



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년04월25일
 (11) 등록번호 10-1389190
 (24) 등록일자 2014년04월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61L 15/60 (2006.01) *A61L 15/42* (2006.01)
C08F 8/44 (2006.01) *C08J 3/24* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2008-7028314
 (22) 출원일자(국제) 2007년04월20일
 심사청구일자 2012년01월25일
 (85) 번역문제출일자 2008년11월19일
 (65) 공개번호 10-2009-0015068
 (43) 공개일자 2009년02월11일
 (86) 국제출원번호 PCT/EP2007/003483
 (87) 국제공개번호 WO 2007/121941
 국제공개일자 2007년11월01일
 (30) 우선권주장
 10 2006 019 157.9 2006년04월21일 독일(DE)
 (56) 선행기술조사문헌
 JP2006028481 A*
 WO2004037903 A2
 US5973042 A
 JP2006526691 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
에보닉 데구사 게엠베하
 독일 45128 에센 렐링하우저 스트라쎄 1-11
 (72) 발명자
발덴, 미르코
 독일, 헤르텐 45699, 바흐스트라쎄 48
테니, 라이너
 독일, 뫼르스 47447, 파펠스트라쎄 15
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
청운특허법인

전체 청구항 수 : 총 21 항

심사관 : 이훈재

(54) 발명의 명칭 **높은 투과성을 가지는 초흡수성 중합체 구조의 제조**

(57) 요약

본 발명은 적어도 표면 가교결합된(surface-crosslinked) 구조 표면(structure surface)을 가지는 수분 흡수성 중합체구조(water-absorbing polymer structure) 및 적어도 부분적으로 구조 표면에 고정된 많은 양의 미세한 입자를 포함하는 초흡수체 조성물(superabsorber composition)에 관한 것이다.

본 발명은 초흡수체 조성물, 초흡수체 조성물의 제조를 위한 공정, 이 공정에 의해 얻을 수 있는 초흡수체 조성물, 본 발명에 따른 초흡수체 조성물을 포함하는 복합체, 복합체의 제조를 위한 공정, 이 공정에서 얻을 수 있는 복합체, 본 발명에 따른 초흡수성 조성물의 화학 제품에 관한 용도, 및 본 발명에 따른 초흡수성 조성물 또는 본 발명에 따른 복합체를 포함하는 화학 제품에 관한 것이다.

(72) 발명자

라이만, 아르민

독일, 빌리히 47877, 베스트스트라세 44

슈미트, 하랄드

독일, 튀니스폴스트 47918, 호테세르 베그 48

특허청구의 범위

청구항 1

구조 표면(structure surface)을 갖는, 적어도 표면 가교결합된(surface-crosslinked) 수분 흡수성 중합체 구조(water-absorbing polymer structure), 및

상기 구조 표면에 적어도 부분적으로 고정된 다수의 미세 입자(fine particles)를 포함하고,

상기 미세 입자는 바인더를 통하여 고정되고,

상기 다수의 미세 입자 중 적어도 2개가 상호 결합되어 미세 입자 응집물(agglomerate)을 형성하고,

상기 바인더는 주된 바인더 성분으로서 선형 폴리에테르 중합체인 유기 화합물을 포함하며, 그리고

상기 미세입자는 무기물로서 알루미늄을 함유하는 초흡수체 조성물(superabsorber composition).

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 유기 화합물은 20℃에서 고체인 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 유기 화합물은 중량평균 분자량 M_w 가 100 내지 1,000,000 g/mol의 범위에 있는 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 유기 화합물은 폴리알킬렌 글리콜(polyalkylene glycol)인 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 유기 화합물은 폴리에틸렌 글리콜(polyethylene glycol) 또는 폴리프로필렌 글리콜(polypropylene glycol)인 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물.

청구항 12

제1항에 있어서, 상기 미세 입자의 적어도 50 중량%는 평균 입자 직경이 10 내지 1,000 μ m 범위에 있는 것을 특

징으로 하는 초흡수체 조성물.

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

제1항에 있어서, 상기 미세 입자는 염(salt) 형태인 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물.

청구항 17

제1항에 있어서, 상기 미세 입자는 적어도 2개의 다른 타입의 미세 입자를 포함하는 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물.

청구항 18

- i) 구조 표면을 갖는, 적어도 표면 가교결합된 수분 흡수성 중합체 구조를 제공하는 단계;
 - ii) 다수의 미세 입자들을 포함하는 미세 입자 성분을 제공하는 단계, 상기 미세 입자들은 무기물로서 알루미늄을 함유함;
 - iii) 상기 다수의 미세 입자들을 포함하는 미세 입자 성분을 상기 수분 흡수성 중합체 구조와 혼합하는 단계; 및
 - iv) 상기 미세 입자들의 적어도 일부를 상기 구조 표면에 고정화하는 단계;
- 를 포함하며,
상기 미세 입자 성분은 추가적으로 선형 폴리에테르 중합체인 바인더를 포함하는 초흡수체 조성물의 제조 방법.

청구항 19

삭제

청구항 20

제18항에 있어서, 상기 미세 입자 성분은 상기 수분 흡수성 중합체 구조와 혼합되기 전에 바인더와 예비 혼합되는 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물의 제조 방법.

청구항 21

제18항에 있어서, 상기 고정화 단계는 가열에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물의 제조 방법.

청구항 22

제18항, 제20항 및 제21항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 고정화하는 단계는 미세 입자 성분의 구성 성분의 연화(softening) 온도의 10%를 넘지 않는 가열에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 초흡수체 조성물의 제조 방법.

청구항 23

제18항, 제20항 및 제21항 중 어느 한 항의 제조 방법에 의하여 얻어지는 조성물.

청구항 24

제1항에 있어서, 상기 조성물은,

(β1) 15 g/g 이상의 0.3 psi의 압력에서 ERT 442.2-02에 따른 AAP 값,

(β2) 12 g/g 이상의 0.7 psi의 압력에서 ERT 442.2-02에 따른 AAP 값,

(β3) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC 값이 20g/g 보다 크고 22 g/g 이하에서, 110×10^{-7} cm³/g 이상의 SFC 값,

(β4) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC 값이 22 g/g 보다 크고 24 g/g 이하에서, 90×10^{-7} cm³/g 이상의 SFC 값,

(β5) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC 값이 24g/g 보다 크고 26g/g 이하에서, 70×10^{-7} cm³/g 이상의 SFC 값,

(β6) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC 값이 26g/g 보다 크고 28g/g 이하에서, 50×10^{-7} cm³/g 이상의 SFC 값,

(β7) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC 값이 28g/g 보다 크고 30g/g 이하에서, 30×10^{-7} cm³/g 이상의 SFC 값, 및

(β8) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC 값이 30g/g 보다 큰 값에서, 10×10^{-7} cm³/g 이상의 SFC 값의 특성 중 적어도 하나의 특성을 갖는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 25

제1항에 따른 초흡수체 조성물 및 기재(substrate)를 포함하는 복합체(composite).

청구항 26

제1항에 따른 초흡수체 조성물 및 기재를 포함하는 복합체를 제조하는 방법으로서, 상기 중합체 구조 및 기제가 상호 접촉되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 27

제26항에 있어서,

- I) 기재를 제공하는 단계;
- II) 구조 표면을 갖는, 적어도 표면 가교결합된 수분흡수성 중합체 구조를 제공하는 단계;
- III) 다수의 미세 입자들을 포함하는 미세 입자 성분을 제공하는 단계, 상기 미세 입자들은 무기물로서 알루미늄을 함유함;
- IV) 상기 기재를 상기 적어도 표면 가교결합된 수분 흡수성 중합체 구조와 접촉시키는 단계;
- V) 상기 적어도 표면 가교 결합된 수분 흡수성 중합체 구조를 상기 미세 입자 성분과 접촉시키는 단계; 및
- VI) 상기 미세 입자들의 적어도 일부를 상기 구조 표면에 고정화시키는 단계;

를 포함하며,

상기 미세 입자 성분은 추가적으로 선형 폴리에테르 중합체인 바인더를 포함하는 것을 특징으로 하는 복합체의 제조방법.

청구항 28

제27항에 있어서, 상기 V)단계가 상기 IV) 단계 이후에 수행되는 것을 특징으로 하는 복합체의 제조방법.

청구항 29

제27항에 있어서, 상기 V) 단계가 상기 IV) 단계 전에 수행되는 것을 특징으로 하는 복합체의 제조방법.

청구항 30

제26항에 따른 방법에 의하여 수득된 복합체.

청구항 31

제1항에 따른 초흡수체 조성물을 포함하는 화학 제품.

청구항 32

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 초흡수체 조성물, 초흡수체 조성물의 제조를 위한 공정, 이 공정에 의해 얻을 수 있는 초흡수체 조성물, 본 발명에 따른 초흡수체 조성물을 포함하는 조성물, 조성물의 제조를 위한 공정, 이 공정에서 얻을 수 있는 조성물, 본 발명에 따른 초흡수성 조성물의 화학 제품에 관한 용도, 및 본 발명에 따른 초흡수성 조성물 또는 본 발명에 따른 조성물을 포함하는 화학 제품에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 초흡수체는 팽창과 히드로겔의 구조에 의해 많은 양의 물과 수용성 액체, 특히 체액(body fluids), 바람직하게는 소변 또는 혈액의 흡수와 이들을 일정 압력 하에서 보유가 가능한 가교결합된 중합체이다. 초흡수체는 바람직하게는 적어도 그들의 수분 중량의 100배를 흡수한다. 게다가 초흡수체의 상세한 설명은 "Modern Superabsorbent Polymer Technology, F.L.Buchholz, A.T. Graham, Wiley-VCH, 1998"에서 개시되어 있다. 상기의 특징들로 인하여, 상기의 수분 흡수성 중합체는 주로 위생 용품, 예를 들어 유아용 기저귀, 실금용 제품 또는 위생 타월 같은 것으로 구체화된다.

[0003] 최근의 상업적으로 가능한 초흡수체는 대체로 가교결합된 폴리아크릴 산(crosslinked polyacrylic acids) 또는 카르복실 그룹이 부분적으로 수산화 나트륨(sodium hydroxide) 용액 또는 수산화 칼륨(potassium hydroxide) 용액과 중화되어진 가교결합된 전분/아크릴 산 그래프트 중합체(crosslinked starch/acrylic acid graft polymer)이다. 상기의 것들은 그들의 모노머 아크릴 산 또는 염을 적합한 가교제의 존재 하에서 자유 라디칼 중합(free-radical polymerization)에 의해 얻을 수 있다. 다양한 중합 공정, 예를 들어 솔루션 중합, 에멀전 중합 또는 서스펜션 중합 같은 것들이 여기에서 사용 가능하다. 특히 입자 직경이 150 내지 850 μm의 범위에 있는 형태의 수분 흡수성 중합체는 결국 상기의 다양한 공정에 의해 얻어지고, 위생 용품에 적용된다.

[0004] 특히 압력 부하에서의 수분 흡수성 중합체의 흡수성을 향상시키기 위하여, 표면 영역의 카르복실레이트(carboxylate) 그룹은 코어-셸(core-shell) 구조를 형성하기 위해 후가교(post crosslinked)된다. 이것은 예를 들어, DE-A-40 20 780에서 수분 흡수성 중합체와 중합체의 카르복실 그룹과 반응이 가능한 알킬렌 카르보네이트(alkylene carbonate)와 반응하는 것이 알려져있다.

[0005] 심미적인 이유와 환경적인 측면에서, 상기의 수분 흡수성 중합체가 통상적으로 화이버 또는 입자의 형태로 들어 있는 유아용 기저귀, 실금용 제품과 위생 타월 같은 위생 용품을 더 작고 더 얇게 만들려는 경향이 증가하고 있다. 위생 용품의 일정한 전체적인 보존성을 확보하기 위하여, 이러한 요구는 오직 큰 부피의 플러프(fluff)의 용량을 줄이는 것으로만 충족될 수 있다. 결과적으로, 정확하게 투과성의 성질로 요약이 가능한 액체의 이동과 분포의 측면에서 추가적인 과정은 수분 흡수성 중합체에 의하게 된다.

[0006] 초흡수체의 원료에서, 투과성은 팽창된 상태에서 액체가 첨가되었을 때 이동과 입체적인 분포(three-dimensionally distribute)의 능력을 의미하는 것으로 이해될 수 있다. 팽창된 중합체 겔(polymer gel)에서, 이 과정은 겔 입자 사이의 공간을 통하여 모세관 이동을 통하여 진행된다. 팽창된 중합체 입자를 통과하는 액체의 이동은 확산 법칙을 따르고, 위생 용품이 사용되는 상황에서 액체의 분산에 아무 역할을 하지 않는 매우 느린 과정이다.

[0007] 앞서 설명된 후가교된 표면은 압력 부하 아래서 흡수도를 향상시키는 효과를 가진다. 이는 팽창된 중합체 입자

가 서로 받쳐주고 추가적으로 액체를 빨아 올리는 것을 방지하는 "겔 블로킹(gel blocking)"으로 알려진 현상을 후가교에 의하여 방지하기 때문이다. 그럼에도 불구하고, 표면 후가교만으로는 특별한 액체의 이동 즉, 투과성의 향상을 이룰 수 없다.

[0008] 투과성의 증가를 위한 종래 기술은 예를 들어, DE-A-199 09 838에서 개시된 것과 같은 양이온 존재하에, 특히 수성 알루미늄 염 용액의 존재하에서 표면 후가교를 수행하는 것이 알려져 있다. DE-A-102 49 821은 수분 흡수성 중합체의 투과성 향상을 위한 표면 후가교 동안에 예를 들어 실리카졸과 같은 무기졸(inorganic sol)의 첨가를 제안한다.

[0009] 종래 기술로 알려진 후가교 공정의 단점은 이러한 공정이 실제로 투과성을 향상시키지만 동시에 종종 압력 하의 흡수도를 심각하게 떨어뜨리는 영향을 지닌다는 것이다.

[0010]

발명의 상세한 설명

[0011] 본 발명의 목적은 이러한 종래 기술의 단점을 줄이거나 또는 극복하는 것이다.

[0012] 특히, 본발명은 특히 높은 중합체 함유량의 흡수성 구조를 가지는 수분 흡수성 중합체의 제조를 위한 공정을 제 공합과 동시에 가능한 낮은 "겔 블로킹"효과, 및 나아가 팽창된 상태에서 액체의 흡수체 구조 투과시 가능한 한 빠르고 균일한 분산을 할 수 있는 것을 목적으로 한다.

[0013] 본 발명은 또한 상기 언급된 유리한 특성을 가지는 수분 흡수성 중합체를 간단한 방법으로 준비할 수 있는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0014] 본 발명은 또한 "겔 블로킹"효과가 없을 가능성을 보이고 나아가 복합체를 통과하는 복합체 용액에서 빠르고 균 일하게 분포 가능한 복합체를 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0015] 상기 언급된 목적의 달성은 다음을 포함하는 초흡수성 조성물로 이루어 질 수 있다:

[0016] -적어도 표면 가교결합된(surface-crosslinked) 구조 표면(structure surface)를 가지는 수분 흡수성 중합체구 조(water-absorbing polymer structure), 및

[0017] -상기 표면 구조에 적어도 부분적으로 고정화된 다량의 미세 입자

[0018] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물을 포함하는 표면에서 후가교 결합된(post-crosslinked) 수분 흡수성 중합체 구 조(water-absorbing polymer structure)는 화이버(fibre), 폼(foam) 또는 입자(particle), 화이버들(fibres), 및 바람직한 입자 그리고 특히 더 바람직한 입자가 될 수 있다.

[0019] 본 발명에 따라서 바람직한 중합체 화이버들은 그들이 포함되 있는 또는 직물을 위한 방사 및 또한 직물 자체를 위한 부피를 지닌다. 본 발명에 따라 중합체 화이버들의 형태의 중합체 구조는 1 내지 500 mm, 더욱 바람직하게 는 2 내지 500 mm, 특히 바람직하게는 5 내지 100 mm 범위의 길이와 1 내지 200 데니어(denier), 바람직하게는 3 내지 100 데니어, 특히 바람직하게는 5 내지 60 데니어 범위의 직경을 가지는 것이 바람직하다.

[0020] 본 발명에 따라서 바람직한 중합체 입자는 ERT 420.2-02에 따른 그들의 평균 입자 크기가 10 내지 3,000 μm, 바 람직하게는 20 내지 2,000 μm, 특히 바람직하게는 150 내지 850μm 또는 150 내지 600μm의 범위에 있기위한 부피 를 가진다. 여기의 문맥상, 300 내지 600 μm 범위에 있는 입자 크기를 가지는 중합체 입자의 함유량이 후가교결 합된 수분 흡수성 중합체 입자의 총 중량 기준으로 적어도 30 중량%, 바람직하게는 적어도 40 중량%, 특히 바람 직하게는 적어도 50 중량%인 것이 특히 바람직하다.

[0021] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물의 바람직한 구체예에서, 상기 초흡수체 조성물은 다음에 기초한 수분 흡수성 중합체 구조를 포함한다.

[0022] (a1) 20-99.999 중량%, 바람직하게는 55-98.99 중량% 및 특히 바람직하게는 70-98.79 중량%의 산 그룹 또는 그들의 염을 이끄는 중합화된 에틸렌계 불포화 단량체, 또는 양성자화 또는 쿼터나이즈된 질소 또는 그들의 혼 합물을 포함하는 중합화된 에틸렌계 불포화 단량체, 또는 적어도 산 그룹, 바람직하게는 아크릴 산을 포함하는 에틸렌계 불포화된 단량체를 포함하는 혼합물

[0023] (a2) 0-80 중량%, 바람직하게는 0-44.99 중량%, 특히 바람직하게는 0.1-44.89 중량%의 (a1)과 공중합이 가능 한 중합화된 모노에틸렌계 불포화 단량체

- [0024] (a3) 0.001-5 중량%, 바람직하게는 0.01-3 중량%, 특히 바람직하게는 0.01-2.5 중량%의 하나 이상의 가교제
- [0025] (a4) 0 내지 30 중량%, 바람직하게는 0 내지 5 중량%, 특히 바람직하게는 0.1 내지 5 중량%의 수분흡수성 중합체
- [0026] (a5) 0 내지 20 중량%, 바람직하게는 2.5 내지 15 중량%, 특히 바람직하게는 3 내지 10 중량%의 물 및
- [0027] (a6) 0 내지 20 중량%, 바람직하게는 0 내지 10 중량% 그리고 특히 바람직하게는 0.1 내지 8 중량%의 하나 이상의 보조제(auxiliaries),
- [0028] (a1)에서 (a6)의 중량%의 합은 100 중량%임
- [0029] 산 그룹을 이끄는 모노에틸렌계 불포화 단량체 (a1)는 부분적으로 또는 전부, 바람직하게는 부분적으로 중화될 수 있다. 바람직하게, 산 그룹을 포함하는 모노에틸렌계 불포화 단량체는 적어도 50 몰(mol)%, 특히 바람직하게는 적어도 50 몰%, 더욱 바람직하게는 50-80 mol% 범위로 중화된다. 이것과 관련된 참고 문헌으로 이후에 참고 문헌으로써 소개될 DE 195-29-348 A1에 개시되어있다. 중화는 또한 중합화 이후에 부분적으로 또는 전체적으로 일어날 수 있다. 게다가, 중화는 알카리 금속 수산화물(alkali metal hydroxide), 알카라인 토금속 수산화물(alkaline earth metal hydroxide), 암모니아 및 탄산염, 중탄산염과 함께 수행될 수 있다. 추가적으로, 어떤 추가적인 산과 함께 수용성 염을 형성하는 베이스(base) 또한 생각할 수 있다. 중화는 암모니아 및 알카리 금속 수산화물과 함께 하는 것이 바람직하고, 특히 수산화 나트륨, 및 암모니아와 함께 하는 것이 바람직하다.
- [0030] 더욱이, 자유 산 그룹은 중합체가 산의 범위의 pH 값을 가지기 위하여 중합체에서 우세할 수 있다. 상기 산성의 수분 흡수성 중합체는 자유 염기(basic) 그룹을 포함하는 중합체, 바람직하게는 아민 그룹에 의하여 적어도 부분적으로 중화될 수 있다. 상기 중합체들은 공개 문헌이나 논문, 그중에서도 WO 99/34843 A1에서 혼합층 이온 교환 흡수성 중합체(mixed-bed ion exchange absorbent polymers, MBIEA polymers)로 불린다. WO 99/34843 A1는 참고 문헌으로 인용되고, 따라서 공개된 것의 일부를 이룬다. 원칙적으로, MBIEA 중합체는 한쪽은 음이온의 교환이 가능한 염기성 중합체이고, 다른 한 쪽은 양이온의 교환이 가능한 염기성 중합체와 비교하여 산성인 중합체를 포함하는 조성물이다. 상기 염기성 중합체는 염기성 그룹을 포함하고, 전형적으로 염기성 그룹 또는 염기성 그룹으로 전환 가능한 그룹을 이끄는 단량체의 중합에 의하여 얻을 수 있다. 상기 단량체는 일차, 이차 또는 삼차 아민 또는 대응하는 포스핀(corresponding phosphines) 또는 적어도 상기 작용기(functional group)을 포함하는 상기 모든 단량체이다. 상기 단량체들의 그룹은 특히 에틸렌아민(ethyleneamine), 알릴아민(allylamine), 디알릴아민(diallylamine), 4-아미노부텐(4-aminobutene), 알킬옥시사이클린(alkyloxycyclins), 비닐포름아미드(vinylformamide), 5-아미노펜텐(5-aminopentene), 카르보디이미드(carbodiimide), 포름알다신(formaldacin), 멜라민(melamine) 및 그와 같은 것들, 및 그들의 이차 또는 삼차 아민 유도체를 포함한다.
- [0031] 산 그룹을 이끄는 바람직한 에틸렌계 불포화 단량체 (a1)는 산 그룹을 이끄는 에틸렌계 불포화 단량체 (a1)로 참고문헌으로써 인용되고 따라서 공개 자료의 일부인 WO 2004/037903 A2에서 언급된 화합물이 바람직하다. 산 그룹을 이끄는 특히 바람직한 에틸렌계 불포화 단량체 (a1)은 아크릴산(acrylic acid)과 메타크릴산(methacrylic acid)이고, 아크릴산이 가장 바람직하다.
- [0032] 본 발명의 일구체예에 따르면, 아크릴아미드, 메타크릴아미드 또는 비닐아미드인 (a1)과 공중합이 가능한 모노 에틸렌계 불포화 단량체 (a2) 안에서 수분흡수성 중합체 구조가 사용된다.
- [0033] 바람직한 (메타)아크릴아미드((meth)acrylamides), 덧붙여서 아크릴아미드(acrylamide)와 메타크릴아미드(methacrylamide)는 N-메틸올(메타)아크릴아미드(N-methylol(meth)acrylamide), N,N-디메틸아미노(메타)아크릴아미드(N,N-dimethylamino(meth)acrylamides)와 같은 알킬이 치환된(alkyl-substituted) (메타)아크릴아미드 또는 아미노알킬이 치환된 (메타)아크릴아미드의 유도체이다. 가능한 비닐아미드는, 예를들어, N-비닐아미드(N-vinylacetamides), N-비닐포름아미드(N-vinylformamides), N-비닐아세트아미드(N-vinylformamides), N-비닐-N-메틸아세트아미드(N-vinyl-N-methylacetamides), N-비닐-N-메틸포름아미드(N-vinyl-N-methylformamides) 및 비닐피롤리돈(vinylpyrrolidone)이 있다. 상기 단량체 중에서 아크릴아미드가 가장 바람직하다.
- [0034] 본 발명의 다른 일구체예에 따르면, 수용성 단량체인 (a1)과 공중합이 가능한 모노에틸렌계 불포화 단량체(a2)에서 수분 흡수성 중합체 구조가 사용된다. 이런점에서, 메톡시폴리에틸렌 글리콜 (메타)아크릴레이트(methoxypolyethylene glycol (meth)acrylates)와 같은 알콕시폴리알킬렌 글리콜 옥사이드 (메타)아크릴레이트

(alkoxypolyalkylene glycol oxide (meth)acrylates)가 특히 바람직하다.

- [0035] 수분 분산성 단량체는(water-dispersible monomers) (α1)과 공중합이 가능한 모노에틸렌계 불포화 단량체 (α2)로써 더욱 바람직하다. 바람직한 수분 분산성 단량체는 메틸 (메타)아크릴레이트, 에틸 (메타)아크릴레이트, 프로필 (메타)아크릴레이트 또는 부틸 (메타)아크릴레이트와 같은 아크릴산 에스테르와 메타크릴산 에스테르이다.
- [0036] (α1)과 공중합이 가능한 모노에틸렌계 불포화 단량체 (α2)는 추가적으로 메틸폴리에틸렌 글리콜 알릴 에테르, 비닐 아세테이트, 스티렌 및 이소부틸렌을 포함한다.
- [0037] WO 2004/037903 A2에서 가교제로 언급된 구성요소는 바람직하게 가교제 (α3)으로써 사용된다. 상기 가교제들 중, 수분 흡수성 가교제가 특히 바람직하다. 이와 관련하여, 아크릴산 1몰당 9몰의 에틸렌을 가진 바람직한 N,N'-메틸렌비스아크릴아미드(N,N'-methylenebisacrylamide), 폴리에틸렌 글리콜 디(메타)아크릴레이트 (polyethylene glycol di(meth)acrylates), 트리알릴메틸암모늄 클로라이드(triallylmethylammonium chloride), 테트라알릴암모늄 클로라이드(tetraallylammonium chloride) 및 알릴노나에틸렌 글리콜 아크릴레이트(allylnonaethylene glycol acrylate)가 가장 바람직하다.
- [0038] 중합체구조는 바람직하게는 중합된 형태의 부분적으로 또는 완벽히 가수분해된 폴리비닐 알콜(polyvinyl alcohol), 폴리비닐피롤리돈(polyvinylpyrrolidone), 전분 또는 전분 유도체(starch or starch derivatives), 폴리글리콜 또는 폴리아크릴산(polyglycols or polyacrylic acid)과 같은 수분 흡수성 중합체 (α4)를 포함할 수 있다. 상기 중합체의 분자량은 그들이 수용성인한 중요치 않다. 바람직한 수용성 중합체는 전분 또는 전분 유도체 또는 폴리비닐 알콜이다. 폴리비닐 알콜과 같은 수용성 중합체, 바람직하게는 합성 중합체는 또한 단량체가 중합되기위한 그래프트 기재(graft base)로써 사용될 수 있다.
- [0039] 중합체 구조를 포함하는 보조제 (α6)는 바람직하게는 규격화된 에이전트(agent), 향기흡착제(odour-binding agent), 표면활성제 또는 산화방지제 및 중합체 구조의 제조를 위해 사용되는 그들의 첨가제(개시제 등)이다.
- [0040] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물의 특별한 구체예에서, 상기 초흡수체 조성물은 카르복실레이트 그룹을 이끄는 단량체에서 적어도 50중량%, 바람직하게는 적어도 70 중량% 및 더욱 바람직하게는 적어도 90 중량% 범위의 수분 흡수성 중합체 구조를 포함한다. 본발명에 따르면 구성요소 (α1)은 적어도 50 중량%, 바람직하게는 적어도 70 중량%의 바람직하게는 적어도 20 몰%, 특히 바람직하게는 적어도 50 몰%, 더욱 바람직하게는 60 내지 85 몰%의 범위로 중화된 아크릴산을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0041] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물을 포함하는 상기 수분 흡수성 중합체 구조는 추가적으로 개질된 표면 또는 적어도 표면에서 후가교된 것이다. 표면 후가교에의해, 코어-셸 구조를 형성하도록 중합체 구조의 외부 영역은 내부 영역에 비하여 높은 가교결합도를 가진다.
- [0042] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물은 다음의 공정 단계를 포함하는 공정에 의해 얻어진 수분흡수성 중합체 구조를 포함하는 것이 바람직하다:
- [0043] a) 겔유사(gel-like) 중합체 구조의 형성을 위한 가교제의 존재하에 산 그룹을 이끄는 선택적으로 부분 중화된 에틸렌계 불포화 단량체의 자유-라디칼 중합;
- [0044] b) 추가적인 겔유사 중합체 구조의 분쇄(comminution);
- [0045] c) 수분 흡수성 중합체 구조를 얻기위한 추가적으로 분쇄된 겔유사 중합체 구조의 건조;
- [0046] d) 상기의 방법으로 얻은 흡수체 중합체 구조의 추가적인 갈음질(grinding) 및 원하는 입자 크기의 분류를 위한 체질(sieving);
- [0047] e) 공정단계 c)의 전 또는 후에, 바람직하게는 공정 단계 d)이후에 실행되는상기의 방법으로 얻어진 수분 흡수성 중합체 구조의 구조 표면의 후가교.
- [0048] 공정 단계 a)에서 실시된 자유 라디칼 중합은 바람직하게는 물에 추가적으로 용매를 포함하는 수용액에서 실시 되는 것이 바람직하다.
- [0049] (α1) 산 그룹 또는 그들의 염을 이끄는 에틸렌계 불포화 단량체, 여기서 아크릴산이 산그룹을 이끄는 단량체로써 특히 바람직함.
- [0050] (α2) (α1)와 공중합이 가능한 추가적인 모노에틸렌계 불포화 단량체

- [0051] (a3) 가교제
- [0052] (a4) 추가적인 수용성 중합체, 및
- [0053] (a6) 추가적인 하나 이상의 보조제

- [0054] 본 발명에 따른 산그룹을 에틸렌계 불포화 단량체 (a1), (a1)과 공중합이 가능한 모노에틸렌계 불포화 단량체 (a2), 가교제(a3), 수용성 중합체 (a4) 및 보조제 (a6)로써 언급된 중합체 구조와 관련하여 이미 상기에 언급된 상기 화합물은 각각 에틸렌계 불포화 단량체 (a1), (a1)과 공중합이 가능한 모노에틸렌계 불포화 단량체 (a2), 가교제(a3), 수용성 중합체 (a4) 및 보조제 (a6)로써 바람직하다.
- [0055] 수분 흡수성 중합체 구조는 상기 언급된 단량체, 공단량체(comonomers), 가교제, 수용성 중합체 및 보조제로부터 다양한 중합 방법에 의하여 만들어질 수 있다. 압출기(extruder)와 같은 니딩 반응기(kneading reactor)에서 실행되는 것이 바람직한 벌크 중합, 솔루션 중합, 스프레이 중합, 역 유화(inverse emulsion) 중합 및 역 서스펜션 중합이 이와 관련한 예이다.
- [0056] 솔루션 중합은 용매로서의 물에서 실행되는 것이 바람직하다. 솔루션 중합은 DE 35 44 770 A1에서 공개된 것처럼 반응 혼합물을 나르는 벨트에서 중합에 의해 연속적으로 수행되거나, 또는 불연속적으로 수행될 수 있다. 온도, 개시제 또는 반응 용매의 특성 및 양과 같은 반응 환경에 따른 변형의 가능성이 넓은 범위에서 존재하는 것을 종래 기술로부터 알 수 있다. 전형적인 공정들은 다음의 특허 명세서에 설명되어 있다:US 4,286,082, DE 27 06 135, US 4,076,663, DE 35 03 458, DE 35 44 770, DE 40 20 780, DE 42 44 548, DE 43 23 001, DE 43 33 056, DE 44 18 818. 상기 개시된 것들은 여기서 참고문헌으로 인용되며, 따라서 공개된 것의 일부를 이룬다.
- [0057] 중합은 일반적으로 전통적인 개시제에 의해 개시된다. 중합의 개시를 위해 사용가능한 개시제는 중합의 조건에서 자유라디칼의 형태인 것 및 초흡수체의 제조에 사용되는 일반적인 개시제 모두가 사용될 수 있다. 중합가능한 수성의 혼합물에서 전자빔(electron beam)의 활동에 의한 중합의 개시 또한 가능하다. 그럼에도 불구하고, 중합은 또한 광개시제의 존재에 의해 상기 언급 되어진 개시제의 부존재하에서도 개시될 수 있다. 중합개시제는 본 발명에 따른 단량체의 수용액에 녹아진 형태나 분산된 형태로 포함될 수 있다. 가능한 개시제는 자유 라디칼의 해리에 관한 기술 분야의 당업자에게 알려진 모든 화합물이다. 상기 개시제는 특히 이미 WO 2004/037903 A2에서 가능한 개시제로 언급된 개시제들을 포함한다.
- [0058] 과산화수소, 나트륨 퍼옥소디설페이트(sodium peroxodisulphate) 및 아스코르브산을 포함하는 산화환원 시스템은 특히 수분 흡수성 중합체 구조의 제조에 사용되는 것이 바람직하다.
- [0059] 역 서스펜션과 유화 중합(Inverse suspension and emulsion polymerization)은 또한 중합체 구조의 제조에 사용될 수 있다. 상기의 과정에 따르면, 선택적으로 수용성 중합체 (a4) 및 보조제(a6)를 포함하는 수성의 부분적으로 중화된 단량체 (a1)과 (a2)의 용액은 콜로이드 및/또는 유화제의 보호제를 포함하는 소수성(hydrophobic) 유기 용매에서 분산되고, 중합은 자유 라디칼 개시제에 의해 시작된다. 가교제는 단량체 용액에 용해되고, 이와 함께 계량되거나, 또는 분리하여 선택적으로 중화동안에 첨가된다. 그래프트 기재(base)로써 수용성 중합체 (a4)의 첨가는 선택적으로 단량체 용액을 통해 또는 직접 오일상태에 개시제를 첨가함에 의해 수행될 수 있다. 물은 공비적(azotropically)으로 혼합물에서 제거되고, 중합체는 걸러진다.
- [0060] 솔루션 중합의 경우와 역 서스펜션 및 유화 중합의 경우 모두, 가교결합은 추가적으로 중합 단계 동안 단량체 용액에 녹아있는 다기능성(polyfunctional)의 가교제에서의 중합 및/또는 중합체의 작용기를 포함하는 적합한 가교제의 반응에 의하여 수행될 수 있다. 상기 공정은 예를 들어, 참고 문헌으로써 인용된 공개자료 US 4,340,706, DE 37 13 601, DE 28 40 010 및 WO 96/05234 A1에서 설명되어진다.
- [0061] 단계 a)의 솔루션 중합 또는 역 서스펜션 또는 유화 중합에 의해 얻어진 겔-유사 중합체 구조는 공정 단계 c)에서 건조된다.
- [0062] 그러나 특히 솔루션 중합의 경우에 있어서, 겔-유사 중합체 구조는 건조 전에 먼저 부가적인 공정 단계 b)에서 분쇄되는 것이 바람직하다. 상기의 분쇄는 초퍼(chopper, cf. DE 195 18 645 C1), 예를 들어, 초퍼의 하류에 장착될 수 있는 민싱 머신(mincing machine)과 같은 당업자에게 알려진 분쇄장치에 의해서 수행된다.
- [0063] 겔-유사 중합체 구조의 건조는 적합한 건조기 또는 오븐에서 수행되는 것이 바람직하다. 로타리 튜브 오븐(rotary tube ovens), 유동층 건조기(fluidized bed dryers), 플레이트 건조기(plate dryers), 패들 건조기

(paddle dryers) 또는 적외선 건조기(infrared dryers)가 예시적인 방법으로 언급 가능하다. 본 발명에 따른 단계 c)에서 히드로겔의 건조는 수분 함량이 0.5 내지 258 중량%, 바람직하게는 1 내지 10 중량%, 건조 온도는 통상적으로 100 내지 200℃의 범위에서 수행되는 것이 더욱 바람직하다.

[0064] 공정 단계c)에서 얻어진 건조된 수분 흡수성 중합체 구조는 특히 중합체 구조가 솔루션 중합에 의해 얻어 졌다면 추가적인 공정단계 d)에서 다시 갈아지고, 상기 언급된 원하는 크기를 얻기위해 체로 걸러진다. 건조된 수분 흡수성 중합체 구조의 갈음질은 예를 들어 볼밀(ball mill)과 같은 적합한 기계적인 분쇄 장치에 의해 수행되는 것이 바람직하다.

[0065] 단계 a)에서 얻어진 겔-유사 중합체 구조, 공정 단계 b)에서 얻어진 분쇄된 겔-유사 중합체 구조, 공정 단계 c)에서 얻어진 건조된 중합체 구조 또는 공정 단계 d)에서 얻어진 분쇄되고 건조된 중합체 구조, 바람직하게는 공정 단계 d)에서 얻어진 분쇄되고 건조된 중합체 구조는 개질, 바람직하게는 추가적인 공정 단계 e)에서 적어도 구조 표면 영역에서 후가교된다. 이러한 점에서, 분쇄되고 건조된 중합체 구조를 제외한 겔-유사 또는 건조된 중합체 구조의 구조 표면은 바람직하게는 유기, 화학적 표면 후가교제와 접촉된다. 상기 후가교제는, 특히 후가교 결합의 조건에서 액체가 아니라면, 용매를 통해 중합체 구조의 구조 표면과 접촉된다. 이러한 점에서, 사용되는 용매는 바람직하게는 물, 물과 섞일 수 있는 유기 용매, 예를 들어 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올 또는 1-부탄올, 또는 적어도 이들 용매 둘 이상의 혼합물이고, 이중 물이 용매로서 가장 바람직하다. 용매 또는 용매 혼합물은 용매 또는 용매 혼합물의 전체 중량의 5 내지 75 중량%, 바람직하게는 10 내지 50 중량%, 특히 바람직하게는 15 내지 40 중량% 범위에 있는 양의 후가교제를 포함하는 것이 더 바람직하다.

[0066] 본 발명에 따른 공정에 있어서, 중합체 구조의 구조 표면은 중합체 구조와 용매 또는 용매 혼합물의 혼합을 통하여 후가교제를 포함하는 용매 또는 용매 혼합물과 접촉하는 것이 바람직하다.

[0067] 혼합을 위한 적합한 혼합 장치는 예를 들어, 패터슨-켈리 혼합기(Patterson-Kelley mixer), 드라이스 난류 혼합기(DRAIS turbulence mixer), 로디게 혼합기(Lodige mixer), 루베르그 혼합기(Ruberg mixer), 스크루 혼합기(screw mixer), 플레이트 혼합기(plate mixer)와 유동층 혼합기(fluidized mixer) 및 중합체 구조가 빠른 주기로 회전 하는 칼날에 의해 섞이는 연속 작동하는 수직 혼합기(schugi mixer)가 있다.

[0068] 본 발명에 따른 공정에 있어서, 후가교동안 중합체구조는 바람직하게 많으면 20 중량%, 특히 바람직하게는 많으면 15 중량%, 더욱 바람직하게는 많으면 10 중량%, 더더욱 바람직하게는 많으면 5 중량%의 용매, 바람직하게는 물과 접촉한다.

[0069] 바람직하게는 거의 구형 입자의 형태인 중합체 구조의 경우, 본 발명에 따른 화합물은 미립자의 중합체 구조의 내부 영역이 아닌 단지 구조 표면이 용매 또는 용매 혼합물 그리고 후가교제와 접촉함에 의해서 접촉하는 것이 바람직하다.

[0070] 적어도 둘이상의 축합 반응(축합 가교제), 부가 반응 또는 개환 반응에서 중합체 구조의 작용기와 반응 가능한 작용기를 가지는 화합물은 중합체 구조를 후가교되도록 하는 후가교제으로써 바람직하게 사용된다. WO 2004/037903 A2에서 가교제 분류 II의 가교제로 언급된 상기 후가교제는 본 발명에 따른 공정에서 후가교제으로써 바람직하다.

[0071] 상기 화합물 중, 특히 바람직한 후가교제는 예를 들어 diethylene glycol, triethylene glycol, polyethylene glycol, glycerol, polyglycerol, propylene glycol, diethanolamine, triethanolamine, polyoxypropylene, oxyethylene-oxypropylene block copolymers, sorbitan fatty acid esters, polyoxyethylene sorbitan fatty acid esters, trimethylolpropane, pentaerythritol, polyvinyl alcohol, sorbitol, 1,3-dioxolan-2-one (ethylene carbonate), 4-methyl-1,3-dioxolan-2-one (propylene carbonate), 4,5-dimethyl-1,3-dioxolan-2-one, 4,4-dimethyl-1,3-dioxolan-2-one, 4-ethyl-1,3-dioxolan-2-one, 4-hydroxymethyl-1,3-dioxolan-2-one, 1,3-dioxan-2-one, 4-methyl-1,3-dioxan-2-one and 4,6-dimethyl-1,3-dioxan-2-one, 및 특히 바람직하게는 1,3-dioxolan-2-one와 같은 축합 가교제가 있고, 이중 특히 1,3-dioxolan-2-one이 바람직하다.

[0072] 중합체 구조가 후가교제 또는 후가교제를 포함한 액체와 접촉된 이후에, 바람직하게 구조 표면이 중합체 구조의 내부영역(후가교)과 비교하여 더욱 고도로 가교되기 위하여 상기 중합체 구조는 50℃부터 300℃, 바람직하게는 75℃부터 275℃, 특히 바람직하게는 150℃에서 250℃까지의 온도 범위로 가열된다. 열 처리의 지속시간은 열에 의해 요구되는 중합체 구조의 특성 수준이 파괴되는 위험에 의해 제한된다.

[0073] 적어도 부분적으로 구조 표면에 고정화된 미세 입자는 유기 또는 무기 미세 입자인 것이 가능하고, 무기 미세

입자가 특히 바람직하다.

- [0074] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물의 특별한 구체예에 따르면, 미세 입자는 추가적으로 수용성 미세 입자인 것이 가능하고, 수용성 미세입자는 바람직하게 25℃의 물 100 ml에 적어도 1g, 바람직하게는 0.1g 이하 그리고 가장 바람직하게는 0.001g 이하가 녹을 수 있는 것으로서 이해된다.
- [0075] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물의 다른 특별한 구체예에 따르면, 미세 입자는 물-불용해성 미세 입자이고, 물-불용성 미세입자는 바람직하게 25℃의 물 100 ml에 1g 이하, 바람직하게는 0.1g 이하 그리고 가장 바람직하게는 0.01g 이하가 녹을 수 있는 미세 입자로 이해된다.
- [0076] 본 발명에 따르면 바람직한 무기 미세 입자는 적어도 2가의, 바람직하게는 적어도 3가의 금속을 포함하는 것이 바람직하다. 적어도 2가의 바람직한 금속은 베릴륨(beryllium), 마그네슘(magnesium), 칼슘(calcium), 바륨(barium), 스트론튬(strontium), 알루미늄(aluminium), 보론(boron), 지르코늄(zirconium), 실리콘(silicon), 스칸듐(scandium), 바나듐(vanadium), 세륨(cerium), 이트륨(yttrium), 란타넘(lanthanum), 니오브(niobium), 크롬(chromium), 몰리브덴(molybdenum), 망간(manganese), 팔라듐(palladium), 백금(platinum), 카드뮴(cadmium), 수은(mercury), 철(iron), 구리(copper), 아연(zinc), 티타늄(titanium), 코발트(cobalt) 또는 니켈(nickel)이고, 이중 알루미늄이 가장 바람직하다.
- [0077] 본 발명에 따르면 바람직한 무기 미세 입자는 적어도 2가 양이온 K^{n+} ($n \geq 2$)와 적어도 1가 음이온 A^{m-} ($m \geq 1$)의 형태인 적어도 2가 금속을 포함하는 염의 형태가 되는 것이 더욱 바람직하다.
- [0078] 본 발명에 따르면 특히 바람직한 미세 입자는 예를 들어, 염화 알루미늄(aluminium chloride), 염화 폴리알루미늄(polyaluminium chloride), 황산 알루미늄(aluminium sulphate), 질산 알루미늄(aluminium nitrate), 알루미늄 칼륨 비스-황산염(aluminium potassium bis-sulphate), 알루미늄 나트륨 비스-황산염(aluminium sodium bis-sulphate), 알루미늄 유산염(aluminium lactate), 알루미늄 수산염(aluminium oxalate), 알루미늄 구연산염(aluminium citrate), 알루미늄 글리옥실레이트(aluminium glyoxylate), 알루미늄 숙시네이트(aluminium succinate), 알루미늄 이타코네이트(aluminium itaconate), 알루미늄 크로토네이트(aluminium crotonate), 알루미늄 낙산염(aluminium butyrate), 알루미늄 소르베이트(aluminium sorbate), 알루미늄 말로네이트(aluminium malonate), 알루미늄 벤조산염(aluminium benzoate), 알루미늄 타르타르산염(aluminium tartrate), 알루미늄 피루베이트(aluminium pyruvate), 알루미늄 발레레이트(aluminium valerate), 알루미늄 포르메이트(aluminium formate), 알루미늄 글루타레이트(aluminium glutarate), 알루미늄 프로파노에이트(aluminium propanoate) 또는 알루미늄 아세테이트(aluminium acetate), $M_4P_2O_7$, M_2HPO_4 또는 M_3PO_4 형식의 인산염, 여기서 M은 칼슘(calcium), 마그네슘(magnesium), 스트론튬(strontium), 바륨(barium), 아연(zinc), 철(iron), 알루미늄(aluminium), 티타늄(titanium), 지르코늄(zirconium), 하프늄(hafnium), 주석(tin), 세륨(cerium), 스칸듐(scandium), 이트륨(yttrium) 또는 란타넘(lanthanum) 또는 예를 들어 칼슘 수소 인산염(calcium hydrogen phosphate), 제3 칼슘 인산염(tertiary calcium phosphate), 인회석(apatite), $Ca_5(PO_4)[SiO_4]$ 형식의 토마스 밀(Thomas meal), $AlPO_4$ 형식의 베르니나이트(berlinite) 또는 $3 CaNaPO_4Ca_2SiO_4$ 형식의 레나니아 인산염(rhenania phosphate), 염화 칼슘(calcium chloride), 칼슘 질산염(calcium nitrate), 염화 마그네슘(magnesium chloride), 황산 마그네슘(magnesium sulphate), 질산 마그네슘(magnesium nitrate), 염화 아연(zinc chloride), 황산 아연(zinc sulphate), 질산 아연(zinc nitrate), 황산 구리(copper sulphate), 염화 코발트(cobalt chloride), 염화 지르코늄(zirconium chloride), 황산 지르코늄(zirconium sulphate), 질산 지르코늄(zirconium nitrate); 실리콘 다이옥사이드(silicon dioxides), 특히 피로제닉 실리카(pyrogenic silica), such as is obtainable, 예를 들어, 상표명이 에이로실(Aerosil®) 또는 침전된 실리카(precipitated silicas), 상업적으로 얻을 수 있는 시퍼낫(Sipernat®)과 같은 티타늄 디옥사이드(titanium dioxides), 산화 아연(zinc oxide), 수산화 알루미늄(aluminium hydroxide), 알루미늄 아세틸아세토네이트(aluminium acetylacetonate), 지르코늄 아세틸아세토네이트(zirconium acetylacetonate), 산화 주석(tin oxide) 및 혼합된 산화물 between 아연(zinc), 알루미늄(aluminium), 티타늄(titanium), 지르코늄(zirconium), 주석(tin) 및/또는 실리콘(silicon), such as 알루미늄 티타네이트(aluminium titanate), 산화 알루미늄 티타늄(aluminium titanium oxide) 및 산화 아연 티타늄(zinc titanium oxide)와 같은 이들의 혼합물과 같은 알루미늄 염(aluminium salts)을 포함하는 그룹에서 선택된 금속에 상응하는 것으로 대표된다.
- [0079] 가장 바람직한 미세 입자는 $AlCl_3 \times 6 H_2O$, $NaAl(SO_4)_2 \times 12 H_2O$, $KAl(SO_4)_2 \times 12 H_2O$, $Al_2(SO_4)_3 \times 14-18 H_2O$, 알

루미늄 락테이트(aluminium lactate) 또는 알루미늄 시트레이트(aluminium citrate)이고, 이 중 $Al_2(SO_4)_3 \times 14-18 H_2O$ 이 특히 바람직하다. 알루미늄 염으로써 해석되는 $Al(O)OH$ 는 더욱 바람직한 화합물로 언급된다.

- [0080] 본 발명에 따른 조성물의 특별한 구체예에 따르면, 상기 조성물은 적어도 예를 들어 알루미늄염 과 알루미늄 염과는 다른 염, 또는 2개의 다른 알루미늄염과 같이 둘 이상의 다른 타입의 미세 입자를 포함한다.
- [0081] 본 발명에 따르면 적어도 50 중량%, 바람직하게는 적어도 75 중량%, 더욱 바람직하게는 적어도 99 중량%, 가장 바람직하게는 99 중량%의 미세 입자는 10 내지 1,000, 바람직하게는 50 μ m 내지 800 μ m, 특히 바람직하게는 100 μ m 내지 600 μ m 그리고 가장 바람직하게는 200 μ m 내지 400 μ m 범위의 평균 입자 직경(중량평균)을 가지는 것이 바람직하고, 각 경우는 기술 분야의 당업자에게 알려진 입자 크기 결정 방식에 의해, 바람직하게는 시브 분석(sieve analysis) 또는 컬터 카운터(coulter counter)의 수단에 의하여 결정되어진다.
- [0082] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물의 특별한 구체예에 따르면, 평균 입자 크기가 150 μ m보다 큰 미세 입자의 함유량은 미세 입자 전체 중량 기준으로 20 중량% 이상, 바람직하게는 30 중량% 이상, 더욱 바람직하게는 40 중량% 이상이다.
- [0083] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물의 특별한 구체예에 따르면, 미세 입자는 구조 표면에 바인더를 통해 고정화된다.
- [0084] 이와 관련하여, 바인더는 주요 바인더 구성 요소로서 물 및/또는 유기 화합물을 포함하는 것이 특히 바람직하고, 이 중에서도 유기화합물이 20 $^{\circ}$ C에서 고체인 것이 바람직하다.
- [0085] 유기 화합물은 선형 중합체(linear polymer)인 것이 바람직하다. 바람직한 선형 중합체는 폴리우레탄(polyurethanes), 폴리에스테르(polyesters), 폴리아미드(polyamides), 폴리에스테르-아미드(polyester-amides), 폴리올레핀(polyolefins), 폴리비닐 에스테르(polyvinyl esters), 폴리에테르(polyethers), 폴리스티렌(polystyrenes), 폴리이미드(polyimides), 특히 폴리에테르-이미드(polyether-imides), 폴리이민(polyimines), 황 중합체(sulphur polymers), 특히 폴리술폰(polysulphone), 폴리아세탈(polyacetals), 특히 폴리옥시메틸렌(polyoxymethylenes), 불소가 첨가된 플라스틱(fluorinated plastics), 특히 플루오르화 폴리비닐리덴(polyvinylidene fluoride), 스티렌/올레핀 공중합체(styrene/olefin copolymers), 폴리아크릴레이트(polyacrylates), 에틸렌/비닐 아세테이트 공중합체(ethylene/vinyl acetate copolymers) 또는 언급된 중합체 둘 이상의 혼합물을 포함하는 그룹에서 선택되고, 상기 나열된 것중에서 중합체 중축합물, 및 상기 나열된 것중에서 폴리에테르가 특히 바람직하고 선형 폴리에테르가 가장 바람직하다.
- [0086] 특히 적합한 선형 폴리에테르는 폴리알킬렌 글리콜, 특히 폴리에틸렌 글리콜, 폴리프로필렌 글리콜, 에틸렌 또는 프로필렌 단량체의 통계적 또는 블록-유사 나열에서의 폴리(에틸렌/프로필렌) 글리콜, 또는 적어도 상기 폴리알킬렌 글리콜의 두개의 혼합물을 포함한다.
- [0087] 더욱 적합하고 바람직한 선형 중합체는 DE-A-103 34 286에서 "열가소성 접착체(thermoplastic adhesives)"로써 언급된 중합체들이다. 열가소성 접착체의 측면에서 DE-A-103 34 286에서 공개된 것들은 참고 문헌으로 인용되고 본 발명의 개시된 부분을 이룬다.
- [0088] 본 발명에 따르면 주 바인더 구성요소로서의 유기 화합물은 중량평균 분자량 M_w 가 100 내지 1,000,000 g/mol, 특히 바람직하게는 1,000 내지 100,000 g/mol, 가장 바람직하게는 5,000 내지 20,000 g/mol의 범위에 있는 것이 더욱 바람직하다.
- [0089] 본 발명에 의한 초흡수체 조성물의 특별한 구체예에 따르면, 적어도 두개의, 미세 입자 의 전체 중량에 기초하여 바람직하게는 적어도 50 중량%, 특히 바람직하게는 적어도 75 중량%, 더욱 바람직하게는 적어도 95 중량% 그리고 가장 바람직하게는 적어도 99 중량%의 미세 입자의 주요부분이 서로 적어도 두 개의 미세 입자 를 포함하는 미세 입자 응집물(agglomerates)로 결합되기 위해 서로 결합된다. 이러한 점에서, 한 쪽의 미세 입자는 미세 입자 응집물을 얻기위해 다른 쪽과 적어도 부분적으로 바인더를 통해 결합되고, 또 다른 쪽의 미세 입자 또는 미세 입자 응집물은 바인더를 통해 구조 표면에 결합된다.
- [0090] 본 발명에 따르면 수분 흡수성 중합체 구조의 구조 표면의 적어도 25 중량%, 바람직하게는 적어도 50 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 75 중량%는 본 발명에 따른 초흡수체 조성물에서 바인더로부터 유리된 것이 더욱 바람직하다.
- [0091] 본 발명에 따르면 수분 흡수성 중합체 구조의 중량에 대하여 미세 입자의 양은 0.001 내지 10 중량%, 바람직하

게는 0.01 내지 5 중량%, 가장 바람직하게는 0.1 내지 2 중량%의 범위에 있고, 바인더의 중량은 바람직하게 0.0001 내지 5 중량%, 더욱 바람직하게는 0.001 내지 2 중량%의 범위에 있는 것이 또한 바람직하다.

[0092] 미세 입자와 바인더의 중량비는 미세입자:바인더가 20:1 내지 1:20, 특히 바람직하게는 10:1 내지 1:10, 가장 바람직하게는 10:1 내지 2:1의 범위에 있는 것이 바람직하다.

[0093] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물은 적어도 다음 특성중 하나에 의한 특징을 가지는 것이 바람직하다:

[0094] (β1) 적어도 15 g/g, 바람직하게는 적어도 20 g/g 그리고 가장 바람직하게는 적어도 25 g/g 인 0.3 psi의 압력에서 ERT 442.2-02에 따라 결정되는 AAP 값;

[0095] (β2) 적어도 12 g/g, 바람직하게는 적어도 15 g/g 그리고 가장 바람직하게는 적어도 20 g/g인 0.7 psi의 압력에서 ERT 442.2-02에 따라 결정되는 AAP 값;

[0096] (β3) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC값이 20g/g보다 크고 22g/g이하일때, 적어도 $110 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, 특히 바람직하게는 적어도 $130 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$ 인 본 명세서에서 설명된 방법에 따라 결정된 SFC 값;

[0097] (β4) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC값이 22g/g보다 크고 24g/g이하일때, 적어도 $90 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, 특히 바람직하게는 적어도 $110 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$ 인 본 명세서에서 설명된 방법에 따라 결정된 SFC 값

[0098] (β5) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC값이 24g/g보다 크고 26g/g이하일때, 적어도 $70 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, 특히 바람직하게는 적어도 $90 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$ 인 본 명세서에서 설명된 방법에 따라 결정된 SFC 값;

[0099] (β6) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC값이 26g/g보다 크고 28g/g이하일때, 적어도 $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, 특히 바람직하게는 적어도 $70 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$ 인 본 명세서에서 설명된 방법에 따라 결정된 SFC 값;

[0100] (β7) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC값이 28g/g보다 크고 30g/g이하일때, 적어도 $30 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, 특히 바람직하게는 적어도 $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$ 인 본 명세서에서 설명된 방법에 따라 결정된 SFC 값;

[0101] (β8) ERT 441.2-02에 따라 결정되는 CRC값이 30g/g보다 클때, 적어도 $10 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, 특히 바람직하게는 적어도 $30 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$ 인 본 명세서에서 설명된 방법에 따라 결정된 SFC 값.

[0102] 본 발명에 따른 더욱 바람직한 초흡수체 조성물의 일구체에는 상기 특징 (β1) 내지 (β8)의 생각 가능한 조합을 가지고, 다음 특징을 조합한 구체예가 바람직하다: (β1),(β2),(β3),(β4),(β5),(β6),(β7),(β1)(β3)(β4)(β5)(β6)(β7)(β8), 및 (β1)(β2)(β3)(β4)(β5)(β6)(β7)(β8), 이중 (β1)(β2)(β3)(β4)(β5)(β6)(β7)(β8)이 가장 바람직한 특성의 조합이다.

[0103] 상기 언급된 목적의 달성함에 있어서 다음의 공정 단계를 포함하는 초흡수체 조성물의 제조 공정이 기여할 수 있다

[0104] i) 적어도 표면-가교된 표면구조를 가지는 수분-흡수성 중합체 구조의 준비,

[0105] ii) 다량의 미세 입자를 포함하는 미세 입자 성분의 준비,

[0106] iii) 다량의 미세 입자를 포함하는 미세 입자 성분과 수분-흡수성 중합체 구조의 혼합;

[0107] iv) 적어도 일부의 구조 표면 위의 미세 입자의 고정화.

[0108] 이러한 점에서, 이미 본 발명에 따른 초흡수체 조성물과 관련하여 상기 설명되어온 상기 중합체 구조들은 공정 단계 i)에서 얻어진 표면에 후가교된 수분-흡수성 중합체 구조로써 바람직하다. 본 발명에 따른 공정의 특별한 구체예에 따르면, 상기 수분-흡수성 중합체 구조의 생산에 대하여 설명된 공정의 과정 d)에서 얻어지는 후가교제 용액과 접촉되거나 후가교를 위한 후가교 온도까지는 아직 가열되지 않은 중합체 구조는 표면에서 후가교된 수분-흡수성 중합체 구조로써 공정 단계 i)에서 얻어진다. 이경우, 상기 공정 단계는 (아직) 표면에서 후가교되지 않은 수분-흡수성 중합체 구조의 제조를 포함한다.

- [0109] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물과 관련하여 이미 상기에 언급된 상기 미세 입자는 마찬가지로 공정 단계 ii)에서 얻어지는 미세 입자 성분을 포함하는 미세입자로서 바람직하다. 사용된 미세 입자의 양은 수분-흡수성 중합체 구조의 중량을 기준으로 0.001 내지 10 중량%, 바람직하게는 0.01 내지 5 중량%, 가장 바람직하게는 0.1 내지 2 중량% 범위인 것이 바람직하다.
- [0110] 본 발명에 따른 공정의 특히 바람직한 구체예에 따르면, 미세 입자 구성요소는 추가적으로 바인더를 포함하고, 본 발명에 따른 초흡수체 조성물과 관련하여 상기 이미 언급되어진 바인더들이 여기의 바인더로서 바람직하다. 상기 바인더들 중, 미립자 바인더, 특히 예를 들어 폴리에틸렌 글리콜 미립자 또는 폴리프로필렌 글리콜 미립자 (particulate polyethylene glycols or polypropylene glycols)와 같은 미립자 폴리알킬렌 글리콜(polyalkylene glycols)이 여기서는 특히 바람직하고, 미립자 바인더는 적어도 50 중량%, 바람직하게는 적어도 75 중량%, 더욱 바람직하게는 적어도 95 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 99 중량%의 500 μ m 이하가 바람직하게는 400 μ m이하, 특히 바람직하게는 300 μ m이하, 가장 바람직하게는 150 μ m이하의 당업자에게 알려진 입자 크기 측정방법에 의하여 측정된, 바람직하게는 시브 분석(sieve analysis) 또는 컬터 카운터(Coulter counter)에 의하여 측정된 평균 입자 직경(중량-평균)을 가지는 입자에 기초하는 것이 바람직하다.
- [0111] 본 발명에 따른 공정은 그러므로 또한 공정 단계 i)에서의 수분-흡수성 중합체 구조의 제조에 추가하여 공정단계 ii)에서 미립자 바인더와 미세 입자의 혼합, 바람직하게는 폴리알킬렌 글리콜과 알루미늄염 미립자의 혼합에 의한 미세 입자 성분의 준비를 포함한다. 상기 미세 입자와 미립자 바인더의 중량비는 미세 입자:바인더 20:1 내지 1:20, 바람직하게는 10:1 내지 1:10 그리고 가장 바람직하게는 10:1 내지 2:1의 범위에 있다.
- [0112] 미세 입자 성분을 얻기위한 미세 입자와 미립자 바인더의 혼합은 당업자에게 알려진 모든 혼합 장치를 이용하여 수행될 수 있고, 적합한 혼합 장치는 패터슨-켈리 혼합기(Patterson-Kelley mixer), 드라이스 난류 혼합기(DRAIS turbulence mixer), 로디게 혼합기(Lodge mixer), 루베르그 혼합기(Ruberg mixer), 스크루 혼합기(screw mixer), 플레이트 혼합기(plate mixer)와 유동층 혼합기(fluidized mixer) 및 중합체 구조가 빠른 주기로 회전 하는 칼날에 의해 섞이는 연속 작동하는 수직 혼합기(schugi mixer)가 있다.
- [0113] 공정 단계 iii)에서, 공정 단계 ii)에서 얻어진 미세 입자 성분은 공정 단계 i)에서 얻어진 표면에서 후가교된 수분-흡수성 중합체 구조와 혼합된다. 상기 혼합 장치로 언급된 것들은 여기서도 사용 가능하다.
- [0114] 공정 단계 iii)에서의 혼합동안 또는 후에, 적어도 약간의 미세 입자는 공정 단계 iv)에서 구조 표면에 고정화 되고, 상기 고정은 열에 의하여 수행되는 것이 바람직하다. 여기서, 열에 의한 고정화는 바람직하게는 미세 입자 성분 조성물의 연화 온도보다 거의 10%, 특히 바람직하게는 거의 7.5%, 가장 바람직하게는 거의 5% 이상의 온도, 바람직하게는 바인더의 연화 온도 이상에서 수행된다. 특히 바람직하게, 가열은 30 내지 200 $^{\circ}$ C, 더욱 바람직하게는 50 내지 160 $^{\circ}$ C, 더더욱 바람직하게는 100 내지 140 $^{\circ}$ C 범위의 온도에서 수행된다. 역시 후가교제 용액과 접촉된, 그러나 아직 후가교를 위해 요구되는 후가교 온도로 가열되지 않은 온도수분-흡수성 중합체 구조가 공정 단계 i)에서 얻어진다면, 예를 들어 100 내지 250 $^{\circ}$ C, 특히 바람직하게는 120 내지 200 $^{\circ}$ C와 같은 높은 온도라면 가열동안 유지되는데 이점이 있다.
- [0115] 여기서, 적어도 4가지 절차가 대체로 생각될 수 있다:
- [0116] -변형물 V_A에 따라, 미세 입자 성분과 수분-흡수성 중합체 구조의 혼합은 먼저 공정 단계 i)에서 준비되고, 이후 미세 입자의 고정화의 목적을 위해 상기 언급된 온도로 가열된다. 또한 수분-흡수성 중합체 구조가 이미 후가교되거나, 또는 후가교제와 접촉된 그러나 아직 표면 후가교를 위해 요구되는 온도까지 가열되지 않은 수분-흡수성 중합체 구조인 것도 가능하다.
- [0117] -변형물 V_B에 따르면, 상기 수분-흡수성 중합체 구조는 공전 단계 iii)전에 먼저 상기 언급된 온도까지 가열되고, 그리고 나서 이들 예열된 수분-흡수성 중합체 구조는 예열되지 않은 미세 입자 성분과 공정단계 iii)에서 혼합된다.
- [0118] -변형물 V_C에 따르면, 상기 수분-흡수성 중합체 구조와 상기 미세 입자 성분은 먼저 각각 분리되어 공정 단계 iii)전에 각 경우마다 상기 언급된 온도까지 예열되고, 그리고 나서 예열된 수분-흡수성 중합체 구조는 공정 단계 iii)에서와 마찬가지로 예열된 미세 입자 성분과 혼합된다. 상기 V_C의 특별한 구체예에 따르면, 먼저 가열 후, 가열된 수분-흡수성 중합체 구조와 혼합 전에 미세 입자를 바람직하게는 10 내지 100 $^{\circ}$ C, 특히 바람직하게는 15 내지 75 $^{\circ}$ C 그리고 가장 바람직하게는 20 내지 60 $^{\circ}$ C의 온도로 냉각하고, 그 이후 선택적으로 이것을 예를 들어 모르타르의 수단에 의해 분쇄하고, 그 후 냉각되고 선택적으로 분쇄된 미세 입자 성분을 예열된 수분-흡수

성 중합체 구조와 혼합시키는 것이 바람직하다.

- [0119] -변형물 V_0 에 따르면, 상기 미세 입자 성분은 먼저 공정 과정 iii)전에 상기 언급된 온도까지 가열되고 예열된 미세 입자 성분은 그리고 나서 예열되지 않은 수분-흡수성 중합체 구조와 공정 단계 iii)에서 혼합된다. 상기 변형물 V_0 의 특별한 구체예에 따르면, 먼저 미세 입자 성분을 가열 후, 예열되지 않은 수분-흡수성 중합체 구조와 혼합전에 바람직하게는 10 내지 100, 특히 바람직하게는 15 내지 75℃ 그리고 가장 바람직하게는 20 내지 60℃의 온도 범위로냉각하고, 그리고 나서 추가적으로 예를 들어 모르타르의 수단에 의해 분쇄시키고, 그 후 냉각되고 추가적으로 분쇄된 미세 입자 성분은 예열되지 않은 수분-흡수성 중합체 구조와 혼합되는 것이 바람직하다.
- [0120] 여기서, "예열되지 않은(non-preheated)"은 바람직하게는 특정 입자의 온도가 100℃ 이하, 특히 바람직하게는 80℃ 이하 그리고 가장 바람직하게는 40℃ 이하인 것을 의미한다.
- [0121] 가열의 지속 시간은 혼합 속도와 사용된 혼합 장치에 따라 바람직하게는 10초 내지 60 분의 범위, 특히 바람직하게는 30초 내지 30 분의 범위이다.
- [0122] 공정 단계 iv)가 또한 추가적인 초흡수체 조성물이 추가적으로 10분 내지 5시간 동안, 특히 바람직하게는 30분 내지 3시간 동안 혼합되는 공정 단계 v)에 의해 뒤따른다면 미세 입자 또는 미세 입자 응집물, 및 흡수성 중합체 구조의 가능한 한 균일한 분포가 되게 하기 위하여 더욱 유리하고, 이러한 목적을 위해 사용되는 당업자에게 알려진 혼합 장치의 사용이 가능하다. 상기의 부가 공정 단계에서, 상기 초흡수체 조성물은 공정 단계 iv)의 고 정화 이후의 온도에서 혼합기에 적용되고, 초흡수체 조성물은 혼합동안, 바람직하게는 일정하게 낮은 온도, 바람직하게는 상온으로 냉각되는 것이 가능하다.
- [0123] 상기 언급된 공정으로부터 얻을 수 있는 초흡수체 조성물은 상기 언급된 목적의 성취를 위한 기여를 한다. 상기 초흡수체 조성물은 바람직하게 본 발명에 따라 상기 언급된 초흡수체 조성물과 관련하여 언급된 흡수 특성에 의한, 특히 초흡수체 조성물에서 정해진 AAP 값, SFC 값 및 CRC 값에 의한 특징을 갖는다.
- [0124] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물 및 본 발명에 따른 공정의 본 발명에 따른 일구체예에 따르면, 단지 하한만 정해진 본 발명에 따른 특징의 값이 가장 바람직한 하한 값의 20 배, 바람직하게는 10배 그리고 특히 바람직하게는 5배의 상한을 가지는 것이 바람직하다.
- [0125] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물 또는 본 발명에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 초흡수체 조성물 및 기재를 포함하는 복합체는 상기 설명된 목적의 달성을 위하여 기여한다. 여기서, 초흡수체 조성물과 기재는 서로 단단하게 결합되는 것이 바람직하다. 바람직한 기재는, 예를 들어 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 또는 폴리아미드, 메탈, 부직포(nonwovens), 플러프, 티슈(tissues), 짠 직물(woven fabric), 천연 또는 합성 하이버들(fibres) 또는 다른 폼(foams)과 같은 중합체의 필름이다. 본 발명에 따르면 복합체는 적어도 하나의 이상의 복합체의 바람직하게는 적어도 0.01cm², 더 바람직하게는 0.1cm², 가장 바람직하게는 0.5cm²이상의 크기를 갖는 당해 영역 전체 중량을 기준으로 15 내지 100 중량%, 바람직하게는 약 30 내지 100 중량%, 특히 바람직하게는 50 내지 99.99 중량%, 더더욱 바람직하게는 60 내지 99.99 중량%, 더 바람직하게는 70 내지 99 중량% 범위의 양을 갖는 본 발명에 따른 초흡수체 조성물이 바람직하다.
- [0126] 본 발명에 따른 복합체의 특히 바람직한 구체예에서, WO-A-02/056812에서 흡수재(absorbent material)로 설명되어진 것과 같은 2차원(planar) 복합체이다. WO-A-02/056812에서 공개된 특히 복합체의 정확한 제조, 이들 성분의 단위 면적당 중량 및 그들의 두께의 측면의 내용은 여기서 참고 문헌으로 인용되고, 본 발명의 공개된 부분을 이룬다.
- [0127] 본 발명에 따른 복합체, 초흡수체 조성물 또는 본 발명에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 초흡수체 조성물의 제조를 위한 공정과 기재 및 선택적인 서로 접촉되는 첨가제에 의하여 상기 언급된 목적의 달성에 더욱 기여한다. 본 발명에 따른 복합체와 관련하여 언급된 상기 기재가 바람직하게 사용된다.
- [0128] 복합체의 생산을 위한 본 발명에 따른 공정의 특유의 구체예에 따르면, 상기 공정은 다음의 공정 단계를 포함한다:
- [0129] I) 기재의 준비 단계;
- [0130] II) 적어도 표면 가교결합된 구조 표면을 갖는 수분흡수성 중합체 구조의 준비 단계;
- [0131] III) 다량의 미세 입자를 포함하는 미세 입자 성분의 준비 단계;

- [0132] IV) 상기 기재를 적어도 표면 가교결합된 수분 흡수성 중합체 구조와 접촉시키는 단계;
- [0133] V) 적어도 표면 가교 결합된 상기 수분 흡수성 중합체 구조를 상기 미세 입자 성분과 접촉시키는 단계; 및
- [0134] VI) 적어도 일부의 상기 미세 입자를 상기 구조 표면에 고정화 시키는 단계.
- [0135] 여기서, 본 발명에 따라 초흡수체 조성물의 제조 공정과 관련하여 바람직한 미세 입자 성분으로써 이미 설명되어 온 상기 미세 입자 성분은 여기의 미세 입자 성분으로써 바람직하다.
- [0136] 본 발명에 따른 복합체의 제조 공정의 바람직한 구체예의 하나의 변형물에 따르면, 상기 기재와 표면에서 후가교된 상기 중합체 구조는 먼저 서로 접촉되는데, 바람직하게는 먼저 기재를 넣고 이후에, 바람직하게는 분산되고, 또한 균일하게 또는 일정 영역에서 표면에서 후가교된 중합체 구조에 적용되는 것이 바람직하다. 기재 표면의 수분-흡수성 중합체 구조는 이어서 예를 들어, 기재 표면에 있는 표면에서 후가교된 중합체 구조에서 미세 입자 성분의 분산에 의해 미세 입자 성분과 접촉된다. 마지막으로, 구조 표면 위의 미세 입자 성분의 고정화가 수행되고, 상기 고정화는 본 발명에 따른 초흡수체 조성물의 제조와 관련하여 상기 언급되어진 가열에 의하여 수행되는 것이 바람직하다. 본 발명에 따른 복합체의 제조의 특유의 구체예의 변형에서, 공정 단계 V)는 논리적으로 공정 단계 IV)이후에 수행된다.
- [0137] 본 발명에 따른 복합체의 제조 방법의 특유의 구체예의 다른 변형물에 따르면, 상기 기재가 먼저 첨가된다. 상기 표면에서 후가교된 중합체 구조는 기재와 접촉, 바람직하게는 먼저 기재가 첨가된 후에 바람직하게는 흩어져서, 또한 균일하게 또는 기재 표면의 특정 부분에서 접촉된다. 아직 중합체 구조가 기재의 표면과 접촉되기 전에, 수분-흡수성 중합체 구조는 예를 들어 기재의 표면에서 분산되기 전에 미세 입자 성분과 표면에서 후가교된 중합체 구조의 혼합에 의하여 미세 입자 성분과 접촉된다. 중합체 구조가 기재와 접촉된 후에, 구조 표면에서 미세 입자 성분의 고정화가 일어난다. 상기 본 발명에 따른 복합체의 제조 방법의 특유의 구체예의 변형물에 있어서, 공정 단계 V)는 따라서 공정 단계 IV)이전에 수행된다.
- [0138] 상기 설명되어진 공정에 의하여 얻을 수 있는 본 발명에 따라 상기 설명되어진 복합체와 같은 특성을 가지는 복합체는 상기 언급된 목적의 성취에 기여한다.
- [0139] 추가적으로 본 발명에 따른 초흡수체 조성물 또는 본 발명에 따른 복합체를 포함하는 화학 제품도 상기 언급된 목적의 성취에 기여한다. 바람직한 화학제품은 특히, 폼(foams), 성형체(shaped articles), 화이버(fibres), 포일(foils), 필름(films), 케이블(cables), 씰링 재료(sealing materials), 액체 흡수성 위생 용품(liquid-absorbing hygiene articles), 특히 기저귀와 위생 타월, 식물과 균류의 성장을 억제하기 위한 매체를 위한 담체(carriers for plant or fungal growth-regulating compositions), 식물 보호를 위한 활성재(plant protection active substances), 건축재제의 첨가제, 포장 재료 또는 토양 첨가제이다.
- [0140] 본 발명에 따른 초흡수체 조성물 또는 본 발명에 따른 복합체, 바람직하게는 상기 언급된 화학 제품, 특히 기저귀 또는 위생 타월과 같은 위생 용품의 용도 및 식물과 균류의 성장을 억제하기 위한 담체 조성물 또는 식물 보호를 위한 활성재로써의 용도는 또한 상기 언급된 목적의 성취에 기여한다. 식물과 균류의 성장을 억제하기 위한 담체 조성물 또는 식물 보호를 위한 활성재의 용도의 경우에 있어서, 식물과 균류의 성장을 억제하기 위한 담체 조성물 또는 식물 보호를 위한 활성재는 담체에 의해 제어되는 시간이 지나면 방출되는 것이 가능한 것이 바람직하다.
- [0141] 본 발명은 테스트 방법의 도움과 제한없는 실시예에서 더 자세히 설명될 것이다.
- [0142] 테스트 방법(TEST METHODS)
- [0143] SFC 값의 측정(Determination of the SFC value)
- [0144] 팽창된 상태에서의 투과성(염류 흐름 전도성, saline flow conductivity = SFC)은 W0-A-95/22356에서 설명된 방법에 의하여 정해진다. 대략 초흡수체 재료(전체 입자 분획물)의 0.9 g은 씨브 베이스(sieve base)와 실린더에 넣어져 무게가 측정되고, 씨브 영역에 조심스럽게 분포된다. 초흡수체 재료는 1 시간동안 20 g/cm²의 압력에서 제이코 합성 소변(JAYCO synthetic urine)에서 팽창된다. 초흡수체의 팽창 한계가 측정된 후, 0.118 M NaCl

용액이 수평의 저장 용기로부터 일정한 유체정역학적(hydrostatic)압력 하에서 팽창된 겔 층을 통해 움직인다. 측정동안, 상기 팽창된 층은 겔 층 특성의 면에서 측정동안 겔 위의 0.118 M NaCl 용액의 균일한 분포와 일정한 상태(측정 온도 20-25°C)가 보장된 특수한 씨브 실린더로 쌓여있다. 팽창된 초흡수체에 작용하는 압력은 20gcm²으로 지속된다. 시간의 함수로써의 겔 층을 통과하여 지나간 액체의 양은 컴퓨터와 10분 동안의 기간에서 20초의 인터벌의 계량기에 의해 기록된다. 팽창된 겔 층을 통한 흐름비 g/s는 기울기의 외삽법과 2-10분 동안의 흐름에서 시간 t=0 일 때의 중간포인트에서의 결정에 따른 회기분석을 통하여 결정된다. SFC값 (K)는 cm³·s·g⁻¹이고, 다음에 따라 계산된다:

$$K = \frac{F_s(t=0) \cdot L_0}{r \cdot A \cdot \Delta P_1} = \frac{F_s(t=0) \cdot L_0}{139506}$$

[0145]

[0146]

[0147]

[0148]

[0149]

[0150]

[0151]

[0152]

[0153]

[0154]

[0155]

[0156]

[0157]

[0158]

[0159]

[0160]

여기서, F_s(t=0)는 g/s로 나타나는 흐름비이고,

L₀는 cm단위의 겔층의 두께이고,

r은 NaCl solution (1.003 g/cm³)의 밀도이고,

A는 측정 실린더(28.27 cm²)에서 겔 층의 윗부분의 면적이고,

ΔP는 겔 층에 가해지는 유체정역학적 압력(4,920 dyne/cm²)이고,

K는 SFC 값이다.

실시예

1. 표면에서 후가교된 중합체 구조의 제조(Preparation of a polymer structure post-crosslinked on the surface)

300.0 g의 아크릴 산, 233.11 g의 NaOH(50%의 강도, 50% strength), 442.75g의 이온이 제거된 물(deionized water), 1.180 g의 모노알릴폴리에틸렌 글리콜-750 모노아크릴 산 에스테르 및 0.577 g의 폴리에틸렌 글리콜-300 디아크릴레이트를 포함하는 단량체 용액은 질소 플러싱에 의해 용해된 산소로부터 유리되고 4°C의 시작 온도로 냉각되었다. 시작 온도에 다다른 이후, 개시제 용액(10.0 g의 H₂O에 0.3 g의 나트륨 퍼복사이드술페이트 및 2.0 g의 H₂O에 0.015 g의 아스코르브산)이 첨가되었다. 약 86°C의 최종 온도에 도달한 후, 상기 겔 형태는 분쇄되고, 150°C로 120분간 건조되었다. 건조된 중합체는 거칠게 분쇄되었고, SM 100 커팅 밀에서 2,000μm 이하의 입자 크기로 갈아지고, 150 내지 850μm의 입자 크기를 갖는 파우더로 체질하였다.

이러한 방식으로 얻어진 중합체 입자 100g은 실험실 믹서에서 1g의 에틸렌 카보네이트와 3g의 물을 포함하는 수용액 전체 4g과 혼합되었고, 혼합물은 그 후 180°C로 오븐에서 30분 동안 가열되었다.

상기 수분 흡수성 중합체 구조의 0.7 psi의 압력에서 AAP값, CRC 값, 및 SFC값이 결정되었다(표 1의 결과에 나타남).

2. 미세 입자의 고정화(Immobilizing of fine particles)

실시예 1에서 얻어진 중합체 100g은 건조 캐비넷에서 130°C로 예열된다.

원심 밀(centrifugal mill)에서 분쇄되고 300 내지 400μm 범위의 입자크기로 체질된 10 g의 Al₂(SO₄)₃x14 H₂O 혼합물과 마찬가지로 원심 밀에서 분쇄되고 300μm이하의 입자 크기로 체질된 1.5 g의 폴리에틸렌 글리콜 10,000 (polyethylene glycol 10,000 (10,000 g/mol의 분자량을 가지는 폴리에틸렌 글리콜))이 준비되었다. Al₂(SO₄)₃x14 H₂O와 폴리에틸렌 글리콜 10,000의 혼합물 1.15g은 예열된 수분-흡수성 중합체 구조와 크립스 믹서에서 교반동안 혼합된다.

본 발명에 따른 상기 초흡수체 조성물의 0.7 psi의 압력 하에서 AAP값, CRC값, SFC값은 마찬가지로 결정되었다(표1의 결과에 나타남).

[0161]

표 1

[0162]

실시예	SFC [cm ³ s/g]	AAP (0.7 psi) [g/g]	CRC [g/g]
1 (본 발명에 따르지 않음)	44 x 10 ⁻⁷	25.9	29.3
2	83 x 10 ⁻⁷	22.3	31.3