



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101405207 B

(45) 授权公告日 2013. 07. 17

(21) 申请号 200780009250. X

(22) 申请日 2007. 03. 02

(30) 优先权数据

06111102. 7 2006. 03. 14 EP

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 09. 16

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2007/051985 2007. 03. 02

(87) PCT申请的公布数据

W02007/104657 DE 2007. 09. 20

(73) 专利权人 巴斯夫欧洲公司

地址 德国路德维希港

(72) 发明人 R·丰克 H·R·沃尔夫

H·J·法伊泽

(74) 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

11247

代理人 刘金辉 黄革生

(51) Int. Cl.

B65G 53/04 (2006. 01)

A61F 13/15 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 4908175 A, 1990. 03. 13,

US 3384420 A, 1968. 05. 21,

EP 0439012 B1, 1995. 10. 04,

CN 1493512 A, 2004. 05. 05,

CN 1234008 A, 1999. 11. 03,

审查员 刘建平

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称

吸水性聚合物颗粒的气动输送方法

(57) 摘要

本发明涉及一种使用弯曲管道的吸水性聚合物颗粒的气动输送方法,其中曲率半径与管道直径之比至少为 5。

1. 一种使用弯曲管道的吸水性聚合物颗粒的气动输送方法,其中曲率半径与管道直径之比至少为 5,其中使用基于聚丙烯酸或交联聚丙烯酸或部分中和的聚丙烯酸的聚合物颗粒。
2. 如权利要求 1 所述的方法,其中管道直径为 3-30cm。
3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法,其中输送中的初始气速相当于 12-40 的夫劳德数。
4. 如权利要求 1 至 3 中任一项所述的方法,其中所述聚合物颗粒具有小于 10 重量%的水含量。
5. 如权利要求 1 至 4 中任一项所述的方法,其中至少 90%的聚合物颗粒具有小于 1000 μm 的颗粒直径。
6. 如权利要求 1 至 5 中任一项所述的方法,其中调整气动输送期间的机械应力以使颗粒直径小于 150 μm 的聚合物颗粒的比例由于气动输送而增加小于 1 重量%,基于所述聚合物颗粒的总量。
7. 如权利要求 1 至 6 中任一项所述的方法,其中调整气动输送期间的机械应力以使聚合物颗粒的渗透性由于气动输送而降低小于 $5 \times 10^{-7} \text{cm}^3 \text{s/g}$ 。
8. 一种生产卫生用品的方法,包括如权利要求 1-7 中任一项所述的气动输送方法。
9. 如权利要求 8 所述的方法,其中所述卫生用品为尿布。

吸水性聚合物颗粒的气动输送方法

[0001] 本发明涉及一种使用弯曲管道的吸水性聚合物颗粒的气动输送方法,其中曲率半径与管道直径之比至少为 5。

[0002] 吸水性聚合物尤其是亲水性单体(共)聚合的聚合物、一种或多种亲水性单体在合适的接枝基质上的接枝(共)聚合物、交联纤维素醚或淀粉醚、交联羧甲基纤维素、部分交联聚环氧烷或可在含水液体中溶胀的天然产品,例如瓜尔衍生物。这样的聚合物作为吸收水溶液的产品用于生产尿布、棉塞、卫生纸和其它卫生用品,但是也在园艺市场中作为保水剂。

[0003] 吸水性聚合物一般具有 25-60g/g,更适宜的至少 30g/g,优选至少 32g/g,更优选至少 34g/g,最优选至少 35g/g 的离心保留容量。根据 EDANA(European Disposables and Nonwovens Association) 推荐的第 441.2-02 号测试方法“离心保留容量”测定该离心保留容量(CRC)。

[0004] 例如在 "Modern Superabsorbent Polymer Technology" (F.L.Buchholz 和 A. T. Graham, Wiley-VCH, 1998, 第 69-117 页) 中描述了吸水性聚合物的制备。优选通过气动输送系统传送吸水性聚合物颗粒。不可避免发生的机械应力导致不当摩擦。因此,低传送速率以及因此减小的机械应力是理想的。

[0005] J. D. Hilbert, The Best of Bulk Solid Handling, Pneumatic Conveying of Bulk Powders, 第 D/86 卷, Trans. Tech. Publications, Clausthal-Zellerfeld, 1984, 第 107-110 页公开了在气动输送中由方向改变导致的压降和摩擦取决于所使用的偏转类型,长弯道、短弯道、偏转罐中的压降和摩擦递减。在长弯道中,曲率半径和管道直径之比为 8-24,在短弯道中,曲率半径和管道直径之比为 2-3。

[0006] H. Kalman, Powder Technology 112(2000)244-250 描述了对于在弯曲输送系统中的气动输送过程中摩擦的研究。使用柔壁材料可以降低摩擦。

[0007] 本发明的目的是提供一种吸水性聚合物颗粒的改进气动输送方法。

[0008] 该目的通过使用弯曲管道进行吸水性聚合物颗粒的气动输送方法实现,其中曲率半径与管道直径之比至少为 5。

[0009] 曲率半径与管道直径之比优选为 6-20,更优选为 7-15,最优选为 8-20。

[0010] 进行气动输送的管道的直径优选为 3-30cm,更优选为 4-25cm,最优选为 5-20cm。过低的管道直径会由于气动输送而导致较高的机械应力并因此促进不当摩擦。管道直径过大同样会使吸水性聚合物颗粒在输送管道中不当沉积。

[0011] 气动输送中最佳的初始气速取决于气动输送管道的直径。这种相关性最好以夫劳德数描述:

[0012]

$$Fr = \frac{v(\text{气体})}{\sqrt{D(\text{管道}) \times g}}$$

[0013] Fr 夫劳德数

[0014] v(气体) 气速

[0015] D(管道) 输送管道的内径

[0016] g 重力加速度

[0017] 本发明气动输送中的夫劳德数优选为 12-40,更优选为 14-30,最优选为 16-20。

[0018] 输送速率过低,气动输送变得不稳定,而输送速率相对高会由于机械应力增加而增加不当摩擦。

[0019] 气动输送的输送物料负载优选为 0.5-20kg/kg,更优选为 1-10kg/kg,最优选为 2-8kg/kg,输送物料负载是输送物料质量流速与气体质量流速之商。

[0020] 原则上,最佳初始风速也随输送物料负载增加而增加。

[0021] 为了使机械应力最小化,气动输送系统管道中的弯道数应当最小化,较佳的少于 6 个,优选少于 5 个,更优选少于 4 个,最优选少于 3 个。气动输送系统中的管道是吸水性聚合物颗粒的引入单元和接收容器之间的区段,即吸水性聚合物颗粒在气流中传送所经过的区域。

[0022] 吸水性聚合物颗粒的水含量优选少于 10 重量%,更优选少于 5 重量%,最优选为 1-5 重量%,通过 EDANA(European Disposables and Nonwovens Association) 推荐的第 430.2-02 号测试方法“水分含量”测定该水含量。吸水性聚合物颗粒的机械稳定性随水含量增加而降低,即不当摩擦增加。气动输送期间水含量过高会导致聚合物颗粒塑性变形(形成“毛边”(angel hair))或导致堵塞。

[0023] 吸水性聚合物颗粒中优选至少 90 重量%的颗粒直径小于 1000 μm ,更优选至少 95 重量%的颗粒直径小于 900 μm ,最优选至少 98 重量%的颗粒直径小于 800 μm 。

[0024] 本发明方法调整气动输送期间的机械应力,以致于经过气动输送使颗粒直径小于 150 μm 的聚合物颗粒的比例增加优选小于 1 重量%,更优选小于 0.7 重量%,最优选小于 0.5 重量%(每种情况均基于聚合物颗粒的总量),且经过气动输送,聚合物颗粒的渗透性降低优选小于 $5 \times 10^{-7} \text{cm}^3 \text{s/g}$,更优选小于 $4 \times 10^{-7} \text{cm}^3 \text{s/g}$,最优选小于 $3 \times 10^{-7} \text{cm}^3 \text{s/g}$ 。

[0025] 本发明方法中可使用的吸水性聚合物颗粒可以通过如下步骤制备:聚合包含如下物质的单体溶液:

[0026] a) 至少一种烯键式不饱和含酸单体,

[0027] b) 至少一种交联剂,

[0028] c) 如果需要,可与 a) 共聚的一种或多种烯键式和/或烯丙键式不饱和单体,

[0029] 和

[0030] d) 如果需要,单体 a)、b) 和合适的话 c) 可以至少部分接枝于其上的一种或多种水溶性聚合物,

[0031] 将所得聚合物进行干燥、分类,

[0032] e) 如果需要,用至少一种后交联剂进行后处理、干燥、热后交联,以及

[0033] f) 如果需要,用至少一种多价阳离子进行后处理。

[0034] 合适的单体 a) 是,例如烯键式不饱和羧酸如丙烯酸、甲基丙烯酸、马来酸、富马酸和衣康酸。

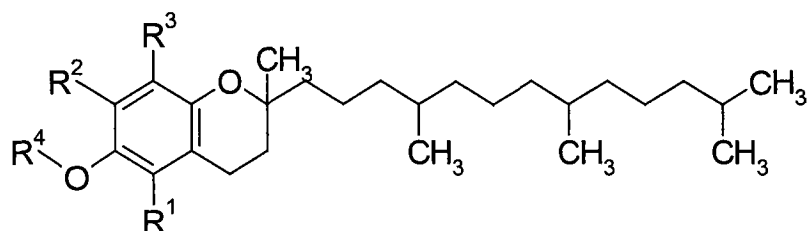
[0035] 特别优选的单体是丙烯酸和甲基丙烯酸。非常特别优选的是丙烯酸。

[0036] 单体 a) 总量中的丙烯酸和/或其盐的含量优选至少为 50mol%,更优选至少为 90mol%,最优选至少为 95mol%。

[0037] 单体 a), 尤其是丙烯酸, 优选包含至多 0.025 重量%的氢醌单醚。优选氢醌单醚为氢醌单甲醚 (MEHQ) 和 / 或生育酚。

[0038] 生育酚指的是下式化合物:

[0039]



[0040] 其中 R^1 为氢或甲基, R^2 为氢或甲基, R^3 为氢或甲基, R^4 为氢或具有 1-20 个碳原子的酰基。

[0041] 优选基团 R^4 为乙酰基、抗坏血酰基、琥珀酰基、烟酰基及其它生理上可耐受的羧酸。这些羧酸可以是单羧酸、二羧酸或三羧酸。

[0042] 优选 $R^1 = R^2 = R^3 =$ 甲基的 α -生育酚, 尤其是外消旋 α -生育酚。 R^4 更优选为氢或乙酰基。尤其优选的是 RRR- α -生育酚。

[0043] 单体溶液包含优选不多于 130 重量 ppm, 更优选不多于 70 重量 ppm, 优选不少于 10 重量 ppm, 更优选不少于 30 重量 ppm 以及尤其是约 50 重量 ppm 的氢醌单醚 (每种情况均基于丙烯酸, 丙烯酸盐也作为丙烯酸计算)。例如, 可以使用具有适当氢醌单醚含量的丙烯酸制备单体溶液。

[0044] 将吸水性聚合物交联, 即在具有至少两个可聚合基团 (其能够以自由基聚合成聚合物网络) 的化合物存在下进行聚合。合适的交联剂 b) 例如是乙二醇二甲基丙烯酸酯、二甘醇二丙烯酸酯、甲基丙烯酸烯丙酯、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、三烯丙胺、四烯丙氧基乙烷 (如 EP-A-0530438 中所述), 二丙烯酸酯和三丙烯酸酯 (如 EP-A-0 547 847、EP-A-0 559 476、EP-A-0 632068、WO-A-93/21237、WO-A-03/104299、WO-A-03/104300、WO-A-03/104301 和 DE-A-10331450 中所述), 除丙烯酸酯基团外包含其它烯键式不饱和基团的混合丙烯酸酯 (如 DE-A-103 31 456 和 DE-A-103 55 401 中所述), 或交联剂混合物 (例如如 DE-A-195 43 368、DE-A-196 46 484、WO-A-90/15830 和 WO-A-02/32962 中所述)。

[0045] 合适的交联剂 b) 特别包括 N,N'-亚甲基二丙烯酰胺和 N,N'-亚甲基二甲基丙烯酰胺、多元醇的不饱和单羧酸酯或多羧酸酯 (如二丙烯酸酯或三丙烯酸酯, 例如丁二醇二丙烯酸酯、丁二醇二甲基丙烯酸酯、乙二醇二丙烯酸酯、乙二醇二甲基丙烯酸酯以及三羟甲基丙烷三丙烯酸酯), 和烯丙基化合物 (如 (甲基) 丙烯酸烯丙基酯、氰脲酸三烯丙酯、顺丁烯二酸二烯丙酯、聚烯丙基酯、四烯丙氧基乙烷、三烯丙胺、四烯丙基乙二胺、磷酸烯丙基酯) 以及乙烯基膦酸衍生物 (例如在 EP-A-0 343 427 中所述)。合适的交联剂 b) 进一步包括季戊四醇二烯丙基醚、季戊四醇三烯丙基醚、季戊四醇四烯丙基醚、聚乙二醇二烯丙基醚、乙二醇二烯丙基醚、甘油二烯丙基醚、甘油三烯丙基醚、基于山梨糖醇的聚烯丙基醚, 以及它们的乙氧基化变体。在本发明方法中, 可以使用聚乙二醇的二 (甲基) 丙烯酸酯, 使用分子量为 300-1000 的聚乙二醇。

[0046] 但是, 特别有利的交联剂 b) 是以下各物质的二丙烯酸酯和三丙烯酸酯: 3 重乙氧基化甘油、3-20 重乙氧基化三羟甲基丙烷、3-20 重乙氧基化三羟甲基乙烷, 尤其是以下各

物质的二丙烯酸酯和三丙烯酸酯：2-6 重乙氧基化甘油或 2-6 重乙氧基化三羟甲基丙烷、3 重丙氧基化甘油、3 重丙氧基化三羟甲基丙烷，以及 3 重混合乙氧基化或丙氧基化甘油、3 重混合乙氧基化或丙氧基化三羟甲基丙烷、15 重乙氧基化甘油、15 重乙氧基化三羟甲基丙烷、至少 40 重乙氧基化甘油、至少 40 重乙氧基化三羟甲基乙烷以及至少 40 重乙氧基化三羟甲基丙烷。

[0047] 非常特别优选交联剂 b) 为已用丙烯酸或甲基丙烯酸酯化为二丙烯酸酯或三丙烯酸酯的聚乙氧基化和 / 或丙氧基化甘油（例如在 DE-A 103 19 462 中所述）。特别有利的是 3-10 重乙氧基化甘油的二丙烯酸酯和 / 或三丙烯酸酯。非常特别优选的是 1-5 重乙氧基化和 / 或丙氧基化甘油的二丙烯酸酯或三丙烯酸酯。最优选的是 3-5 重乙氧基化和 / 或丙氧基化甘油的三丙烯酸酯。这些交联剂以在吸水性聚合物中的特别低残留量（通常低于 10 重量 ppm）著称，且与相同温度的水相比，用其生产的吸水性聚合物的含水提取物具有几乎不变的表面张力（通常不小于 0.068N/m）。

[0048] 基于单体 a)，交联剂 b) 的量优选为 0.01-1 重量%，更优选为 0.05-0.5 重量%，最优选为 0.1-0.3 重量%。

[0049] 可与单体 a) 共聚的烯键式不饱和单体 c) 的实例有丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺、巴豆酰胺、甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯、丙烯酸二甲基氨基乙酯、丙烯酸二甲基氨基丙酯、丙烯酸二乙基氨基丙酯、丙烯酸二甲基氨基丁酯、甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯、甲基丙烯酸二乙基氨基乙酯、丙烯酸二甲基氨基新戊酯和甲基丙烯酸二甲基氨基新戊酯。

[0050] 有用的水溶性聚合物 d) 包括聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、淀粉、淀粉衍生物、聚乙二醇或聚丙烯酸，优选聚乙烯醇和淀粉。

[0051] 在 DE-A-199 41 423、EP-A-0 686 650、W0-A-01/45758 和 W0-A-03/104300 中描述了合适的聚合物以及其它合适的亲水性烯键式不饱和单体 a) 的制备。

[0052] 合适的反应器为捏合反应器或带式反应器。在捏合反应器中，通过例如逆转搅拌轴连续粉碎在单体水溶液聚合中形成的聚合物凝胶，如在 W0-A-01/38402 中所述。例如在 DE-A-38 25 366 和 US6, 241, 928 中描述了在带上的聚合。在带式反应器中聚合形成的聚合物凝胶必须在另一个工艺步骤中进行粉碎，例如在绞肉机、挤压机或捏合机中粉碎。

[0053] 有利地，将离开聚合反应器之后的水凝胶在高温下（优选至少 50℃，更优选至少 70℃，最优选至少 80℃，优选低于 100℃）储存于例如保温容器中。储存时间通常为 2-12 小时，以进一步增加单体转化率。

[0054] 所得水凝胶的酸基通常已部分中和，优选中和至 25-95mol%，更优选 50-80mol%，甚至更优选 60-75mol% 的程度，为此可以使用常规中和剂，优选碱金属氢氧化物、碱金属氧化物、碱金属碳酸盐或碱金属碳酸氢盐，以及它们的混合物。还可以使用铵盐代替碱金属盐。特别优选的碱金属是钠和钾，但是非常特别优选的是氢氧化钠、碳酸钠或碳酸氢钠以及它们的混合物。

[0055] 优选在单体阶段进行中和。通常通过以水溶液、熔体或优选固体材料混入中和剂来进行中和。例如，水含量显著低于 50 重量%的氢氧化钠能够以熔点高于 23℃ 的蜡块存在。此时，作为片状材料或高温下的熔体计量是可能的。

[0056] 但是也可以在聚合之后在水凝胶阶段进行中和。还可以通过添加一部分中和剂至单体溶液中并仅在聚合之后在水凝胶阶段设置所需要的最终中和度而在聚合之前中和至

多 40mol%，优选 10-30mol%，更优选 15-25mol% 的酸基。当聚合后水凝胶至少部分中和时，优选机械粉碎水凝胶（例如通过绞肉机），此时中和剂可以喷射、喷洒或倾泻至水凝胶上，然后精细混合。为此，所得到的凝胶块可以在绞肉机中反复研磨以使其均匀化。

[0057] 然后优选使用带式干燥器干燥水凝胶直至残留水含量优选低于 15 重量%，尤其是低于 10 重量%，通过 EDANA (European Disposables and Nonwovens Association) 推荐的第 430.2-02 号测试方法“水分含量”测定该水含量。然而如果需要，还可以使用流化床干燥器或加热式犁头混合器进行干燥。为得到特别白的产品，在干燥该凝胶的同时保证蒸发水的快速移除是有利的。为此，在每种情况下必须优化干燥器温度，必须控制空气供应和除去，必须保证足够通风。凝胶中固含量越高，实际上干燥越简单，且产品越白。因此干燥之前凝胶的固含量优选在 30-80 重量% 之间。特别有利的是用氮气或另一种非氧化惰性气体为干燥机通风。然而如果需要，亦可以简单地只是在干燥期间降低氧气分压以防止氧化变黄过程。然而一般而言，足够的通风和水蒸气的移除也可以导致得到可接受的产品。通常非常短的干燥时间对于颜色 and 产品质量是有利的。

[0058] 其后对干燥的水凝胶进行研磨并分类，所用研磨装置通常为单级或多级辊磨机，优选二级或三级辊磨机、销棒粉碎机、锤磨机或振动磨机。

[0059] 然后可以对所得到的聚合物颗粒进行后交联。适合用于此用途的后交联剂 e) 为包含至少两个可以与该聚合物的羧酸酯基团形成共价键的基团的化合物。合适的化合物例如是烷氧基甲硅烷基化合物、聚氮丙啶、多胺、聚酰胺基胺、二缩水甘油或聚缩水甘油化合物（如 EP-A-0 083 022、EP-A-543 303 和 EP-A-937 736 中所述）、多元醇（如 DE-C-33 14 019、DE-C-35 23 617 和 EP-A-450 922 中所述）或 β -羟基烷基酰胺（如 DE-A-10204 938 和 US6, 239, 230 所述）。具有混合官能的化合物也是合适的，如缩水甘油、3-乙基-3-氧杂环丁烷甲醇（三羟甲基丙烷氧杂环丁烷）（如 EP-A-1 199327 中所述）、氨基乙醇、二乙醇胺、三乙醇胺或首次反应后形成其它官能团的化合物，如氧化乙烯、氧化丙烯、氧化异丁烯、氮丙啶、氮杂环丁烷或氧杂环丁烷。

[0060] 另外，DE-A-40 20 780 描述环状碳酸酯，DE-A-198 07 502 描述 2-噁唑烷酮及其衍生物如 N-(2-羟乙基)-2-噁唑烷酮，DE-A-198 07 992 描述二-和聚 2-噁唑烷酮，DE-A-198 54 573 描述 2-氧代四氢-1,3-噁嗪及其衍生物，DE-A-198 54 574 描述 N-酰基-2-噁唑烷酮，DE-A-102 04 937 描述环脲，DE-A-103 34 584 描述二环酰胺缩醛，EP-A-1 199 327 描述氧杂环丁烷和环脲，以及 WO-A-03/031482 描述吗啉-2,3-二酮及其衍生物作为合适的后交联剂 e)。

[0061] 优选后交联剂 e) 为噁唑烷酮及其衍生物，尤其是 N-(2-羟乙基)-2-噁唑烷酮。

[0062] 基于聚合物，后交联剂 e) 的量优选为 0.01-1 重量%，更优选为 0.05-0.5 重量%，最优选为 0.1-0.2 重量%。

[0063] 进行后交联的方式通常为将后交联剂 e) 溶液喷射到水凝胶上或干燥的聚合物颗粒上。在喷射施用以后进行热干燥，后交联反应可以在干燥前或干燥期间进行。

[0064] 优选在具有移动混合工具的混合机中进行交联剂溶液的喷射施用，如螺杆混合机、桨式混合机、碟式混合机、犁头混合机和铲式混合机。特别优选垂直混合机，非常特别优选犁头混合机和铲式混合机。合适的混合机例如是 **Lödige®** 混合机、**Bepex®** 混合机、

Nauta[®] 混合机、**Processall**[®] 混合机和 **Schugi**[®] 混合机。

[0065] 优选在接触式干燥机中进行热干燥,更优选犁头干燥机,最优选碟式干燥机。合适的干燥机例如是 **Bepex**[®] 干燥机和 **Nara**[®] 干燥机。此外,还可以使用流化床干燥机。

[0066] 还可以通过加热夹套或鼓入暖空气而在混合机自身内进行干燥。同样合适的是下游干燥机,例如盘式干燥机、旋转管式炉或可加热螺杆。还可以例如利用共沸蒸馏作为干燥方法。

[0067] 首选的干燥温度在 170–250℃,优选 180–220℃,更优选 190–210℃ 范围内。在该温度下在反应混合机或干燥机中首选的停留时间为优选至少 10 分钟,更优选至少 20 分钟,最优选至少 30 分钟。

[0068] 另外该吸水性聚合物颗粒可以用至少一种多价阳离子 f) 进行后处理。合适的阳离子 f) 例如是二价阳离子如锌、镁、钙和镧阳离子,三价阳离子如铝、铁、铬、稀土和锰阳离子,四价阳离子如钛和锆阳离子。反离子可以是氯离子、溴离子、硫酸根、硫酸氢根、碳酸根、碳酸氢根、硝酸根、磷酸根、磷酸氢根、磷酸二氢根和羧酸根,如乙酸根和乳酸根。优选硫酸铝。

[0069] 通常,多价阳离子 f) 以水溶液的形式使用。多价阳离子 f) 在水溶液中的浓度为例如 0.1–12 重量%,优选 0.5–8 重量%,更优选 1.5–4 重量%。

[0070] 多价阳离子 f) 的量优选为 0.001–0.25 重量%,更优选为 0.005–0.2 重量%,最优选为 0.01–0.15 重量%,每种情况均基于该聚合物。

[0071] 优选在后处理期间应用多价阳离子 f),此时优选经由分开的溶液计量加入后交联剂 e) 和阳离子 f)。

[0072] 本发明进一步提供了可根据本发明方法获得的聚合物以及包含该聚合物的卫生用品,尤其是尿布。

[0073] 方法:

[0074] 除非另有规定,否则应在 23±2℃ 的环境温度和 50±10% 的相对大气湿度下进行测量。测量前将吸水性聚合物颗粒充分混合。

[0075] 盐流传导性 (saline flow conductivity, SFC)

[0076] 如 EP-A-0 640 330 中所述,在 0.3psi (2070 帕) 压力负载下的溶胀凝胶层的盐流传导性被测定为超吸收聚合物的溶胀凝胶层的凝胶层渗透性,尽管上述专利申请中第 19 页和图 8 所描述的设备已改进为不再使用玻璃料 (40),但柱塞 (39) 由与圆筒 (37) 相同的聚合物材料组成且包含均匀分布在整個接触表面的具有相同尺寸的 21 个钻孔。测量程序和评估与 EP-A-0640330 保持不变。自动记录流速。

[0077] 盐流传导性 (SFC) 按如下计算:

[0078] $SFC[\text{cm}^3\text{s/g}] = (F_g(t=0) \times L_0) / (d \times A \times WP)$ 其中 $F_g(t=0)$ 为 NaCl 溶液的流速 (单位为 g/s),其通过外推至 $t=0$ 对流动测定的 $F_g(t)$ 数据进行线性回归分析得到, L_0 为凝胶层的厚度 (单位为 cm), d 为 NaCl 溶液的密度 (单位为 g/cm³), A 为凝胶层的表面积 (单位为 cm²), WP 为凝胶层上的流体静压 (单位为 dyn/cm²)。

[0079] 实施例

[0080] 实施例 1:

[0081] 通过连续混合水、50 重量%氢氧化钠溶液和丙烯酸制备 38.8 重量%的 丙烯酸 / 丙烯酸钠溶液,以使中和度为 71.3mol%。单体溶液的固含量为 38.8 重量%。混合这些组分之后,通过热交换器将单体溶液连续冷却至 29℃,并用氮气进行脱气。

[0082] 所用聚烯键式不饱和和交联剂为聚乙二醇-400 二丙烯酸酯(平均摩尔质量为 400g/mol 的聚乙二醇的二丙烯酸酯)。用量为每吨单体溶液 2kg。

[0083] 为引发自由基聚合,使用如下组分:过氧化氢(每吨单体溶液 1.03kg(0.25 重量%))、过氧二硫酸钠(每吨单体溶液 3.10kg(15 重量%))和抗坏血酸(每吨单体溶液 1.05kg(1 重量%))。

[0084] 单体溶液的产量为 18t/h。

[0085] 按以下量将各组分连续计量加入容量为 6.3m³ 的 List Contikneter 反应器(来自 List, Arisdorf, 瑞士)。

[0086] 18t/h 的单体溶液

[0087] 36kg/h 的聚乙二醇-400 二丙烯酸酯

[0088] 74.34kg/h 的过氧化氢溶液 / 过氧二硫酸钠溶液

[0089] 18.9kg/h 的抗坏血酸溶液

[0090] 在反应器的末端,额外计量加入 750-900kg/h 的粒度小于 150 μm 的经移除的筛底料。

[0091] 在进料端,反应溶液的温度为 23.5℃。反应器以 38rpm 的轴转速操作。反应混合物在反应器中的停留时间为 15 分钟。

[0092] 在所得产物凝胶中,通过分析发现残留丙烯酸含量为 0.6 重量%(基于固含量)且固含量为 45.0 重量%。

[0093] 聚合以及凝胶粉碎之后,将含水聚合物凝胶置于带式干燥机上。一共干燥 18.3t/h 含水量为 55 重量%的含水聚合物凝胶。通过旋转带将凝胶从 30cm 高度处施加到干燥机的传送带。凝胶层的高度约为 10cm。

[0094] 干燥机带的带速为 0.02m/s,在干燥机带上的停留时间约为 37 分钟。

[0095] 将干燥的水凝胶研磨并过筛。将粒度为 150-800 μm 的级分进行后交联。

[0096] 在 **Schugi**[®] 混合机中将后交联剂溶液喷射到该聚合物颗粒上。该后交联剂溶液为在丙二醇 / 水(重量比为 1:2)中的 1.2 重量%乙二醇二缩水甘油醚 溶液。基于该聚合物颗粒,将 5 重量%的溶液喷射到该聚合物颗粒上。随后在 150℃下干燥 60 分钟并进行后交联。

[0097] 除去后交联期间形成的筛上料之后,将该吸水性聚合物颗粒进行气动输送。所用输送管道为长度 153m、内径 108.5mm 的铝制平滑管道。该输送管道由两个水平段和两个垂直段组成,这些段通过弯道(其曲率半径与管道直径之比(R/D)为 3)连接。垂直高度一共为 10m。

[0098] 吸水性聚合物颗粒的传送输出量为 6400kg/h,输送空气速率为 1050kg/h,且输送管道始端的气速为 17.8m/s,输送管道末端的气速为 26m/s。基于环境压力,输送管道中的压力为 +500 至 0 毫巴。输送物料负载为 6.2kg/kg,输送始端的夫劳德数为 16.8。

[0099] 通过光学照相检测法测定吸水性聚合物颗粒(SAP)的粒度分布。结果总结在表 1 中。

[0100] 实施例 2

[0101] 程序与实施例 1 相同。弯道由曲率半径与管道直径之比 (R/D) 为 10 的弯道代替。

[0102] 表 1 : 结果

[0103]

	特定粒度的百分含量		
粒度[μm]	SAP(未输送)	实施例 1 R/D=3	实施例 2 R/D=10
0-90	0.0	0.5	0.0
91-120	0.0	0.7	0.0
121-150	0.1	2.6	0.1
151-200	0.7	3.6	1.1
201-250	2.5	6.0	3.2
251-300	4.0	5.9	4.3
301-350	5.9	6.5	5.6
351-400	14.9	12.8	14.7
401-500	19.3	13.2	18.2
501-600	19.0	13.7	17.4
601-700	16.6	15.8	16.5
701-800	14.9	12.1	12.2
801-900	2.1	5.9	5.7
901-1000	0.0	0.7	1.0
1001-1400	0.0	0.0	0.0
SFC[$10^{-7}\text{cm}^3\text{s/g}$]	40.1	31.1	37.6