



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

**(11) PI 0815765-0 B1**

**(22) Data do Depósito:** 25/08/2008

**(45) Data de Concessão:** 21/03/2017



**(54) Título:** PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE PARTÍCULAS POLIMÉRICAS DE ABSORÇÃO DE ÁGUA.

**(51) Int.Cl.:** A61L 15/22; A61L 15/60; C08F 2/10; C08F 2/34; C08F 20/04; C08J 3/24; C08F 220/06

**(30) Prioridade Unionista:** 30/08/2007 EP 07115291.2

**(73) Titular(es):** BASF SE

**(72) Inventor(es):** DENNIS LÖSCH; MARCO KRÜGER; UWE STUEVEN; WILFRIED HEIDE;  
MATTHIAS WEISMANTEL; STEFAN BLEI

## “PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE PARTÍCULAS POLIMÉRICAS DE ABSORÇÃO DE ÁGUA”

### Descrição

A presente invenção refere-se a um processo para produção de partículas poliméricas de absorção de água mediante a polimerização de gotículas de uma solução monomérica em uma fase gasosa circundante, em que a solução monomérica compreende pelo menos 0,0002 % em peso de oxigênio e o teor de oxigênio da fase gasosa é de pelo menos 0,5 % em volume.

A produção de partículas poliméricas de absorção de água é descrita na monografia “Modern Superabsorbent Polymer Technology”, F.L. Buchholz and A.T. Graham, Wiley-VCH, 1998, pages 71 a 103.

Sendo produtos que absorvem as soluções aquosas, os polímeros de absorção de água são utilizados para produzir fraldas, tampões, absorventes higiênicos e outros artigos de higiene, mas também como agentes de retenção de água na horticultura.

A polimerização por pulverização permite as etapas do processo de polimerização e secagem serem combinadas. Além disso, o tamanho das partículas pode ser ajustado dentro de certos limites, em virtude do controle de processo adequado.

A produção de partículas poliméricas de absorção de água mediante a polimerização de gotículas de uma solução monomérica é descrita, por exemplo, na EP 348 180 A1, EP 816 383 A1, WO 96/40427 A1, US 4.020.256, US 2002/0193546, DE 35 19 013 A1, e DE 10 2005 044 035 A1, e o pedido PCT anterior PCT/EP2007/051146.

A DE 10 2005 044 035 A1 descreve um processo de polimerização por pulverização com um mecanismo específico para a geração de gotículas. De acordo com o ensino técnico divulgado, o oxigênio deve ser evitado tanto na solução monomérica quanto na fase gasosa.

O pedido PCT anterior PCT/EP2007/051146 descreve um processo de polimerização por pulverização com um teor de oxigênio definido da fase gasosa.

5 Foi um objetivo da presente invenção fornecer um processo melhorado para a produção de partículas poliméricas de absorção de água mediante a polimerização de gotículas de uma solução monomérica em uma fase gasosa que circunda as gotículas.

10 Em particular, foi um objetivo da presente invenção fornecer um processo que gera partículas poliméricas de absorção de água com um alto rendimento e que não seja particularmente propensa a falhas.

O objetivo foi alcançado por um processo para a produção de partículas poliméricas de absorção de água mediante a polimerização de gotículas de uma solução monomérica compreendendo

- 15 a) pelo menos um monômero etilenicamente insaturado,  
b) opcionalmente um reticulador,  
c) pelo menos um iniciador e  
d) água,

20 em uma fase gasosa circundante, em que a solução monomérica compreende pelo menos 0,0002 % em peso de oxigênio e o teor de oxigênio da fase gasosa é de pelo menos 0,5 % em volume.

O teor de oxigênio da solução monomérica é preferivelmente de 0,0002 a 0,003 % em peso, mais preferivelmente de 0,0003 a 0,002 % em peso, o mais preferível de 0,0004 a 0,001 % em peso. A inércia habitual da solução monomérica pode, portanto, substancialmente ser dispensada.

25 O teor elevado de oxigênio estabiliza a solução monomérica e permite o uso de pequenas quantidades de inibidor de polimerização, e consequentemente reduz a descoloração do produto causada pelo inibidor de polimerização.

As concentrações de oxigênio excessivamente baixas levam a

polimerização indesejável no mecanismo de formação de gotas e, portanto, à paralisação da produção. As concentrações de oxigênio excessivamente elevadas influenciam os cinéticos de polimerização em uma maneira desfavorável.

5                   Foi adicionalmente observado que, no caso de um teor de oxigênio relativamente elevado na fase gasosa, um nível mais baixo de depósitos na parede surge e, em conseqüência, o rendimento aumenta.

10                   O teor de oxigênio da fase gasosa é preferivelmente de 0,5 a 15 % em volume, mais preferivelmente de 1 a 10 % em volume, o mais preferível de 2 a 5 % em volume.

Assim como o oxigênio, a fase gasosa preferivelmente compreende nitrogênio. O teor de nitrogênio da fase gasosa é preferivelmente pelo menos 80 % em volume, mais preferivelmente pelo menos 90 % em volume, o mais preferível pelo menos 95 % em volume.

15                   Os monômeros a) são preferivelmente solúvel em água, isto é, a solubilidade em água a 23 °C é tipicamente pelo menos 1 g/100 g de água, de preferência pelo menos 5 g/100 g de água, mais preferivelmente pelo menos 25 g/100 g de água, o mais preferível pelo menos 50 g/100 g de água, e preferivelmente ter pelo menos um grupo ácido cada.

20                   Os monômeros adequados a) são, por exemplo, ácidos carboxílicos etilenicamente insaturados tais como ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maléico, ácido fumárico e ácido itacônico. Os monômeros particularmente preferidos são ácido acrílico e ácido metacrílico. A preferência muito particular é dada ao ácido acrílico.

25                   Os monômeros preferidos a) possuem pelo menos um grupo de ácido, os grupos de ácido preferivelmente sendo pelo menos parcialmente neutralizados.

A proporção de ácido acrílico e/ou seus sais na quantidade total de monômeros a) é preferivelmente pelo menos 50 % molar, mais

preferivelmente pelo menos 90 % molar, o mais preferível pelo menos 95 % molar.

Os grupos de ácido dos monômeros a) são tipicamente neutralizados de forma parcial, preferivelmente em uma extensão de 25 a 85 % molar, preferencialmente em uma extensão de 50 a 80 % molar, mais preferivelmente de 60 a 75 % molar, para os quais os agentes de neutralização habituais podem ser utilizados, preferivelmente hidróxidos de metal alcalino, óxidos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalino ou hidrogencarbonatos de alcalino, e misturas destes. Em lugar de sais de metal alcalino, é também possível utilizar sais de amônio. Sódio e potássio são particularmente preferidos como metais alcalinos, mas preferência muito particular é dada ao hidróxido de sódio, carbonato de sódio ou hidrogencarbonato de sódio, e suas misturas. Tipicamente, a neutralização é obtida pela mistura com o agente de neutralização como uma solução aquosa, como uma fusão ou preferivelmente também como um sólido. Por exemplo, hidróxido de sódio com um teor de água significativamente abaixo de 50 % em peso pode estar presente como um material ceroso tendo um ponto de fusão acima de 23 °C. Neste caso, a adição medida como material de espécime ou fusão em temperatura elevada, é possível.

Os monômeros a), especialmente ácido acrílico, compreendem preferivelmente até 0,025 % em peso de um monoéter de hidroquinona. Os monoéteres de hidroquinona preferidos são éter hidroquinona monometílico (MEHQ).

A solução monomérica compreende preferivelmente no máximo 160 ppm em peso, preferivelmente no máximo 130 ppm em peso, mais preferivelmente no máximo 70 ppm em peso, de preferência pelo menos 10 ppm em peso, mais preferivelmente pelo menos 30 ppm em peso, em especial ao redor de 50 ppm em peso, de monoéter de hidroquinona, com base em cada caso no ácido acrílico, os sais de ácido acrílico também sendo

considerados como ácido acrílico. Por exemplo, a solução monomérica pode ser preparada mediante o uso de ácido acrílico tendo um teor apropriado de monoéter de hidroquinona.

Os inibidores de polimerização também podem, no entanto, ser removidos da solução monomérica pela absorção, por exemplo, em carvão ativado.

Os reticuladores b) são compostos tendo pelo menos dois grupos polimerizáveis radicalmente livres que podem ser polimerizados através por um mecanismo de radical livre na rede polimérica. Os reticuladores adequados b) são, por exemplo, dimetacrilato de etileno glicol, diacrilato de dietileno glicol, metacrilato de alila, triacrilato de trimetilolpropano, trialilamina, tetraaliloxietano, como descrito na EP 530 438 A1, di- e triacrilatos, como descrito na EP 547 847 A1, EP 559 476 A1, EP 632 068 A1, WO 93/21237 A1, WO 2003/104299 A1, WO 2003/104300 A1, WO 2003/104301 A1 e na DE 103 31 450 A1, acrilatos misturados que, assim como os grupos de acrilato, compreendem ainda grupos etilenicamente insaturados, como descrito nas DE 103 31 456 A1 e DE 103 55 401 A1, ou misturas de reticuladores, como descrito, por exemplo, na DE 195 43 368 A1, DE 196 46 484 A1, WO 90/15830 A1 e WO 2002/32962 A2.

Os reticuladores adequados b) são em particular N,N'-metilenobisacrilamida e N,N'-metilenobismetacrilamida, ésteres de ácidos mono- ou policarboxílicos insaturados de polióis, tais como diacrilato ou triacrilato, por exemplo, diacrilato de butanodiol, dimetacrilato de butanodiol, diacrilato de etileno glicol ou dimetacrilato de etileno glicol, e também triacrilato de trimetilolpropano e compostos de alila tais como (met)acrilato de alila, cianurato de trialila, maleato de dialila, ésteres polialílicos, tetraaliloxietano, trialilamina, tetraaliletilenodiamina, ésteres alílicos de ácido fosfórico e derivados de ácido vinilfosfônico, como descrito, por exemplo, na EP 343 427 A2. Outros reticuladores adequados b) são de éter pentaeritritol

dialílico, éter pentaeritritol trialílico e éter pentaeritritol tetraalílico, éter polietileno glicol dialílico, éter etileno glicol dialílico, éter glicerol dialílico e éter glicerol trialílico, éteres polialílicos com base em sorbitol, e variantes etoxiladas destes. No processo de acordo com a invenção, é possível utilizar di(met)acrilatos de polietileno glicol, o polietileno glicol usado tendo um peso molecular entre 300 e 1000.

No entanto, os reticuladores particularmente vantajosos b) são di- e triacrilatos de glicerol etoxilado de 3 a 20 vezes, trimetilolpropano etoxilado de 3 a 20 vezes, trimetiloletano etoxilado de 3 a 20 vezes, em particular di- e triacrilatos de glicerol etoxilado de 2 a 6 vezes ou trimetilolpropano etoxilado de 2 a 6 vezes, glicerol propoxilado de 3 vezes ou trimetilolpropano propoxilado de 3 vezes, e também glicerol etoxilado ou propoxilado misturado de 3 vezes ou trimetilolpropano etoxilado ou propoxilado de 3 vezes, glicerol etoxilado de 15 vezes ou trimetilolpropano etoxilado de 15 vezes, e também glicerol etoxilado de pelo menos 40 vezes, trimetiloletano etoxilado de pelo menos 40 vezes ou trimetilolpropano etoxilado de pelo menos 40 vezes.

Os reticuladores muito particularmente preferidos b) são os gliceróis polietoxilados e/ou polipropoxilados que foram esterificados com ácido acrílico ou ácido metacrílico para fornecer di- ou triacrilatos, como descrito, por exemplo, na WO 2003/104301 A1. Os di- e/ou triacrilatos de glicerol etoxilado de 3 a 10 vezes são particularmente vantajosos. Preferência muito particular é dada aos di- ou triacrilatos de glicerol etoxilado e/ou propoxilado de 1 a 5 vezes. Os mais preferidos são os triacrilatos de glicerol etoxilado e/ou propoxilado de 3 a 5 vezes.

A solução monomérica compreende preferivelmente pelo menos 0,01 % em peso, de preferência pelo menos 0,02 % em peso, mais preferivelmente pelo menos 0,05 % em peso, o mais preferível pelo menos 0,1 % em peso, de reticulador b), com base em cada caso no monômero a).

Os iniciadores c) usados podem ser todos os compostos que se desintegram em radicais livres sob as condições de polimerização, por exemplo, peróxidos, hidroperóxidos, peróxido de hidrogênio, persulfatos, compostos azo e iniciadores de oxirredução. Preferência é dada à utilização de iniciadores solúveis em água. Em alguns casos, é vantajoso utilizar misturas de vários iniciadores, por exemplo, misturas de peróxido de hidrogênio e peroxodissulfato de sódio ou potássio. As misturas de peróxido de hidrogênio e peroxodissulfato de sódio podem ser usadas em qualquer proporção.

Os iniciadores particularmente preferidos c) são os iniciadores azo tais como dicloridreto de 2,2'-azobis[2-(2-imidazolin-2-il)propano] e dicloridreto de 2,2'-azobis[2-(5-metil-2-imidazolin-2-il)propano], e fotoiniciadores tais como 2-hidróxi-2-metilpropiofenona e 1-[4-(2-hidroxietóxi)fenil]-2-hidróxi-2-metil-1-propano-1-ona, iniciadores de oxirredução tais como persulfato de sódio/ácido hidroximetilsulfínico, peroxodissulfato de amônio/ácido hidroximetilsulfínico, peróxido de hidrogênio/ácido hidroximetilsulfínico, persulfato de sódio/ácido ascórbico, peroxodissulfato de amônio/ácido ascórbico e peróxido de hidrogênio/ácido ascórbico, fotoiniciadores tais como: 1-[4-(2-hidroxietóxi)fenil]-2-hidróxi-2-metil-1-propano-1-ona, e suas misturas.

Os iniciadores são usados em quantidades habituais, por exemplo, em quantidades de 0,001 a 5 % em peso, preferivelmente de 0,01 a 2 % em peso, com base nos monômeros a).

O teor de sólidos da solução monomérica é preferivelmente pelo menos 35 % em peso, de preferência pelo menos 38 % em peso, mais preferivelmente pelo menos 40 % em peso, o mais preferível pelo menos 42 % em peso. O teor de sólidos é a soma de todos os constituintes que são não voláteis após a polimerização. Estes são monômero a), reticulador b) e iniciador c).

A solução monomérica é medida na fase gasosa para formar



gotículas. As gotículas podem ser geradas, por exemplo, por meio de uma placa formadora de gotículas.

Uma placa formadora de gotículas é uma placa tendo pelo menos uma perfuração, cujo líquido entra na perfuração da parte superior. A placa formadora de gotículas ou o líquido pode ser oscilado, o que gera uma cadeia de gotículas idealmente monodispersas em cada perfuração na parte de baixo da placa formadora de gotículas. Em uma forma de realização preferida, a placa formadora de gotículas não é agitada.

O número e o tamanho das perfurações são selecionados de acordo com a capacidade desejada e o tamanho da gotícula. O diâmetro da gotícula é tipicamente 1,9 vez o diâmetro da perfuração. O que é importante aqui é que o líquido a ser submetido a formação de gotículas não passa através da perfuração muito rapidamente e a queda de pressão sobre a perfuração não é muito grande. Caso contrário, o líquido não é submetido a formação de gotículas, mas sim o jato de líquido é dividido (pulverizado), devido à alta energia cinética. O número de Reynolds baseado na produção por perfuração e no diâmetro da perfuração é preferivelmente menor do que 2000, preferencialmente menor do que 1000, mais preferivelmente menor do que 500 e o mais preferível menor do que 250.

A placa formadora de gotículas possui tipicamente pelo menos uma perfuração, preferivelmente pelo menos 10, mais preferivelmente pelo menos 50 e tipicamente até 10000 perfurações, preferivelmente até 5000, mais preferivelmente até 1000 perfurações, as perfurações tipicamente sendo distribuídas uniformemente sobre a placa formadora de gotículas, preferivelmente no assim chamado passo triangular, ou seja, três perfurações em cada caso formam os cantos de um triângulo equilátero. O diâmetro das perfurações é ajustado para o tamanho de gotícula desejado.

No entanto, as gotículas também podem ser geradas por meio de matrizes de delineação pneumáticas, rotação, corte de um jato ou matrizes

de microválvula rapidamente atuáveis.

Em uma matriz de delineação pneumática, um jato de líquido juntamente com uma corrente de gás é acelerado através de um diafragma. A taxa de gás pode ser usada para influenciar o diâmetro do jato de líquido e em  
5 consequência o diâmetro da gotícula.

No caso da geração de gotículas por rotação, o líquido passa através dos orifícios de um disco giratório. Como um resultado da força centrífuga atuando sobre o líquido, gotículas de tamanho definido são tiradas. Os mecanismos preferidos para a formação de gotículas rotativa são descritos,  
10 por exemplo, na DE 43 08 842 A1.

O jato de líquido emergente também pode ser cortado em segmentos definidos por meio de uma lâmina rotativa. Cada segmento depois forma uma gotícula.

No caso de utilização de matrizes de microválvula, as  
15 gotículas com volume definido de líquido são geradas diretamente.

As gotículas geradas possuem um diâmetro médio de preferivelmente pelo menos 200  $\mu\text{m}$ , mais preferivelmente de pelo menos 250  $\mu\text{m}$  e o mais preferível de pelo menos 300  $\mu\text{m}$ , o diâmetro da gotícula sendo determinável por meio da dispersão de luz e significa que o diâmetro médio  
20 do volume médio.

O reator de polimerização é circulado através de um gás. O gás portador pode ser conduzido através da câmara de reação em correntes paralelas ou em contracorrente às gotículas de queda livre da solução monomérica, preferivelmente em correntes paralelas, isto é, de baixo para  
25 cima. Após uma passagem, o gás portador é preferivelmente reciclado pelo menos parcialmente, preferivelmente em uma extensão de pelo menos 50 %, mais preferivelmente em uma extensão de pelo menos 75 %, dentro da câmara de reação como gás de ciclo. Tipicamente, uma parte do gás portador é descarregada após cada passagem, preferivelmente até 10 %, mais

preferivelmente até 3 % e o mais preferível até 1 %.

A velocidade do gás é preferivelmente ajustada tal que o fluxo no reator de polimerização é direcionado, por exemplo, sem que as correntes de convecção opostas à direção do fluxo geral estejam presentes, e é, por exemplo, de 0,01 a 5 m/s, preferivelmente de 0,02 a 4 m/s, mais preferivelmente de 0,05 a 3 m/s, o mais preferível de 0,1 a 2 m/s.

O gás que flui através do reator é adequadamente pré-aquecido para a temperatura de reação a montante do reator.

A temperatura de entrada do gás, isto é, a temperatura com que o gás entra na câmara de reação, é preferivelmente de 160 a 250 °C, mais preferivelmente de 180 a 230 °C, o mais preferível de 190 a 220 °C.

Vantajosamente, a temperatura de entrada de gás é controlada de uma tal maneira que a temperatura de saída do gás, isto é, a temperatura com que o gás deixa a câmara de reação, é de 100 a 180 °C, mais preferivelmente de 110 a 160 °C, o mais preferível de 120 a 140 °C.

A reação pode ser realizada sob pressão elevada ou sob pressão reduzida; a preferência é dada a uma pressão reduzida de até 100 mbar em relação à pressão ambiente.

A reação isenta de gás, isto é, o gás que deixa a câmara de reação, pode, por exemplo, ser esfriada em um trocador térmico. Isto condensa a água e o monômero não convertido a). A reação isenta de gás pode depois ser reaquescida pelo menos parcialmente e reciclada no reator como gás de ciclo. Uma parte da reação isenta de gás pode ser descartada e substituída por gás novo, em cujo caso a água e os monômeros não convertidos a) presentes na reação isenta de gás podem ser removidos e reciclados.

Preferência particular é dada a um sistema termicamente integrado, isto é, uma parte do calor residual no esfriamento do desprendimento de gás é usada para aquecer o gás de ciclo.

Os reatores podem ser aquecidos em traço. Neste caso, o aquecimento em traço é ajustado de tal forma que a temperatura da parede é de pelo menos 5 °C acima da temperatura interna do reator e a condensação nas paredes do reator é evitada de com segurança.

5 As partículas poliméricas podem ser subsequentelemente pós-reticuladas para promover a melhora das propriedades.

Os pós-reticuladores são compostos que compreendem pelo menos dois grupos que podem formar ligações covalentes com os grupos de carboxilato do hidrogel. Os compostos adequados são, por exemplo, 10 compostos de alcoxissilila, poliaziridinas, poliaminas, poliamidoaminas, di-ou poliepóxidos, conforme descrito nas EP 83 022 A2, EP 543 303 A1 e EP 937 736 A2, alcoóis di- ou polifuncionais como descritos nas DE 33 14 019 A1, DE 35 23 617 A1 e EP 450 922 A2, ou  $\beta$ -hidroxialquilamidas, conforme descrito nas DE 102 04 938 A1 e US 6.239.230.

15 Além disso, a DE 40 20 780 C1 descreve carbonatos cíclicos, a DE 198 07 502 A1 descreve 2-oxazolidona e seus derivados tais como 2-hidroxietil-2-oxazolidona, a DE 198 07 992 C1 descreve bis- e poli-2-oxazolidinonas, a DE 198 54 573 A1 descreve 2-oxotetraidro-1,3-oxazina e seus derivados, a DE 198 54 574 A1 descreve N-acil-2-oxazolidonas, a DE 20 102 04 937 A1 descreve uréias cíclicas, a DE 103 34 584 A1 descreve acetais de amida bicíclicos, a EP 1 199 327 A2 descreve oxetanos e uréias cíclicas e a WO 2003/31482 A1 descreve morfolina-2,3-diona e seus derivados, como pós-reticuladores adequados.

25 A quantidade de pós-reticulador é preferivelmente de 0,01 a 1 % em peso, mais preferivelmente de 0,05 a 0,5 % em peso, o mais preferível de 0,1 a 0,2 % em peso, com base em cada caso no polímero.

A pós-reticulação é tipicamente executada em uma tal maneira que a solução do pós-reticulador é pulverizada sobre o hidrogel ou sobre as partículas poliméricas secas. A pulverização é seguida pela secagem térmica,

e a reação de pós-reticulação pode ocorrer antes ou durante a secagem.

A pulverização de uma solução do reticulador é preferivelmente executada em misturadores com ferramentas de mistura em movimento, tais como misturadores de hélice, misturadores de remo, misturadores de disco, misturadores de arado e misturadores de pá. Preferência particular é dada aos misturadores verticais, preferência muito particular aos misturadores de arado e misturadores de pá. Os misturadores adequados são, por exemplo, misturadores Lödige, misturadores Bepex, misturadores Nauta, misturadores Processall e misturadores Schugi.

A secagem térmica é preferivelmente realizada em secadores de contato, mais preferivelmente secadores de remo, o mais preferível secadores de disco. Os secadores adequados são, por exemplo, secadores Bepex e secadores Nara. Além disso, também é possível usar secadores de leito fluidizado.

A secagem pode ser efetuada no próprio misturador, mediante o aquecimento do revestimento ou soprando ar quente. Igualmente adequado é um secador a jusante, por exemplo, um secador encenado, um forno tubular rotativo ou uma hélice que possa ser aquecida. É particularmente vantajoso misturar e secar em um secador de leito fluidizado.

As temperaturas de secagem preferidas estão na faixa de 170 a 250 °C, preferivelmente de 180 a 220 °C e mais preferivelmente de 190 a 210°C. O tempo de permanência preferido nesta temperatura no misturador ou secador de reação é preferivelmente pelo menos 10 minutos, mais preferivelmente pelo menos 20 minutos, o mais preferível pelo menos 30 minutos.

As partículas poliméricas de absorção de água obtidas pelo processo de acordo com a invenção possuem uma capacidade de retenção centrífuga (CRC) de tipicamente pelo menos 15 g/g, preferivelmente pelo menos 20 g/g, preferencialmente pelo menos 25 g/g, mais preferivelmente

pelo menos 30 g/g, e o mais preferível pelo menos 35 g/g. A capacidade de retenção centrífuga (CRC) das partículas poliméricas de absorção de água é tipicamente menor do que 100 g/g. A capacidade de retenção centrífuga da partículas poliméricas de absorção de água é determinada pelo método de teste recomendado pela EDANA (European Disposables and Nonwovens Association) No. 441.2-05 “Centrifuge retention capacity”.

O diâmetro médio das partículas poliméricas de absorção de água obtidas pelo processo de acordo com a invenção é preferivelmente pelo menos 200  $\mu\text{m}$ , mais preferivelmente de 250 a 600  $\mu\text{m}$ , muito particularmente de 300 a 500  $\mu\text{m}$ , o diâmetro de partícula sendo determinável pela dispersão de luz e significando o diâmetro médio do volume médio. 90 % das partículas poliméricas possuem um diâmetro de preferivelmente 100 a 800  $\mu\text{m}$ , mais preferivelmente de 150 a 700  $\mu\text{m}$  e o mais preferível de 200 a 600  $\mu\text{m}$ .

A presente invenção ainda fornece partículas poliméricas de absorção de água obtidas pelo processo de acordo com a invenção.

As partículas poliméricas de absorção de água são testadas por meio dos métodos de teste descritos abaixo.

#### Métodos:

As medições devem ser, a não ser que mencionado de outra maneira, executadas em uma temperatura ambiente de  $23 \pm 2$  °C e uma umidade relativa de ar de  $50 \pm 10$  % A partículas poliméricas de absorção de água são misturadas antes da medição.

#### Monômeros residuais

O teor de monômeros residuais das partículas poliméricas de absorção de água é determinado pelo método de teste recomendado pela EDANA (European Disposables and Nonwovens Association) No. 410.2-05 “Residual monomers”.

#### Teor de umidade

O teor de umidade das partículas poliméricas de absorção de

água é determinado pelo método de teste recomendado pela EDANA (European Disposables and Nonwovens Association) No. 430.2-05 “Moisture content”.

#### Capacidade de retenção centrífuga (CRC)

- 5 A capacidade de retenção centrífuga das partículas poliméricas de absorção de água é determinada pelo método de teste recomendado pela EDANA (European Disposables and Nonwovens Association) No. 441.2-05 “Centrifuge retention capacity”.

#### Rendimento

- 10 Para determinar o rendimento, as partículas poliméricas descartadas da torre formadora de gotículas são secadas, e a massa das partículas poliméricas secas é dividida pela massa dos monômeros utilizados. Os depósitos de parede na torre formadora de película não são levados em conta.

- 15 Os métodos de teste da EDANA são obtidos, por exemplo, da European Disposables and Nonwovens Association, Avenue Eugène Plasky 157, B-1030 Brussels, Belgium.

#### Exemplos:

##### Exemplo 1 (teste comparativo)

- 20 1,6 kg de ácido acrílico e 14,4 kg de acrilato de sódio (37,5 % em peso de solução em água) foram misturados com 12 g de triacrilato de glicerol etoxilado de 3 vezes (aprox. 85 % de força em peso). O teor de oxigênio da solução monomérica era 0,0006 % em peso. A mistura resultante foi submetida a formação de gotículas em uma torre de formação de gotículas
- 25 aquecida (altura 12 m, largura 2 m, velocidade de gás 0,1 m/s em correntes paralelas). A taxa de medição da mistura foi de 16 kg/h. A placa formadora de gotículas tinha perfurações de 30 x 170 µm. O iniciador foi medido na solução monomérica a montante do formador de gotículas por meio de um misturador estático. Os iniciadores utilizados foram: 580 g/h de uma solução a

5 % em peso de dicloridreto de 2,2'-azobis[2-(2-imidazolin-2-il)propano] em água e 440 g/h de uma solução a 3 % em peso de peroxodissulfato de sódio em água. A saída de aquecimento do pré-aquecimento de gás foi controlada tal que a temperatura de saída de gás na torre de formação de gotículas foi uma constante de 130 °C.

A fase gasosa consistia de um mistura de nitrogênio/oxigênio. O teor de oxigênio da fase gasosa foi de 0,1 % em volume.

As partículas poliméricas resultantes tinham uma capacidade de retenção centrífuga (CRC) de 31,7 g/g, um teor de umidade de 16,1 % em peso e um teor de monômero residual de 0,188 % em peso.

A torre de formação de gotículas foi operada em um estado constante durante 2 horas. O rendimento foi de 75,3 % em peso.

#### Exemplo 2

O procedimento do exemplo 1 foi repetido. O teor de oxigênio foi elevado para 1 % em volume.

As partículas poliméricas resultantes tinham uma capacidade de retenção centrífuga (CRC) de 30,5 g/g, um teor de umidade de 16,9 % em peso e um teor de monômero residual de 0,1575 % em peso.

A torre de formação de gotículas foi operada em um estado constante durante 2 horas. O rendimento foi de 82,8 % em peso.

#### Exemplo 3

O procedimento de exemplo 1 foi repetido. O teor de oxigênio foi elevado para 2,5 % em volume.

As partículas poliméricas resultantes tinham uma capacidade de retenção centrífuga (CRC) de 32,6 g/g, um teor de umidade de 16,2 % em peso e um teor de monômero residual de 0,2225 % em peso.

A torre de formação de gotículas foi operada em um estado constante durante 2 horas. O rendimento foi de 81,7 % em peso.

#### Exemplo 4



O procedimento de exemplo 1 foi repetido. O teor de oxigênio foi elevado para 5 % em volume.

As partículas poliméricas resultantes tinham uma capacidade de retenção centrífuga (CRC) de 32,7 g/g, um teor de umidade de 16,3 % em peso e um teor de monômero residual de 0,141 % em peso.

A torre de formação de gotículas foi operada em um estado constante durante 2 horas. O rendimento foi de 80,5 % em peso.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de partículas poliméricas de absorção de água mediante a polimerização de gotículas de uma solução monomérica, compreendendo

- 5                   a) pelo menos um monômero etilenicamente insaturado,  
                      b) opcionalmente um reticulador,  
                      c) pelo menos um iniciador e  
                      d) água,

                      em uma fase gasosa circundante em uma câmara de reação,  
10    caracterizado pelo fato de que a solução monomérica compreende pelo menos 0,0002 % em peso de oxigênio e o teor de oxigênio da fase gasosa é de pelo menos 0,5 % em volume.

                      2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado  
                      pelo fato de que a solução monomérica compreende pelo menos 0,0004 % em  
15    peso de oxigênio.

                      3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2,  
                      caracterizado pelo fato de que o teor de oxigênio da fase gasosa é de pelo  
                      menos 1 % em volume.

                      4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de  
20    1 a 3, caracterizado pelo fato de que o teor de oxigênio da fase gasosa é no máximo 10 % em volume.

                      5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de  
                      1 a 4, caracterizado pelo fato de que o teor de nitrogênio da fase gasosa é pelo  
                      menos 80 % em volume.

25                   6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de  
                      1 a 5, caracterizado pelo fato de que a fase gasosa flui através da câmara de  
                      reação em uma taxa de pelo menos 0,01 m/s.

                      7. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado  
                      pelo fato de que a temperatura de entrada de gás é pelo menos 160 °C.

8. Processo de acordo com a reivindicação 6 ou 7, caracterizado pelo fato de que a temperatura de saída do gás é no máximo 180 °C.

5 9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o monômero a) é ácido acrílico em uma extensão de pelo menos 50 % molar.

10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que o ácido acrílico foi neutralizado em uma extensão de pelo menos 25 % molar.

10 11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 10, caracterizado pelo fato de que a solução monomérica compreende pelo menos 0,01 % em peso de reticulador b), com base no monômero a).

15 12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11, caracterizado pelo fato de que as gotículas possuem um diâmetro médio de pelo menos 200 µm.

RESUMO**“PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE PARTÍCULAS POLIMÉRICAS DE ABSORÇÃO DE ÁGUA”**

5 Um processo para a produção de partículas poliméricas de absorção de água mediante a polimerização de gotículas de uma solução monomérica em uma fase gasosa circundante, em que a solução monomérica compreende pelo menos 0,0002 % em peso de oxigênio e o teor de oxigênio da fase gasosa é de pelo menos 0,5 % em volume.