



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

(11) PI 0608923-2 B1

(22) Data do Depósito: 23/03/2006

(45) Data de Concessão: 06/06/2017



(54) Título: PROCESSO PARA PRODUZIR UM POLÍMERO ABSORVEDOR DE ÁGUA, DISPOSITIVO PARA SECAGEM DE UM POLÍMERO ABSORVEDOR DE ÁGUA, E, USO DE UM DISPOSITIVO

(51) Int.Cl.: C08F 2/04; C08J 3/075; A61L 15/12; F26B 17/00; C08F 6/10; C08F 20/06

(30) Prioridade Unionista: 24/03/2005 DE 10 2005 014 291.5

(73) Titular(es): BASF AKTIENGESELLSCHAFT

(72) Inventor(es): MATTHIAS WEISMANTEL; STEFAN BRUHNS; DOMINICUS VAN ESBROECK

“PROCESSO PARA PRODUZIR UM POLÍMERO ABSORVEDOR DE
ÁGUA, DISPOSITIVO PARA SECAGEM DE UM POLÍMERO
ABSORVEDOR DE ÁGUA, E, USO DE UM DISPOSITIVO”

A presente invenção refere-se a um processo para produzir
5 polímeros absorvedores de água apresentando um baixo índice de qualidade
de secagem por meio de uma solução de monômero e secagem do hidrogel
resultante por meio de um fluxo de gás aquecido, aparelho para realizar o
processo, e ao uso dos polímeros absorvedores de água produzidos pelo
processo para produzir artigos de higiene.

10 Concretizações adicionais da presente invenção
são discerníveis das reivindicações, da descrição e exemplos. Há
de se considerar que as características previamente identificadas e
também a serem descritas particularmente a seguir, do objeto da presente
invenção, podem ser usadas não só na combinação particular indicada, mas
15 também em outras combinações sem afastar-se da abrangência da presente
invenção.

Polímeros absorvedores de água são, em particular, polímeros
de monômeros hidrofílicos (co)polimerizados, (co)polímeros enxertáveis de
um ou mais monômeros hidrofílicos em uma base de enxerto vantajosa, éteres
20 reticulados de celulose ou de amido, carboximetilcelulose reticulada, óxido de
polialquileno parcialmente reticulado ou produtos naturais que são
intumescíveis em fluidos aquosos, como derivados de guar, por exemplo.
Referidos polímeros são usados como produtos capazes de absorver soluções
aquosas para fabricar fraldas, tampões, absorventes sanitários e outros artigos
25 de higiene, mas também agentes de retenção de água na jardinagem
comercial.

A produção de polímeros absorvedores de água é descrita, por
exemplo, na monografia “Modern Superabsorbent Polymer Technology”, F.L.
Buchholz e A.T. Graham, Wiley-VCH, 1998, ou em Ullmann's Encyclopedia

of Industrial Chemistry, 6^a edição, volume 35, páginas de 73 a 103.

A polimerização proporciona tipicamente um gel polimérico aquoso que precisa ser secado. A secagem do gel polimérico também é revelada na monografia “Modern Superabsorbent Polymer Technology”, F.L. Buchholz e A.T. Graham, Wiley-VCH, 1998, páginas de 87 a 93.

Todos os processos de secagem compartilham a característica que, devido à distribuição ampla de tamanho do gel do material polimérico a ser secado, a secagem completa de todas as partículas de hidrogel é efetuada somente em condições em que a maior parte das partículas de hidrogel já foi exageradamente secada. Estas condições de secagem constituem um uso não-econômico da capacidade da secadora. No entanto, quando o uso da capacidade da secadora é otimizado economicamente, as condições de secagem são tais que a maior parte das partículas de hidrogel ainda se encontra úmida. Partículas de hidrogel úmidas são elásticas assemelhando-se a borracha e tendem a aderir umas às outras, de tal forma que levam a disrupções consideráveis na operação subsequente de moagem e peneiração a que o material a ser secado é submetido, o que é indesejável. Assim, as partículas de hidrogel úmidas, elásticas como borracha, precisam ser separadas das partículas de hidrogel quebradiças, parcialmente super-secadas, antes da moagem. Portanto, operadores comerciais selecionam condições de secagem que constituem um equilíbrio entre uso da capacidade da secador e processabilidade do material de consumo da secadora.

Constitui um objeto da presente invenção proporcionar um processo aperfeiçoado para produzir partículas poliméricas absorvedoras de água, em particular secagem aperfeiçoada dos géis poliméricos aquosos que ocorrem durante o processo.

O processo de secagem deveria ser econômico e levar a tempos de permanência curtos, dando um produto que apresenta baixo teor de água, mais o processo de secagem também deveria ser delicada, de tal forma

que a qualidade do produto só alterada em grau mínimo pela secagem.

Verificou-se que este objeto é alcançado com um processo para produzir polímeros absorvedores de água por meio de uma solução de monômero e secagem do hidrogel resultante por meio de um fluxo de gás aquecido, que compreende

- efetuar a secagem pelo menos duas zonas de temperatura para as quais as temperaturas de entrada do gás satisfazem a condição de que T_n seja diferente de T_{n+a} , sendo que os índices n e a são, cada um, um número inteiro maior do que 0, de preferência, um número inteiro de 1 a 20, mais preferivelmente um número inteiro de 1 a 10 e, da forma mais preferível, um número inteiro de 1 a 5, e/ou
- o fluxo de gás é escoado contra o hidrogel no sentido ascendente no setor a montante de uma secadora de esteira e no sentido descendente no setor a jusante da secadora de esteira, sendo que o sentido do fluxo é invertido a um teor de água de 15 % a 45 % em peso para o hidrogel, e/ou
- a camada de hidrogel é deixada fluir contra uma secadora de esteira no sentido ascendente até certo grau pelo menos, sendo que a velocidade é de 5 % a 30 % a velocidade do gás requerida para elevar o hidrogel da esteira.

A temperatura do fluxo de gás aquecido é, de preferência, não inferior a 50°C, mais preferivelmente não inferior a 100°C e, da forma mais preferível, não inferior a 150°C e, de preferência, até 250°C, mais preferivelmente, até 220°C e, da forma mais preferível, até 200°C.

Os índices indicam a ordem cronológica das zonas de temperatura que o fluxo de alimentação da secadora atravessa em ordem ascendente naquelas zonas de temperatura apresentando índices maiores que são atravessadas mais tarde. Uma zona de temperatura é uma região em que a temperatura de entrada do gás pode ser ajustada independentemente.

O setor a montante consiste de zonas de temperatura apresentando índices mais baixos, enquanto que o setor a jusante consiste de zonas de temperatura apresentando índices mais elevados. O fluxo de alimentação da secadora passa primeiro através do setor a montante.

5 O teor de água é determinado por meio do método de teste recomendado pela EDANA (*European Disposables and Nonwovens Association*) nº 430.2-02 "Teor de umidade".

A velocidade do gás ou do ar à qual a camada de hidrogel se eleva da esteira (ponto de fluidização) pode ser determinada experimentalmente ou computada por meio de

$$v_{\max} = \sqrt{\frac{\rho_B \times g \times \Delta h}{c_D}}$$

sendo que v_{\max} é a velocidade máxima do gás ou do ar à qual o hidrogel se eleva da esteira, ρ_B é a densidade volumétrica do hidrogel, g é a constante gravitacional, Δh é a queda de pressão através da camada de hidrogel, e c_D é o coeficiente de arraste do gás ou ar. No ponto de fluidização, a força gravitacional e o arraste de gás ou ar que atuam sobre a camada de hidrogel cancelam-se mutuamente. O ponto de fluidização marca o limite entre o leito fixo e o leito fluidizado. A densidade volumétrica do hidrogel é a relação do peso do hidrogel na esteira com o volume a granel do hidrogel na esteira. O volume a granel do hidrogel, e também o hidrogel, inclui os vazios no hidrogel.

De preferência, as pelo menos duas temperaturas de entrada do gás satisfazem a condição de que T_n seja superior a T_{n+a} .

A secagem é realizada, de preferência, em pelo menos três zonas de temperatura para as quais as temperaturas de entrada do gás satisfazem as condições de que T_n seja diferente de T_{n+a} , de preferência, T_n seja superior a T_{n+a} e T_{n+a} seja inferior a T_{n+b} , sendo que o índice b é um número inteiro maior do que a , de preferência, um número inteiro de $(a+1)$ a $(a+20)$, mais preferivelmente um número inteiro de $(a+1)$ a $(a+10)$ e, da forma

mais preferível, um número inteiro de $(a+1)$ a $(a+5)$, e, de preferência, T_n é superior a T_{n+b} .

Em uma concretização particularmente preferida da presente invenção as temperaturas de entrada do gás em pelo menos duas das zonas de temperatura de T_n a T_{n+a-1} satisfazem a condição de que T_{n+r} seja superior a T_{n+s} , sendo que o índice a é um número inteiro maior do que 1, o índice r é um número inteiro de 0 a $(a-2)$ e o índice s é um número inteiro de $(r+1)$ a $(a-1)$.

Em uma concretização particularmente preferida da presente invenção, as temperaturas de entrada do gás em pelo menos duas das zonas de temperatura $(c-b)$ de T_{n+b} a T_{n+c-1} satisfazem a condição de que T_{n+u} seja superior a T_{n+v} , sendo que o índice c é um número inteiro maior do que $(b+1)$, de preferência, um número inteiro de $(b+1)$ a $(b+20)$, mais preferivelmente um número inteiro de $(b+1)$ a $(b+10)$ e, da forma mais preferível, um número inteiro de $(b+1)$ a $(b+5)$, o índice u é um número inteiro de b a $(c-2)$, e o índice v é um número inteiro de $(u+1)$ a $(c-1)$.

Em uma concretização particularmente preferida da presente invenção, as temperaturas de entrada do gás em pelo menos três das zonas de temperatura $(c-b)$ de T_{n+b} a T_{n+c-1} satisfazem a condição de que T_{n+u} seja superior a T_{n+v} é superior a T_{n+w} , sendo que o índice c é um número inteiro maior do que $(b+2)$, de preferência, um número inteiro de $(b+2)$ a $(b+20)$, mais preferivelmente um número inteiro de $(b+2)$ a $(b+10)$ e, da forma mais preferível, um número inteiro de $(b+2)$ a $(b+5)$, o índice u é um número inteiro de b a $(c-3)$, o índice v é um número inteiro de $(u+1)$ a $(c-2)$ e o índice w é um número inteiro de $(v+1)$ a $(c-1)$.

25 Prefere-se mui particularmente um processo para a secagem de hidrogéis aquosos em seis ou mais zonas de temperatura em que a não é inferior a 2, b não é inferior a 3 e c não é inferior a 6. Os ajustes de temperatura de entrada do gás são, de preferência, tais que T_n é superior a T_{n+b} , T_{n+1} é superior a T_{n+b+1} e também T_{n-1} não é inferior a T_{n+b} .

A distribuição de temperatura ótima, e, portanto, preferida, também pode ser ilustrada como uma onda consistindo de dois picos e um vale. O primeiro pico é T_n , o segundo pico é T_{n+b} e o vale entre os mesmos é T_{n+a} , sendo que o primeiro pico é mais alto do que o segundo.

5 As temperaturas de entrada do gás, se de tudo, diferem tipicamente em não menos que $0,5^\circ\text{C}$, de preferência, não menos que 1°C , mais preferivelmente não menos que 5°C e, da forma mais preferível, não menos que 10°C , e tipicamente em até 50°C , de preferência, em até 40°C , mais preferivelmente em até 30°C e, da forma mais preferível, em até 20°C .

10 A velocidade do fluxo de gás que flui contra a camada de hidrogel é, de preferência, não inferior a $0,5$ m/s, mais preferivelmente, não inferior a $0,8$ m/s e, da forma mais preferível, não inferior a 1 m/s e, de preferência, até 5 m/s, mais preferivelmente, até 3 m/s e, da forma mais preferível, até 2 m/s.

15 O gás a ser usado não é sujeito a quaisquer restrições. A secagem pode usar ar, nitrogênio ou outros gases que são inertes em condições de secagem. Ar é preferido.

O fluxo de gás que flui contra o hidrogel pode compreender vapor d'água. Porém o teor de teor de vapor d'água não deveria exceder um
20 valor que corresponde a um ponto de orvalho que, de preferência, não será superior a 50°C , mais preferivelmente não superior a 40°C e, da forma mais preferível, não superior a 30°C .

25 As temperaturas de entrada do gás de T_n a T_{n+a-1} são, de preferência, não superiores a 200°C e, mais preferivelmente, situam-se na faixa de 175 a 180°C .

As temperaturas de entrada do gás de T_{n+a} a T_{n+b-1} são, de preferência, não inferiores a 150°C , mais preferivelmente, não inferiores a 155°C e, da forma mais preferível, situam-se na faixa de 155 a 160°C .

As temperaturas de entrada do gás de T_{n+b} a T_{n+c-1} são, de

preferência, não superiores a 185°C, mais preferivelmente, não superiores a 180°C e, da forma mais preferível, situam-se na faixa de 170 a 175°C.

O tempo de permanência para secagem é, de preferência, não inferior a 10 minutos, mais preferivelmente, não inferior a 20 minutos e, da forma mais preferível, não inferior a 30 minutos e, de preferência, até 120 minutos, mais preferivelmente, até 90 minutos e, da forma mais preferível, até 60 minutos.

O tempo de permanência relativo é, de preferência, não inferior a 10 %, mais preferivelmente, não inferior a 15 % e, de preferência, até 25 %, de forma mui particularmente preferível de até 20 % e de forma mui particularmente preferível 18 % para a soma total dos tempos de permanência das zonas de temperatura apresentando as temperaturas de entrada do gás de T_n a T_{n+a-1} , de preferência, não inferiores a 5 % e, mais preferivelmente, não inferiores a 10 % e, de preferência, até 20 %, de forma mui particularmente preferível de até 16 % e de forma mui particularmente preferível 14 % para a soma total dos tempos de permanência das zonas de temperaturas apresentando as temperaturas de entrada do gás de T_{n+a} a T_{n+b-1} , e, de preferência, não inferiores a 80 % e, mais preferivelmente, não inferiores a 70 % e, de preferência, até 40 %, de forma mui particularmente preferível de até 60 % e de forma mui particularmente preferível 68 % para a soma total dos tempos de permanência das zonas de temperatura apresentando as temperaturas de entrada do gás de T_{n+b} a T_{n+c-1} , todas baseadas no tempo de permanência total na secadora.

O tempo de permanência relativo nas zonas de temperatura individuais de T_n a T_{n+a-1} é ajustado, de preferência, de tal forma que os tempos de permanência relativos sejam iguais.

O tempo de permanência relativo nas (b-a) zonas de temperatura individuais de T_{n+a} a T_{n+b-1} é ajustado, de preferência, de tal forma que os tempos de permanência relativos sejam iguais.

O tempo de permanência relativo nas zonas de temperatura individuais (c-b) de T_{n+b} a T_{n+b-1} é ajustado, de preferência, de tal forma que os tempos de permanência relativos sejam iguais.

Quando o hidrogel a ser secado é fluído contra o fluxo de gás no sentido ascendente no setor a montante da secadora de esteira e no sentido descendente no setor a jusante da secadora de esteira, então o teor d'água do hidrogel na inversão da direção do fluxo é, de preferência, não inferior a 20 % em peso, mais preferivelmente, não inferior a 24 % em peso, ainda mais preferivelmente, não inferior a 26 % em peso e, da forma mais preferível, não inferior a 28 % em peso e, de preferência, não inferior a 40 % em peso, mais preferivelmente, não superior a 34 % em peso, ainda mais preferivelmente, não superior a 32 % em peso e, da forma mais preferível, não inferior a 30 % em peso. A secagem é operada, de preferência, de tal forma que ocorra a inversão da direção de fluxo entre as zonas de temperatura T_{n+b-1} e T_{n+b} .

De preferência, a velocidade do fluxo de gás encontra-se em um estado elevado após a reversão da direção de fluxo, elevada em, de preferência, não menos de 10 %, mais preferivelmente em não menos de 30 % e, mui particularmente, em não menos de 40 % e, de preferência, em até 100 %, mais preferivelmente, até 80 % e, mui particularmente, em até 60 %.

Quando a secadora de esteira é impingida pelo fluxo no sentido ascendente até certo grau pelo menos, a velocidade do gás é, de preferência, não inferior a 5 %, mais preferivelmente, não inferior a 8 % e, da forma mais preferível, não inferior a 10 % e, de preferência, até 30 %, mais preferivelmente, até 25 % e, da forma mais preferível, até 20 % da velocidade do gás requerida para elevar o hidrogel da esteira.

O teor d'água do gel de polímero a ser secado é, de preferência, não inferior a 30 % em peso, mais preferivelmente, não inferior a 40 % em peso e, da forma mais preferível, não inferior a 50 % em peso e, de preferência, até 70 % em peso, mais preferivelmente, até 65 % em peso e, da

forma mais preferível, até 60 % em peso.

O teor d'água do gel de polímero secado é, de preferência, não inferior a 2 % em peso, mais preferivelmente, não inferior a 3 % em peso e, da forma mais preferível, não inferior a 5 % em peso e, de preferência, até 10 % em peso, mais preferivelmente, até 9 % em peso e, da forma mais preferível, até 8 % em peso.

A secagem é realizada, de preferência, a uma pressão que é reduzida, de preferência, em não menos de 0,5 mbar, mais preferivelmente em não menos de 2 mbar e, da forma mais preferível, em não menos de 10 mbar, comparado com a pressão atmosférica.

A pressão reduzida na camada, em comparação com a pressão atmosférica, produz melhor fluxo de gás na secadora e, portanto, secagem mais uniforme.

O processo preferido para a presente invenção é um processo de esteira transportadora (secadora de esteira). Uma secadora de esteira é um sistema convectivo de secagem, para o tratamento particularmente delicado de produtos que podem ser perventilados. O produto a ser secado é colocado em uma correia transportadora sem-fim que permite a passagem de gás, e que é submetida ao fluxo de um fluxo de gás aquecido, de preferência, ar.

O gás de secagem é recirculado para que possa tornar-se muito altamente saturado no curso de repetidas passagens através da camada de produto. Uma determinada fração do gás de secagem, de preferência, não inferior a 10 %, mais preferivelmente, não inferior a 15 % e, da forma mais preferível, não inferior a 20 % e, de preferência, até 50 %, mais preferivelmente, até 40 % e, da forma mais preferível, até 30 % da quantidade de gás por passagem, deixa a secadora como um vapor altamente saturado e remove a quantidade de água evaporada do produto.

O tamanho e o projeto das secadoras depende do produto a ser processado, da capacidade de fabricação e da carga de secagem.

Uma secadora de esteira pode ser concretizada como um sistema de correia simples, de correias múltiplas, de múltiplos estágios ou de múltiplos andares. A presente invenção é praticada, de preferência, usando-se uma secadora de esteira apresentando pelo menos uma correia. Secadoras de esteira única são mui particularmente preferidas.

Para assegurar desempenho ótimo da operação de secagem com esteira, as propriedades de secagem dos polímeros absorvedores de água são determinadas individualmente como uma função dos parâmetros de processamento selecionados. O tamanho do orifício e o tamanho da malha da esteira são conformados ao produto. De maneira análoga, são possíveis determinados melhoramentos de superfície, como eletropolimento ou Teflonização.

É possível usar qualquer sistema de esteira guiado com cadeia ou sem cadeia conhecido por alguém com prática na arte para assegurar transporte ótimo do produto, sendo que exemplos compreendem esteiras de placas, esteiras de lâmina metálica fina e esteiras de placas sem-fim, esteiras de tecidos poliméricos e metálicos.

Para assegurar a secagem econômica dos polímeros absorvedores de água, o planejamento do percurso do gás é projetado consistentemente para operação com economia de energia. São possíveis vários conceitos de planejamento do percurso de gás que apresentam vantagens com relação às características de secagem e emprego de energia. É possível usar sistemas de recuperação de energia para empregar calor do fluxo de gás residual para pré-aquecer o gás fresco fornecido.

O percurso do gás pode ser de acordo com os seguintes conceitos: em fluxo cruzado de no sentido descendente/no sentido ascendente/alternativamente, em contra-corrente cruzada ou, então, em co-corrente cruzada. Percurso do gás em contra-corrente é preferido.

A secadora pode ser aquecida diretamente ou indiretamente

através dos diversos meios de aquecimento, como vapor, água quente, gases de combustão, gás ou óleo térmico.

5 A secadora de esteira única é notável para uma instalação de baixa altura. Ela é usada para a secagem delicada e, quando não são possíveis ou desejadas transferências despejadas de material solto de uma esteira para outra.

10 Quando o espaço é restrito e os tempos de secagem são muito longos, freqüentemente é recomendável o conceito de uma secadora de esteiras múltiplas. O produto é distribuído uniformemente sobre a esteira que se encontra mais acima e é remetido de maneira sucessiva para uma pluralidade de esteiras que se encontram mais abaixo. Isto apresenta a vantagem de que a transição do produto e a queda sobre o plano seguinte o vira repetidas vezes homogeneizando-o. A transferência por despejamento do produto no curso da transição de uma esteira para a seguinte leva à quebra de aglomerados e à criação de superfícies livres novas para transferência de calor e massa.

15 Secadoras de múltiplos andares apresentam características similares a secadoras de esteiras múltiplas, mas as seções individuais são controláveis independentemente, como secadoras de esteira única. Uma secadora de múltiplos estágios consiste de uma pluralidade de secadoras de esteira única conectadas sucessivamente.

25 Um fluxo de alimentação de produto uniforme é um pré-requisito essencial para secagem ótima. Fluxo de alimentação uniforme pode ser obtido através do uso de esteiras de distribuição pivotantes e oscilantes, roscas ou lançadores, lançadores com vibração, ou transportadoras de lançamento.

O hidrogel a ser secado é aplicado, de preferência, na esteira da secadora de esteira por meio de uma esteira pivotante. A altura do fluxo de alimentação, i.e., a distância vertical entre a esteira pivotante e uma esteira da

secadora de esteira, é, de preferência, não inferior a 10 cm, mais preferivelmente, não inferior a 20 cm e, da forma mais preferível, não inferior a 30 cm e, de preferência, até 200 cm, mais preferivelmente, até 120 cm e, da forma mais preferível, até 40 cm.

5 A espessura da secadora de esteira do hidrogel a ser secada é, de preferência, não inferior a 2 cm, mais preferivelmente, não inferior a 5 cm e, da forma mais preferível, não inferior a 8 cm e, de preferência, não inferior a 20 cm, mais preferivelmente, não superior a 15 cm e, da forma mais preferível, não inferior a 12 cm.

10 A velocidade da esteira da secadora de esteira é, de preferência, não inferior a 0,005 m/s, mais preferivelmente, não inferior a 0,01 m/s e, da forma mais preferível, não inferior a 0,015 m/s e, de preferência, até 0,05 m/s, mais preferivelmente, até 0,03 m/s e, da forma mais preferível, até 0,025 m/s.

15 Secagem por meio do processo de esteira transportadora (secagem com esteira) em que bandejas providas de orifícios de uma transportadora circular em um túnel são carregadas com fluxo de alimentação da secadora da maneira indicada acima, e o fluxo de alimentação da secadora é secado durante o transporte pela esteira por meio de sopro da mistura gás/ar
20 através dos orifícios das bandejas da maneira indicada acima constitui o processo de secagem mais econômico para polímeros absorvedores de água e, portanto, é preferido. A taxa de secagem do material a ser secado é determinada pela taxa de evaporação, que indica quantos kg de água por metro quadrado de área de esteira, por hora, são secados e removidos do
25 produto a ser secado. Esta taxa de evaporação deveria ser a mais alta possível por razões econômicas.

A estrutura de hidrogel que se pretende secar por meio do processo da presente invenção e que, se apropriado, foi misturada com reagentes adicionais e/ou partículas poliméricas absorvedoras de água

removidas como sub-tamanho nas etapas de classificação apresenta, em virtude de sua disposição solta de corpos de gel já divididos, uma área de superfície de gel relativamente grande e, portanto, uma taxa de secagem vantajosa do ponto de vista econômico para a secagem esteira. Em uma
5 versão particularmente preferida do processo de acordo com a presente invenção, a taxa de secagem pode ser incrementada adicionalmente por meio da aplicação de um agente de liberação nas partículas de hidrogel. Os agentes de liberação são aplicados, sem que as partículas de hidrogel sejam submetidas a estresse mecânico, por meio de pulverização em aparelho
10 apropriado, sendo que exemplos compreendem um tubo rotativo, um misturador de Drais, misturadores de lâmina-de-arado, como misturadores de Lödige, misturadores de Peterson-Kelly, misturadores de cone-rosca.

Agentes de liberação úteis incluem tensoativos não-iônicos, iônicos ou anfóteros apresentando um valor de HLB não inferior a 3 (para
15 definição do valor de HLB: ver W.C. Griffin, *J. Soc. Cosmetic Chem.* 5 (1954) 249). Prefere-se tensoativos que são solúveis ou, pelo menos, dispersáveis em água. O uso de tensoativos para aperfeiçoar as propriedades de secagem de partículas de hidrogel quando se seca com secadoras de contato é conhecido e descrito exaustivamente na EP-A-0 785 224. Exemplos
20 de tensoativos que atuam como agentes de liberação podem ser encontrados na EP-A-0 785 223 na página 3 linha 27 até página 4 linha 38. Agentes de liberação úteis incluem adicionalmente silicones, alcoóis insaturados ou poliglicóis e seus derivados. Exemplos das classes indicadas de compostos podem ser encontrados na DE-A-198 46 413 na página 6 linhas de 21 a 42.

25 À medida que pedaços comparativamente grandes se tornam cominuídos a fragmentos cada vez mais finos ao longo da secagem, é preferível manter a temperatura do gel de polímero no curso da secagem progressiva o mais baixo possível para que a eficiência possa ser incrementada e, para impedir a adesão das peças ou fragmentos finos entre si.

Isto pode ser realizado, por exemplo, por meio de resfriamento adequado do gel polimérico resultante com aporte de ar frio ou de ar ambiente, sendo que neste caso, o frio da evaporação resfriará automaticamente o material polimérico. O gel de polímero é secado desta maneira, por exemplo, por meio
5 de secagem com fluxo em uma esteira.

O processo da presente invenção torna possível secar géis poliméricos aquosos de tal forma que, tipicamente, o índice de qualidade de secagem (DQI) não seja superior a 8, de preferência, não superior a 6, mais preferivelmente, não superior a 4, ainda mais preferivelmente, não superior a
10 2 e, da forma mais preferível, não superior a 1 e, tipicamente, não inferior a 0,01.

O processo da presente invenção é particularmente vantajoso quando os géis poliméricos aquosos são produzidos empregando-se totalmente ou parcialmente reticuladores que compreendem dois ou mais
15 grupos etilenicamente insaturados e em que dois ou mais grupos etilenicamente insaturados são conjugados entre si via um ou mais grupos éster, sendo que exemplos compreendem ésteres de ácidos mono- ou policarboxílicos insaturados com polióis, como diacrilato ou triacrilato, sendo que exemplos compreendem diacrilato de butanodiol, dimetacrilato de
20 butanodiol, diacrilato de etileno glicol, dimetacrilato de etileno glicol e também compostos de alila e triacrilato de trimetilolpropano, como (met)acrilato de alila, cianurato de trialila, maleato de dialila e ésteres de polialila.

Os géis poliméricos aquosos são obtidos por meio de
25 polimerização de uma solução de monômero compreendendo

- a) pelo menos um monômero com funcionalidade de ácido etilenicamente insaturado,
- b) pelo menos um reticulador,
- c) se desejado, um ou mais monômeros etilenicamente

e/ou alilicamente insaturados copolimerizáveis com o monômero a),
e

- d) se desejado, um ou mais polímeros solúveis em água sobre os quais os monômeros a), b) e, se desejado, c) pode ser pelo menos parcialmente enxertado.

5

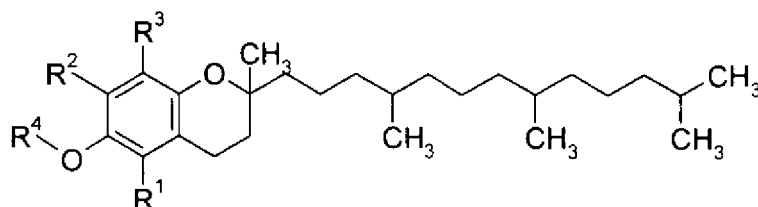
Monômeros a) vantajosos são, por exemplo, ácidos carboxílicos etilicamente insaturados, como ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maléico, ácido fumárico e ácido itacônico, ou seus derivados, como acrilamida, metacrilamida, ésteres acrílicos e ésteres metacrílicos. Ácido acrílico e ácido metacrílico são particularmente preferidos. Ácido acrílico é o mais preferível.

10

Os monômeros a) e especialmente ácido acrílico compreendem, de preferência, até 0,025 % em peso de um hemi-éter de hidroquinona. Hemi-éteres de hidroquinona que são preferidos são éter de monometil hidroquinona (MEHQ) e/ou tocoferóis.

15

Tocoferol refere-se a compostos da fórmula a seguir:



sendo que R¹ é hidrogênio ou metila, R² é hidrogênio ou metila, R³ é hidrogênio ou metila e R⁴ é hidrogênio ou um radical acila com de 1 a 20 átomos de carbono.

20

Radicais R⁴ preferidos são acetila, ascorbila, succinila, nicotinila e outros ácidos carboxílicos fisiologicamente toleráveis. Os ácidos carboxílicos podem ser ácidos mono-, di- ou tricarboxílicos.

25

Prefere-se alfa-tocoferol em que R¹ = R² = R³ = metila, especificamente alfa-tocoferol racêmico. R¹ é, mais preferivelmente, hidrogênio ou acetila. RRR-alfa-tocoferol é particularmente preferido.

A solução de monômero compreende, de preferência, não mais

que 130 ppm em peso, mais preferivelmente, não mais que 70 ppm em peso, de preferência, não menos que 10 ppm em peso, mais preferivelmente, não menos que 30 ppm em peso e, especificamente, cerca de 50 ppm em peso de hemi-éter de hidroquinona, todas baseadas em ácido acrílico, sendo que sais de ácido acrílico são contados como ácido acrílico. Por exemplo, a solução de monômero pode ser produzida usando-se um ácido acrílico apresentando um teor vantajoso de hemi-éter de hidroquinona.

Os reticuladores b) são compostos apresentando pelo menos dois grupos polimerizáveis que podem ser interpolimerizados em modo de radical livre na retícula do polímero. Reticuladores b) vantajosos são, por exemplo, dimetacrilato de etileno glicol, diacrilato de dietileno glicol, metacrilato de alila, triacrilato de trimetilolpropano, trialilamina, tetraaliloxietano, como descrito na EP-A-0 530 438, di- e triacrilatos, como descrito na EP-A-0 547 847, EP-A-0 559 476, EP-A-0 632 068, WO-A-93/21237, WO-A-03/104299, WO-A-03/104300, WO-A-03/104301 e DE-A-103 31 450, acrilatos mistos que, como grupos acrilato, compreendem grupos etilenicamente insaturados adicionais, como descrito na DE-A-103 31 456 e Pedido de Patente Alemão precedente 10355401.7, ou misturas de reticuladores como descrito, por exemplo, na DE-A-195 43 368, DE-A-196 46 484, WO-A-90/15830 e WO-A-02/32962.

Reticuladores b) úteis incluem, em particular, N,N'-metilenobisacrilamida e N,N'-metilenobismetacrilamida, ésteres de ácidos mono- ou policarboxílicos insaturados de polióis, como diacrilato ou triacrilato, por exemplo diacrilato de butanodiol, dimetacrilato de butanodiol, diacrilato de etileno glicol, dimetacrilato de etileno glicol e também triacrilato de trimetilolpropano e compostos de alila, como (met)acrilato de alila, cianurato de trialila, maleato de dialila, ésteres de polialila, tetra-aliloxietano, trialilamina, tetraaliletilenodiamina, ésteres de alila de ácido fosfórico e também derivados de ácido vinilfosfônico como descrito, por exemplo, na

EP-A-0 343 427. Reticuladores b) úteis incluem adicionalmente dialil éter de pentaeritritol, trialil éter de pentaeritritol, tetraalila éter de pentaeritritol, dialil éter de polietileno glicol, dialil éter de etileno glicol, dialil éter de glicerol, trialil éter de glicerol, éteres de polialila baseados em sorbitol, e também
5 variantes etoxiladas dos mesmos. O processo da invenção usa di(met)acrilatos de polietileno glicóis, o polietileno glicol usado apresentando um peso molecular entre 300 e 1000.

No entanto, reticuladores b) são di- e triacrilatos de glicerol etoxilado de 3 a 15 vezes, de trimetilolpropano etoxilado de 3 a 15 vezes, de
10 trimetiloletano etoxilado de 3 a 15 vezes, particularmente di- e triacrilatos de glicerol etoxilado de 2 a 6 vezes ou de trimetilolpropano etoxilado de 2 a 6 vezes, de glicerol propoxilado 3 vezes, de trimetilolpropano propoxilado 3 vezes, e também de glicerol propoxilado ou etoxilado misturado 3 vezes, de trimetilolpropano propoxilado ou etoxilado misturado 3 vezes, de glicerol
15 etoxilado 15 vezes, trimetilolpropano etoxilado 15 vezes, de glicerol etoxilado 40 vezes, de trimetiloletano etoxilado 40 vezes e também de trimetilolpropano etoxilado 40 vezes.

Prefere-se mui particularmente, para uso como reticuladores b), gliceróis diacrilados, dimetacrilatos, triacrilados ou trimetacrilados,
20 multiplamente etoxilados e ou propoxilados como descrito, por exemplo, no WO-A-03/104301, di- e/ou triacrilatos de glicerol etoxilado de 3 a 10 vezes são particularmente vantajosos. Prefere-se mui particularmente di- ou triacrilatos de glicerol propoxilado e/ou etoxilado de 1 a 5 vezes. Os triacrilatos de glicerol propoxilado e/ou etoxilado de 3 a 5 vezes são mais
25 preferidos. Estes são notáveis para níveis residuais particularmente baixos (tipicamente abaixo de 10 ppm em peso) no polímero absorvedor de água, e os extratos aquosos de polímeros absorvedores de água produzidos com os mesmos apresentam uma tensão superficial quase inalterada (tipicamente não inferior a 0,068 N/m) em comparação com água à mesma temperatura.

Exemplos de monômeros c) etilenicamente insaturados que são copolimerizáveis com os monômeros a) são: acrilamida, metacrilamida, crotonamida, dimetilaminoetila metacrilato, dimetilaminoetila acrilato, dimetilaminopropila acrilato, dietilaminopropila acrilato, dimetilaminobutila acrilato, dimetilaminoetila metacrilato, dietilaminoetila metacrilato, acrilato de dimetilaminoneopentila e metacrilato de dimetilaminoneopentila.

Polímeros solúveis em água d) que são úteis incluem álcool de polivinila, polivinilpirrolidona, amido, derivados de amido, poliglicóis ou ácidos poliacrílicos, de preferência, álcool de polivinila e amido.

10 Inibidores de polimerização, que são preferidos, requerem oxigênio dissolvido para desempenho ótimo. Portanto, inibidores de polimerização podem ser livrados de oxigênio dissolvido antes da polimerização por meio de inertização, i.e. fazendo fluir um gás inerte, de preferência, nitrogênio, através dos mesmos. O teor de oxigênio da solução de monômero é reduzido, de preferência, a menos de 1 ppm em peso e, mais preferivelmente, a menos de 0,5 ppm em peso antes da polimerização.

15 A preparação de um polímero de base vantajoso e também de monômeros hidrofílicos etilenicamente insaturados úteis d) encontram-se descritos na DE-A-199 41 423, EP-A-0 686 650, WO-A-01/45758 e WO-A-20 03/104300.

Polímeros absorvedores de água são obtidos tipicamente por meio de polimerização de adição de uma solução aquosa de monômero com ou sem subsequente cominuição do hidrogel. Métodos vantajosos de preparação encontram-se descritos na literatura. Polímeros absorvedores de 25 água podem ser obtidos, por exemplo, por meio de

- polimerização em gel no processo em bateladas ou reator tubular e subsequente cominuição em moedor de carne, extrusora ou amassador (EP-A-0 445 619, DE-A-19 846 413)
- polimerização de adição em amassador com cominuição de forma

contínua por meio de eixos agitantes contra-rotativos, por exemplo, (WO-A-01/38402)

- polimerização de adição em correia e subsequente cominuição em moedor de carne, extrusora ou amassador (DE-A-38 25 366, US-6,241,928)
- polimerização emulsão, que produz polímeros em pérolas apresentando uma distribuição relativamente estreita de tamanhos em gel (EP-A-0 457 660)
- polimerização de adição *in situ* de uma camada de tecido tramado que, usualmente em uma operação contínua, foi previamente pulverizado com solução aquosa de monômero e, subsequentemente, submetida a uma fotopolimerização (WO-A-02/94328, WO-A-02/94329).

A reação é realizada, de preferência, em um amassador como descrito, por exemplo, no WO-A-01/38402, ou em um reator de esteira como descrito, por exemplo, na EP-A-0 955 086,

Os grupos ácido dos hidrogéis obtidos foram neutralizados tipicamente, de preferência, até um ponto na faixa de 25 a 85 % em mol, mais preferivelmente até um ponto na faixa de 27 a 80 % em mol e, ainda mais preferivelmente, até um ponto na faixa de 27 a 30 % em mol ou de 40 a 75 % em mol, para que se pode usar os agentes neutralizadores usuais, de preferência, hidróxidos de metal alcalino, óxidos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalino ou bicarbonatos de metal alcalino e também misturas dos mesmos. Em lugar de sais de metal alcalino também é possível usar sais de amônio. Prefere-se particularmente sódio e potássio como metais alcalinos, mas dá-se a maior preferência ao hidróxido de sódio, carbonato de sódio ou bicarbonato de sódio e também misturas dos mesmos. Neutralização é obtida usualmente por meio de mistura do agente neutralizador como uma solução aquosa ou, então, de preferência, como um material sólido. Por

exemplo, hidróxido de sódio apresentando um teor d'água distintamente abaixo de 50 % em peso pode estar presente como uma massa cerosa apresentando um ponto de fusão acima de 23°C. Neste caso, é possível a dosagem como cargas diversas ou massa de fusão a temperatura elevada.

5 A neutralização pode ser realizada após polimerização, no estágio do hidrogel. Mas também é possível neutralizar até 40 % em mol, de preferência, de 10 a 30 % em mol e, mais preferivelmente, de 15 a 25 % em mol dos grupos ácidos antes da polimerização por meio de adição de uma porção do agente neutralizador à solução de monômero, e ajustar o grau final
10 de neutralização desejado apenas após polimerização, no estágio do hidrogel. A solução de monômero pode ser neutralizada por meio de mistura com o agente neutralizador. O hidrogel pode ser cominuído mecanicamente, por exemplo, por meio de um moedor de carne, sendo que, neste caso, o agente neutralizador pode ser pulverizado, espalhado ou despejado e, então,
15 cuidadosamente misturado. Com este objetivo, a massa de gel obtida pode ser enxaguada repetidamente para homogeneização. Prefere-se a neutralização da solução de monômero ao grau final de neutralização.

Os hidrogéis aquosos obtidos são secados, subseqüentemente, com os processos da presente invenção que são descritos acima.

20 O resto do tratamento do hidrogel seco não é importante para o processo da presente invenção. O processo da presente invenção pode compreender adicionalmente as etapas de desbaste, peneiração e/ou pós-reticulação, por exemplo.

25 De preferência, o hidrogel seco é moído e peneirado, sendo que aparelhos de moagem úteis incluem tipicamente moinhos de rolos, moinhos de pinos ou moinhos oscilantes. O tamanho das partículas do hidrogel seco, peneirado, é, de preferência, inferior a 1000 µm, mais preferivelmente inferior a 900 µm e, da forma mais preferível, inferior a 800 µm e, de preferência, acima de 100 µm, mais preferivelmente acima de 150

µm e, da forma mais preferível, acima de 200 µm.

Prefere-se mui particularmente um tamanho das partículas (corte de peneira) na faixa de 106 a 850 µm. O tamanho das partículas é determinado de acordo com o método de teste da EDANA (*European*
5 *Disposables and Nonwovens Associations*) recomendado nº 420.2-02 "Distribuição do tamanho das partículas".

De preferência, os polímeros de base são então pós-reticulados na superfície. Pós-reticuladores úteis são compostos compreendendo dois ou mais grupos capazes de formar ligações covalentes com os grupos carboxilato
10 do hidrogel. Compostos vantajosos são, por exemplo, compostos de alcoxissilila, poliaziridinas, poliaminas, poliamidoaminas, compostos de di- ou poliglicidila, como descrito na EP-A-0 083 022, EP-A-543 303 e EP-A-937 736, alcoóis di- ou polifuncionais, como descrito na DE-C-33 14 019, DE-C-35 23 617 e EP-A-450 922, ou β-hidroxiálquilamidas, como descrito na
15 DE-A-102 04 938 e US-6,239,230.

Pós-reticuladores de superfície úteis incluem carbonatos cíclicos indicados pela DE-A-40 20 780, 2-oxazolidona DE-A-198 07 502 e seus derivados, como 2-hidroxi-etil-2-oxazolidona, bis- e poli-2-oxazolidinonas da DE-A-198 07 992, 2-oxotetraidro-1,3-oxazina da DE-A-
20 198 54 573 e seus derivados, N-acil-2-oxazolidonas da DE-A-198 54 574, uréias cíclicas da DE-A-102 04 937, acetais de amida bicíclicas da DE-A-103 34 584, uréias cíclicas e oxetanos da EP-A-1 199 327 e morfolina-2,3-diona da WO-A-03/031482 e seus derivados.

A pós-reticulação é realizada tipicamente por meio de
25 pulverização de uma solução do pós-reticulador de superfície sobre o hidrogel ou sobre o pó polimérico de base seca. Após a pulverização, o pó polimérico é secado termicamente, e a reação de reticulação pode ocorrer não só antes, mas também durante a secagem.

A pulverização com uma solução do reticulador é realizada, de

preferência, em misturadores apresentando implementos de misturação móveis, como misturadores de rosca, misturadores de impelente, misturadores de disco, misturadores de arado e misturadores de pá. Prefere-se particularmente misturadores verticais e, de forma particularmente muito preferível, misturadores de arado e misturadores de pá. Misturadores úteis incluem, por exemplo, misturadores Lödige®, misturadores Bepex®, misturadores Nauta®, misturadores Processall® e misturadores Schugi®.

Secadores de contato são preferíveis, secadores de pá são mais preferíveis, e secadores de disco são os mais preferíveis, como aparelhos em que a secagem térmica é realizada. Secadores úteis incluem, por exemplo, secadores Bepex® e secadores Nara®. Secadores de leito fluidizado também podem ser usados.

A secagem pode ocorrer no próprio misturador, por meio de aquecimento da camisa, ou de introdução de um fluxo de ar quente. De forma análoga, também é possível usar uma secadora de fluxo descendente, por exemplo, uma secadora de bandejas, uma estufa de tubo rotativo ou uma rosca aquecível. Mas também é possível usar, por exemplo, uma destilação azeotrópica como um processo de secagem.

Temperaturas de secagem preferidas situam-se na faixa de 50 a 250°C, de preferência, na faixa de 50 a 200°C e, mais preferivelmente, na faixa de 50 a 150°C. O tempo de permanência preferido a esta temperatura na secadora ou no misturador de reação é inferior 30 minutos e, mais preferivelmente, inferior a 10 minutos.

A presente invenção proporciona adicionalmente polímeros absorvedores de água obteníveis por meio do processo descrito acima.

Os polímeros absorvedores de água da presente invenção apresentam tipicamente uma capacidade de retenção em centrífuga (CRC) não inferior a 10 g/g, de preferência, não inferior a 15 g/g e, mais preferivelmente, não inferior a 20 g/g e, usualmente, inferior a 100 g/g. A capacidade de

retenção em centrífuga (CRC) é determinada por meio do método de teste recomendado pela EDANA (*European Disposables and Nonwovens Association* [Associação Europeia de Descartáveis e Não-tecidos]) nº 441.2-02 "*Centrifuge retention capacity* [capacidade de retenção em centrífuga]".

5 Os polímeros absorvedores de água da presente invenção apresentam tipicamente uma absorbância sob carga de 0,3 psi (2,07 kPa) não inferior a 10 g/g, de preferência, não inferior a 15 g/g e, mais preferivelmente, não inferior a 20 g/g e, usualmente, inferior a 60 g/g. A absorbância sob carga (AUL) é determinada por meio do método de teste recomendado pela
10 EDANA (*European Disposables and Nonwovens Association*) nº 442,2-02 "*Absorption under pressure* [Absorção sob pressão]".

A presente invenção proporciona adicionalmente processos para a produção de artigos de higiene, em particular fraldas, compreendendo o uso de partículas poliméricas absorvedoras de água produzidas de acordo com
15 o processo indicado acima.

A presente invenção proporciona adicionalmente aparelhagem para a secagem de polímeros absorvedores de água, compreendendo

- i) pelo menos uma esteira transportadora permeável a gás,
- ii) pelo menos uma esteira transportadora i) apresentando dispositivo
20 com que dois ou mais fluxos de gás aquecidos a diferentes temperaturas podem ser fornecidos na pelo menos uma esteira transportadora i),
- iii) pelo menos um pré-aquecedor de gás,
- iv) pelo menos um fornecimento de gás direcionado de cima para baixo
25 sobre a esteira transportadora i),
- v) se desejado, pelo menos um fornecimento de gás direcionado no sentido ascendente sobre a esteira transportadora i), sendo que a esteira transportadora i) é submetida primeiramente a fluxo direcionado no sentido ascendente, e

vi) pelo menos um dispositivo para redução de pressão.

O dispositivo ii) pode consistir, por exemplo, de pelo menos dois pré-aquecedores de gás independentes ou de um pré-aquecedor de gás, sendo que, neste caso, o fluxo de gás aquecido é dividido e as temperaturas dos fluxos divisionais são ajustáveis independentemente um do outro por meio de adição por misturação de gás residual ou de gás fresco.

O número de fluxos de gás com temperaturas diferentes que podem ser fornecidos por meio do dispositivo ii) é, de preferência, de pelo menos 6, mais preferivelmente pelo menos 8, ainda mais preferivelmente pelo menos 10 e, da forma mais preferível, de 12.

Aquecimento deve ser compreendido como significando que é possível fornecer energia térmica aos fluxos de gás, de forma que a temperatura do fluxo de gás seja maior do que antes do aquecimento, de preferência, pelo menos 10°C mais alta, mais preferivelmente pelo menos 20°C mais alta, ainda mais preferivelmente pelo menos 30°C mais alta e, da forma mais preferível, pelo menos 40°C mais alta.

Exemplos de dispositivos úteis como dispositivo vi) compreendem compressores dispostos para que o gás é conduzido para fora da secadora, de tal forma que a pressão na secadora seja inferior à do entorno.

A presente invenção proporciona adicionalmente dispositivo para a secagem polímeros absorvedores de água, compreendendo

- i) pelo menos uma esteira transportadora permeável a gás,
- ii) pelo menos uma esteira transportadora i) apresentando dispositivo com que pelo menos dez fluxos de gás aquecidos com diferentes temperaturas podem ser fornecidos na esteira transportadora i),
- iii) pelo menos um pré-aquecedor de gás,
- iv) pelo menos um fornecimento de gás direcionado de cima para baixo sobre a esteira transportadora i),
- v) se desejado, pelo menos um fornecimento de gás direcionado no

sentido ascendente sobre a esteira transportadora i), sendo que a esteira transportadora i) é submetida primeiramente a fluxo direcionado no sentido ascendente, e

vi) se desejado, pelo menos um dispositivo para redução de pressão.

5 O número de fluxos de gás com temperaturas diferentes que podem ser fornecidos por meio do dispositivo ii) é, de preferência, de pelo menos 11, mais preferivelmente de pelo menos 12, ainda mais preferivelmente de pelo menos 13 e, da forma mais preferível, de 14.

10 O processo da presente invenção proporciona uma maneira simples de produzir polímeros absorvedores de água que apresentam um notável perfil absorvivo. O processo da presente invenção proporciona secagem delicada e econômica do gel polimérico aquoso como polimerizado. Propriedades do produto só são afetadas minimamente pela secagem da presente invenção. Os polímeros absorvedores de água obtidos desta forma
15 são amplamente úteis em campos em que se pretende absorver e reter fluidos aquosos. Campos de uso preferidos, além do setor de higiene, incluem, em particular, o setor agrícola e também outros campos de aplicações industriais.

20 Para determinar a qualidade da pós-reticulação, as partículas poliméricas absorvedoras de água secas são testadas usando-se os métodos de teste descritos abaixo.

Métodos:

Exceto se indicado de outra forma, as medições deveriam ser realizadas a uma temperatura ambiente de $23 \pm 2^\circ\text{C}$ e uma umidade relativa de $50 \pm 10\%$. Os polímeros absorvedores de água são misturados
25 cuidadosamente antes da medição.

Capacidade de retenção em centrífuga (CRC, *Centrifuge retention capacity*)

A capacidade de retenção em centrífuga de partículas poliméricas absorvedoras de água é determinada de acordo com o método de

teste recomendado pela EDANA (*European Disposables and Nonwovens Association*) nº 441,2-02 "Capacidade de retenção em centrífuga".

Extraíveis

O nível de extraíveis nas partículas poliméricas absorvedoras de água é determinado de acordo com o método de teste da EDANA (*European Disposables and Nonwovens Association*) nº 470.2-02 "Extraíveis".

Teor de umidade:

O teor de umidade é determinado de acordo com o método descrito na monografia "Modern Superabsorbent Polymer Technology [*Tecnologia de polímeros superabsorventes modernos*]", F.L. Buchholz e A.T. Graham, Wiley-VCH, 1998, páginas 143 e 144. Um grama de amostra de hidrogel é secado em uma coluna de LC sob uma atmosfera de hélio a 180°C durante 1 hora e o teor de umidade é computado através da perda de peso.

Índice de Qualidade da Secagem (DQI)

Para determinar o Índice de Qualidade da Secagem, recolhe-se uma amostra do gel polimérico aquoso cominuído após a polimerização, distribuindo-se a mesma homogeneamente em uma camada fina sobre lâminas de metal com fundo de peneira e, então, secada a 80°C sob pressão reduzida a menos de 100 mbar durante 24 h. Esta forma de secagem é muito delicada. O hidrogel secado é moído subseqüentemente, e a fração de 300 a 600 µm é isolada (polímero 1).

Uma amostra de hidrogel secada com o processo de secagem a ser testado também é moída. Subseqüentemente, isola-se a fração de peneira de 300 a 600 µm (polímero 2).

Os polímeros absorvedores de água secos são caracterizados mediante determinação da Capacidade de Retenção em Centrífuga (CRC) e Extraíveis. Adicionalmente, o teor de umidade é determinado avaliado

aritmeticamente para a computação destas propriedades. O teor de umidade é, tipicamente, de cerca de 5 % em peso

Os valores medidos são então usados para determinar o Índice de Qualidade da Secagem (DQI), que é computado como a seguir:

$$\text{DQI} = 0,5 \times (\text{CRC}_2 \text{ [g/g]} - \text{CRC}_1 \text{ [g/g]}) + 0,5 \times (\text{Extraíveis}_2 \text{ [%]} - \text{Extraíveis}_1 \text{ [%]})$$

5 Os índices subordinados identificam os polímeros 1 e 2 respectivamente. O Índice de Qualidade da Secagem aumenta com o aumento da Capacidade de Retenção em Centrifuga devido à secagem da planta e com o aumento dos Extraíveis. As duas contribuições recebem peso igual. A magnitude do Índice de Qualidade da Secagem indica até que ponto as
10 propriedades do polímero absorvedor de água são afetadas pelas condições de secagem do gel polimérico aquoso. Um baixo índice de qualidade de secagem é indicativo de secagem delicada.

Métodos de ensaio EDANA encontram-se disponíveis, por exemplo, na *European Disposables and Nonwovens Association*, Avenue
15 Eugène Plasky 157, B-1030 Brussels, Bélgica.

Exemplos:

Produção de gel de polímero

20 Água, solução aquosa de hidróxido de sódio a 50 % e ácido acrílico foram misturados para produzir uma solução de acrilato de sódio/ácido acrílico a 38,8 % a tal ponto que a neutralização fosse de 71,3 % em mol. O teor de sólidos da solução de monômeros foi de 38,8 % em peso. Após misturar os componentes, a solução de monômero foi resfriada continuamente até uma temperatura de 29°C por meio de um trocador de calor e desvolatilizada com nitrogênio.

25 Usa-se diacrilato de polietileno glicol 400 (diacrilato de um polietileno glicol apresentando um peso molecular de 400 g/mol) como reticulador multiplamente etilenicamente insaturado. A quantidade usada foi

de 2 kg por tonelada métrica de solução de monômero.

5 Usa-se os componentes a seguir para iniciar polimerização de radical livre: peróxido de hidrogênio (1,03 kg (0,25 % em peso) por tonelada métrica de solução de monômero), peroxodissulfato de sódio (3,10 kg (15 % em peso) por tonelada métrica de solução de monômero) e também ácido ascórbico (1,05 kg (1 % em peso) por tonelada métrica de solução de monômero).

A vazão da solução de monômero foi de 18 toneladas métricas/h.

10 Os componentes individuais foram introduzidos continuamente de maneira dosada em um reator de amassamento contínuo List Contikneter apresentando uma capacidade de 6,3 m³ (da List de Arisdorf na Suíça) nas seguintes quantidades:

18 toneladas métricas/h	de solução de monômero
15 36 kg/h	de diacrilato de polietileno glicol 400
74,34 kg/h	de solução de peróxido de hidrogênio/solução de peroxodissulfato de sódio
18,9 kg/h	de solução de ácido ascórbico

20 Na ponta a jusante do reator, adicionou-se mais de 750 a 900 kg/h de sub-tamanho removido apresentando um tamanho das partículas inferior a 150 µm via adição dosada.

25 A solução de reação apresentou uma temperatura de 23,5°C no ponto de alimentação. O reator foi operado a uma velocidade de 38 rpm nos eixos. O tempo de permanência da mistura de reação no reator foi de 15 minutos.

O gel produto obtido foi analisado e verificou-se que apresenta um teor residual de ácido acrílico de 0,6 % em peso (com base no teor de sólidos) e um teor de sólidos de 45,0 % em peso. Quaisquer partículas de gel com diâmetro de 50 mm ou mais foram separadas.

Exemplos de 1 a 4

Após polimerização e cominuição em gel, aplicou-se o gel polimérico aquoso em uma secadora de esteira. Ao todo secou-se 18,3 toneladas métricas/h de gel polimérico aquoso apresentando um teor d'água de 55 % em peso. O gel foi aplicado na esteira transportadora da secadora por meio de uma esteira pivotante de uma altura de 30 cm. A altura da camada de gel foi de cerca de 10 cm.

A velocidade da esteira da secadora foi de 0,02 m/s e o tempo de permanência na esteira da secadora esteira da secadora foi de cerca de 37 minutos.

A secadora de esteira foi subdividida em um total de seis zonas de temperatura em que as temperaturas de entrada do gás foram ajustáveis independentemente. O tempo de permanência nas zonas de temperatura de T_1 a T_6 foi de ($n=1$; $a=2$; $b=3$, $c=6$):

Zona de temperatura	Tempo de permanência relativo	Tempo de permanência absoluto
T_1	9 %	cerca de 3,3 minutos
T_2	9 %	cerca de 3,3 minutos
T_3	14 %	cerca de 5,2 minutos
T_4	$22\frac{2}{3}$ %	cerca de 8,4 minutos
T_5	$22\frac{2}{3}$ %	cerca de 8,4 minutos
T_6	$22\frac{2}{3}$ %	cerca de 8,4 minutos

A esteira foi submetida a um fluxo de ar dirigido no sentido ascendente nas zonas de temperatura de T_1 a T_3 . A velocidade do ar foi de 1,2 m/s.

A esteira foi submetida a um fluxo de ar dirigido de cima para baixo nas zonas de temperatura de T_4 a T_6 . A velocidade do ar foi de 1,8 m/s.

As temperaturas de entrada do gás das zonas de temperatura individuais encontram-se resumidas na tabela 1 e os resultados medidos encontram-se na tabela 2.

Tabela 1: Temperaturas de entrada do gás

Exemplo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅	T ₆
1	175°C	175°C	175°C	175°C	175°C	175°C
2	180°C	180°C	175°C	175°C	175°C	175°C
3	180°C	180°C	165°C	175°C	175°C	175°C
4	180°C	175°C	165°C	175°C	170°C	165°C

Tabela 2: Resultados medidos

Exemplo	CRC ₁	Extraíveis ₁	CRC ₂	Extraíveis ₂	DQI
1	34,1 g/g	8,5 % em peso	44,9 g/g	16,7 % em peso	9,5
2	34,0 g/g	8,4 % em peso	42,1 g/g	14,4 % em peso	7,05
3	34,6 g/g	8,1 % em peso	39,0 g/g	12,8 % em peso	4,55
4	34,3 g/g	8,2 % em peso	34,9 g/g	8,5 % em peso	0,45

Exemplos de 5 a 7

5 Após polimerização e cominuição em gel, o gel polimérico aquoso foi aplicado em uma secadora de esteira. Ao todo secou-se 18,3 toneladas métricas/h de gel polimérico aquoso apresentando um teor d'água de 55 % em peso. O gel foi aplicado na esteira transportadora da secadora via uma esteira pivotante de uma altura de 30 cm. A altura da camada de gel foi de cerca de 10 cm.

10 A velocidade da esteira da secadora foi de 0,02 m/s e tempo de permanência na esteira da secadora foi de cerca de 37 minutos.

A secadora de esteira foi subdividida em um total de seis zonas de temperatura em que as temperaturas de entrada do gás foram ajustáveis independentemente. O tempo de permanência nas zonas de temperatura de T₁ a T₆ foi de (n=1; a=2; b=3, c=6):

Zona de temperatura	Temperatura	Tempo de permanência relativo	Tempo de permanência absoluto
T ₁	180°C	9 %	cerca de 3,3 minutos
T ₂	175°C	9 %	cerca de 3,3 minutos
T ₃	165°C	14 %	cerca de 5,2 minutos
T ₄	175°C	22 ² / ₃ %	cerca de 8,4 minutos
T ₅	170°C	22 ² / ₃ %	cerca de 8,4 minutos
T ₆	165°C	22 ² / ₃ %	cerca de 8,4 minutos

A direção do fluxo contra a esteira transportadora em cada zona de temperatura foi selecionável independentemente, seja para baixo ou para cima. O teor de água na reversão do ar foi ajustado através do tempo de permanência. Com este objetivo, o número de zonas de temperatura

submetido a fluxo ascendente ou descendente foi variado apropriadamente.

O fluxo de ar contra a esteira foi ascendente nas zonas de temperatura ascendentes. A velocidade do ar foi de 1,2 m/s.

O fluxo de ar contra a esteira foi descendente nas zonas de temperatura descendentes. A velocidade do ar foi de 1,8 m/s.

Os ajustes dos parâmetros encontram-se resumidos na tabela 3 e os resultados medidos encontram-se na tabela 4.

Tabela 3: Velocidades do ar, tempos de permanência relativos e teores de água na direção de reversão do fluxo

Exemplo	Tempo de permanência relativo do hidrogel na reversão do fluxo	Teor de água do hidrogel na reversão do fluxo
5	32 %	29,9 % em peso
6	18 %	36,3 % em peso
7	54 ¹ / ₃ %	25,8 % em peso

Tabela 4: Resultados medidos

Exemplo	CRC ₁	Extraíveis ₁	CRC ₂	Extraíveis ₂	DQI
5	34,4 g/g	8,2 % em peso	35,1 g/g	8,3 % em peso	0,41
6	34,3 g/g	8,3 % em peso	38,7 g/g	9,6 % em peso	2,84
7	34,6 g/g	8,1 % em peso	39,2 g/g	12,9 % em peso	4,68

Exemplos de 8 a 10

Após a polimerização e cominuição em gel, o gel polimérico aquoso foi aplicado em uma secadora de esteira. Ao todo secou-se 18,3 toneladas métricas/h de gel polimérico aquoso apresentando um teor d'água de 55 % em peso. O gel foi aplicado na esteira transportadora da secadora com uma esteira pivotante de uma altura de 30 cm. A altura da camada de gel foi de cerca de 10 cm.

O comprimento efetivo da esteira transportadora para secagem foi de 44 m.

A secadora de esteira foi subdividida em um total de seis zonas de temperatura em que as temperaturas de entrada do gás foram ajustáveis independentemente. O tempo de permanência nas zonas de temperatura de T₁ a T₆ foi de (n=1; a = 2; b=3, c=6):

Zona de temperatura	Temperatura	Tempo de permanência relativo
T ₁	180°C	9 %
T ₂	175°C	9 %
T ₃	165°C	14 %
T ₄	175°C	22 ² / ₃ %
T ₅	170°C	22 ² / ₃ %
T ₆	165°C	22 ² / ₃ %

O tempo de permanência na secadora de esteira foi ajustado por meio da velocidade da esteira. A velocidade do gás à qual a camada de hidrogel foi erguida da esteira (ponto de fluidização) foi de 11 m/s.

5 Um fluxo de ar foi dirigido no sentido ascendente contra a esteira nas zonas de temperatura de T₁ a T₃.

Um fluxo de ar foi dirigido no sentido descendente contra a esteira nas zonas de temperatura de T₄ a T₆. A velocidade do ar foi de 1,8 m/s.

10 Os ajustes dos parâmetros encontram-se resumidos na tabela 5 e os resultados medidos encontram-se na tabela 6.

Tabela 5: Velocidades do ar, tempos de permanência relativos e os teores de água na direção da reversão do fluxo

Exemplo	Velocidade do ar antes da inversão de fluxo	Velocidade do ar antes da inversão de fluxo (baseado em v _{max})	Tempo de permanência na secadora
8	0.8 m/s	7 %	50 minutos
9	1,2 m/s	11 %	30 minutos
10	3,2 m/s	29 %	40 minutos

Tabela 6: Resultados medidos

Exemplos	Teor de água após secagem	DQI
8	7 % em peso	8,10
9	4 % em peso	0,45
10 ^{*)}	5 % em peso	2,70

*) Fendimento na camada de gel

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produzir um polímero absorvedor de água apresentando um baixo índice de qualidade de secagem por meio de polimerização de uma solução de monômero, compreendendo pelo menos um monômero ácido funcional etilenicamente insaturado e pelo menos um reticulador, e secagem do hidrogel resultante por meio de um fluxo de gás aquecido, caracterizado pelo fato de que compreende

- efetuar a secagem em pelo menos duas zonas de temperatura para as quais as temperaturas de entrada do gás satisfazem a condição de que T_n seja diferente de T_{n+a} , e a temperatura de entrada de gás T_{n+a} é pelo menos 150 °C, sendo que os índices n e a são, cada um, um número inteiro maior do que 0, e/ou
- o fluxo de gás é escoado contra o hidrogel no sentido ascendente no setor a montante de uma secadora de esteira e no sentido descendente no setor a jusante da secadora de esteira, sendo que o sentido do fluxo é invertido a um teor de água de 15 % a 45 % em peso para o hidrogel, e/ou
- a camada de hidrogel é deixada fluir contra uma secadora de esteira no sentido ascendente até certo grau pelo menos, sendo que a velocidade é de 5 % a 30 % da velocidade do gás requerida para elevar o hidrogel da esteira.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que as temperaturas de entrada do gás satisfazem a condição de que T_n seja superior a T_{n+a} .

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a secagem é efetuada em pelo menos três zonas de temperatura para as quais as temperaturas de entrada do gás satisfazem a condição de que T_{n+a} seja inferior a T_{n+b} , sendo que o índice b é um número inteiro maior do que a.

4. Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que as temperaturas de entrada do gás satisfazem a condição de que T_n seja superior a T_{n+b} .

5 1 a 4, caracterizado pelo fato de que as temperaturas de entrada do gás em pelo menos duas das zonas de temperaturas de T_n a T_{n+a-1} satisfazem a condição de que T_{n+r} seja superior a T_{n+s} , sendo que o índice a é um número inteiro maior do que 1, o índice r é um número inteiro de 0 a $(a-2)$ e o índice s é um número inteiro de $(r+1)$ a $(a-1)$.

10 6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 5, caracterizado pelo fato de que as temperaturas de entrada do gás em pelo menos duas das zonas de temperatura de T_{n+b} a T_{n+c-1} satisfazem a condição de que T_{n+u} seja superior a T_{n+v} , sendo que o índice c é um número inteiro maior do que $(b+1)$, o índice u é um número inteiro de b a $(c-2)$ e o índice v é um número inteiro de $(u+1)$ a $(c-1)$.

15 7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, caracterizado pelo fato de que as temperaturas de entrada do gás em pelo menos três das zonas de temperatura de T_{n+b} a T_{n+c-1} satisfazem a condição de que T_{n+u} seja superior a T_{n+v} é superior a T_{n+w} , sendo que o índice c é um número inteiro maior do que $(b+2)$, o índice u é um número inteiro de b a $(c-3)$, o índice v é um número inteiro de $(u+1)$ a $(c-2)$ e o índice w é um número inteiro de $(v+1)$ a $(c-1)$.

20 8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 7 caracterizado pelo fato de que as temperaturas de entrada do gás diferem pelo menos 2°C .

25 9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o fluxo de gás é escoado contra o hidrogel no sentido ascendente no setor a montante da secadora de esteira e no sentido descendente no setor a jusante da secadora de esteira, sendo que o

sentido do fluxo é invertido a um teor de água de 20 % a 40 % em peso para o hidrogel.

10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a velocidade do fluxo de gás que flui contra a camada de hidrogel encontra-se em um estado elevado após a reversão do sentido do fluxo.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 10, caracterizado pelo fato de que a camada de hidrogel é deixada fluir contra uma secadora de esteira no sentido ascendente até certo grau pelo menos, sendo que a velocidade é de 10 % a 20 % da velocidade do gás requerida para elevar o hidrogel da esteira.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o hidrogel apresenta um teor de água na faixa de 30 % a 70 % em peso antes da secagem.

13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 12, caracterizado pelo fato de que o hidrogel apresenta um teor de água na faixa de 1 % a 10 % em peso após a secagem.

14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 13, caracterizado pelo fato de que a velocidade do fluxo de gás que flui contra a camada de hidrogel situa-se na faixa de 0,5 a 5 m/s.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 14, caracterizado pelo fato de que o fluxo de gás que flui contra a camada de hidrogel apresenta um teor de vapor d'água que corresponde a um ponto de orvalho não superior a 50°C.

16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 15, caracterizado pelo fato de que a temperatura do fluxo de gás que flui contra a camada de hidrogel situa-se na faixa de 50 a 250°C.

17. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 16, caracterizado pelo fato de que o tempo de permanência do hidrogel

na secadora situa-se na faixa de 10 a 120 minutos.

18. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 17, caracterizado pelo fato de que a pressão prevalente durante a secagem é inferior à pressão atmosférica.

5 19. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 18, caracterizado pelo fato de que a altura do fluxo de alimentação do hidrogel na esteira situa-se na faixa de 10 a 200 cm.

10 20. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 19, caracterizado pelo fato de que a velocidade da esteira situa-se na faixa de 0,005 a 0,05 m/s.

21. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 20, caracterizado pelo fato de que o Índice de Qualidade da Secagem para a secagem do hidrogel não é superior a 8.

15 22. Dispositivo para secagem de um polímero absorvedor de água, caracterizado pelo fato de que compreende

i) pelo menos uma esteira transportadora permeável a gás,

ii) pelo menos uma esteira transportadora i) tendo dispositivo de modo que dois ou mais fluxos de gás de temperaturas diferentes podem ser fornecidos a pelo menos uma esteira transportadora i),

20 iii) pelo menos um pré-aquecedor de gás,

iv) pelo menos um suprimento de gás direcionado para baixo sobre a esteira transportadora i),

v) se apropriado pelo menos um suprimento de gás direcionado para cima sobre a esteira transportadora i), a esteira transportadora i) primeiro sendo submetida ao fluxo direcionado para cima, e

25 vi) pelo menos um dispositivo para redução de pressão.

23. Dispositivo para secagem de um polímero absorvedor de água, caracterizado pelo fato de que compreende

i) pelo menos uma esteira transportadora permeável a gás,

ii) pelo menos uma esteira transportadora i) tendo dispositivo de modo que pelo menos dez fluxos de gás de temperaturas diferentes podem ser fornecidos a pelo menos uma esteira transportadora i),

iii) pelo menos um pré-aquecedor de gás,

5 iv) pelo menos um suprimento de gás direcionado para baixo sobre a esteira transportadora i),

v) se apropriado pelo menos um suprimento de gás direcionado para cima sobre a esteira transportadora i), a esteira transportadora i) primeiro sendo submetida ao fluxo direcionado para cima, e

10 vi) se apropriado pelo menos um dispositivo para redução de pressão.

24. Dispositivo de acordo com a reivindicação 22 ou 23, caracterizado pelo fato de que a esteira transportadora pode ser atingida pelo fluxo no sentido ascendente no setor a montante e no sentido descendente no setor a jusante.

15 25. Uso de um dispositivo como definido em qualquer uma das reivindicações de 22 a 24, caracterizado pelo fato de que é para secagem de um polímero absorvedor de água.