03 g	5,42 g	10,84 g	0g	0g	7,23 g
Exemplo 38	10,84 g	0g	0g	7,23 g	8,13 g	0g	5,42 g	8,13 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	5,42 g	8,13 g	0g	0g	5,42 g	10,84 g	0g	0g	7,23 g

O Exemplo 33 inclui o superabsorvente comercial SXM-9300 enquanto os Exemplos 34-38 incluem SAP-10.

O compósito de lenço para as mãos resultante foi comprimido até uma espessura de aproximadamente 3,5 mm antes da testagem, usando uma CARVER PRESS modelo #4531 (disponível de Carver, Inc., tendo um local de negócios em Wabash, Indiana, EUA).

5 Seguindo à preparação e à densificação de folhas para as mãos, amostras foram cortadas em 7,6 cm de largura por 38,1 cm de comprimento, tal que cada zona acima terminou sendo de 7,6 cm de comprimento (isto é, 2,5 cm removido a partir do comprimento das zonas 1 e 5). Isso resultou nas quantidades de
10 composição de polímero superabsorvente, felpa, TA_D-A, TA_R-C em cada zona de 7,6 cm x 7,6 cm conforme identificado na Tabela 14 abaixo.

Tabela 14 - Materiais absorventes em uma configuração em zonas

No. do exemplo	Um composto de 38,1 cm de comprimento x 7,6 cm de largura com 5 zonas iguais e cada zona tendo um tamanho de 7,6 x 7,6 cm																								
	Zona 1					Zona 2					Zona 3					Zona 4					Zona 5				
	SAP	TAo-A	TAR-C	felpa		SAP	TAo-A	TAR-C	felpa		SAP	TAo-A	TAR-C	felpa		SAP	TAo-A	TAR-C	felpa		SAP	TAo-A	TAR-C	felpa	
Exemplo 33	2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g	
Exemplo 34	2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g	
Exemplo 35	2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g	
Exemplo 36	2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	0,73 g	1,22 g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	0,73 g	1,22 g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g	
Exemplo 37	2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	0,36 g	0,61 g	1,63 g		2,44 g	0,73 g	1,22 g	1,63 g		2,44 g	0,36 g	0,61 g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g	
Exemplo 38	2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	1,46 g	2,44 g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g		2,44 g	0g	0g	1,63 g	

O Exemplo 33 inclui o superabsorvente comercial SXM-9300 disponível junto a Evonik Stockhausen, Inc., enquanto os Exemplos 34-38 incluem SAP-D.

Testagem dos Exemplos 33-38:

Pedaços de 7,6 cm de largura por 38,1 cm de comprimento dos Exemplos 33-38 foram submetidos ao Teste de Admissão em Berço. A distribuição de líquido na direção longitudinal dos exemplos foi determinada por formação de imagem de raios X, conforme descrito na descrição do método de Teste de Admissão em Berço.

Os resultados de análise de distribuição de líquido são mostrados na Tabela 15 abaixo.

10 **Tabela 15 - Quantidade de líquido que permanece na área de descarga depois de cada descarga líquida**

No. do Exemplo	Quantidade de Líquido na Região de Alvo a partir do 13º até o 24º cm (comprimento de compósito total de 38,1 cm)		
	Depois da 1ª descarga	Depois da 2ª descarga	Depois da 3ª descarga
Exemplo 33	55 g	114 g	163 g
Exemplo 34	54 g	94 g	127 g
Exemplo 35	56 g	96 g	130 g
Exemplo 36	54 g	94 g	124 g
Exemplo 37	58 g	107 g	136 g
Exemplo 38	57 g	107 g	129 g

Como pode ser visto na Tabela 15, depois da segunda e da terceira descargas, todos os exemplos contendo agentes de desencadeamento (Exemplos 34-38) mostram uma redução na quantidade de líquido que permanece na área de descarga comparado ao Exemplo 33. Isso indica mais líquido sendo distribuído ao longo de todo o compósito absorvente.

Exemplos 39-44

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenços para as mãos por conformação com ar padrão. Os compósitos de lenços para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

A felpa usada era polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSASORB 100%. O SAP para o Exemplo Comparativo 39 era FAVOR SXM-9300. O SAP para o Exemplo Comparativo 40 e os Exemplos 41-44 era SAP-D. O agente de desencadeamento de desintumescimento usado nos Exemplos 41 e 43 era TA_D-G. O agente de desencadeamento de desintumescimento usado nos Exemplos 42 e 44 era TA_D-E. O

agente de desencadeamento de reintumescimento usado nos Exemplos 41-44 era TA_R-F.

31,46 g de felpa e 47,18 g de SAP foram formados por sobre um tecido de formação WHITE WRAP SHEET tendo uma gramatura de cerca de 16,6 g/m². Essa quantidade de SAP e felpa forneceu um compósito absorvente com uma gramatura de 717 g/m² sobre o lenço para as mãos de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento produzido por este equipamento.

Os lenços para as mãos foram produzidos com o seguinte procedimento. Uma folha do tecido de formação foi colocada no fundo do formador. Então, o SAP e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de SAP). Cada porção de felpa e porção de SAP foi alternativamente introduzida no topo do formador, permitindo que o ar comprimido misturasse a felpa com o SAP, enquanto o vácuo retirava os materiais através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação. Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida, formando uma distribuição substancialmente uniforme de felpa e de SAP.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito formado. A rede de compósito foi comprimida até uma espessura de cerca de 3,6 mm, antes de testar, usando uma CARVER PRESS modelo #4531. Amostras de lenços para as mãos conformadas com ar foram cortadas em 2,5 cm de largura por 38,1 cm de comprimento.

O seguinte procedimento adicional foi, então, seguido pelos Exemplos 41-44; (Ver a Figura 21).

1. Um pedaço de 2,5 cm de largura por 38,1 cm de comprimento do tecido identificado acima foi disposto em uma superfície horizontal plana, e o ponto central em 22,9 cm na direção longitudinal foi marcado.

2. A quantidade necessária do agente de desencadeamento identificado na Tabela 16 (quarta coluna) foi aspergida uniformemente por sobre o tecido, dentro da seção marcada em 22,9 cm de comprimento, usando um agitador de sal doméstico.

3. O tecido de lenço para as mãos conformado com ar, de 2,5 cm por 38,1 cm, apropriado (com o tecido de formação ainda no topo e no fundo) foi colocado por sobre o agente de desencadeamento (a partir da etapa 2).

5 4. Outra camada do tecido identificado acima, com o ponto central em 7,6 cm na direção longitudinal marcado, foi colocado no topo do lenço para as mãos conformado com ar a partir da etapa 3.

10 5. A quantidade necessária do agente de desencadeamento identificado na Tabela 16 (terceira coluna) foi aspergida uniformemente por sobre o tecido, dentro da seção marcada de 7,6 cm de comprimento, usando um agitador de sal doméstico.

15 6. Outra camada de 2,5 cm x 38,1 cm do tecido identificado acima, foi então colocado no topo do agente de desencadeamento a partir da etapa 5.

O resultado foi um sistema absorvente com agentes de desencadeamento localizado em uma camada discreta. A Figura 21 mostra uma vista da seção transversal de um sistema absorvente 300 representativo dos Exemplos 41-44, sendo que o sistema 300 tinha um compósito absorvente 310, que compreende o SAP e a felpa, uma camada discreta 342, que inclui o agente de desencadeamento de topo localizado no lado de topo do compósito 310, e uma camada discreta 343, que inclui o agente de desencadeamento de fundo localizado no lado de fundo do compósito 310.

Testagem dos Exemplos 39-44:

30 Os Exemplos 39-44 foram submetidos ao Teste de Distribuição Horizontal. O comprimento da área molhada do sistema absorvente foi determinado por observação visual, conforme indicado no método de Teste de Distribuição Horizontal. Os resultados podem ser vistos na Tabela 16 abaixo.

Tabela 16 - Comprimento molhado de sistemas com agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento em configuração estratificada depois da 2ª descarga fluida

No. do Exemplo	Compósito absorvente (38,1 x 2,5 cm) – 717 g/m ²	Agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento em configuração estratificada		Comprimento molhado depois da 2ª descarga (cm)
		Topo (centro 7,6 cm na direção longitudinal)	Fundo (centro 22,9 cm na direção longitudinal)	
Exemplo Comparativo 39	60% 9300/40% felpa	nenhum	nenhum	23,9
Exemplo Comparativo 40	60% SAP-D/40% felpa	nenhum	nenhum	20,8
Exemplo 41	60% SAP-D/40% felpa	1,25 g TA _D -G	2,50 g TA _R -F	32,5
Exemplo 42	60% SAP-D/40% felpa	1,25 g TA _D -E	2,50 g TA _R -F	30,2
Exemplo 43	60% SAP-D/40% felpa	2,50 g TA _R -F	1,25 g TA _D -G	27,4
Exemplo 44	60% SAP-D/40% felpa	2,50 g TA _R -F	1,25 g TA _D -E	26,9

Conforme pode ser visto pelos resultados na Tabela 16 (última coluna), a incorporação dos agentes de desencadeamento ao sistema resulta em ser o fluido distribuído sobre uma distância mais longa do que cada um dos Exemplos Comparativos 39 e 40, que contêm somente SAP e felpa.

Exemplos 45-49

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenços para as mãos de conformação com ar padrão. Os compósitos de lenços para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

A felpa usada foi polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSASORB 100%. O SAP para o Exemplo Comparativo 45 foi FAVOR SXM-9300. A composição de polímero superabsorvente para o Exemplo Comparativo 46 e Exemplos 47-49 era SAP-D. O agente de desencadeamento de desintumescimento usado nos Exemplos 47 a 49 era de TA_D-G. O agente de desencadeamento de reintumescimento usado nos Exemplos 47 a 49 era TA_R-F.

31,46 g de felpa e 47,18 g de SAP foram formados por sobre um tecido de formação WHITE WRAP SHEET tendo uma gramatura de cerca de 16,6 g/m². Essa quantidade de SAP e felpa forneceu um compósito absorvente com uma gramatura de 717 g/m² sobre o lenço para as mãos de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento produzido por este equipamento.

Os lenços para as mãos foram produzidos com o seguinte procedimento. Uma folha do tecido de formação foi colocada no fundo do formador. Então, o SAP e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de SAP). Cada porção de felpa e porção de SAP foi alternativamente introduzida no topo do formador, permitindo que o ar comprimido misturasse a felpa com o SAP, enquanto o vácuo retirava os materiais através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação. Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida, formando uma distribuição substancialmente uniforme de felpa e de SAP.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito formado. O compósito foi comprimido até uma espessura de cerca de 3,6 mm, antes de testar, usando uma CARVER PRESS modelo #4531. Amostras de lenços para as mãos conformados com ar foram cortadas em 2,5 cm de largura por 38,1 cm de comprimento.

Para completar os sistemas para os Exemplos 47 a 49: (ver a Figura 22)

1. Um pedaço de 38,1 cm de comprimento por 2,5 cm de largura do tecido identificado acima foi disposto em uma superfície horizontal plana, com cada um marcado em 7,6 cm na direção longitudinal.

2. A quantidade necessária do agente de desencadeamento de reintumescimento identificado na Tabela 17 (sexta-oitava coluna) foi uniformemente aspergida por sobre o tecido nas três zonas do meio (zonas 2, 3 e 4) com um agitador de sal doméstico.

3. O lenço para as mãos conformado com ar de 38,1 cm por 2,5 cm, apropriado (com o tecido de formação ainda no

topo e no fundo) foi colocado por sobre o agente de desencadeamento (a partir da etapa 2).

4. Outra camada do tecido identificado acima, com cada uma marcada em 7,6 cm na direção longitudinal, foi colocada no topo do lenço para as mãos conformado com ar a partir da etapa 3.

5. A quantidade necessária do agente de desencadeamento de desintumescimento identificado na Tabela 17 (terceira-quinta coluna) foi uniformemente aspergida por sobre o tecido nas três zonas do meio (zonas 2, 3 e 4) com um agitador de sal doméstico.

6. Outra camada de 38,1 cm x 2,5 cm do tecido identificado acima foi colocada no topo do agente de desencadeamento a partir da etapa 5.

O resultado foi um sistema absorvente com composições de desencadeamento localizadas em uma zona de alvo de uma camada discreta. A Figura 22 mostra um vista da seção transversal de um sistema absorvente representativo 400 dos Exemplos 45-49, sendo que o sistema 400 tem um compósito absorvente 410, que compreende o SAP 412 e a felpa; uma camada discreta 442, que inclui o agente de desencadeamento de desintumescimento 414 localizado no lado de topo do compósito 410 e inclui a zona 2 452, a zona 3 453 e a zona 4 454; e uma camada discreta 443, que inclui o agente de desencadeamento de reintumescimento 416 localizado no lado de fundo do compósito 410 e inclui a zona 2 452, a zona 3 453 e a zona 4 454.

Testagem dos Exemplos 45 a 49:

Exemplos Comparativos 45 a 46 e Exemplos 47-49 foram submetidos ao Teste de Distribuição Horizontal. O comprimento da área molhada do sistema absorvente foi determinado por observação visual, conforme indicado no método de Teste de Distribuição Horizontal. Os resultados podem ser vistos na Tabela 17 abaixo.

Tabela 17 - Comprimento molhado depois da 2ª descarga com agentes de desencadeamento em uma configuração estratificada

No. do Exemplo	Compósito absorvente (38,1 x 2,54 cm) - 717 g/m ²	Agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento em configuração estratificada/em zonas sobre o centro do compósito						Comprimento molhado depois da 2ª descarga (cm)
		TA _D -G no topo do compósito (centrado & três zonas iguais de 7,62 x 2,54 cm)			TA _R -F no fundo do compósito (centrado & três zonas iguais de 7,62 x 2,54 cm)			
		Zona 2	Zona 3	Zona 4	Zona 2	Zona 3	Zona 4	
Exemplo Comparativo 45	60% 9300/40% felpa	0 g	0 g	0 g	0 g	0 g	0 g	23,9
Exemplo Comparativo 46	60% SAP-D/40% felpa	0 g	0 g	0 g	0 g	0 g	0 g	20,8
Exemplo 47	60% SAP-D/40% felpa	0,42 g	0,42 g	0,42 g	0,83 g	0,83 g	0,83 g	32,5
Exemplo 48	60% SAP-D/40% felpa	0,21 g	0,42 g	0,21 g	0,42 g	0,83 g	0,42 g	31,2
Exemplo 49	60% SAP-D/40% felpa	0,11 g	0,42 g	0,11 g	0,11 g	0,83 g	0,11 g	29,5

Como pode ser visto pelos resultados a partir da Tabela 17 (última coluna) acima, a incorporação de tão pouco quanto 45% de adição de agentes de desencadeamento combinados (com relação à quantidade de composição de polímero superabsorvente) pode resultar em ser o fluido distribuído sobre uma distância mais longa do que cada uma das amostras contendo somente SAP e felpa (Exemplos Comparativos 45 e 46).

10 Exemplos 50-54

Exemplo 50

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenços para as mãos de conformação com ar padrão. Os compósitos de lenços para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

A felpa usada foi polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSASORB 100%. O SAP para o Exemplo Comparativo 50 era FAVOR SXM-9300.

31,46 g de felpa e 47,18 g de SAP foram formados por sobre um tecido de formação WHITE WRAP SHEET tendo uma gramatura de cerca de 16,6 g/m². Essa quantidade de SAP e felpa forneceu um compósito absorvente com uma gramatura de 717 g/m²

sobre o lenço para as mãos de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento produzido por este equipamento.

Os lenços para as mãos foram produzidos com o seguinte procedimento. Uma folha do tecido de formação foi colocada no fundo do formador. Então, o SAP e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de SAP). Cada porção de felpa e porção de SAP foi alternativamente introduzida no topo do formador, permitindo que o ar comprimido misturasse a felpa com o SAP, enquanto o vácuo retirava os materiais através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação. Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida, formando uma distribuição substancialmente uniforme de felpa e de SAP.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito formado. A rede de compósito foi comprimida até uma espessura de cerca de 3,6 mm, antes de testar, usando uma CARVER PRESS modelo #4531.

Um molde foi usado para separar por corte um pedaço do lenço para as mãos descrito acima em um formato, em geral, de ampulheta, com uma área de superfície global de 290 cm², uma largura na região de forquilha de 6,4 cm, um comprimento global de 35,4 cm e uma largura na frente do pedaço de 10,2 cm.

Esse absorvente de corte em molde foi manualmente inserido e montado em um produto de cuidados pessoais de tamanho 4 de etapa típica usando componentes padrão.

Exemplo 51

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenço para as mãos de conformação com ar padrão. Os compósitos de lenços para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

A felpa usada foi polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSORB 100%. A composição de polímero superabsorvente para o Exemplo 51 foi SAP-D. O agente de desencadeamento de desintumescimento usado no Exemplo 51 era de TA_D-F. O agente de desencadeamento de reintumescimento usado no Exemplo 51 era TA_R-C.

31,46 g de felpa e 47,18 g de SAP, 23,59 g de TA_D-F e 47,18 g de TA_R-C foram formados por sobre um tecido de formação WHITE WRAP SHEET tendo uma gramatura de cerca de 16,6 g/m². Essa quantidade de material particulado e felpa
5 forneceu um compósito absorvente com uma gramatura de 1.362 g/m² sobre o lenço para as mãos de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento produzido por este equipamento.

Os lenços para as mãos foram produzidos com o seguinte procedimento. A quantidade necessária de material
10 particulado; SAP-D, TA_D-F e TA_R-C foi medida e misturada manualmente em um bécher antes da formação de rede. Uma folha do tecido de formação foi colocada no fundo do formador. Então, o material particulado e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de
15 material particulado). Cada porção de felpa e porção de material particulado foram alternativamente introduzidas no topo do formador, permitindo que o ar comprimido misturasse a felpa com o material particulado, enquanto o vácuo retirava os materiais através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação.
20 Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida, formando uma distribuição substancialmente uniforme de felpa e de material particulado.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito
25 formado. A rede de compósito foi comprimida até uma espessura de cerca de 3,6 mm (0,2 g/cm³ com base na massa de fibra e de SAP), antes de testar, usando uma CARVER PRESS modelo #4531.

Um molde foi usado para separar por corte um pedaço o lenço para as mãos descrito acima em um formato, em
30 geral, de ampulheta, com uma área de superfície global de 290 cm², uma largura na região de forquilha de 6,4 cm, um comprimento global de 35,4 cm e uma largura na frente do pedaço de 10,2 cm.

Esse absorvente de corte em molde foi manualmente inserido e montado em um produto de cuidados pessoais (fralda) de
35 tamanho 4 de etapa típica usando componentes padrão.

Exemplos 52-54

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenço para as mãos de conformação com ar padrão. Os compósitos de lenços para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

5 A felpa usada foi polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSORB 100%. A composição de polímero superabsorvente para o Exemplo 52 foi SAP-D. A composição de polímero superabsorvente para os Exemplos 53 e 54 era SAP-F. O agente de desencadeamento de desintumescimento usado nos Exemplos 52-54 era
10 de TA_D-G. O agente de desencadeamento de reintumescimento usado nos Exemplos 52-54 era TA_R-F.

31,46 g de felpa e 47,18 g de composição de polímero superabsorvente foram formados por sobre um tecido de formação WHITE WRAP SHEET tendo uma gramatura de cerca de 16,6
15 g/m². Essa quantidade de SAP e felpa forneceu um compósito absorvente com uma gramatura de 717 g/m² sobre o lenço para as mãos de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento produzido por este equipamento.

Os lenços para as mãos foram produzidos com o
20 seguinte procedimento. Uma folha do tecido de formação foi colocada no fundo do formador. Então, o SAP e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de composição de polímero superabsorvente). Cada porção de felpa e porção de composição de polímero superabsorvente
25 foram alternativamente introduzidas no topo do formador, permitindo que o ar comprimido misturasse a felpa com a composição de SAP, enquanto o vácuo retirava os materiais através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação. Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida,
30 formando uma distribuição substancialmente uniforme de felpa e de composição de polímero superabsorvente.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito formado. A rede de compósito foi comprimida até uma espessura de
35 cerca de 3,6 mm (0,2 g/cm³ com base na massa de fibra e de SAP), antes de testar, usando uma CARVER PRESS modelo #4531.

Um molde foi usado para separar por corte um pedaço o lenço para as mãos descrito acima em um formato, em geral, de ampulheta, com uma área de superfície global de 290 cm², uma largura na região de forquilha de 6,4 cm, um comprimento global de 35,4 cm e uma largura na frente do pedaço de 10,2 cm.

Para completar os sistemas para os Exemplos 52-54:

1. Um pedaço de 38,1 cm de comprimento por 12,7 cm de largura do tecido identificado acima foi disposto, com cada um marcado em 7,6 cm na direção longitudinal.
2. Uma camada leve (5-25 g/m²) de adesivo de construção (NS34-5610 disponível a partir de *National Starch and Chemical*, tendo um local de negócios em Bridgewater, New Jersey, EUA) foi aspergida por sobre o tecido usando uma pistola de atomização, tal como uma *PAM 600 Spraymatic*, disponível a partir de *Fastening Technology, Inc.*, tendo um local de negócios em Charlotte, North Carolina, EUA.
3. A quantidade necessária do agente de desencadeamento de reintumescimento identificado na Tabela 18 (sexta-
oitava coluna) foi uniformemente aspergida por sobre o tecido nas três zonas do meio (zonas 2, 3 e 4) com um agitador de sal doméstico.
4. O laminado de tecido/adesivo/agente de desencadeamento foi dobrado ao meio (na direção da largura) para se obter uma amostra de 6,4 cm de largura por 38,1 cm de comprimento. 2,5 cm foram aparados a partir da porção da zona 5 do laminado, resultando em um laminado de tecido/adesivo/agente de desencadeamento de reintumescimento que era de 6,4 cm de largura por 35,6 cm de comprimento.
5. Um pedaço de 38,1 cm de comprimento por 12,7 cm de largura do tecido identificado acima foi disposto, com cada um marcado em 7,6 cm na direção longitudinal.
6. Uma camada leve (5-25 g/m²) de adesivo de construção (NS34-5610) foi aspergida por sobre o tecido usando uma pistola de atomização, tal como uma *PAM 600 Spraymatic*.

7. A quantidade necessária do agente de desencadeamento de desintumescimento na Tabela 18 (terceira-quinta coluna) foi uniformemente aspergida por sobre o tecido nas três zonas de meio (zonas 2, 3 e 4) com um agitador de sal doméstico.

8. O laminado de tecido/adesivo/agente de desencadeamento foi dobrado ao meio (na direção da largura) para fornecer uma amostra de 6,4 cm de largura por 38,1 cm de comprimento. 2,5 cm foram aparados a partir da porção da zona 5 do laminado, resultando em um laminado de tecido/adesivo/agente de desencadeamento de desintumescimento, que era de 6,4 cm de largura por 35,6 cm de comprimento.

9. O laminado de tecido/adesivo/agente de desencadeamento de desintumescimento a partir da etapa 4 foi disposto em uma bancada horizontal plana.

10. O compósito absorvente de SAP/felpa de corte em molde, apropriado, identificado na Tabela 18, foi posicionado no topo do laminado a partir da etapa 4, tal que aquela extremidade frontal de cada pedaço estivesse alinhada e o laminado a partir da etapa 4 estivesse alinhado na direção da largura com a região de forquilha do compósito absorvente de corte em molde.

11. O laminado de tecido/adesivo/agente de desencadeamento de desintumescimento a partir da etapa 8 foi colocado no topo do compósito absorvente de corte em molde, tal que aquela extremidade frontal de cada pedaço estivesse alinhada e o laminado a partir da etapa 8 estivesse alinhado na direção da largura com a porção de forquilha do compósito absorvente de corte em molde.

A construção em sanduíche descrita acima do laminado de tecido/adesivo/agente de desencadeamento de desintumescimento-compósito absorvente de corte em molde-laminado de tecido/adesivo/agente de desencadeamento de reintumescimento foi inserido manualmente e montado em um produto de cuidados pessoais (fralda) de tamanho 4 em etapa típico usando componentes padrão. A Figura 23 mostra uma vista de seção transversal de um

sistema absorvente 500 representativo dos Exemplos 52-54, sendo que o sistema 500 tem um compósito absorvente 510, que compreende o SAP 512 e felpa; uma camada discreta 542, que inclui o agente de desencadeamento de desintumescimento 514 localizado no lado de 5 topo do compósito 510 e inclui a zona 2 552, zona 3 553 e zona 4 554; e uma camada discreta 543, que inclui o agente de desencadeamento de reintumescimento 516 localizado no lado de fundo do compósito 510 e inclui a zona 5 552, a zona 5 553 e a zona 4 554. A Figura 24 é uma visão de topo da Figura 23.

10

Tabela 18 - Composição de Produto Absorvente e Descrição de Estrutura

No. do Exemplo	Composição de núcleo de fralda	Agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento em configuração estratificada sobre o centro do compósito					
		TA _D -G no topo do compósito (centrado & três zonas iguais de 7,6 x 6,4 cm)			TA _R -F no fundo do compósito (centrado & três zonas iguais de 7,6 x 6,4 cm)		
		Zona 2	Zona 3	Zona 4	Zona 2	Zona 3	Zona 4
Exemplo Comparativo 50	12,5 g 9300/8,3 g felpa	0 g	0 g	0 g	0 g	0 g	0 g
Exemplo 51	12,5 g SAP-D/6,3 g TA _D -F/12,5 g TA _R -C/8,3 g felpa	0 g	0 g	0 g	0 g	0 g	0 g
Exemplo 52	12,5 g SAP-D/8,3 g felpa	1,04 g	1,04 g	1,04 g	2,08 g	2,08 g	2,08 g
Exemplo 53	12,5 g SAP-F/8,3 g felpa	1,04 g	1,04 g	1,04 g	2,08 g	2,08 g	2,08 g
Exemplo 54	12,5 g SAP-F/8,3 g felpa	0,26 g	1,04 g	0,26 g	0,52 g	2,08 g	0,52 g

Testagem dos Exemplos 5-54:

Doze fraldas contendo sistemas absorventes para cada um de Exemplo Comparativo 50 e de Exemplos 51-54 foram 15 testadas usando o Método de Teste com Manequim.

Cada artigo absorvente testado tinha um sistema absorvente com formato de ampulheta convencional. Cada um dos artigos absorventes continha uma camada de admissão de 150 g/m² (isto é, camada de descarga súbita) entre o sistema absorvente e o 20 revestimento do lado do corpo.

Fluido foi adicionado aos artigos absorventes usando manequins "do sexo masculino". O fluido de descarga (solução de cloreto de sódio aquosa à 0,9% em peso) foi entregue aos produtos em temperatura ligeiramente abaixo da temperatura do 25 corpo (cerca de 33°C).

Um relacionamento entre a área molhada versus a quantidade de líquido adicionada em vazamento foi determinado com base na quantidade de líquido no produto no instante do vazamento. A área molhada foi determinada por formação de imagem com raios X conforme descrito no Método de Teste com Manequim. Uma regressão linear dos pontos de dados contendo pelo menos 50 g de líquido foi usada para interpolar a área molhada em carregamento com 100 g de líquido e em carregamento com 175 g de líquido. Os resultados são vistos na Tabela 19 abaixo.

Tabela 19

No. do Exemplo	Área molhada de produtos usados (cm ²)	
	Em um carregamento de fralda em torno de 100 g	Em um carregamento de fralda em torno de 175 g
Exemplo Comparativo 50	145	166
Exemplo 51	160	184
Exemplo 52	150	191
Exemplo 53	155	176
Exemplo 54	155	188

Como pode ser visto a partir dos resultados na Tabela 19, a área molhada para todas as amostras compreendendo agentes de desencadeamento mostram área molhada mais elevada tanto em 100 g de carregamento nominal quanto em 175 g de carregamento nominal, comparadas ao sistema de controle, que continham somente SAP e felpa (Exemplo Comparativo 50). Isso demonstra distribuição aumentada de líquido através da almofada absorvente.

Exemplos 55 e 56

Exemplo 55

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenço para as mãos de conformação com ar padrão. Os compósitos de lenços para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

A felpa usada foi polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSORB 100%. O SAP para o Exemplo Comparativo 55 era FAVOR SXM-9300.

31,46 g de felpa e 47,18 g de SAP foram formados por sobre um tecido de formação WHITE WRAP SHEET tendo uma gramatura de cerca de 16,6 g/m². Essa quantidade de SAP e de felpa

forneceu um compósito absorvente com uma gramatura de 717 g/m² sobre o lenço para as mãos de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento produzido por este equipamento.

Os lenços para as mãos foram produzidos com o seguinte procedimento. Uma folha do tecido de formação foi colocada no fundo do formador. Então, o SAP e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de SAP). Cada porção de felpa e porção de SAP foram alternativamente introduzidas no topo do formador, permitindo que o ar comprimido misturasse a felpa com o SAP, enquanto o vácuo retirava os materiais através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação. Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida, formando uma distribuição substancialmente uniforme de felpa e de SAP.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito formado. A rede de compósito foi comprimida até uma espessura de cerca de 3,6 mm, antes de testar, usando uma CARVER PRESS modelo #4531. Amostras de lenços para as mãos conformadas com ar foram cortadas em 7,6 cm de largura por 38,1 cm de comprimento.

Exemplo 56

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenço para as mãos de conformação com ar padrão. Os compósitos de lenços para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

A felpa usada foi polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSASORB 100%. A composição de polímero superabsorvente para o Exemplo 56 foi SAP-D. O agente de desencadeamento de desintumescimento usado era TA_D-F. O agente de desencadeamento de reintumescimento usado no Exemplo 56 era TA_R-C.

31,46 g de felpa e 47,18 g de composição de polímero superabsorvente, 23,59 g de TA_D-F e 23,59 g de TA_R-C foram formados por sobre um tecido de formação WHITE WRAP SHEET tendo uma gramatura de cerca de 16,6 g/m². Essa quantidade de material particulado e de felpa forneceu um compósito absorvente com uma

gramatura de 1.147 g/m² sobre o lenço para as mãos de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento produzido por este equipamento.

Os lenços para as mãos foram produzidos com o seguinte procedimento. Uma folha do tecido de formação foi colocada no fundo do formador. As quantidades necessárias de material particulado; SAP-D, TA_D-F e TA_R-C foram medidas e misturadas manualmente em um bécher antes da formação de rede. Então, o material particulado e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de material particulado). Cada porção de felpa e porção de material particulado foram alternativamente introduzidas no topo do formador, permitindo que o ar comprimido misturasse a felpa com o material particulado, enquanto o vácuo retirava os materiais através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação. Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida, formando uma distribuição substancialmente uniforme de felpa e de material particulado.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito formado. A rede de compósito foi comprimida até uma espessura de cerca de 3,6 mm, antes de testar, usando uma CARVER PRESS modelo #4531. Amostras de lenços para as mãos conformadas com ar foram cortadas em 7,6 cm de largura por 38,1 cm de comprimento.

Testagem dos Exemplos 55 e 56:

Exemplos 55 e 56 foram testados de acordo com o Teste de Admissão e Distribuição Horizontal. O comprimento molhado seguinte à cada descarga com líquido (conforme mencionado na método de teste) são indicados na Tabela 20 abaixo.

Tabela 20

Exemplo	Comprimento molhado depois da 1ª Descarga (cm)	Comprimento Molhado depois da 2ª Descarga (cm)	Comprimento Molhado depois da 3ª Descarga (cm)
Exemplo Comparativo 55	18,5	20,5	25
Exemplo 56	21,0	31	> 38,1*

* O comprimento inteiro das amostras para o Exemplo 56 estava molhado depois da 3ª descarga.

Como pode ser visto, o Exemplo 56 (contendo agentes de desencadeamento) resulta em maior distribuição de líquido para cada descarga, comparado ao controle, Exemplo Comparativo 55, no qual não estão presentes quaisquer agentes.

5 Exemplos 57-59

Lenços para as mãos foram preparados usando equipamento de lenço para as mãos de conformação com ar padrão. Os compósitos de lenços para as mãos resultantes tinham dimensões de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento.

10 A felpa usada foi polpa de Madeira Macia Sulina fibrizada COOSASORB 100%. A composição de polímero superabsorvente para os Exemplos 57-59 era SAP-F. O agente de desencadeamento de desintumescimento usado nos Exemplos 57 a 59 era TA_D-G. O agente de desencadeamento de reintumescimento usado nos Exemplos 57 a 59
15 era TA_R-F.

31,46 g de felpa e 47,18 g de composição de polímero superabsorvente foram formados por sobre um tecido de formação WHITE WRAP SHEET tendo uma gramatura de cerca de 16,6 g/m². Essa quantidade de SAP e de felpa forneceu um compósito
20 absorvente com uma gramatura de 717 g/m² sobre o lenço para as mãos de 25,4 cm de largura por 43,2 cm de comprimento produzido por este equipamento.

Os lenços para as mãos foram produzidos com o seguinte procedimento. Uma folha do tecido de formação foi
25 colocada no fundo do formador. Então, a composição de polímero superabsorvente e a felpa foram, cada um, divididos em porções cerca de iguais (isto é, 6 porções de felpa e 5 porções de SAP). Cada porção de felpa e porção de composição de polímero superabsorvente foram alternativamente introduzidas no topo do
30 formador, permitindo que o ar comprimido misturasse a felpa com a composição de polímero superabsorvente, enquanto o vácuo retirava os materiais através da câmara de formação e por sobre o tecido de formação. Esse processo foi continuado até que a última porção da felpa fosse consumida, formando uma distribuição substancialmente
35 uniforme de felpa e de composição de polímero superabsorvente.

Seguindo a formação de rede, outra camada do tecido de formação acima foi colocada no topo do compósito formado. A rede de compósito foi comprimida até uma espessura de cerca de 3,6 mm, antes de testar, usando uma CARVER PRESS modelo #4531. Amostras de lenços para as mãos conformados com ar foram cortadas em 6,4 cm de largura por 38,1 cm de comprimento.

Para completar os sistemas para os Exemplos 57-59: (ver a Figura 22)

1. Um pedaço de 38,1 cm de comprimento por 6,4 cm de largura do tecido identificado acima foi disposto em uma superfície horizontal plana, com cada um marcado em 7,6 cm na direção longitudinal.

2. A quantidade necessária do agente de desencadeamento de reintumescimento identificado na Tabela 21 (sexta-
oitava coluna) foi uniformemente aspergido por sobre o tecido nas três zonas do meio (zonas 2, 3 e 4) com um agitador de sal doméstico.

3. O lenço para as mãos conformado com ar de 38,1 cm por 6,4 cm apropriado (com o tecido de formação ainda no topo e no fundo) foi colocado por sobre o agente de desencadeamento (a partir da etapa 2).

4. Outra camada do tecido identificado acima, com cada um marcado em 7,6 cm na direção longitudinal, foi colocado no topo do lenço para as mãos conformado com ar a partir da etapa 3.

5. A quantidade necessária do agente de desencadeamento de desintumescimento identificado na Tabela 21 (terceira-
quinta coluna) foi uniformemente aspergida por sobre o tecido nas três zonas do meio (zonas 2, 3 e 4) com um agitador de sal doméstico.

6. Outra camada de 38,1 cm por 6,4 cm do tecido identificado acima foi colocada no topo do agente de desencadeamento a partir da etapa 5.

Testagem dos Exemplos 57 a 59:

Os Exemplos 57-59 foram submetidos ao Teste de Admissão e Distribuição Horizontal com duas modificações. 60 cm³ de solução de salina foram adicionados durante cada adição de

líquido, ao invés de 70 cm³ (ver a etapa 3). Ao invés de medir o comprimento molhado do sistema absorvente com densitometria por raios X (ver a etapa 4), a espessura do absorvente molhado foi medida usando um testador de espessura convencional, tal como Sony Digital Indicator Model #U30A, sob uma pressão de medição de 3.450 dina/cm². Os resultados podem ser vistos na Tabela 21 abaixo.

Tabela 21 - Espessura molhada depois da 2ª descarga com agentes de desencadeamento em uma configuração estratificada

No. do Exemplo	Compósito absorvente (38,1 x 6,4 cm) – 717 g/m ²	Agentes de desencadeamento de desintumescimento e de reintumescimento em configuração estratificada/em zonas sobre o centro do compósito						Espessura molhada depois da 2ª descarga (mm)
		TA _D -G no topo do compósito (centrado & três zonas iguais de 7,62 x 6,4 cm)			TA _R -F no fundo do compósito (centrado & três zonas iguais de 7,62 x 6,4 cm)			
		Zona 2	Zona 3	Zona 4	Zona 2	Zona 3	Zona 4	
Exemplo 57	60% SAP-D/40% felpa	0,20 g	0,78 g	0,20 g	0,20 g	0,78 g	0,20 g	12,2
Exemplo 58	60% SAP-D/40% felpa	0,23 g	0,94 g	0,23 g	0,23 g	0,94 g	0,23 g	11,6
Exemplo 59	60% SAP-D/40% felpa	0,26 g	1,04 g	0,26 g	0,52 g	2,08 g	0,52 g	12,5

Como pode ser visto pelos resultados a partir da Tabela 21 (última coluna) acima, a incorporação de tão pouco quanto 23% de adição dos agentes de desencadeamento combinados (com relação à quantidade de composição de polímero superabsorvente) (Exemplo 57) pode resultar em ser o fluido distribuído sobre uma distância mais longa, resultando em uma espessura molhada reduzida na zona de alvo, do que a amostra contendo 45% de adição das composições de desencadeante combinadas (Exemplo 59).

Será apreciado que detalhes dos exemplos anteriores, dados para finalidades de ilustração, não devem ser interpretados como limitando o escopo desta invenção. Embora somente uns poucos aspectos exemplificativos desta invenção tenham sido descritos em detalhes acima, os técnicos especializados no assunto prontamente apreciarão que muitas modificações são possíveis nos exemplos sem se desviar materialmente dos novos ensinamentos e vantagens desta invenção. Por exemplo,

características descritas em relação a um exemplo podem ser incorporadas em qualquer outro exemplo da invenção.

Consequentemente, pretende-se que todas tais modificações estejam incluídas dentro do escopo desta invenção, que é definida nas seguintes reivindicações e em todos os equivalentes de tais. Ademais, reconhece-se que muitos aspectos possam ser concebidos, que não atinjam todas das vantagens de alguns aspectos, particularmente dos aspectos desejados, ainda que a ausência de uma vantagem em particular não deva ser construída para necessariamente significar que tal aspecto esteja fora do escopo da presente invenção. Uma vez que várias mudanças poderiam ser feitas nas construções acima, sem se desviar do escopo da invenção, pretende-se que toda a matéria contida na descrição acima seja interpretada como ilustrativa e não em um sentido limitante.

REIVINDICAÇÕES

1. Artigo absorvente, caracterizado pelo fato de compreender:

um núcleo absorvente;

5 em que o núcleo absorvente inclui uma composição absorvente que compreende:

a. um SAP tendo grupos funcionais aniônicos;

10 b. um agente de desencadeamento de desintumescimento, que compreende um primeiro ente químico solúvel em água que compreende cátions X com uma valência ionizada de dois ou mais; e

c. um agente de desencadeamento de reinstumescimento, que compreende um segundo ente químico solúvel em água que compreende ânions Y;

15 em que os cátions X do primeiro ente químico solúvel em água são capazes de se complexarem com os grupos funcionais aniônicos do SAP; e os ânions Y do segundo ente químico solúvel em água são capazes de se complexarem com os cátions X para formar um sal tendo uma constante de
20 produto de solubilidade $K_{sp} < 10^{-5}$,

em que o agente de desencadeamento de desintumescimento compreende um ente químico solúvel em água selecionado a partir de cloreto de alumínio, sulfato de alumínio, cloreto de bário, acetato de cálcio, cloreto
25 de cálcio, formato de cálcio, acetato de magnésio, cloreto de magnésio, formato de magnésio, acetato de zinco, cloreto de zinco, formato de zinco e sulfato de zinco,

em que o agente de desencadeamento de reinstumescimento compreende um ente químico solúvel em água
30 selecionado a partir de fluoreto de sódio, hidrogeno carbonato de sódio, carbonato de sódio, citrato de sódio, oxalato de sódio, fosfato de sódio, poli(fosfato de sódio), sulfeto de sódio, sulfato de sódio ou tripoli(fosfato de sódio), e

que o SAP compreende poli(ácido acrílico) reticulado parcialmente neutralizado, tendo desde cerca de 40 a cerca de 60 por cento em mol dos grupos funcionais ácidos neutralizados e uma capacidade de retenção centrífuga de pelo menos cerca de 25 g/g.

2. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de compreender adicionalmente uma folha de topo e uma folha posterior, sendo que a núcleo absorvente está disposto entre a folha de topo e a folha posterior.

3. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o núcleo absorvente compreende adicionalmente felpa.

4. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o núcleo absorvente compreende adicionalmente um tensoativo.

5. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o núcleo absorvente compreende camadas.

6. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o artigo é selecionado a partir de artigos absorventes de cuidados pessoais, artigos absorventes médicos/de saúde, artigos absorventes industriais/domésticos ou artigos absorventes de construção/esportivos.

7. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o primeiro ente químico solúvel em água é formato de cálcio e o segundo ente químico solúvel em água é carbonato de sódio.

8. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que pelo menos um dentre o agente de desencadeamento de desintumescimento e/ou o agente de desencadeamento de reintumescimento compreende um material de revestimento polimérico, que é

selecionado a partir de copolímeros de poli(met)acrilato, copolímeros de poliacrilato, etil-celulose, carbóxi-metil-celulose de sódio, acetato de celulose, polietileno glicol, polipropileno maleado, copolímeros de poliolefina ou
5 combinações de tais.

9. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente de desencadeamento de desintumescimento e o agente de desencadeamento de reintumescimento apresenta um perfil de
10 liberação selecionado para liberar o ente químico solúvel em água depois de exposição a fluido aquoso, e o primeiro ente químico solúvel em água apresenta liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água antes que o primeiro ente químico solúvel em água seja 100%
15 liberado.

10. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente de expansão é encapsulado com uma resina que é selecionada a partir de resinas naturais ou sintéticas, borrachas de
20 acrilonitrila-butadieno, materiais cerâmicos endurecíveis viscosos, poliolefinas, polietileno glicol, copolímeros de olefina, olefinas poliaromáticas, compostos estirênicos ou halo-diolefinas polimerizadas.

11. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a resina compreende polietileno glicol.
25

12. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente de desencadeamento de desintumescimento apresenta um perfil de
30 liberação para liberar o ente químico solúvel em água, em que o perfil de liberação é selecionado a partir de um perfil de liberação singular ou de um perfil de liberação sigmoidal, e o agente de desencadeamento de reintumescimento apresenta um perfil de liberação sigmoidal

para liberar o segundo ente químico solúvel em água; em que o primeiro ente químico solúvel em água apresenta uma liberação cumulativa mais elevada do que o segundo ente químico solúvel em água depois de exposição a fluido aquoso e antes de cerca de 100% de liberação.

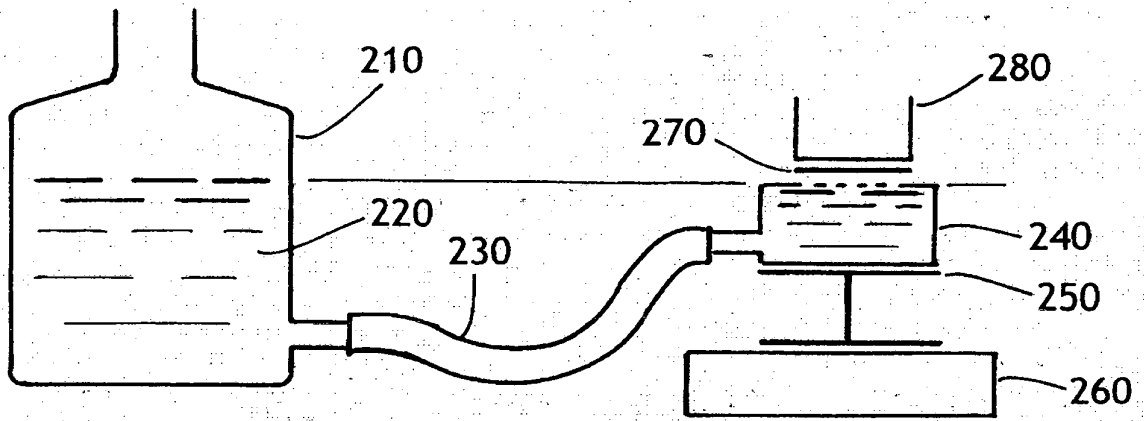


FIG. 1

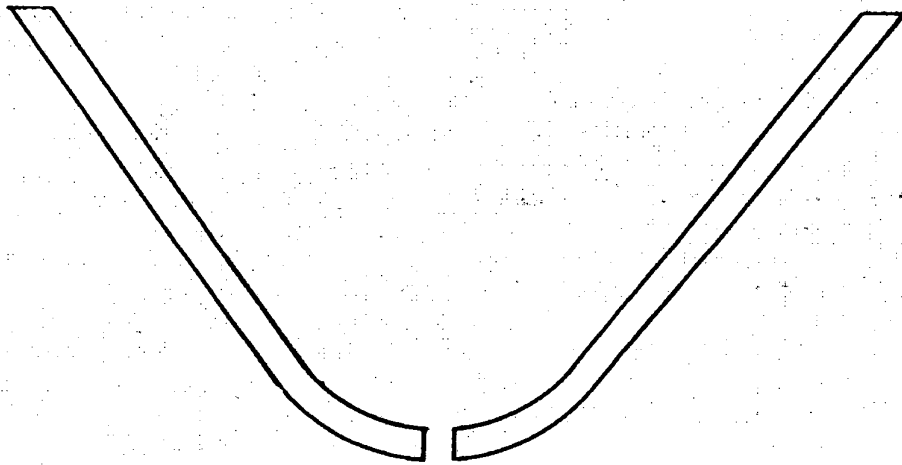


FIG. 2

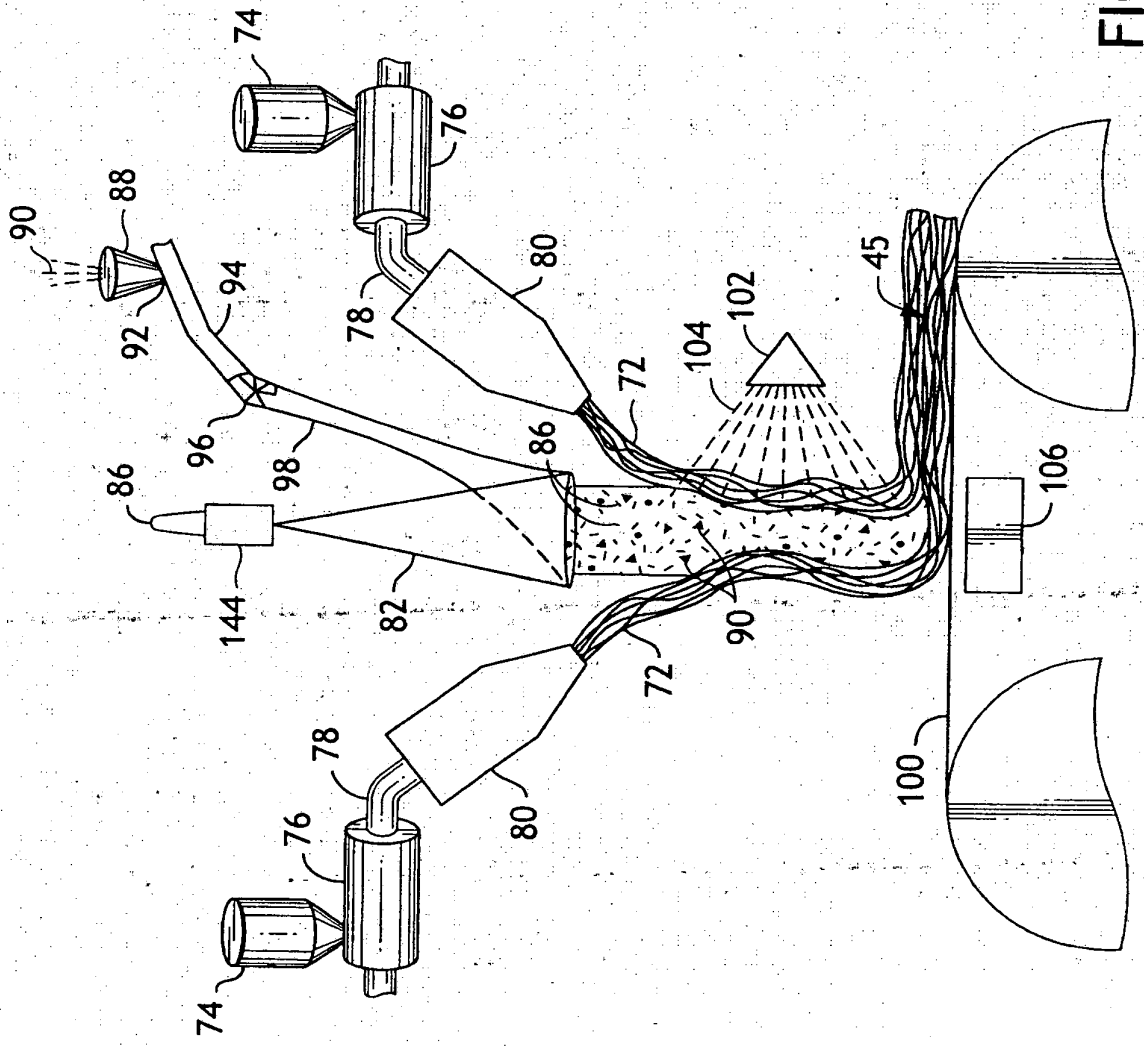


FIG. 4

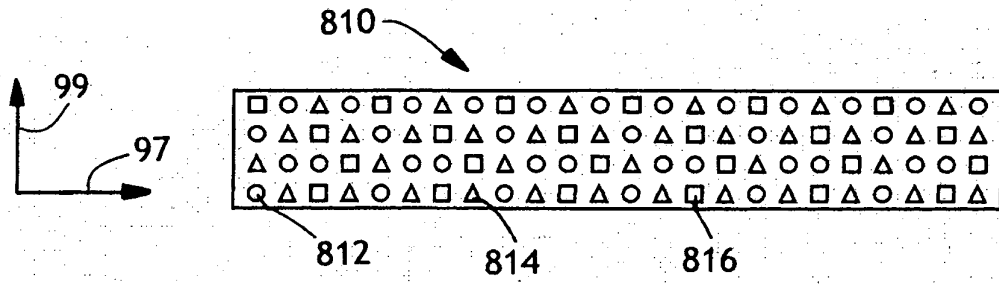


FIG. 5

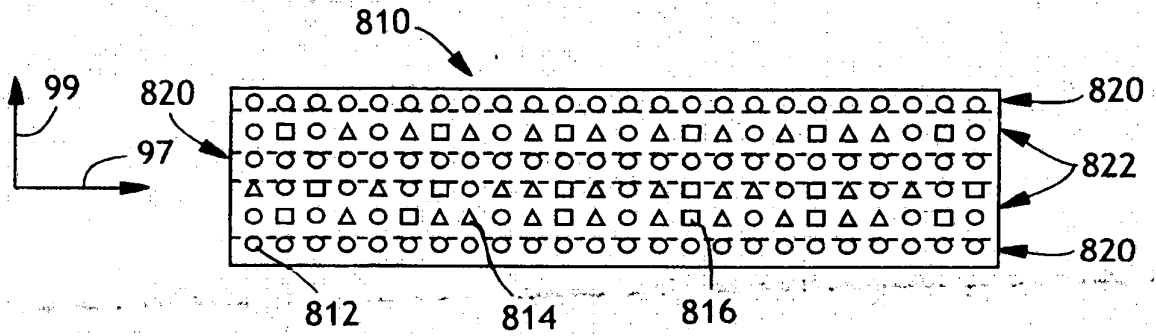


FIG. 6

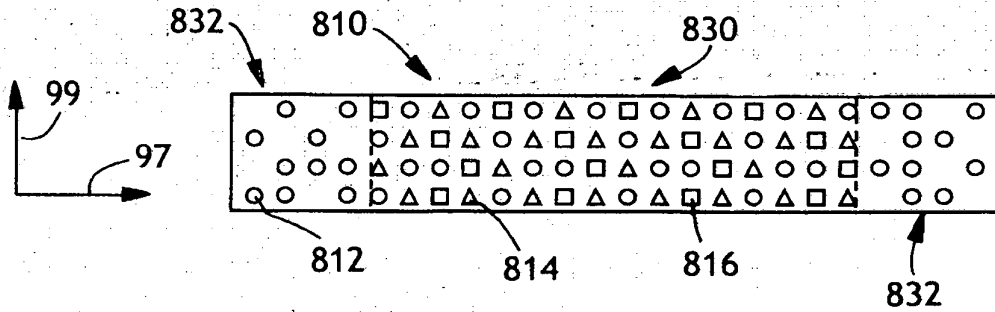


FIG. 7

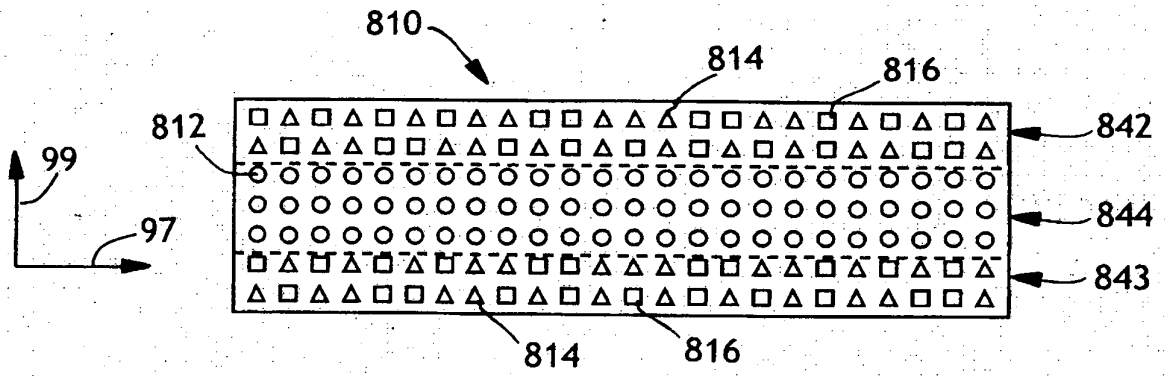


FIG. 8A

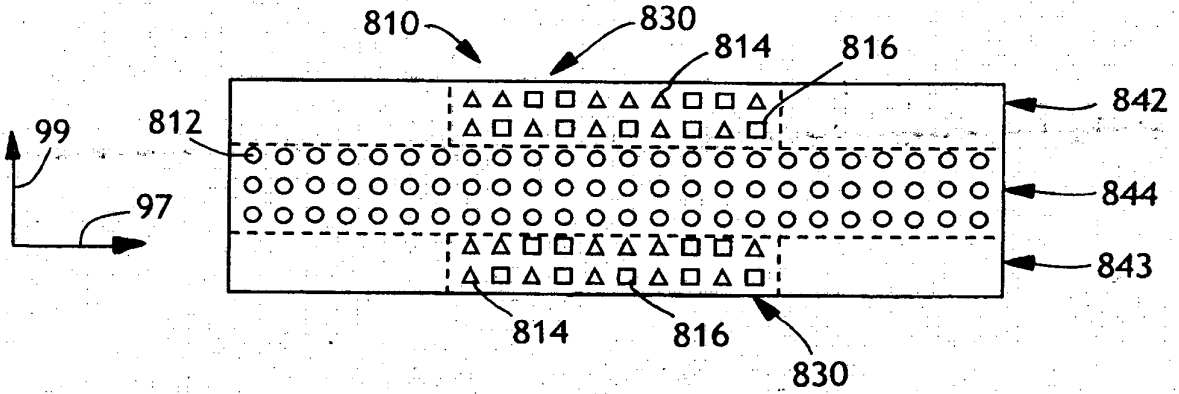


FIG. 8B

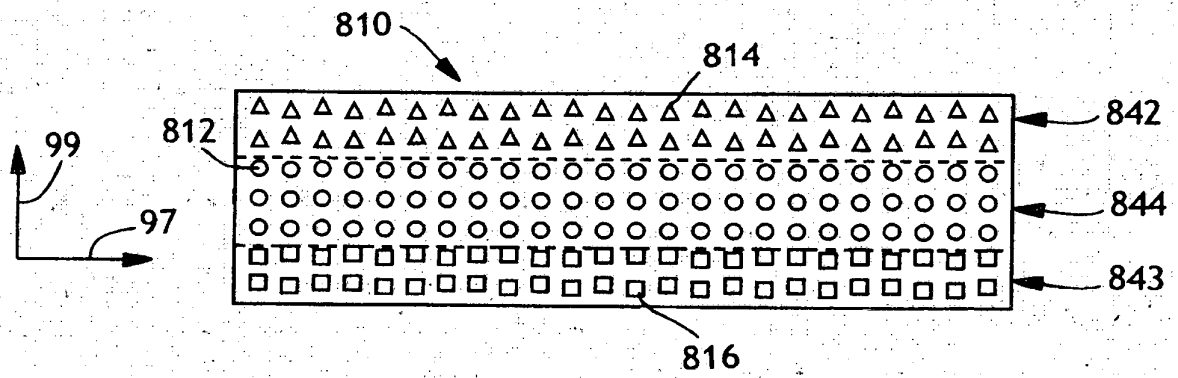


FIG. 8C

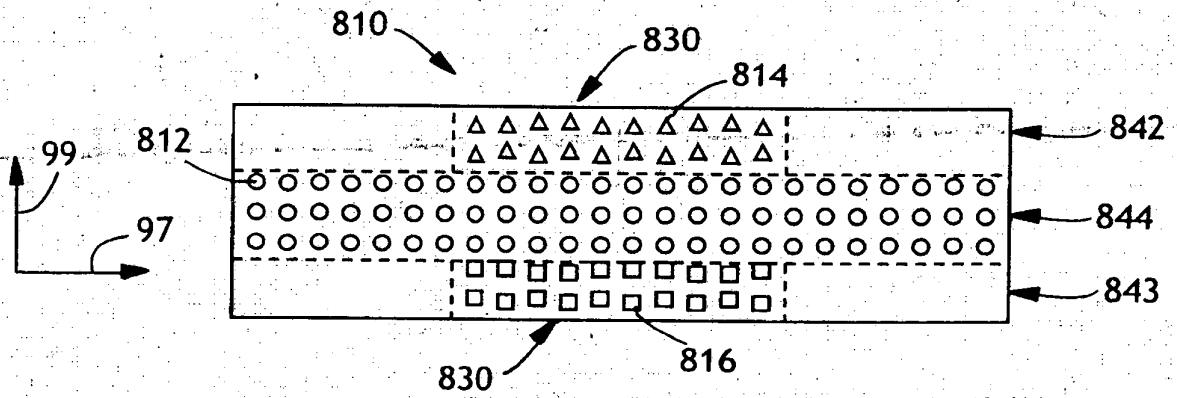


FIG. 8D

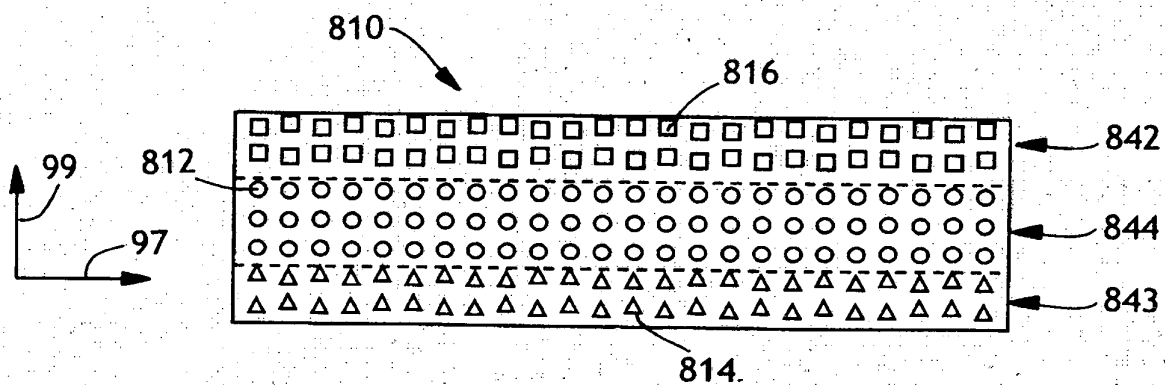


FIG. 8E

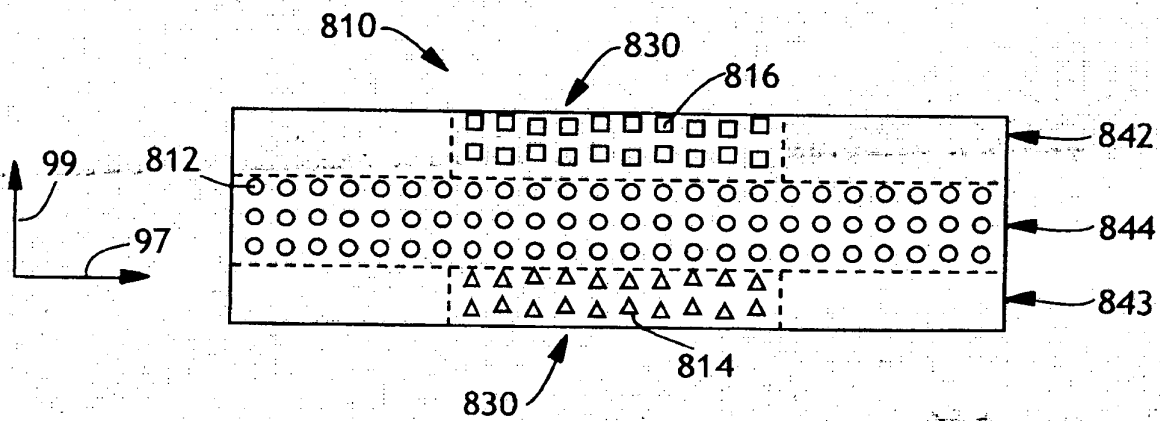


FIG. 8F

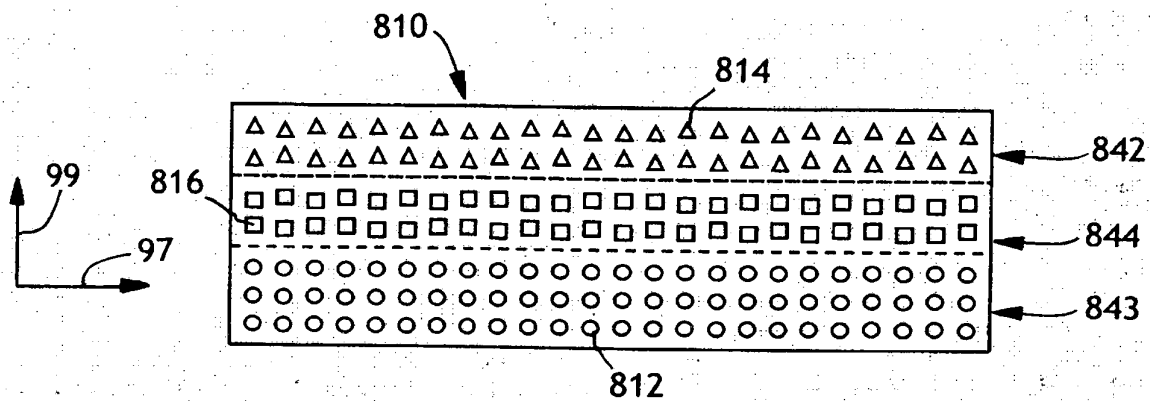


FIG. 8G

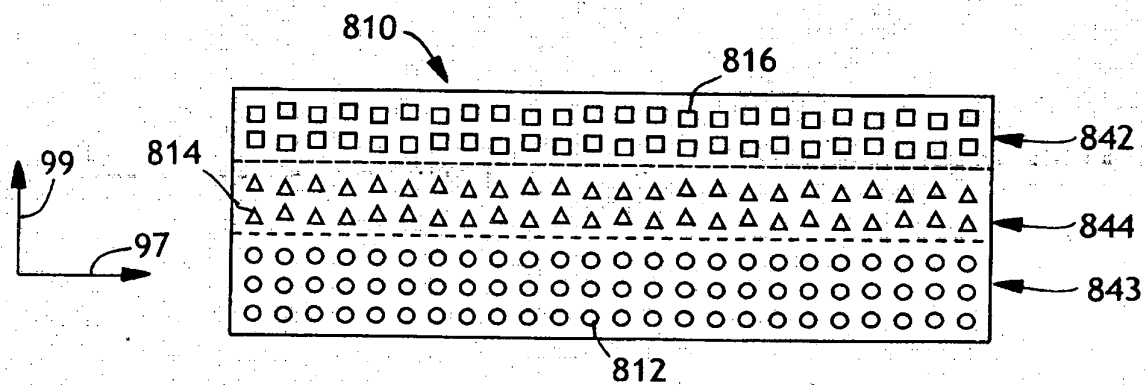


FIG. 8H

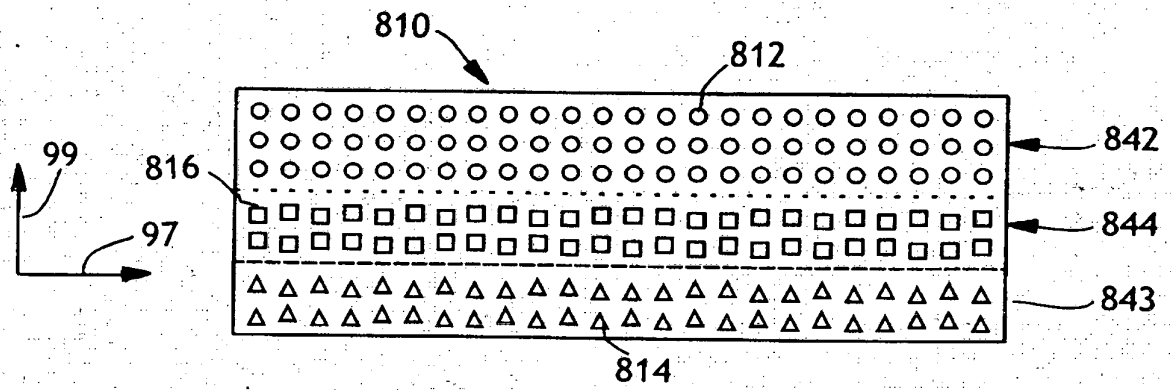


FIG. 8I

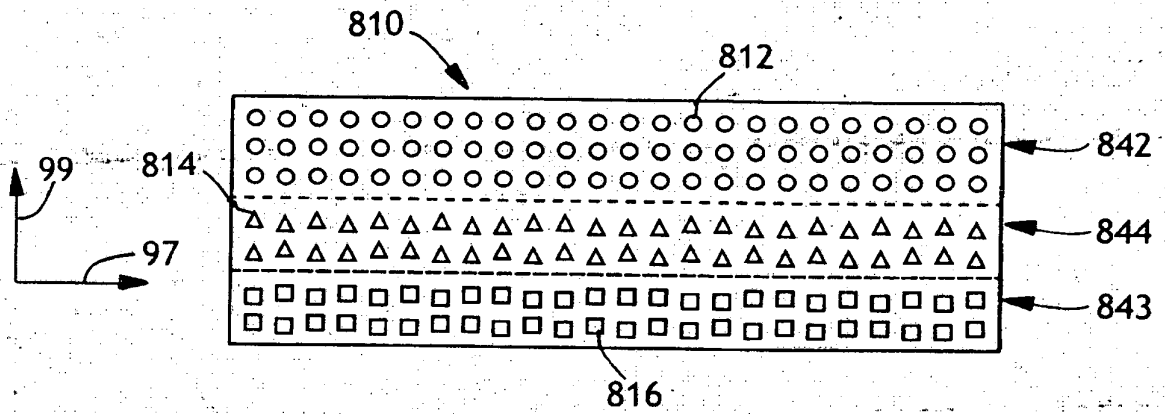


FIG. 8J

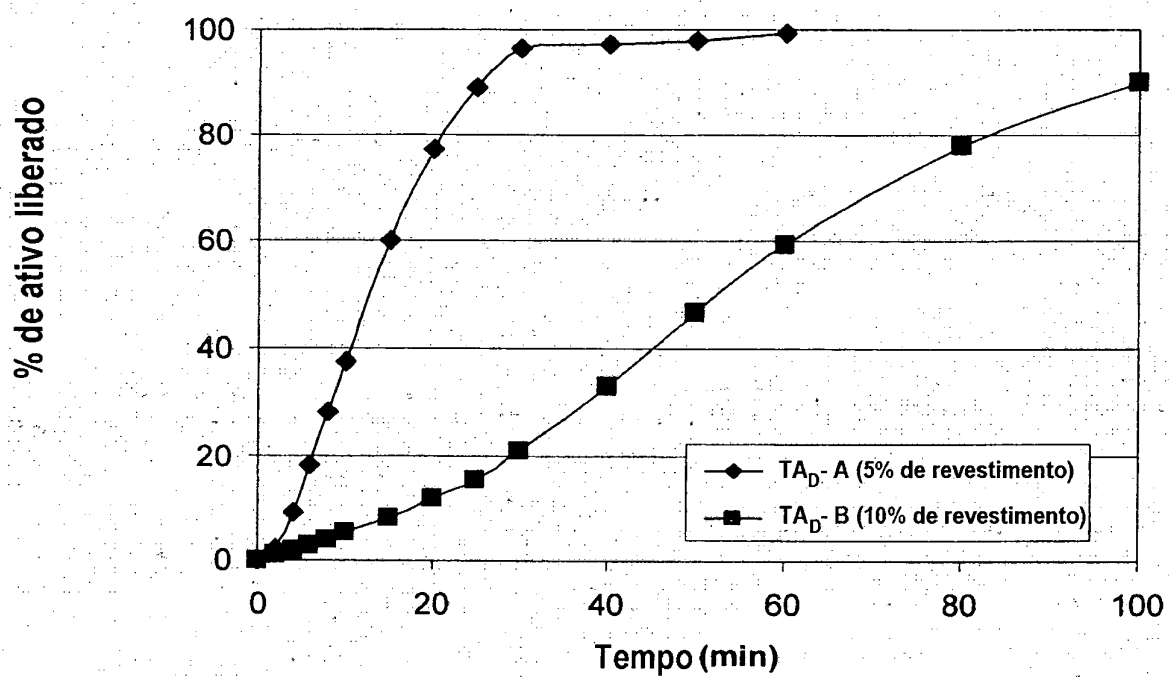


FIG. 9

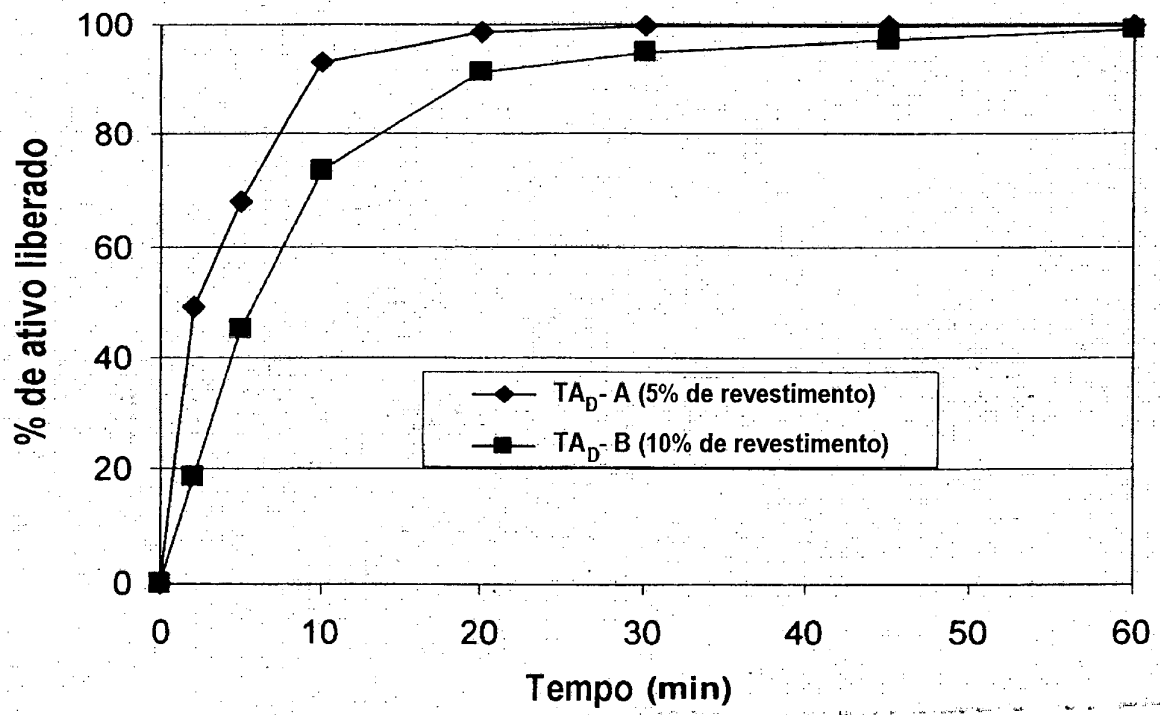


FIG. 10

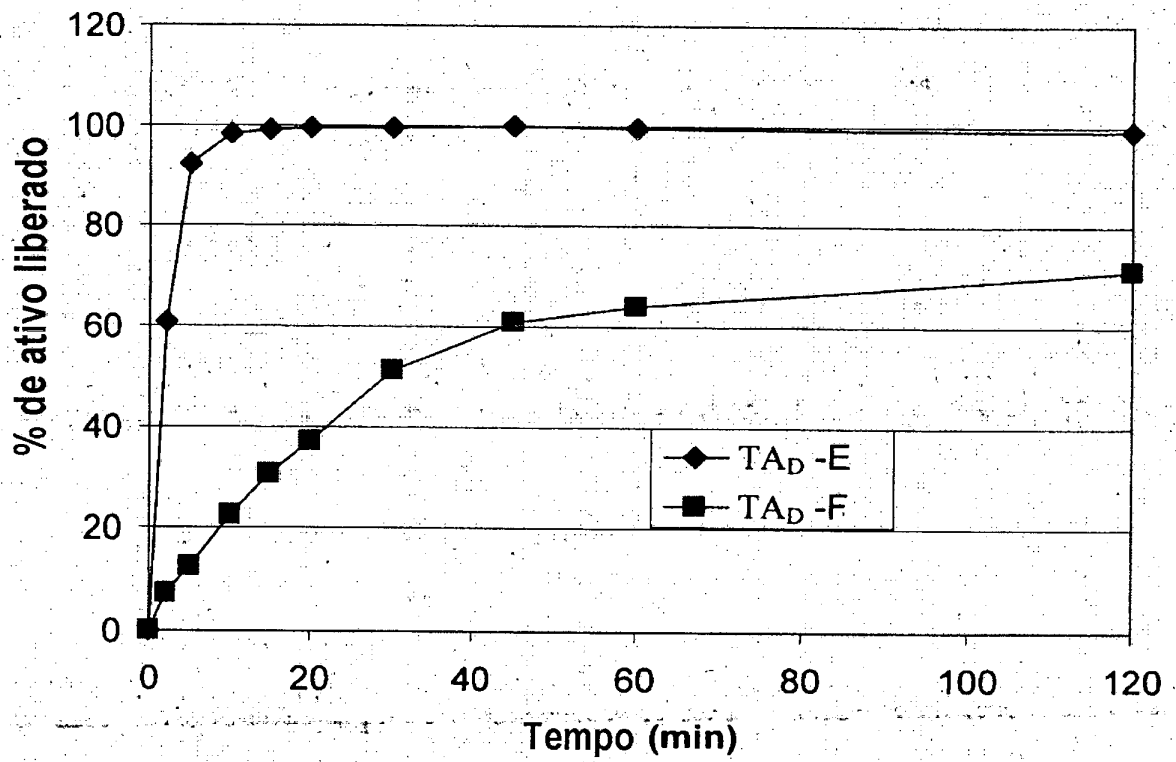


FIG. 11

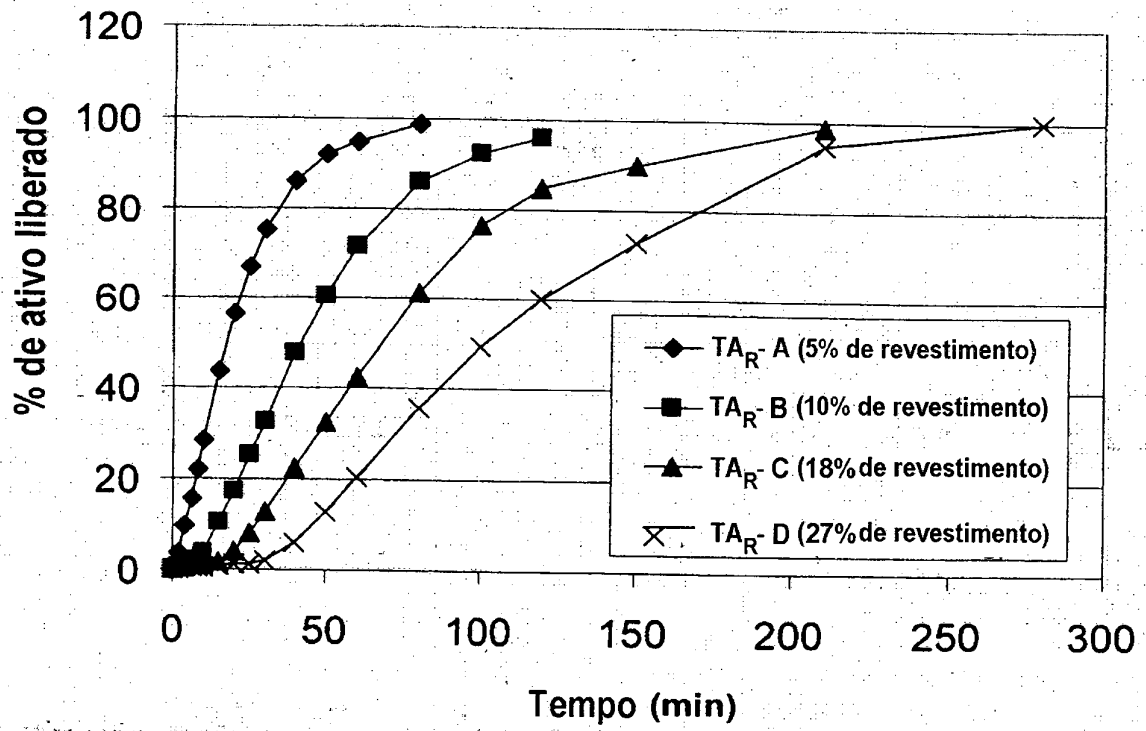


FIG. 12

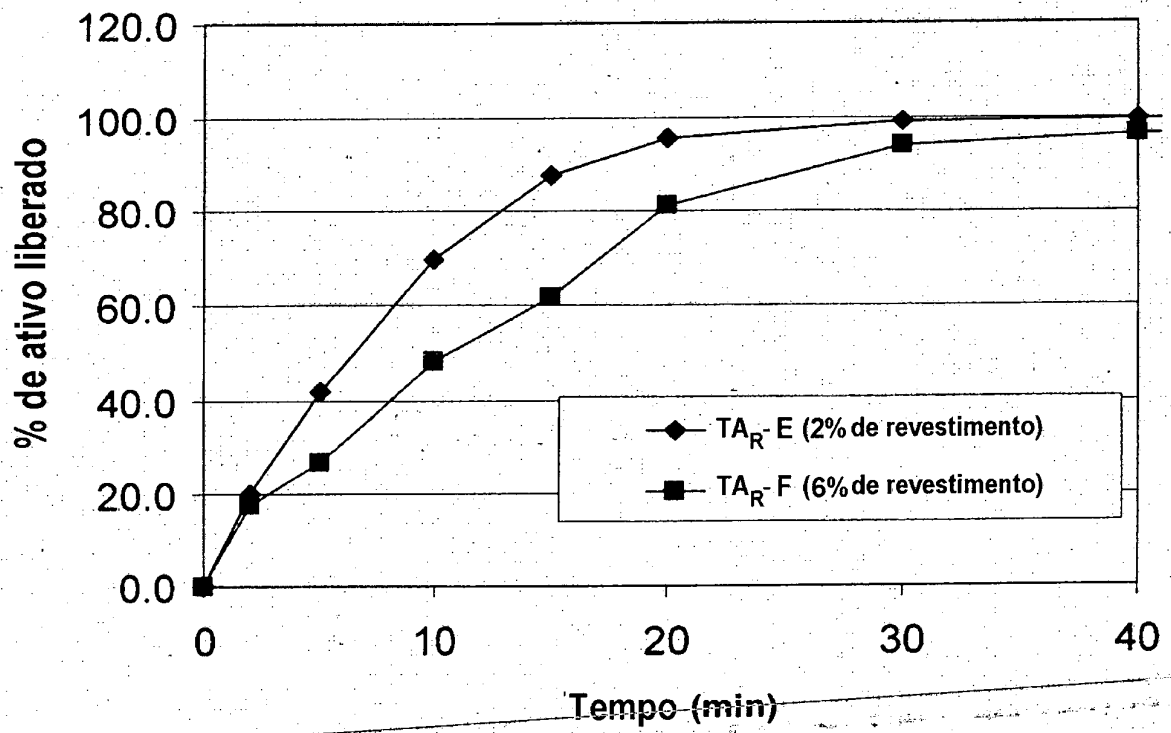


FIG. 13

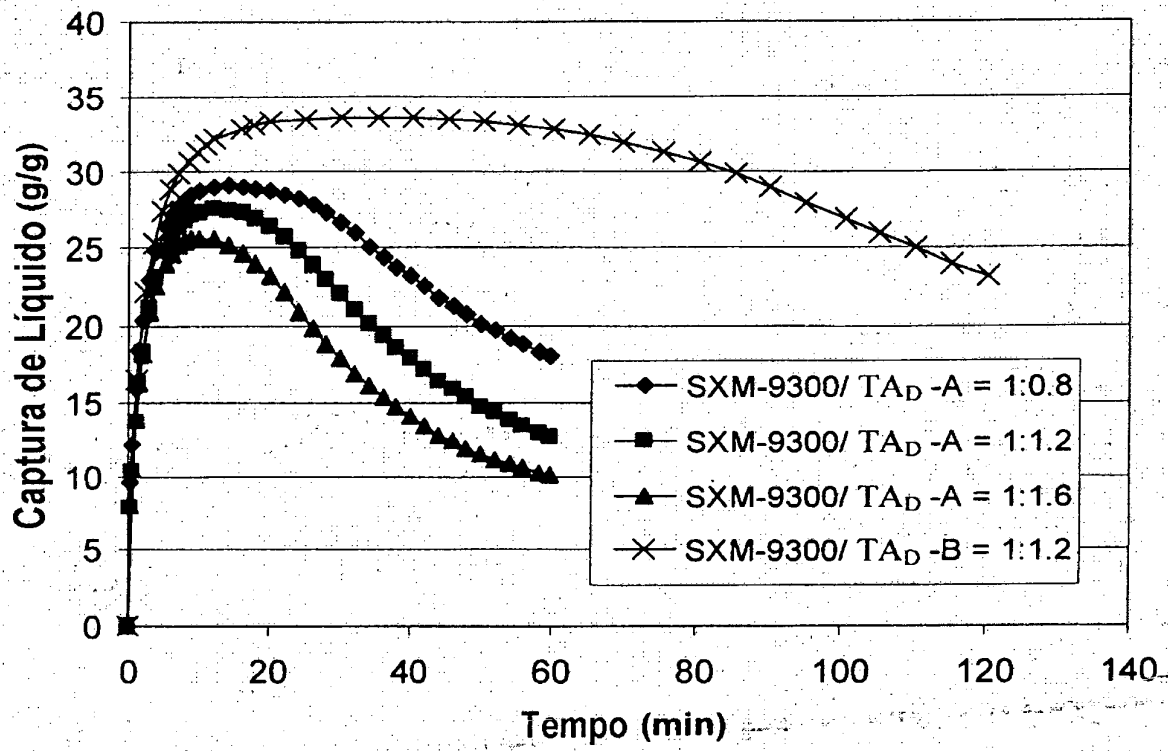


FIG. 14

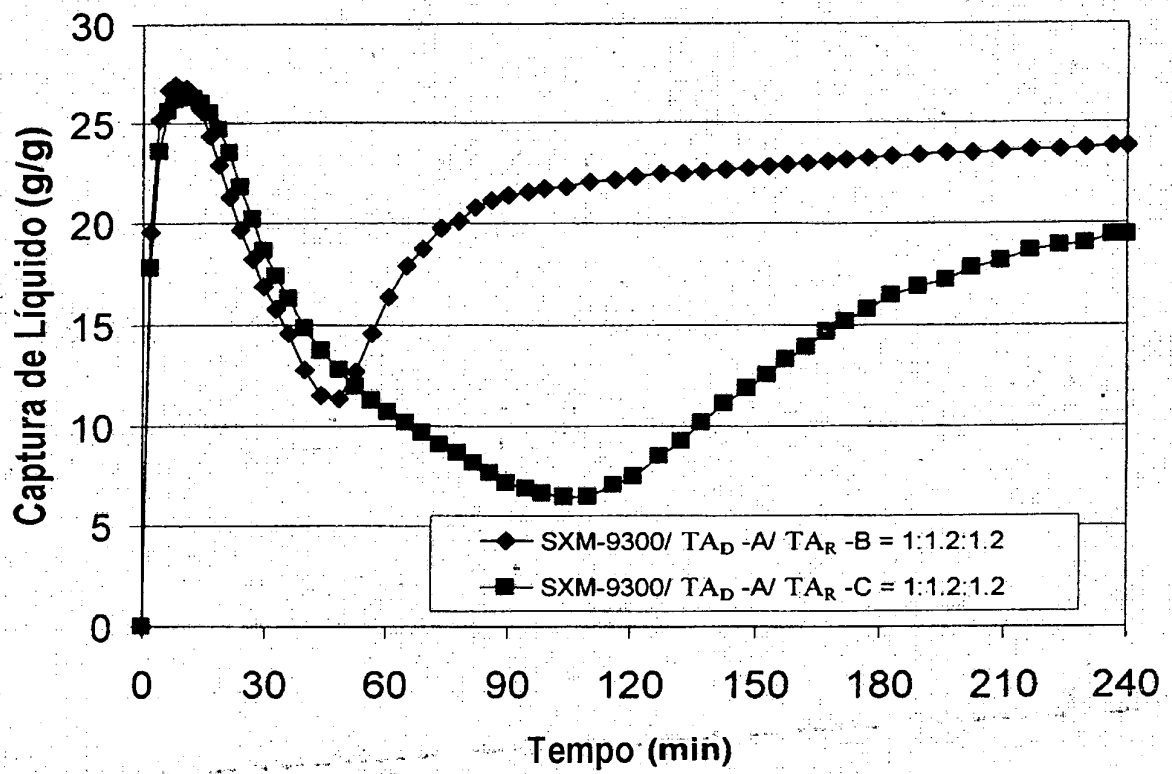


FIG. 15

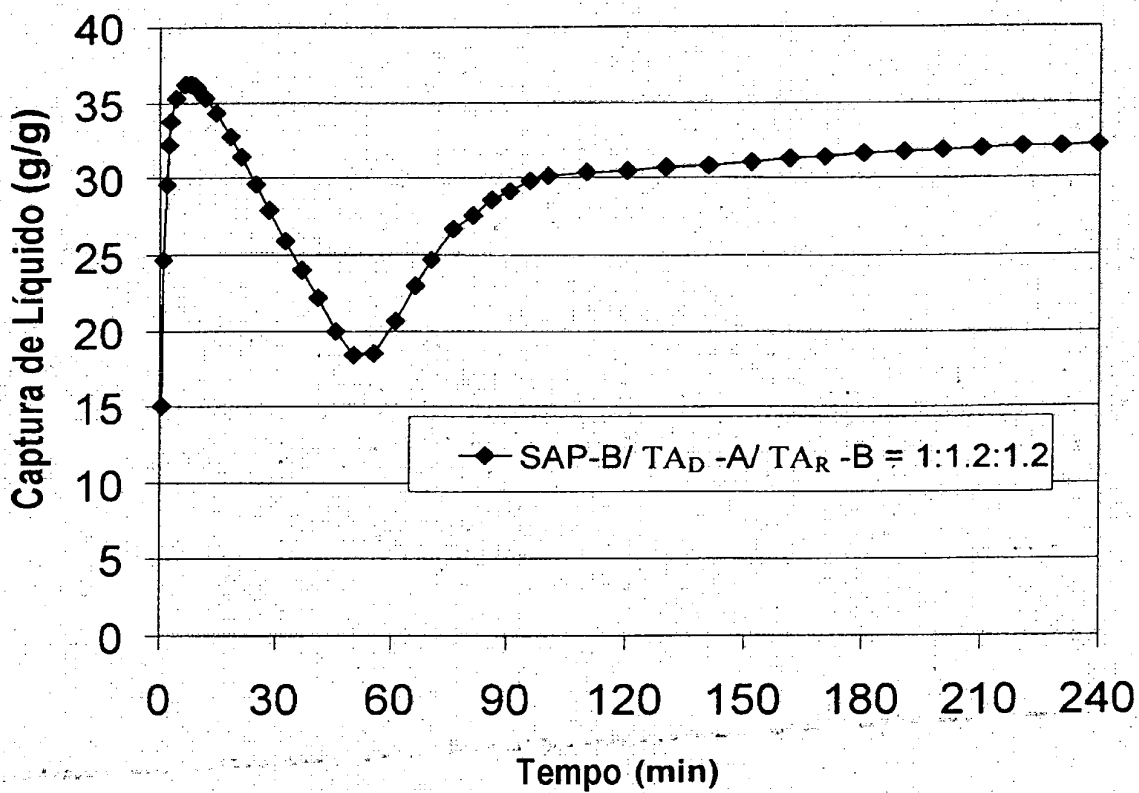


FIG. 16

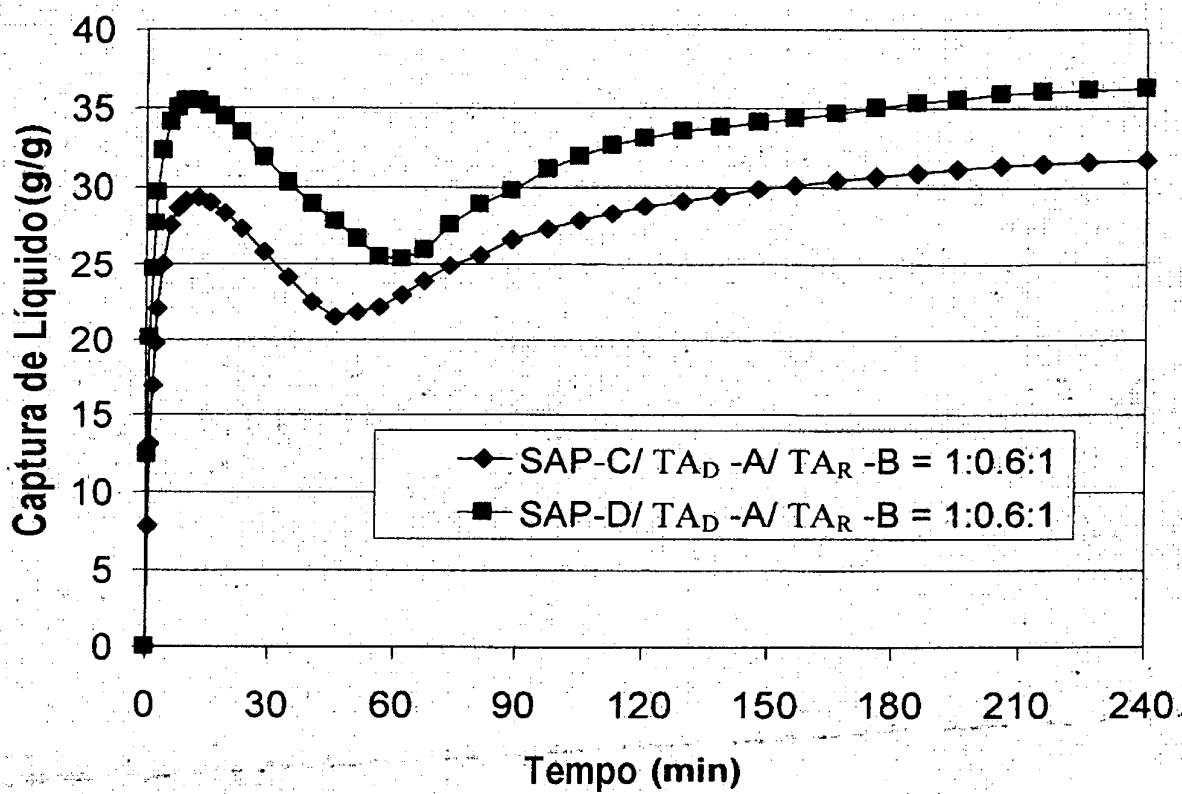


FIG. 17

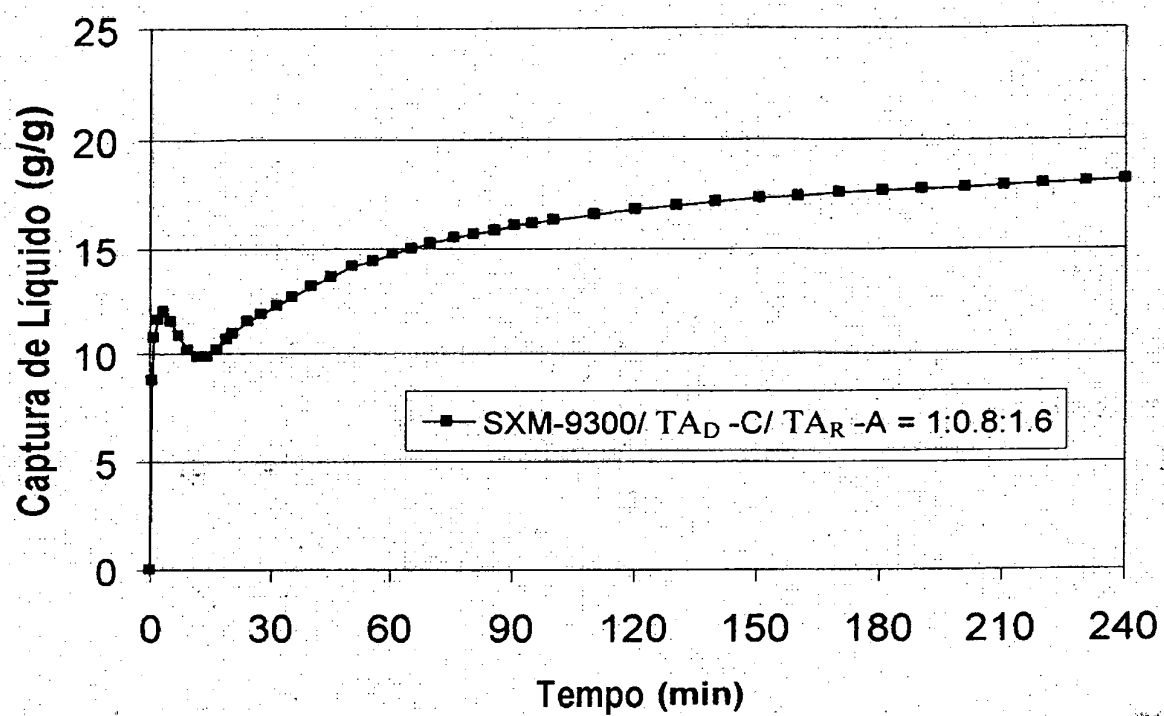


FIG. 18

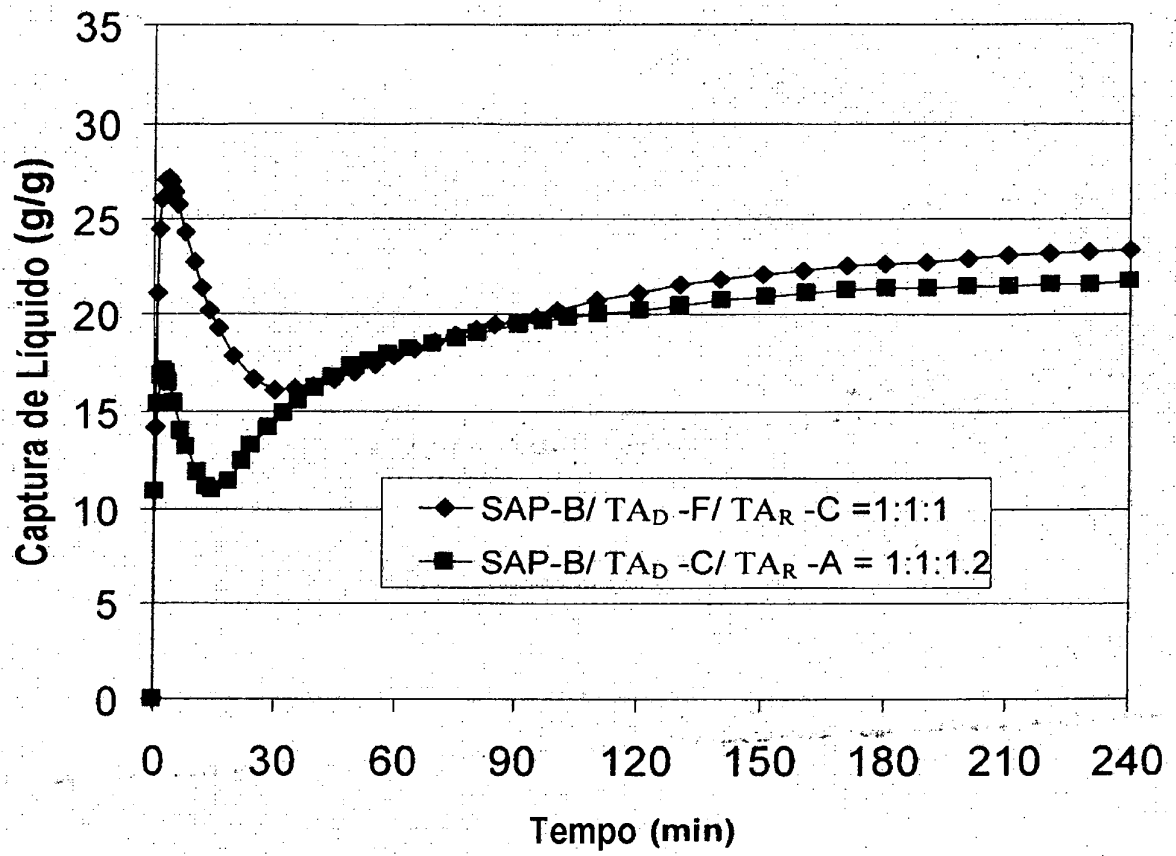


FIG. 19

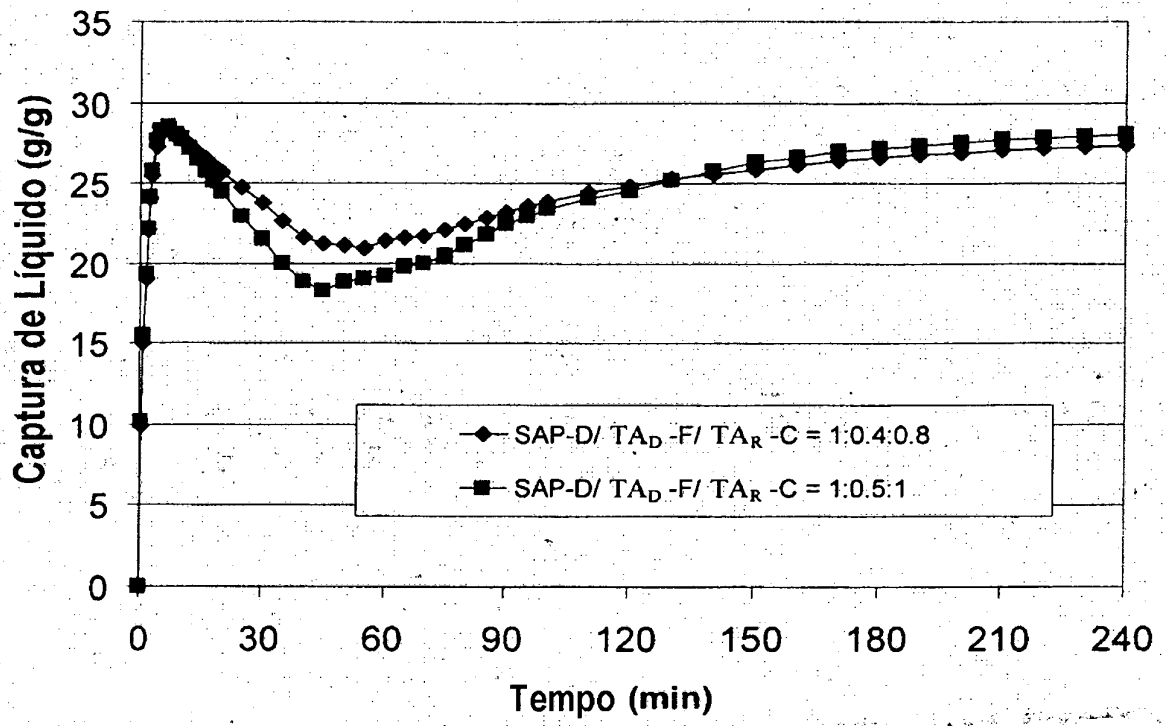


FIG. 20

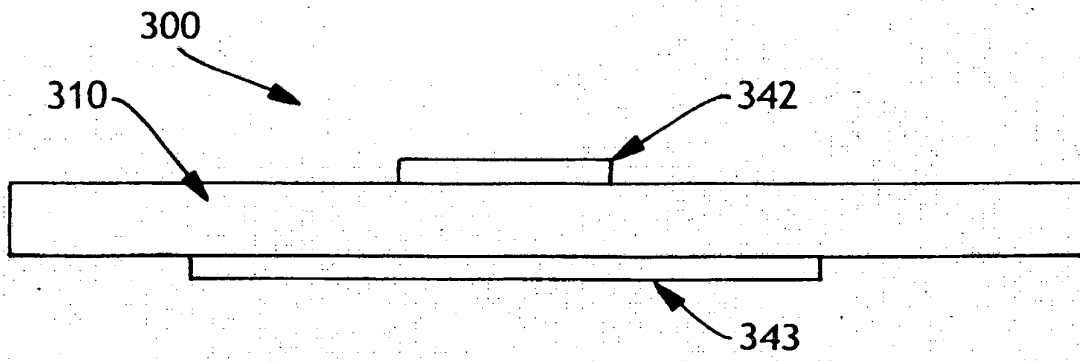


FIG. 21

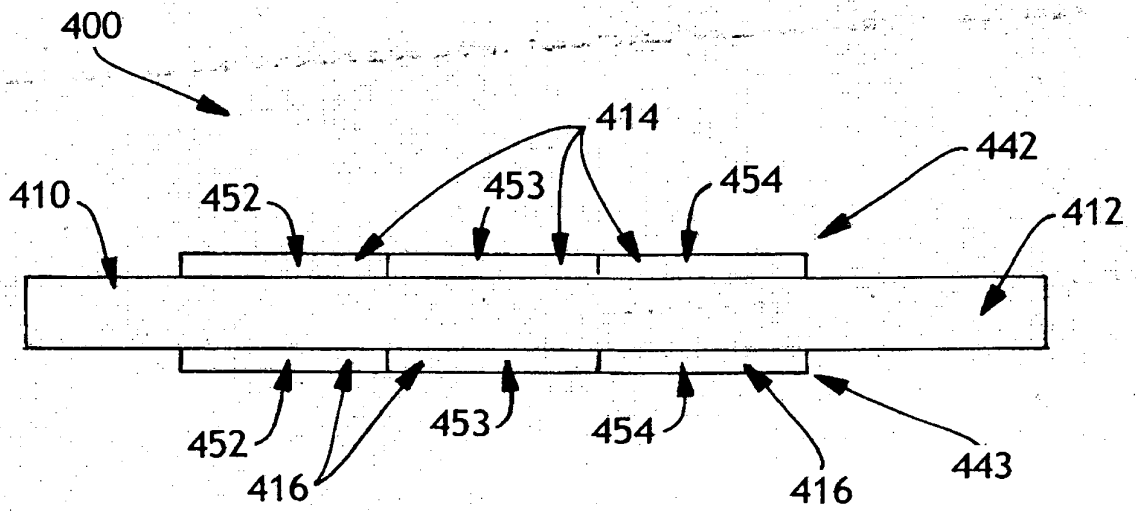


FIG. 22

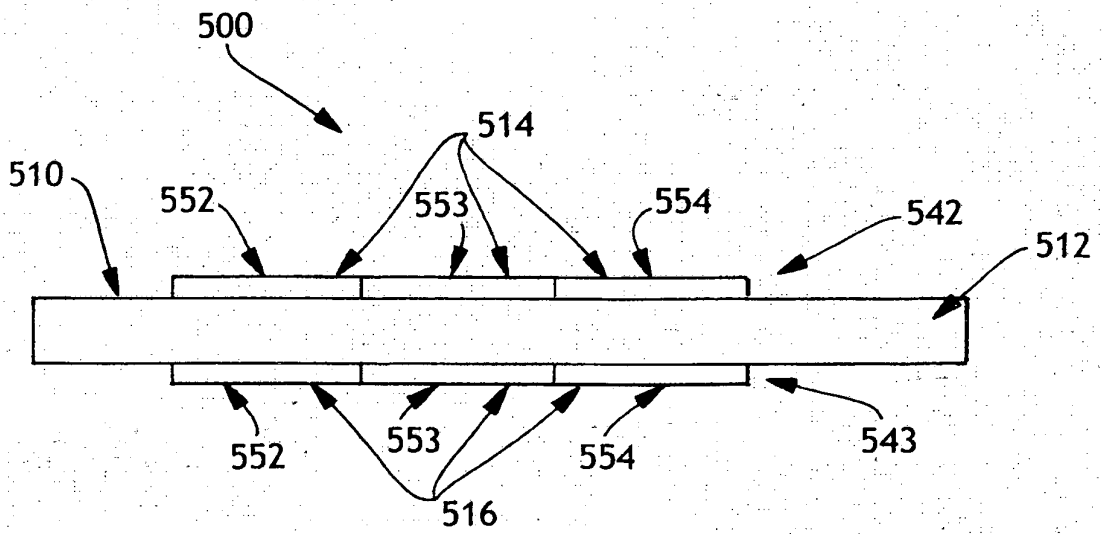


FIG. 23

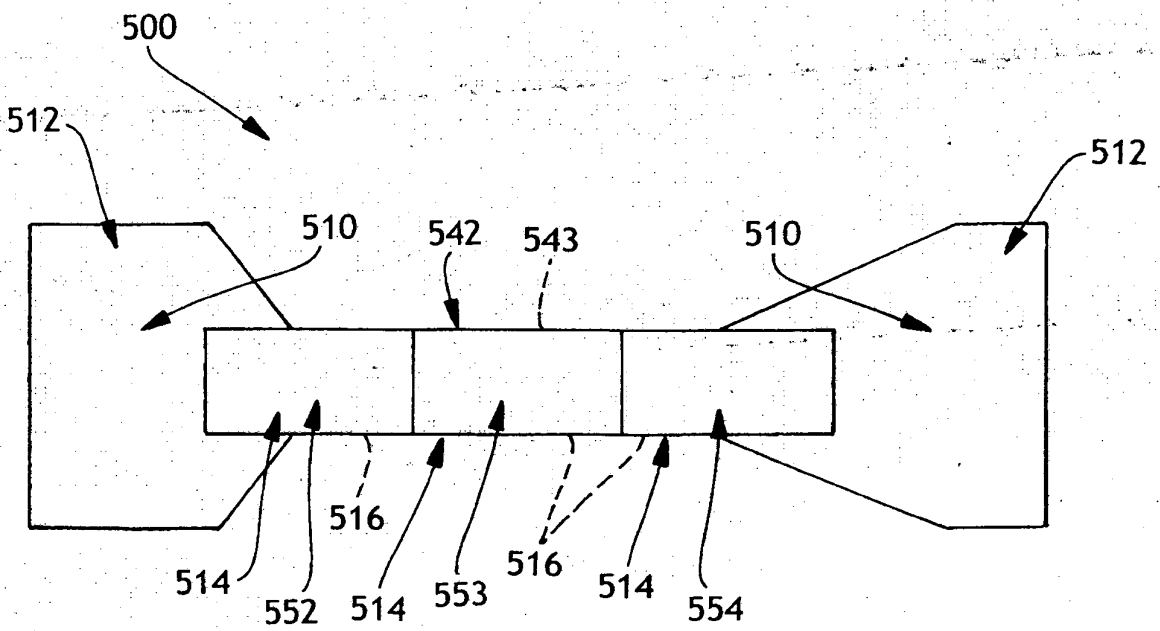


FIG. 24

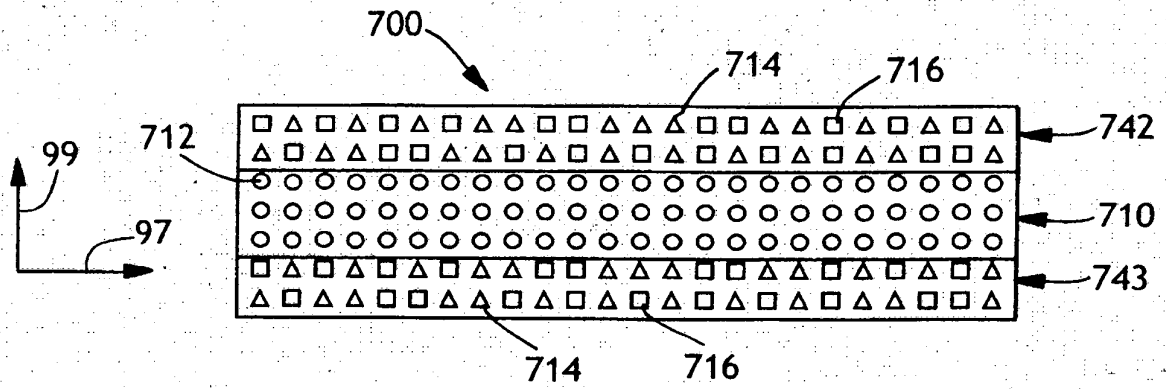


FIG. 25A

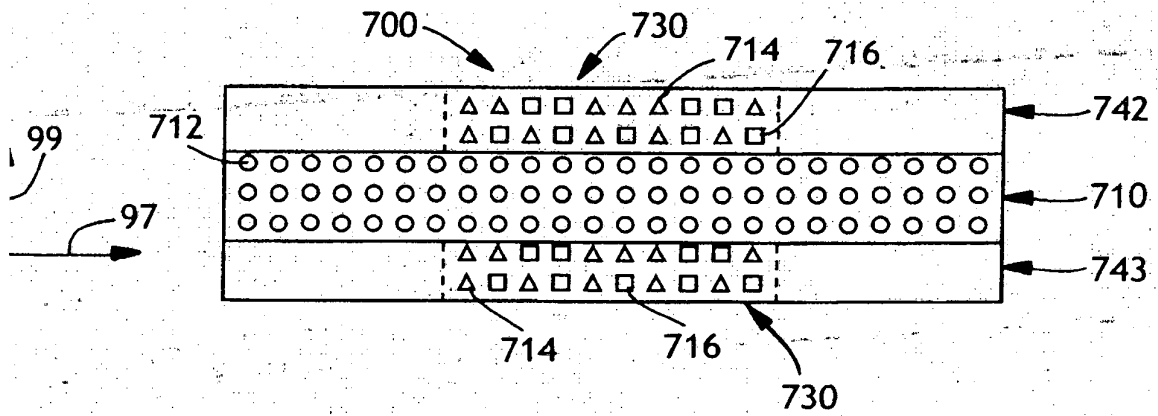


FIG. 25B

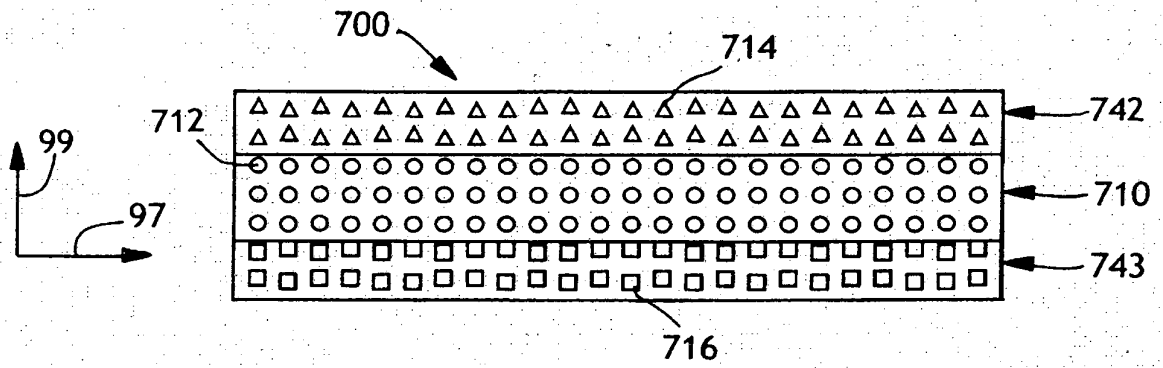


FIG. 25C

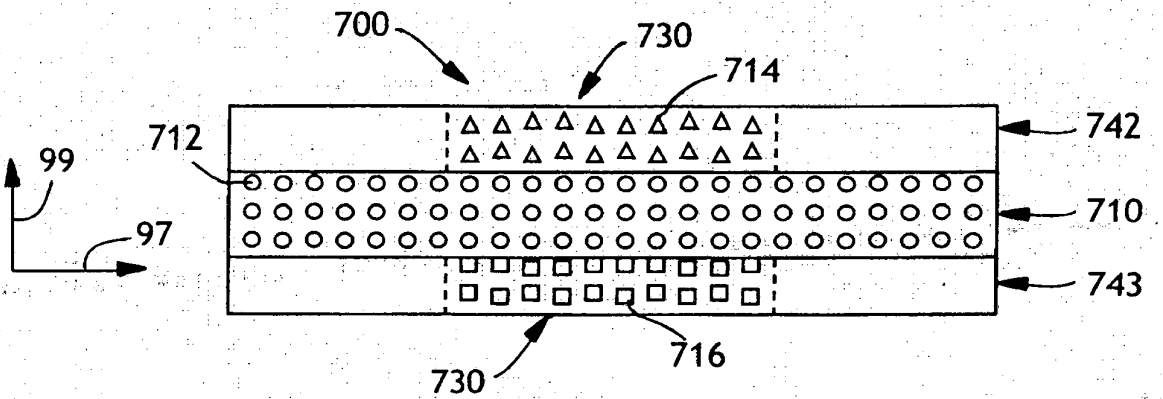


FIG. 25D

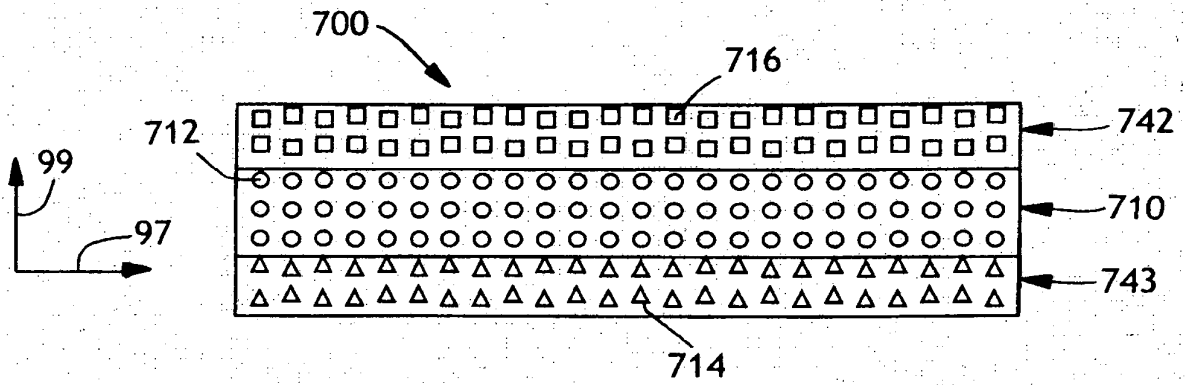


FIG. 25E

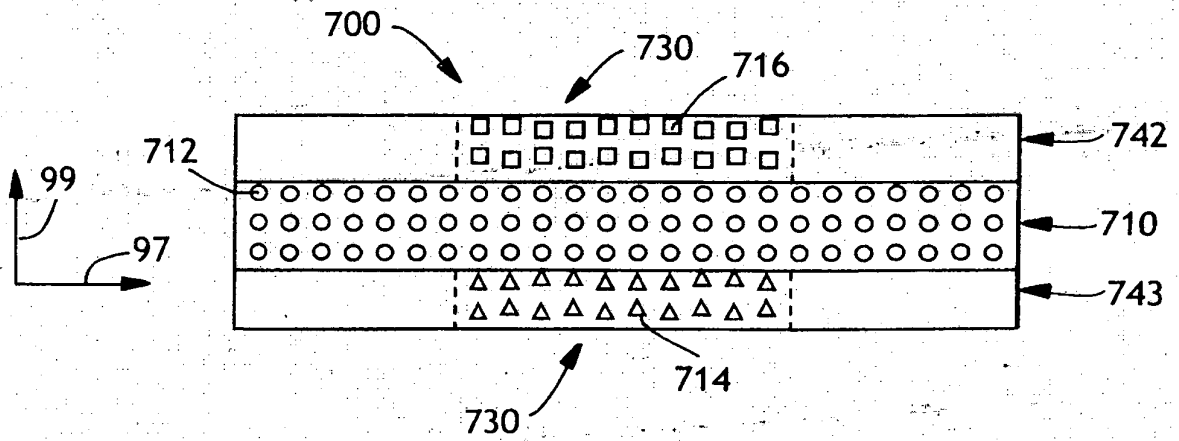


FIG. 25F

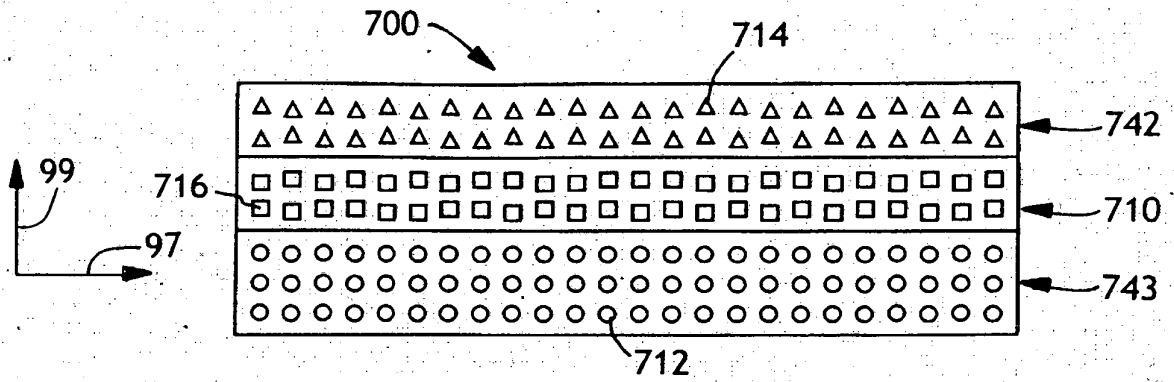


FIG. 25G

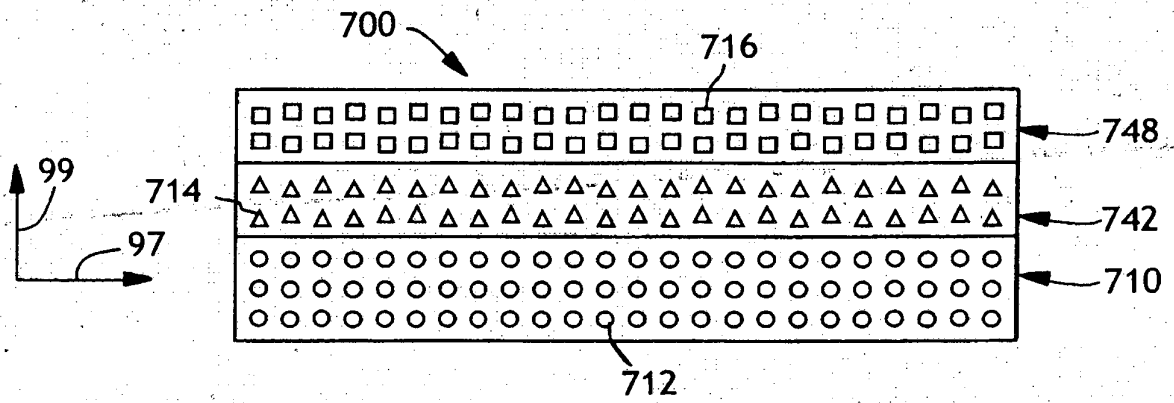


FIG. 25H

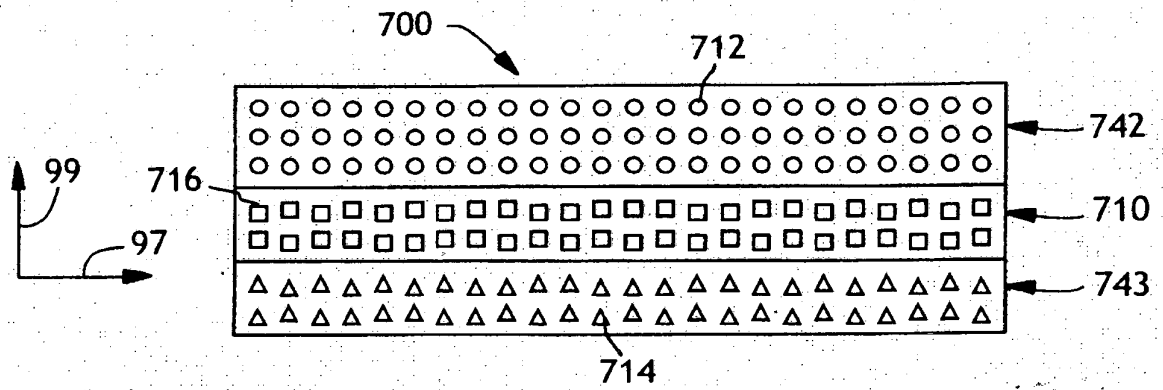


FIG. 25I

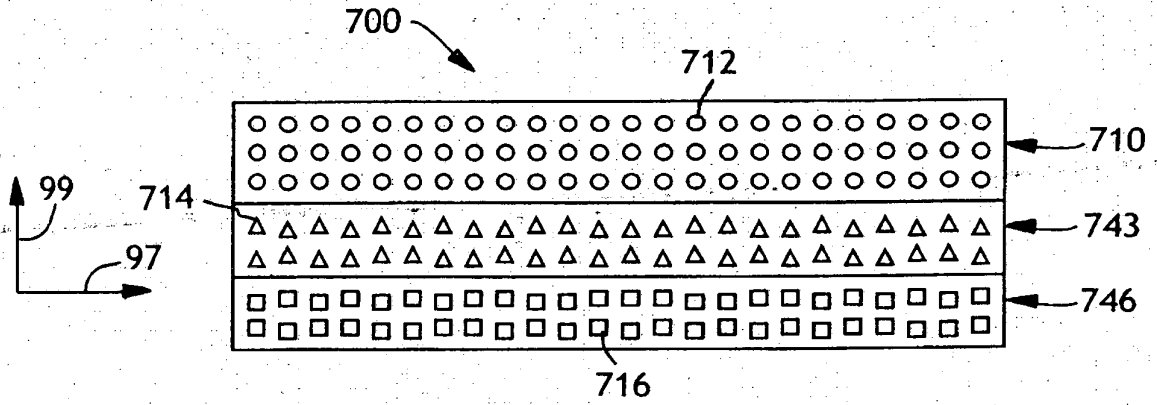


FIG. 25J

RESUMO

"ARTIGOS ABSORVENTES COMPREENDENDO MATERIAIS ABSORVENTES EXIBINDO DESINTUMESCIMENTO/REINTUMESCIMENTO"

A presente invenção se refere a artigos
5 absorventes, que incluem composições absorventes as quais exibem
comportamento de intumescimento, desintumescimento e
reintumescimento. Mais especificamente, as composições absorventes
desta invenção se intumescem e absorvem fluidos depois de
10 exposição a fluidos aquosos, se desintumescem e liberam fluidos a
partir das composições absorventes intumescidas, e podem também se
reintumescer e absorver fluidos. O comportamento de intumescimento
-desintumescimento-reintumescimento permite distribuição de
líquido intensificada em compósitos absorventes e artigos
absorventes.