FI000105567B

(12) **PATENTTIJULKAISU**
PATENTSKRIFT

(10) **FI 105567 B**

(45) Patentti myönnetty - Patent beviljats **15.09.2000**

(51) Kv.lk.7 - Int.kl.7

C08J 3/12, B29B 9/00

(21) Patenttihakemus - Patentansökning **912599**

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag **30.05.1991**

(24) Alkupäiva - Löpdag **30.05.1991**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig **01.12.1991**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet

31.05.1990 US 531194 P 07.05.1991 US 694445 P

SUOMI – FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

(73) Haltija - Innehavare

1 •BASF Corporation, 3000 Continental Drive-North, Mount Olive, NJ 07828-1234, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1 •Woodrum,Guy T., 412 Cedar Lane Court, Chesapeake, VA 23320, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
2 •Majette,Thomas H., 4404 Schoolhouse Path, Portsmouth, VA 23703, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud: Papula Oy
Fredrikinkatu 61 A, 6.krs, 00100 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä hienojen superimukykyisten polymeeripartikkeleiden muuttamiseksi suuremmiksi partikkeleiksi
Förfarande för omvandling av fina superabsorbenta polymerpartiklar till större partiklar

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

EP A 326382 (C08J 3/12)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee menetelmää hienojen superimukykyisten partikkeleiden muuttamiseksi suuremmiksi partikkeleiksi (a) muodostamalla superimukykyisen polymeerin liuospolymerointiprosessin reaktiotuotteen ja hienojen superimukykyisten partikkeleiden dispersio; (b) lisäämällä 4 - 7 osaa vettä mainittujen partikkeleiden osaa kohti; (c) sekoittamalla dispersio ja vesi oleellisesti yhtenäiseksi seokseksi; ja (d) kuivaamalla seos.

Uppfinningen avser ett förfarande för omvandling av fina superabsorbenta polymerpartiklar till större partiklar genom (a) framställande av en dispersion av en reaktionsprodukt från en lösningspolymeriseringsprocess av en superabsorbent polymer och de fina superabsorbenta partiklarna; (b) tillsättande av 4 - 7 delar vatten per del nämda partiklar; (c) blandande av dispersionen och vattnet till en väsentligen homogen blandning; och (d) torkande av blandningen.

Menetelmä hienojen superimukykyisten polymeeripartikkeleiden muuttamiseksi suuremmiksi partikkeleiksi

Tämä keksintö koskee vesi-imukykyisiä polymeerejä, jotka tunnetaan tekniikan tasossa "superimukykyisinä" polymeereinä. Näillä polymeereillä on kyky absorboida suuria tilavuuksia vesipitoisia nesteitä ja on käyttöä kertakäyttöisten vaippojen, terveyssiteiden ja inkontinenttilaitteiden valmistamisessa. Superimukykyiset polymeerit valmistetaan ainakin yhdestä monomeeristä, jolla on polymeroituva kaksoissidos ja joka on vesiliukoinen tai joka tulee vesiliukoiseksi hydrolyysin jälkeen. Esimerkkejä sellaisista polymeereistä ovat ristisitoutuneet, osittain neutraloidut akryylihapon polymeerit ja kopolymeerit, tärkkelysympätyt, akryylihappopolymeerien polymeerit ja kopolymeerit ja tärkkelys-polyakryylinitriiliympätyt polymeerit. Sellaisten polymeerien valmistus on hyvin tunnettua tekniikan tasossa; katso esimerkiksi US-patenttijulkaisua 4076663, joka kuvaa tärkkelysympättyjen akryylihappopolymeerien liuospolymerointia.

Superimukykyiset polymeerit valmistetaan kaupallisessa mittakaavassa liuos- tai suspensio- tai emulsiopolymerointiprosessilla. Suspensio- tai emulsiomenetelmissä monomeeri polymeroidaan pienten pisaroiden, jotka on dispergoitu ei-vesipitoiseen suspensioväliaineeseen, muodossa ja saadaan talteen hienoina pallomaisina osina. Liuosmenetelmässä monomeeri polymeroidaan vedessä korkeaviskoottisen geelin tuottamiseksi, joka geeli puristetaan langoiksi tai filmeiksi, jotka kuivataan vesipitoisen polymerointiliuottimen poistamiseksi, ja jauhetaan partikkeleiksi. Tässä jauhamisvaiheessa tuotetaan hienoja partikkeleita (< 75 mikronia), jotka eivät ole haluttuja, koska niillä on huonot nesteabsorbanssiominaisuudet ja ne aiheuttavat pölyämisongelmia valmistusmenetelmissä lopputuotteiden valmistamiseksi. Tämä keksintö on suunnattu polymee-

reihin, jotka on valmistettu liuospolymerointimenetelmällä. Tämän keksinnön tarkoituksena on uudelleenkierrättää ei-halutut hienot partikkelit, jotka on tuotettu jauhamisvaiheessa, ja jalostaa ne suuremmiksi käyttökelpoisemmiksi partikkeleiksi.

Tämä keksintö on kohdistettu menetelmään uudelleenkierrättää ei-halutut superimukykyisten polymeerien hienot partikkelit käyttökelpoisiksi suurempikokoisiksi partikkeleiksi. Keksintö on ensisijaisesti kohdistettu liuospolymerointimenetelmän muunnokseen superimukykyisten polymeerien valmistamiseksi.

Superimukykyiset polymeerit ovat hyvin tunnettuja tekniikan tasosta. Näillä polymeereillä on kyky absorboida vesipitoisia nesteitä, ja niitä käytetään ensisijaisesti vaippojen ja muiden henkilökohtaisten hygieniatuotteiden valmistamisessa.

Liuospolymerointimenetelmässä vesiliukoinen monomeeri tai monomeeriseos liuotetaan vesipitoiseen polymerointiväliaineeseen. Initiaattorit, antioksidantit, ristisitojat ja muut lisäaineet sekoitetaan monomeeri-vesiseokseen, ja polymerointi aloitetaan. Syntynyt reaktiotuote on korkeaviskoottisen geelin muodossa. Korkeaviskoottinen geelimäinen reaktiotuote prosessoidaan sitten filmiksi tai nauhaksi, kuivataan ja jauhetaan partikkeleiksi, jotka valikoidaan tai luokitellaan erilaisiin partikkelikokofraktioihin. Ylisuuret ja alikokoiset partikkelit poistetaan menetelmän valikoimisvaiheen aikana. Edullisesti halutulla tuotteella pitäisi olla sellainen partikkelikokojakauma, että ainakin 50 painoprosentilla tuotteesta on 150 mikronin tai suurempi partikkelikoko, eikä suuremmalla kuin 20 painoprosentilla ole pienempää partikkelikokoa kuin 75 mikronia; edullisesti partikkelit eivät ole alle 100 mikronia. Partikkelit alle 75 mikronia ovat ei-haluttuja, koska ne aiheuttavat "geelin tukkeutumista" (alhainen imukyky) ja pölyämistä. Yleensä noin 10 - 20 painoprosenttia partikkeleista, joilla on 75

mikronin tai pienempi partikkelikoko, tuotetaan standardijauhamisvaiheessa.

Olemme keksineet, että noin 3 osaan asti superimukykyistä polymeeriä, jolla on partikkelikoko 75 mikronia tai pienempi, voidaan uudelleenkierrättää 95 - 100 osaan liuospolymeraation polymerointireaktiotuotetta, jossa liuoksessa kiinteiden aineiden pitoisuus on noin 20 prosenttia. Yllättävästi ei havaita merkittävää kasvua linjapaineessa, kun seos pumpataan prosessiputkiston läpi, eikä tuotteeseen vaikuteta laadullisesti. Keksinnön mukainen menetelmä suoritetaan sekoittamalla 0,2 - 4, edullisesti 1 - 3, osaa hienoja superimukykyisen polymeerin partikkeleita noin 95 - 100 osaan liuospolymerointireaktiotuotetta korkeaintensiteettisissä sekoitusolosuhteissa dispersion muodostamiseksi. Liuospolymerointireaktiotuote voi sisältää noin 10 - 25 painoprosenttia superimukykyistä polymeeriä; edullisesti noin 20 prosenttia. Neljästä noin seitsemään osaa vettä lisätään uudelleenkierrätettäviä polymeeripartikkeleita kohden. Mainittu vesi ja dispersio sekoitetaan oleellisesti tasaisen seoksen muodostamiseksi, ja mainittu seos kuivatetaan.

Keksintö on kohdistettu menetelmään, jossa uudelleenkierrätetään superimukykyisiä polymeeripartikkeleita vesiliuospolymerointimenetelmässä. Superimukykyiset polymeerit ovat hyvin tunnettuja tekniikan tasossa. Näillä polymeereillä on kyky absorboida suuria määriä vesiliuoksia, ja ne voidaan valita silloitetuista, osittain neutraloiduista polyakryylihappopolymeereistä (katso US 4654039), silloitetusta, osittain neutraloidusta tärkkelys-akryylihappoympätystä polymeeristä (US 4076663), silloitetusta, osittain neutraloidusta isobuteenin ja maleiinianhydridin kopolymeeristä (US 4389513), vinyyliasetaatti-akryylihappokopolymeerin saippuoimistuotteesta (US 4124748), akryyliamidipolymeerin tai akryyliamidikopolymeerin hydrolysaatista (US 3959569) tai akryylinit-

riilikopolymeerin hydrolysaatista (US 3935099). Edellä mainittujen patenttien opit liitetään tähän viitteenä. Vesiliuospolymerointimenetelmä on myös hyvin tunnettu tekniikan tasossa ja on kuvattu kirjallisuudessa; katso esimerkiksi US 4465039; 4076633; 4286082; ja 4525527. Viitattujen patenttien opit liitetään tähän viitteenä.

Vesiliuospolymerointimenetelmän prosessivaiheet ovat polymerointi, polymeerireaktiotuotteen hienoksi jauhaminen tai dispergointi filmiksi tai nauhaksi, geelin kuivaaminen, partikkelien jauhaminen ja valikoiminen. Partikkelien jauhamis- ja valikoimisvaiheissa noin 10 - 20 painoprosenttia reaktiotuotteesta saadaan talteen hienoina partikkeleina, joiden partikkelikoko on 75 mikronia tai pienempi. Nämä hienot partikkelit (< 75 mikronia) eivät ole haluttuja, koska niillä on huono absorbanssi ja ne pölyävät seuraavissa valmistusvaiheissa.

Alle 75 mikronin partikkeleiden huonot absorbanssiominaisuudet johtuvat "geelin tukkeutumisesta". Geelin tukkeutuminen on selvä vähenemä liuosabsorptiossa, mikä aiheutuu korkeasti nestemäisen geelin muodostumisesta, mikä sulkee sisäänsä tai ympäröi kostumattomia partikkeleita estäen enemmän nesteen kulkeutumisen hienojen superimukykyisten partikkeleiden pinnalle.

Keksinnön mukaisesti noin 95 - 100 osaa liuospolymerointiprosessin reaktiotuotetta, joka sisältää 10 - 25 painoprosenttia superimukykyistä polymeeriä, sekoitetaan noin 0,2 - 4, edullisesti 0,2 - 3,5, osan kanssa hienoja superimukykyisiä partikkeleita, joiden partikkelikoko on 75 mikronia tai pienempi, ja noin 4 - 7 osan kanssa vettä hienojen partikkeleiden osaa kohden. Syntynyt seos osoittaa parannettuja liuosominaisuuksia liuospolymerointireaktioseoksessa, jossa on sama superimukykyisten polymeerien sisältö. Edullisesti noin 1 - 3 osaa hienoja superimukykyisiä polymeeri-

partikkeleita ja noin 5 osaa vettä mainittuja polymeeripartikkeleita kohti lisätään reaktiotuotevirtaan, jossa on noin 15 - 20 painoprosenttinen polymeerisisältö.

Yllättävästi nämä seokset voidaan pumpata suuremmalla nopeudella kuin reaktiotuote, jossa on ekvivalenttinen kiinteän aineen sisältö, ilman huomattavaa kasvua linjapaineessa.

Superimukykyisen polymeerin liuospolymerointireaktiotuote on kovan, kumimaisen geelin muodossa. Keksinnön mukaisessa menetelmässä tämä geeli leikataan tai dispergoidaan paloihin, edullisesti puristamalla muotin läpi ja hakkaamalla puristettu nauha pelletin tapaisiksi paloiksi. Hienot superimukykyiset polymeeripartikkelit lisätään dispergoituun reaktiotuotegeeliin ja syntynyttä seosta sekoitetaan polymeeripartikkeleiden dispergoimiseksi reaktiotuotegeeliin. Edullisesti noin yksi osa vettä lisätään osaan hienoja superimukykyisiä polymeeripartikkeleita partikkelilisäysvaiheen aikana pienentämään hienojen partikkeleiden pölyämistä ja helpottamaan polymeeripartikkeleiden dispersiota reaktiogeelissä. Tämä sekoitusmenetelmä voidaan suorittaa puristamalla geelipartikkeliseos muotin läpi ja hakkaamalla tai pelletoimalla syntynyt nauha pelletinomaisiin paloihin. Syntynyt seos on hienojen superimukykyisten polymeeripartikkeleiden dispersio reaktiogeelissä. Noin 3 - 6 osaa vettä lisätään dispersioon ja sekoitusta jatketaan edelleen superimukykyisten partikkeleiden dispergoimiseksi reaktiogeeliin olennaisesti yhtenäisen superimukykyisten partikkeleiden seoksen muodostamiseksi reaktiogeelissä. Viimeinen sekoitusvaihe voidaan suorittaa puristamalla partikkeli-geeli-dispersio ja vesi muotin läpi.

Vesiliukoinen silloittaja lisätään edullisesti veden kanssa menetelmän viimeisessä sekoitusvaiheessa. Edullisesti noin 0,001 - 0,5 painoprosenttia vesiliukoista silloittajaa lisätään laskettuna hieno-

jen superimukykyisten polymeeripartikkeleiden painosta; edullisemmin noin 0,001 - 0,1 prosenttia.

Noin 1 - 25 painoprosenttia hienoista superimukykyisistä polymeeripartikkeleista laskettuna reaktiogeelin kiinteästä sisällöstä voidaan uudelleenkierrättää keksinnön mukaisen menetelmän mukaisesti. Kuitenkin sellaisten reaktiotuotteiden korkeasta viskositeetista johtuen on edullista olla noin 20 prosenttia tai vähemmän hienoja partikkeleita, jotta vaikutetaan hyvään polymeeripartikkeleiden dispersioon reaktiotuotegeelissä. Samoin vaikka olisi mahdollista suorittaa keksinnön mukainen menetelmä panostavalla, jatkuvatoiminen menetelmä on edullinen, koska jatkuvatoiminen menetelmä pienentää kiinteiden partikkeleiden sekoituksen vaikeutta korkeaviskositeettiseen geeliin, ja se minimoi polymeeriketjujen leikkaamisen.

Edullisesti hienoja superimukykyisiä polymeeripartikkeleita lisätään jatkuvasti hakattuun reaktiotuotegeeliin jatkuvatoimisella sekoitusalueella. Noin yksi osa vettä voidaan lisätä uudelleenkierrätettyä superimukykyistä polymeeripartikkeliosaa kohti. Prosenttitermeissä yleensä noin 15 - 25 prosenttia menetelmässä käytetystä vedestä lisätään uudelleenkierrätettyjen hienojen superimukykyisten partikkeleiden kanssa. Hienojen partikkeleiden reaktiogeeliin sekoittamisen jälkeen jäljellä oleva vesi lisätään geelipartikkelidispersioon muodostamaan olennaisesti yhtenäinen geelin ja uudelleenkierrätettyjen partikkeleiden seos. Edullisesti toisen vesilisäyksen kanssa lisätään vesiliukoista silloittajaa partikkeligeeliseokseen. Silloittajan lisäys tässä vaiheessa parantaa syntyvän superimukykyisen tuotteen tehoominaisuuksia. Syntyvä prosessivirta sekoitetaan, kuivataan, jauhetaan ja valikoidaan tavanomaisella tavalla käyttämällä tekniikan tasossa hyvin tunnettuja tekniikoita ja välineitä.

Seuraavat esimerkit valaisevat keksintöä. Nämä esimerkit tarkastelevat menetelmän suorittamista jatkuvatoimisella tavalla käyttämällä kaksivaiheista lisäysmenetelmää, joka on hahmoteltu edellä hienojen superimukykyisten partikkeleiden liittämiseksi reaktiogeeliin. Esimerkit valaisevat tuloksia, jotka on saatu jatkuvassa liuospolymerointilinjassa ja ovat yksinkertaistettu tarpeettomien yksityiskohtien jättämisellä pois.

Esimerkki 1

Putkistosysteemiä, joka on suunniteltu toimimaan 13,8 bar (200 psi) maksimilinjapaineessa, käytettiin tässä esimerkissä. Tämä systeemi sisälsi 13,8 bar:n (200 psi:n) paineenkevennyslaitteen, ja sitä operoidaan 12,4 bar (180 psi) paineessa satunnaisten paineaaltojen mukauttamiseksi.

12,4 bar (180 psi) linjapaineessa tätä systeemiä käytettiin siirtämään 16 - 17 % kiinteää, geelimäistä superimukykyisen liuospolymerointiprosessin reaktiotuotetta, ja maksimisiirtonopeus määritettiin 12,4 bar (180 psi) toimintapaineessa.

Tällä superimukykyisellä polymeerillä sen kuivassa, jauhemaisessa muodossa on seuraavat tyypilliset ominaisuudet:

Kokonaisabsorbanssi (g/g - 0,9 % Saliini)	50
Geelin lujuus (Shear modulus dynas/cm)	80 000
Kosteuspitoisuus	8 %

Tyyppi - tärkkelysympätty polyakryylihappo

Polymeerin siirtonopeus määritettiin, ja sen arvo järjestettiin suhteellisena siirtonopeutena 100, so. jos todellinen siirtonopeus oli 454 kg (1000 naulaa) tunnissa, se arvo kiinnitettiin maksimipumppausnopeudeksi ja vastaamaan 100.

Esimerkki 2

Tässä esimerkissä käytetään samaa reaktiotuotetta ja putkistosysteemiä kuin käytettiin esimerkissä 1. Valmistettiin seos, joka sisälsi 95,9 osaa

(16 - 17 % kiinteitä aineita) reaktiotuotetta, 2,4 osaa erityistä superimukykyistä polymeeriä, jonka partikkelikoko on 75 mikronia tai pienempi, ja 12 osaa prosessivettä. Tämä seos sekoitettiin olennaisesti yhtenäiseen olotilaan ja pumpattiin putkistosysteemiin. 12,4 bar:ssa (180 psi:ssä) suhteellinen siirtonopeus 110,9 saavutettiin tälle seokselle.

Esimerkin 1 ja esimerkin 2 tulosten vertailu osoittaa, että 10,9 prosentin kasvu tuottavuudessa saavutettiin ja 15 osaa ei-haluttuja hienoja partikkeleita uudelleenkierrätettiin. Kun polymeerigeeli esimerkeistä 1 ja 2 kuivattiin ja jauhettiin, hienojen partikkeleiden (< 75 mikronia) määrä ja tuotteen laatu olivat oleellisesti samat.

Esimerkki 3

Esimerkki 2 toistetaan paitsi, että 3,2 osaa erityistä hienoa superimukykyistä polymeeriä ja noin 16 osaa vettä lisätään reaktiotuotegeeliin. Suhteellisen siirtonopeuden tälle seokselle määritettiin olevan pienempi kuin 100.

Tämä esimerkki toistetaan. Saavutetaan suhteellinen siirtonopeus suurempi kuin 100. Mekaaniset ongelmat luetaan ensimmäisen, edellä kerrotun, epäonnistuneen kokeen syyksi.

Esimerkki 4 ja 5

Esimerkki 2 toistetaan paitsi, että käytetään 0,8 osaa erityistä hienoa superimukykyistä polymeeriä esimerkissä 4 ja 1,6 osaa esimerkissä 5. Viisi osaa prosessivettä yhtä osaa jauhetta kohti käytetään kummassakin esimerkissä. Kummassakin esimerkissä suhteellinen siirtonopeus ylittää 100.

Esimerkki 6

Esimerkki 1 toistetaan käyttämällä suhteellista siirtonopeutta 110,9. 13,8 bar:n (200 psi:n) maksimipaineohjearvo ylitettiin ja siirtonopeutta pienennettiin 100:aan, jotta ylläpidettiin siirtoputkipaine 12,4 bar:ssa (180 psi:ssä).

Edellä olevat esimerkit valaisevat keksintöä. Keksinnön muunnokset ovat ilmeisiä alan ammattimiehelle. Erilaisia lisäaineita, kuten silloittajia, antioksidantteja, täyteaineita jne., voidaan lisätä superimukykyiseen polymeeriseokseen superimukykyisten partikkeleiden dispersion aikana vesiliuokseen polymerointireaktiotuotteeseen.

Esimerkinomaisia silloittavia yhdisteitä ovat vesiliukoiset diglysidyylieetteriyhdisteet, halogeeniepoksiyhdisteet ja aldehydit, jotka muodostavat kovalenttisia sidoksia superimukykyisten seosten polymeeristen ketjujen välillä. Myös ionisia polyvalenttisten epäorgaanisten yhdisteiden silloittajia voidaan käyttää. Esimerkinomaisia silloittajia ovat etyleeniglykoli-diglysidyylieetteri, dipropyleeniglykoli-diglysidyylieetteri, (poly)-etyleeniglykoli-diglysidyylieetteri, dietyleeniglykoli-diglysidyylieetteri, (poly)-glyseriini-diglysidyylieetteri, natriumaluminiumsulfaatti, metyyli-epikloorihydriini, glyoksaali.

Tässä hakemuksessa ja sen vaatimuksissa käytetyt prosenttisuusarvot ovat painoprosentteja ellei toisin ole ilmoitettu. Termin, olennaisesti yhtenäinen seos, kuten on käytetty vaatimuksissa, on tarkoitettu tarkoittavan, että uudelleenkierrätetyt hienot superimukykyiset partikkelit eivät ole ilman muuta ihmissilmällä silminnähtäviä kasaantuneen jauheen valkoisina täplinä ja seoksella on yleisen yhtenäinen ulkomuoto silmälle.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä muodostaa hienoista partikkeleista muodostuvista superimukykyisistä partikkeleista suurempia partikkeleita, t u n n e t t u siitä, että

(a) muodostetaan superimukykyisen polymeerin liuospolymerointiprosessin reaktiotuotteen ja hienojen superimukykyisten polymeeripartikkelien, joiden partikkelikoko on 75 µm tai pienempi, dispersio, jossa superimukykyinen polymeeri on silloittunut, osittain neutraloitu polyakryylihappopolymeeri, silloittunut osittain neutraloitu tärkkelysakryylihappo-oksaspolymeeri, silloittunut, osittain neutraloitu isobuteenin ja maleiinianhydridin kopolymeeri, vinyyliasetaattiakryylihappokopolymeerin saippuointituote, akryyliamidin tai akryyliamidikopolymeerin hydrolysaatti tai akryylinitriilikopolymeerin hydrolysaatti, jolloin mainittu dispersio käsittää 0,2 - 4 osaa mainittuja hienoja polymeeripartikkeleita 95 - 100 osaa kohti mainittua reaktiotuotetta ja jolloin mainitussa reaktiotuotteessa on superimukykyisen polymeerin pitoisuus 10 - 25 painoprosenttia;

(b) lisätään 4 - 7 osaa vettä osaa kohti mainittuja partikkeleita dispersioon;

(c) sekoitetaan mainittu vesi ja mainittu dispersio oleellisesti tasaisen seoksen muodostamiseksi; ja

(d) kuivataan mainittu seos.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että 15 - 25 painoprosenttia vettä lisätään vaiheessa (a).

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesiliukoista silloittajaa lisätään dispersioon vaiheessa (b).

4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesiliuokoista silloittajaa lisätään 0,001 - 0,5 painoprosenttia laskettuna mainittu-

jen hienojen silloitettujen superimukykyisten polymeeripartikkeleiden painosta.

5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että silloittajaa lisätään 0,001 - 0,1 painoprosenttia.

6. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että silloittaja on vesiliukoinen diglysidyylieetteri.

7. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että silloittaja on alkyleeniglykolidiglysidyylieetteri.

8. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittuja partikkeleita on läsnä 3 osaa 100 osaa mainittua reaktiotuotta kohti ja mainitussa reaktiotuotteessa on polymeeripitoisuus 15 - 20 painoprosenttia.

9. Menetelmä muodostaa hienoista partikkeleista koostuvista superimukykyisistä partikkeleista suurempia partikkeleita, t u n n e t t u siitä, että

(a) muodostetaan superimukykyisen polymeerin liuospolymerointiprosessin reaktiotuotteen ja hienojen superimukykyisten polymeeripartikkelien, joiden partikkelikoko on 75 µm tai pienempi, dispersio, jossa superimukykyinen polymeeri on silloittunut, osittain neutraloitu polyakryylihappopolymeeri, silloittunut osittain neutraloitu tärkkelysakryylihappo-oksaspolymeeri, silloittunut, osittain neutraloitu isobuteenin ja maleiinianhydridin kopolymeeri, vinyyliasetaattiakryylihappokopolymeerin saippuointituote, akryyliamidin tai akryyliamidikopolymeerin hydrolysaatti tai akryylinitriilikopolymeerin hydrolysaatti, jolloin mainittu dispersio käsittää 0,2 - 4 osaa mainittuja hienoja polymeeripartikkeleita 95 - 100 osaa kohti mainittua reaktiotuotetta ja jolloin mainitussa reaktiotuotteessa on superimukykyisen polymeerin pitoisuus 10 - 25 painoprosenttia;

(b) lisätään 4 - 7 osaa vettä osaa kohti mainittuja partikkeleita dispersioon;

(c) lisätään silloittajayhdistettä mainittuun dispersioon ja sekoitetaan mainittu vesi ja dispersio oleellisesti tasaisen seoksen muodostamiseksi, ja

(d) kuivataan mainittu seos.

PATENTKRAV

1. Förfarande för att av superabsorbenta polymerpartiklar som bildas av fina partiklar bilda större partiklar, k ä n n e t e c k n a t därav, att

(a) en dispersion av en reaktionsprodukt från en lösningspolymeriseringsprocess av en superabsorbent polymer och fina superabsorbenta polymerpartiklar, vilkas partikelstorlek är 75 µm eller mindre, framställs, vari den superabsorbenta polymeren utgörs av en tvärbunden, delvis neutraliserad polyakrylsyrapolymer, en tvärbunden, delvis neutraliserad stärkelse-akrylsyra-ymppolymer, en tvärbunden, delvis neutraliserad sampolymer av isobuten och maleinanhydrid, en förtvålningsprodukt av vinylacetatakrylsyrasampolymer, ett hydrolysat av akrylamid eller akrylamidsampolymer eller ett hydrolysat av akrylnitrilsampolymer, varvid den nämnda dispersionen omfattar 0,2 - 4 delar av nämnda fina polymerpartiklar per 95 - 100 delar av den nämnda reaktionsprodukten och varvid den superabsorbenta polymerens halt i den nämnda reaktionsprodukten är 10 - 25 vikt-%;

(b) 4 - 7 delar vatten per del nämnda partiklar tillsätts i dispersionen;

(c) det nämnda vattnet och den nämnda dispersionen omblandas för bildande av en väsentligen homogen blandning; och

(d) den nämnda blandningen torkas.

2. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att 15 - 25 vikt-% vatten tillsätts i skedet (a).

3. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att i skedet (b) tillförs till dispesrionen ett vattenlösligt tvärbindande ämne.

4. Förfarande enligt patentkrav 3, k ä n n e t e c k n a t därav, att 0,001 - 0,5 vikt-% vattenlösligt tvärbindande ämne beräknad på vikten av de

nämnda fina tvärbundna superabsorbenta polymererna tillsätts.

5. Förfarande enligt patentkrav 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att 0,001 - 0,1 vikt-% tvärbindande ämne tillsätts.

6. Förfarande enligt patentkrav 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att det tvärbindande ämnet utgörs av en vattenlöslig diglysidyleter.

7. Förfarande enligt patentkrav 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att det tvärbindande ämnet utgörs av en alkylenglykoldiglysidyleter.

8. Förfarande enligt patentkrav 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att av de nämnda partiklarna är 3 delar per 100 delar av den nämnda reaktionsprodukten närvarande och i den nämnda reaktionsprodukten är polymerhalten 15 - 20 vikt-%.

9. Förfarande för att av superabsorbenta polymerpartiklar som består av fina partiklar bilda större partiklar, k ä n n e t e c k n a t därav, att

(a) en dispersion av en reaktionsprodukt från en lösningspolymeriseringsprocess av en superabsorbent polymer och fina superabsorbenta polymerpartiklar, vilkas partikelstorlek är 75 µm eller mindre, framställs, vari den superabsorbenta polymeeren utgörs av en tvärbunden, delvis neutraliserad polyakrylsyrapolymer, en tvärbunden, delvis neutraliserad stärkelse-akrylsyra-ymppolymer, en tvärbunden, delvis neutraliserad sampolymer av isobuten och maleinanhydrid, en förtvålningsprodukt av vinylacetatakrylsyrasampolymer, ett hydrolysat av akrylamid eller akrylamidsampolymer eller ett hydrolysat av akrylnitrilsampolymer, varvid den nämnda dispersionen omfattar 0,2 - 4 delar av nämnda fina polymerpartiklar per 95 - 100 delar av den nämnda reaktionsprodukten och varvid i den nämnda reaktionsprodukten den superabsorbenta polymerens halt är 10 - 25 vikt-%;

(b) 4 - 7 delar vatten per del nämnda partiklar tillsätts i dispersionen;

(c) till den nämnda dispersionen tillsätts en tvärbindande förening och det nämnda vattnet och dispersionen omblandas för bildande av en väsentligen homogen blandning; och

(d) den nämnda blandningen torkas.