



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) PI 0507563-7 B1**



**(22) Data do Depósito: 29/03/2005**

**(45) Data de Concessão: 30/11/2021**

---

**(54) Título:** AGENTE DE ABSORÇÃO DE ÁGUA PARTICULADO POSSUINDO FORMA PULVERIZADA DE MODO IRREGULAR, MÉTODO PARA PRODUÇÃO DO MESMO E ARTIGO ABSORVENTE

**(51) Int.Cl.:** C08J 3/12; C08J 3/24; C08L 101/14; A61L 15/60.

**(30) Prioridade Unionista:** 20/07/2004 JP 2004-211856; 29/03/2004 JP 2004-096083.

**(73) Titular(es):** NIPPON SHOKUBAI CO., LTD..

**(72) Inventor(es):** KUNIIHIKO ISHIZAKI; TAKAHIRO KITANO; YOSHIFUMI ADACHI; HIROKO UEDA; KATSUYUKI WADA.

**(86) Pedido PCT:** PCT JP2005006551 de 29/03/2005

**(87) Publicação PCT:** WO 2005/092955 de 06/10/2005

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 09/08/2006

**(57) Resumo:** AGENTE DE ABSORÇÃO DE ÁGUA PARTICULADO POSSUINDO FORMA PULVERIZADA DE MODO IRREGULAR, MÉTODO PARA PRODUÇÃO DO MESMO E ARTIGO ABSORVENTE A presente invenção fornece um agente de absorção de água particulado para um substrato absorvente do tipo fino adequado para uso real. um agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, caracterizado por compreender, uma resina de absorção de água reticulada de superfície obtida pela polimerização por reticulação de um monômero insaturado com um grupo ácido e/ou sais do mesmo, cujo agente de absorção contém partículas aglomeradas no mesmo e ainda satisfaz (1) capacidade de retenção centrífuga (CRC) em uma solução salina fisiológica de não menos que 32 g/g, (ii) tamanho de partícula médio ponderal (D50) de 200 109>m a 400 109>m. e (iii) partículas menores que 600 109>m e não menores que 150 109>m em 95% a 100% em peso. Ao se usar o agente de absorção de água particulado, pode-se obter artigos absorventes que possuem pouca superfície enrugada após absorção de água e excelente propriedade de permeação de líquido.

**AGENTE DE ABSORÇÃO DE ÁGUA PARTICULADO POSSUINDO FORMA  
PULVERIZADA DE MODO IRREGULAR, MÉTODO PARA PRODUÇÃO DO  
MESMO E ARTIGO ABSORVENTE**

**CAMPO DA INVENÇÃO**

5           A presente invenção relaciona-se a um agente de absorção de água particulado que possui uma resina que absorve água como um componente principal. Particularmente, ela relaciona-se a um agente de absorção de água particulado que possuindo forma irregularmente pulverizada  
10 usada por um substrato absorvente em uma fralda fina ou um absorvente higiênico fino, que mantém um estado fino convencionalmente não obtido mesmo após o uso e exerce capacidade de absorção superior.

**DESCRIÇÃO DA TÉCNICA RELACIONADA**

15           Neste momento, como materiais componentes em artigos higiênicos tais como fraldas descartáveis, absorventes higiênicos, por assim dizer absorventes para incontinência e etc., uma resina absorvente de água para absorver fluidos corpóreos e fibras hidrofílicas tal como celulose em pasta  
20 é amplamente usada. Como a resina absorvente de água, por exemplo, ácido poliacrílico reticulado parcialmente neutralizado, hidrolisatos de polímero graftizado de amido-ácido acrílico, copolímeros de acetato de vinil-acrilato saponificados, hidrolisatos de copolímero de acrilonitrila  
25 ou copolímeros de acrilamida ou polímeros reticulados destes, polímeros reticulados de monômeros catiônicos e etc. são usados como materiais brutos principais.

          Características de absorção de água convencionalmente exigidas para a resina absorvente de água incluem  
30 capacidade de absorção de líquido ou velocidade de absorção

de água superiores, resistência do gel e permeabilidade do gel em contato com o líquido aquoso tal como os fluidos corpóreos, junto com a força de sucção de água suguem a água de um substrato contendo o líquido aquoso. Também, como tendências recentes, um pó de resina absorvente de água com distribuição de tamanho de partícula muito limitada ou uma resina absorvente de água com alta absorvência e baixo conteúdo solúvel tem sido exigido e alta absorvência contra pressão ou permeabilidade à líquido sob pressão tem sido essencialmente exigido. Também, uma resina absorvente de água superior também em manipulação, além destas performances melhoradas tem sido exigida.

Por exemplo, há vários pedidos de patentes em muitos parâmetros especificando várias propriedades destas resinas absorventes de água ou agentes de absorção de água com uma resina absorvente de água como um componente principal, ou em métodos de medição destes (US32649 re-emitida, UK2267094B, US5051259, US5419956, US6087002, EP0629441, EP0707603, EP0712659, EP1029886, US5462972, US5453323, US5797893, US6127454, US6184433, US6297335, US37021 re-emitida, US5140076, US6414214B1, US5994440, US6444744, US6194531, EP0940148, EP1153656, EP0605215, US5147343, US5149335, EP0532002, US5601452, US5562646, US5669894, US6150582, WO02/053198, EP0937739).

Resinas absorventes de água superiores em resistência do gel, conteúdo solúvel e capacidade de absorção são propostas em US32649 re-emitida. Uma resina absorvente de água superior em permeabilidade a líquido sob nenhuma pressão, velocidade de absorção e capacidade de absorção é proposta em UK2267094B. A tecnologia que especifica a

distribuição do tamanho de partícula específico também é proposta em US5051259, US 5419956, US6087002 e EP0629441. Também, uma resina absorvente de água superior em absorvência contra pressão sob várias cargas ou muitos métodos de medição, portanto são também propostos e resinas absorventes de água com superior absorvência contra pressão sozinha ou em combinação com outra propriedade são propostas em EP0707603, EP0712659, EP1029886, US5462972, US5453323, US5797893, US6127454, US6184433, US6297335 e US37021 re-emitida.

Resinas absorventes de água com pouca diminuição de propriedade por impacto são propostas em US5140076 e US6414214B1. Uma resina absorvente de água com quantidade específica de partículas sólidas pulverulentas é proposta em US5994440 e uma resina absorvente de água com menos coloração é proposta em US6444744. Resinas absorventes de água superior em durabilidade do gel em uma solução aquosa de ácido L-ascórbico como índice de resistência à urina ou superior em capacidade de absorção de água são propostas em US6194531 e EP0940148. Uma resina absorvente de água com superior permeabilidade a ar é proposta em EP1153656. Uma resina absorvente de água com menos monômeros residuais é proposta em EP0605215.

Também, em US5147343, US5149335, EP0532002, US5601452, US5562646 e US5669894, as resinas absorventes de água com propriedades específicas são propostas como adequadas aos artigos absorventes de água tal como uma fralda que possui propriedade específica, composição específica ou concentração de polímero específica.

30 **SUMÁRIO DA INVENÇÃO**

Entre as resinas absorventes de água ou agentes de absorção de água que foram desenvolvidos com base em muitas propriedades, conforme descrito acima, aqueles objetivados para ou com especificações destas propriedades foram também produzidos, entretanto, houve um problema pois eles ainda não atenderam de forma satisfatória a performance no uso prático tal como uma fralda descartável e etc., mesmo se estas propriedades são controladas.

Portanto, é um objetivo da presente invenção fornecer um agente de absorção de água particulado adequado para o uso prático em substratos absorventes finos onde a performance praticamente suficiente não foi ainda atingida no substrato absorvente fino mesmo através do controle ou desenvolvimento de muitas propriedades tais como velocidade de absorção de água, capacidade de retenção centrífuga, absorvência contra pressão, resistência do gel, durabilidade, conteúdo solúvel e tamanho de partícula, embora baseado em quais resinas absorventes de água ou agentes de absorção de água foram desenvolvidos e usados.

#### **BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS**

A Figura 1 mostra o equipamento usado para medir o tempo de permeação de líquido sob pressão.

#### **DESCRIÇÃO DA(S) MODALIDADE(S) PREFERIDA(S)**

O volume de uma resina absorvente de água aumenta após a absorção de líquido, e assim muda também todo o volume de um substrato absorvente fino. Em um substrato absorvente fino, quando esta mudança de volume não é uniforme ou fornece uma forma irregular após a absorção de líquido, ele pode fornecer uma sensação desconfortável a um usuário ou pode incorrer em vazamento de líquido porque o líquido

recentemente liberado fluiu ao longo da forma irregular formada sobre o substrato absorvente antes de ser absorvido pelo substrato absorvente. Na presente invenção foi observado que o volume de um agente de absorção de água particulado após a absorção de líquido aumentou mais que o volume de líquido absorvido, como uma razão para tal. Então foi descoberto que quando um agente de absorção de água particulado composto de resina absorvente de água como um componente principal e incluindo partículas aglomeradas, e possuindo forma pulverizada irregularmente, tamanho de partícula específico, distribuição de tamanho de partícula específico e capacidade de absorção específica, a expansão de volume do agente de absorção de água pode ser suprimida até quase o volume de líquido absorvido e forneceu aspereza menor de um substrato absorvente após a absorção de líquido praticamente na aplicação de um fino substrato absorvente.

Os presentes inventores também descobriram que quando o agente de absorção de água contém essencialmente partículas aglomeradas, a permeabilidade a líquido sob pressão é significativamente melhorada.

Além disso, os presentes inventores também descobriram que quando um agente de absorção de água particulado é preparado por aglomeração em líquido aquoso tal como água enquanto se mantém o conteúdo de água específico, a resistividade do volume de um agente de absorção de água pode ser reduzida. Este fato significa que o agente de absorção de água da presente invenção possui mais propriedades condutoras pelo processo de aglomeração prescrito, a eletricidade estática gerada pela fricção do pó do agente de absorção de água pode ser reduzida,

suprimindo assim o espalhamento de pó causado pela  
eletricidade estática. Portanto, problemas podem ser  
suprimidos na preparação de um fino substrato absorção,  
porque o agente de absorção de água particulado da presente  
5 invenção possui propriedades de manipulação superiores.

Um agente de absorção de água particulado da presente  
invenção é um agente de absorção de água particulado  
possuindo forma pulverizada irregularmente, o qual agente  
de absorção de água particulado compreende como um  
10 componente principal uma resina de absorção de água de  
superfície reticulada obtida por polimerização de  
reticulação de um monômero insaturado possuindo um grupo  
ácido e/ou sais deste, o referido agente de absorção de  
água particulado contém partículas aglomeradas neste, e  
15 também o referido agente de absorção de água particulado  
satisfaz de (i) a (iii) descritos abaixo:

(i) capacidade de retenção centrífuga (CRC) do agente  
de absorção de água particulado em uma solução salina  
fisiológica sendo não menor que 32 g/g;

20 (ii) tamanho de partícula médio ponderal (D50) do  
agente de absorção de água particulado estando na faixa de  
200 a 400  $\mu\text{m}$ ; e

(iii) partículas do agente de absorção de água  
particulado menores que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$   
25 estando na faixa de 95 a 100% em peso.

Um método para a produção do agente de absorção de  
água particulado com forma pulverizada irregularmente da  
presente invenção é:

um método para a produção de um agente de absorção de  
30 água particulado possuindo forma pulverizada

irregularmente, o qual agente de absorção de água  
particulado compreende como um componente principal uma  
resina de absorção de água de superfície reticulada obtido  
por polimerização de reticulação de um monômero insaturado  
5 possuindo um grupo ácido e/ou Sais deste e também através  
de etapas de secagem e pulverização, e o referido agente de  
absorção de água particulado contém partículas aglomeradas  
neste, este método compreendendo:

uma etapa de polimerização por reticulação de uma  
10 solução aquosa de um monômero insaturado contendo um ácido  
acrílico não neutralizado e/ou sais destes na presença de  
um agente de reticulação;

uma etapa de reticulação de superfície adicional de  
uma partícula de resina de absorção de água obtida pela  
15 polimerização e a referida partícula de resina de absorção  
de água satisfazendo de (i) a (iii) descritos abaixo:

(i) capacidade de retenção centrífuga (CRC) da  
partícula de resina de absorção de água em uma solução  
salina fisiológica sendo não menor que 32 g/g,

20 (ii) tamanho de partícula médio ponderal (D50) da  
partícula de resina de absorção de água estando na faixa de  
150 a 380  $\mu\text{m}$ ; e

(iii) partículas de resina de absorção de água menores  
que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$  estando na faixa de 92  
25 a 100% em peso; e

uma etapa de também adicionar líquido aquoso a estas  
após a reticulação de superfície e o aquecimento das  
partículas de resina enquanto se mantém o conteúdo de água  
destas entre 1 e 10% em peso e também se controlando o  
30 tamanho de partícula.

**EFEITOS DA INVENÇÃO**

De acordo com um agente de absorção de água particulado com forma irregularmente pulverizada da presente invenção, no uso prático como um substrato de absorção fino tal como uma fralda fina, uma sensação desagradável pode ser reduzida porque um substrato de absorção possui pouca irregularidade, não estando relacionado à absorção de líquido. Também, devido à alta permeabilidade a líquido e à alta velocidade de absorção do agente de absorção de água, o escape ou re-umidificação são menores, e devido ao melhoramento da secura da superfície dos artigos de absorção finos, a geração de sudorese ou irritação cutânea de um usuário pode ser reduzida.

Além disso, devido a pouca carga eletrostática de um agente de absorção de água particulado, a manipulação durante a produção de um substrato de absorção fino é melhorada.

Além destas vantagens, limitando-se o tamanho de partícula médio ponderal de um agente de absorção de água particulado dentro de uma faixa específica e limitando-se a proporção de partículas menores que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$  dentro da faixa específica, a distribuição do diâmetro de partícula torna-se mono-dispersada e portanto gera pouca segregação de tamanho. Como um resultado, a frequência da mudança periódica na quantidade alimentada de pó é suprimida. Isto possui o efeito da estabilização da qualidade do artigo de absorção fino produzido e misturação homogênea fácil com fibras hidrofílicas tal como pasta de celulose triturada.

30 **MELHORES MODALIDADES PARA PRATICAR A INVENÇÃO**

Os materiais brutos usados para a resina de absorção de água e agente de absorção de água particulado da presente invenção e condições de reação serão explicados abaixo. Na presente invenção, os seguintes valores obtidos  
5 pelos métodos descritos nos Exemplos apresentados mais tarde: (i) capacidade de retenção centrífuga (CRC) em uma solução salina fisiológica, (ii) tamanho de partícula médio ponderal (D50), (iii) percentual em peso de partículas menores que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$ , (iv)  
10 absorvência contra pressão a 1,9 kPa (AAP1, 9 kPa) em uma solução salina fisiológica, (v) percentual de partículas menores que 150  $\mu\text{m}$ , (vi) desvio padrão logarítmico, (vii) velocidade de absorção de vórtice, (viii) fluidez após absorção de umidade, (ix) diminuição da proporção do  
15 tamanho de partícula médio ponderal por impacto e aumento da proporção do tamanho de partícula médio ponderal por aglomeração, (x) densidade aparente do gel após inchaço saturado em uma solução salina fisiológica, (xi) tempo de permeação de líquido sob pressão, (xii) conteúdo de água e  
20 (xiii) resistividade de volume de um agente de absorção de água.

#### **(1) Resina absorvente de água**

Uma resina absorvente de água da presente invenção significa um polímero reticulado que pode formar hidrogel e  
25 inchar na presença de água e não se dissolve em água, por exemplo, inchar na presença de água indica a absorção de uma grande quantidade de água em água permutada, tal como essencialmente 5 vezes ou mais o próprio peso e preferivelmente de 50 a 1.000 vezes. Não se dissolver em  
30 água significa que o conteúdo solúvel (conteúdo extraível)

medido e especificado por um método para "Equilibrium Extractable Content" em US32649 re-emitida não é menor que 0% em peso e não maior que 50% em peso e também preferivelmente não menor que 0% em peso e não maior que 5 30% em peso.

Como uma resina absorvente de água na presente invenção, para alcançar os objetivos da presente invenção, uma resina absorvente de água, obtida através de polimerização por reticulação de um monômero insaturado 10 contendo um grupo ácido e/ou sais deste, é essencialmente usada e preferivelmente um polímero neutralizado de ácido poliacrílico, obtido por polimerização e reticulação de um monômero insaturado composto principalmente de ácido acrílico e/ou sais deste, é usado.

15 Qualquer resina absorvente de água pode ser usada contanto que ele possua uma estrutura polimerizada reticulada e pode ser uma resina absorvente de água obtida por reação de reticulação com um agente de reticulação após a polimerização de um monômero insaturado contendo um grupo 20 ácido e/ou sais deste.

**(2) Agente de absorção de água (absorvente de água) e um método de produção deste**

Um agente de absorção de água na presente invenção é um agente gelificante feito de uma resina de absorção de 25 água como um componente principal, para absorver líquido aquoso. O líquido aquoso não está limitado à água mas também inclui substâncias contendo água sem estar especialmente limitada a urina, sangue, excrementos, líquidos residuais, umidade ou vapor, gelo, uma mistura de 30 água e solventes orgânicos ou solventes inorgânicos, águas

pluviais e águas subterrâneas, preferivelmente urina e particularmente de forma preferível urina humana. Na presente invenção, a resina de absorção de água pode ser usada no estado em que se encontra como um agente de  
5 absorção de água e aditivos ou água podem estar contidos de forma opcional. O conteúdo de uma resina de absorção de água no agente de absorção de água é de 70 a 100% em peso do agente de absorção de água, preferivelmente de 80 a 100% em peso e também preferivelmente de 90 a 100% em peso. Como  
10 outros componentes secundários contidos, água é geralmente usada como um componente principal ou essencial e também os aditivos descritos posteriormente são usados.

Um método para preparar o agente de absorção de água da presente invenção não possui nenhuma limitação contanto  
15 que ele possa fornecer as propriedades satisfatórias mencionadas acima. Um método, por exemplo, através do controle do tamanho de partícula específico antes da reticulação de superfície de uma resina de absorção de água, da reticulação de superfície e aquecimento adicional  
20 pela adição de água enquanto se mantém o conteúdo de água da resina de superfície reticulada, mais especificamente, um dos seguintes métodos de produção de 1 a 3 pode ser aplicado.

**Método de Produção 1:** Método para um agente de  
25 absorção de água particulado através de polimerização por reticulação de uma solução aquosa de um monômero insaturado contendo ácido acrílico não neutralizado e/ou sais destes como um componente principal na presença de um agente de reticulação, secagem e pulverização, ajuste à distribuição  
30 do tamanho de partícula específico, reticulação de

superfície das partículas de resina de absorção de água assim obtidas com capacidade de absorção específica e então aglomeração para ajustar o tamanho de partícula através do aquecimento enquanto se mantém o conteúdo de água de 1 a 5 10% em peso através da adição de água e da classificação das partículas aglomeradas obtidas.

**Método de Produção 2:** Método para um agente de absorção de água particulado incluindo as etapas de polimerização por reticulação de uma solução aquosa de uma 10 concentração específica de um monômero insaturado contendo ácido acrílico não neutralizado como componentes principais na presença de um agente de reticulação, secagem, pulverização, ajuste à distribuição do tamanho de partícula específico, reticulação de superfície das partículas de 15 resina de absorção de água assim obtidas com capacidade de absorção específica e então aglomeração para ajustar o tamanho de partícula através do aquecimento enquanto se mantém o conteúdo de água de 1 a 10% através da adição de água e classificação das partículas aglomeradas obtidas.

**Método de Produção 3:** Método para um agente de absorção de água particulado através de polimerização por reticulação de uma solução aquosa de um monômero insaturado contendo ácido acrílico não neutralizado e/ou sais destes como componentes principais na presença de um agente de 25 reticulação, secagem, pulverização, ajuste à distribuição do tamanho de partícula específico, reticulação de superfície das partículas de resina de absorção de água assim obtidas com absorvência específica e então aglomeração para ajustar o tamanho de partícula através do 30 aquecimento enquanto se mantém o conteúdo de água de 1 a

10% em peso através da adição de água e classificação das partículas aglomeradas obtidas, onde um agente quelante é adicionado em um ou mais momentos selecionados a partir do grupo consistindo de (i) durante a polimerização, (ii) após a polimerização e antes da reticulação de superfície, (iii) durante a reticulação de superfície, (iv) durante a aglomeração.

Um método de produção para o agente de absorção de água da presente invenção e também o agente de absorção de água da presente invenção são explicados abaixo seqüencialmente.

### **(3) Um monômero insaturado**

Como um monômero insaturado que compõem uma resina de absorção de água (posteriormente poderá ser abreviado como simplesmente monômero), ácido acrílico e/ou um sal deste é preferivelmente usado como um componente principal, e eles podem ser usados sozinhos ou em combinação com outros monômeros para se obter uma resina de absorção de água. Tais outros monômeros incluem um monômero insaturado aquoso ou hidrofóbico tal como ácido metacrílico, anidrido maleico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido crotônico, ácido itacônico, ácido vinilsulfônico, ácido 2-metacrilamina-2-metilpropano sulfônico, ácido metacriloxialcano sulfônico e seus sais de metal alcalino, sal de amônio, N-vinil-2-pirrolidona, N-vinilacetamida, metacrilamida, N-isopropol metacrilamida, N,N-dimetil metacrilamida, metacrilato de 2-hidroxietila, metacrilato de metoxipolietilenoglicol, metacrilato de polietilenoglicol, isobutileno, metacrilado de lauril, etc. Eles podem ser usados sozinhos ou em combinação de dois ou

mais tipos.

Quando os monômeros que não o ácido acrílico (sais) são usados em combinação, para alcançar os objetivos da presente invenção, o uso da proporção do monômero que não o ácido acrílico (sais) é preferivelmente de 0 a 30% em mol com base na quantidade total de ácido acrílico e sais deste, mais preferivelmente de 0 a 10% em mol e ainda mais preferivelmente de 0 a 5% em mol.

Quando um monômero insaturado contendo um grupo ácido é usado como um monômero, sais deste incluem sais de metal alcalino, sais de metal alcalino terroso e sais de amônio, em vista de performance, disponibilidade industrial e segurança de uma resina de absorção de água obtida, sais de sódio e sais de potássio não preferidos. Um monômero insaturado contendo um grupo ácido tal como ácido acrílico é preferivelmente neutralizado no grupo ácido em vista da propriedade e relação de pH e neutralização do grupo ácido é freqüentemente de 20 a 100% em mol, preferivelmente de 30 a 95% em mol e mais preferivelmente de 40 a 80% em mol. A neutralização do grupo ácido pode ser executada em uma solução aquosa contendo um monômero ou pode ser executada após a obtenção de um polímero conforme mostrado no método de produção 2 ou podem ser usados em combinação.

#### **(4) Um agente de reticulação interno**

Uma resina de absorção de água usada na presente invenção é um polímero reticulado e a estrutura reticulada pode ser formada como um tipo auto-reticulado sem o uso de um monômero passível de reticulação ou tipo reticulado com agente de reticulação interno tal como um monômero passível de reticulação pode ser usado. Em vista da propriedade, é

preferível copolimerizar ou reagir um agente de reticulação interno possuindo não menos que 2 grupos insaturados polimerizáveis ou não menos que 2 grupos passíveis de reação em uma molécula. Um agente de absorção de água  
5 torna-se insolúvel à água devido ao fato de ser um polímero reticulado.

Exemplos específicos destes agentes de reticulação internos incluem, por exemplo, N,N'-metileno bismetacrilamida, dimetacrilato de polietilenoglicol,  
10 dimetacrilato de polipropilenoglicol, trimetacrilato de trimetilolpropano, trimetacrilato de glicerina, acrilato e metacrilato de glicerina, trimetacrilato de trimetilolpropano modificado com óxido de etileno, tetrametacrilato de pentaeritritol, trialilcianurato,  
15 isocianurato de trialila, fosfato de trialila, trialilamina, polimetiloxi alceno, polietilenoglicol diglicidil éter, glicerol diglicidil éter, etilenoglicol, polietilenoglicol, propilenoglicol, glicerina, pentaeritritol, etilenodiamina, carbonato de etileno,  
20 carbonato de propileno, polietileniimina, metacrilato de glicidila, etc.

Estes agentes de reticulação interno podem ser usados ou em uma mistura de dois ou mais tipos, conforme apropriado. Estes agentes de reticulação interno podem ser  
25 adicionados como um todo dentro de um sistema reacional ou em porções. Quando pelo menos um tipo ou não menos que 2 tipos de agentes de reticulação interno são usados, levando-se em consideração as propriedades de absorção de uma resina de absorção de água ou um agente de absorção de  
30 água finalmente obtido, é preferível usar essencialmente um

composto possuindo não menos que dois grupos insaturados polimerizáveis na polimerização.

Usando-se uma quantidade destes agentes de reticulação internos preferivelmente na faixa de 0,001 a 2% em mol com base no monômero insaturado (excluindo os agentes de reticulação internos), mais preferivelmente 0,005 a 0,5% em mol, também preferivelmente 0,01 a 0,2% em mol e particularmente preferivelmente de 0,03 a 0,15% em mol. O uso de quantidades dos agentes de reticulação interno menores que 0,001% em mol e superiores que 2% em mol pode não fornecer propriedades de absorção suficientes.

Quando a estrutura reticulada é introduzida em um polímero pelo uso de um agente de reticulação interno, o agente de reticulação interno pode ser adicionado a um sistema reacional antes, durante ou após a polimerização do monômero ou após a neutralização.

#### **(5) Iniciador de Polimerização**

Um iniciador usado em polimerização de um monômero para se obter uma resina de absorção de água usada na presente invenção inclui um iniciador de polimerização na forma de radical tal como persulfato de potássio, persulfato de amônio, persulfato de sódio, peracetato de potássio, peracetato de sódio, percarbonato de potássio, percarbonato de sódio, hidroperóxido de tercbutila, peróxido de hidrogênio, 2,2'-azobis(2-amidinopropano)dihidrocloreto, etc.: os iniciadores de fotopolimerização tal como o 2-hidroxi-2-metil-1-fenilpropano-1-ona, etc. O uso de uma quantidade do iniciador de polimerização, em vista de propriedade, está na faixa de 0,001 a 2% em mol, preferivelmente de 0,01 a

0,12% em mol (com base no total de monômeros). Quando a quantidade utilizada do iniciador de polimerização é menor que 0,001% em mol, monômeros residuais não reagidos aumentam, se a quantidade do iniciador de polimerização é superior a 2% em mol, o controle de polimerização torna-se difícil e, portanto não preferível.

#### **(6) Método de Polimerização**

Na presente invenção, a polimerização em massa ou polimerização por precipitação pode ser executada, entretanto, em vista de propriedade, a polimerização em solução aquosa ou polimerização em suspensão de fase reversa executadas em solução aquosa do monômero são preferíveis. A concentração de monômero na solução aquosa (posteriormente referida como uma solução aquosa de monômero), quando uma solução aquosa do monômero é preparada, é determinada pela temperatura da solução aquosa ou do monômero e não especialmente limitada, entretanto, preferivelmente de 10 a 70% em peso e também preferivelmente de 20 a 60% em peso. Quando a polimerização em solução aquosa é executada, um solvente que não água pode ser usado, se necessário, e o tipo de solvente usado em combinação não é especialmente limitado. A quebra pode ser executada após a polimerização, se necessária.

A polimerização é iniciada usando-se o iniciador de polimerização. Um raio de energia ativado tal como um raio UV, feixe de elétron ou raio  $\gamma$  pode ser usado excluindo-se o iniciador de polimerização em seu estado ou em combinação com o iniciador de polimerização. A temperatura de polimerização depende do tipo do iniciador de polimerização usado, entretanto, é preferivelmente na faixa de 15 a 130°C

e mais preferivelmente na faixa de 20 a 120°C.

A polimerização em fase reversa é um método para a polimerização através da suspensão de uma solução aquosa de monômero em um solvente orgânico hidrofóbico, descrito por exemplo em US4093776, US4367323, US4446261, US4683274, US5244735, etc. A polimerização em solução aquosa é um método para polimerização de uma solução aquosa de monômero sem o uso de um solvente de dispersão, descrito por exemplo em US4625001, US4873299, US4286082, US4973632, US4985518, US5124416, US5250640, US5264495, US5145906, US5380808, EP0811636, EP0955086, EP0922717, etc. Os monômeros ou iniciadores de polimerização exemplificados nestes métodos de polimerização são também aplicáveis à presente invenção.

Uma resina de absorção de água da presente invenção possui, conforme descrito, grau de neutralização de grupos ácido de geralmente 20 a 100% em mol, mas em um processo de polimerização de um monômero insaturado, o monômero insaturado pode ser polimerizado no estado não neutralizado e ser neutralizado após a polimerização, ou a polimerização pode ser executada usando-se o monômero insaturado neutralizado antecipadamente. Portanto, o grau de neutralização do monômero insaturado na solução aquosa de monômero pode estar em qualquer faixa de 0 a 100% em mol. Entre estes, no método de produção 1 ou o método de produção 3 pode também ser polimerização por neutralização e a polimerização pode ser executada usando-se a solução aquosa de monômero com o grau de neutralização de 30 a 100% em mol, preferivelmente de 40 a 95% em mol e mais preferivelmente de 50 a 85% em mol. As modalidades de neutralização incluem iniciar a polimerização usando-se o

monômero insaturado não neutralizado, seguido por neutralização no meio da polimerização; para polimerizar usando-se o monômero insaturado neutralizado também no meio da polimerização, todos os quais fornecendo polimerização do monômero insaturado neutralizado finalmente, e o valor médio do grau de neutralização no início da polimerização.

Por outro lado, por assim dizer, um método para polimerização de ácido, seguido por neutralização, pode ser adotado, onde o monômero insaturado não neutralizado contendo um grupo ácido, particularmente, ácido acrílico não neutralizado como um componente principal é polimerizado, seguido pela neutralização do grupo ácido. Este corresponde ao método de produção 2. Isto é, o método de produção 2 da presente invenção é um método para polimerização por reticulação de concentração específica da solução aquosa de monômero insaturado com ácido acrílico não neutralizado como um componente principal na presença de um agente de reticulação, seguido pela neutralização, ajuste ao tamanho de partícula específico e também reticulação de superfície das partículas de resina de absorção de água assim obtidas com capacidade de absorção específica. No método de produção 2, o ácido acrílico não neutralizado é um componente principal e após a polimerização por reticulação usando um monômero de ácido acrílico não neutralizado na faixa de preferivelmente 30 a 100% em mol, mais preferivelmente de 90 a 100% em mol e particularmente preferivelmente de 100% em mol, seguido pela adição de um sal de metal alcalino para pós-neutralização para fornecer uma base de metal alcalino parcial a ser usada como uma resina de absorção de água da

presente invenção. Quando uma resina de absorção de água obtida por este método de polimerização é usada como um agente de absorção de água da presente invenção, é possível obter um substrato de absorção com alta capacidade de absorção e superior estabilidade à urina. Quando o monômero insaturado não neutralizado é polimerizado, o uso de uma quantidade de um agente de reticulação interno tende a ser capaz de aumentar e a resistência à deterioração pela urina pode ser melhorada pelo aumento na densidade de reticulação.

Na presente invenção, outros monômeros polimerizáveis podem ser usados com ácido acrílico, se necessário. Outros monômeros polimerizáveis específicos, agentes de reticulação internos, tipos de iniciadores de polimerização, aditivos e etc. são os mesmos descritos nos conteúdos dos itens (3), (4) e (5). No método de produção 2, a concentração de um monômero polimerizável, quando um solvente é usado, não é especialmente limitada, entretanto, ela é tão baixa quanto de 5 a 30% em peso e preferivelmente de 10 a 30% em peso e a temperatura de iniciação da polimerização da solução de monômero aquosa é preferivelmente tão baixa quanto de 10°C a 25°C.

Os compostos de metal alcalino usados para neutralizar um grupo ácido no monômero insaturado que contém um grupo ácido ou em um polímero obtido para fornecer uma base de metal alcalino parcial incluem hidróxido de metal alcalino (hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de lítio, etc.) carbonato de metal alcalino (carbonato de sódio, bicarbonato de potássio, etc.) e etc. Em vista de performance, a disponibilidade industrial e segurança da

resina de absorção de água obtida, os sais de sódio e os sais de potássio são preferíveis entre eles. Na presente invenção, de 50 a 90% em mol, preferivelmente de 60 a 80% em mol de grupos ácidos em um polímero são convertidos a 5 sais de metal alcalino por reação de neutralização com um composto de metal alcalino.

No método de produção 2, o polímero após a polimerização é essencialmente neutralizado. Um método para neutralização de um polímero com um composto de metal 10 alcalino inclui, quando a polimerização é executada usando-se um solvente, um onde uma solução aquosa de um composto de metal alcalino é adicionada, enquanto se corta um polímero tipo gel obtido em pequenos pedaços não maiores que cerca de 1 cm<sup>3</sup>, seguido por misturação adicional do gel 15 com um amassador ou um moedor de carne. A temperatura de neutralização para se obter o agente de absorção de água da presente invenção é de 50°C a 100°C, preferivelmente de 60°C a 90°C e a neutralização é preferivelmente executada de forma que a homogeneidade não seja maior que 10 conforme 20 representado pelo primeiro índice de neutralização (especificado pelo grau de neutralização de 200 partículas) descrito na reivindicação 1 de US6187872.

#### **(7) Agente de transferência de cadeia**

Na presente invenção, um agente de transferência de 25 cadeia pode ser usado na polimerização. Através da polimerização na presença de um agente de transferência de cadeia aquoso além do monômero insaturado, de um agente de reticulação interno e um iniciador de polimerização, e quando uma resina de absorção de água assim obtida é usada 30 como um agente de absorção de água da presente invenção, um

substrato de absorção com alta capacidade de absorção e superior estabilidade à urina pode ser obtido. Quando o agente de transferência de cadeia é usado em combinação, o uso de uma quantidade do agente de reticulação interno pode ser aumentado, como uma resistência à deterioração resultante pela urina pode ser melhorada aumentando-se a densidade de reticulação. O agente de transferência de cadeia aquoso usado para polimerização na presente invenção não é especialmente limitado contanto que ele dissolva-se em água ou em um monômero insaturado etilênico e inclua tióis, tiolatos, álcoois secundários, aminas, hipofosfitos (sais), e etc. Especificamente, mercaptoetanol, mercaptopropanol, dodecil mercaptano, tioglicóis, ácido tiomálico, ácido 3-mercaptopropiônico, isopropanol, fosfito de sódio, fosfito de potássio, hipofosfito de sódio, ácido fórmico e seus sais são usados, e um tipo e não menos que 2 tipos selecionados a partir do grupo pode ser usado. In view of the effect, phosphorous compounds, in particular, hypophosphite salts such as sodium hypophosphite are preferably used.

O uso de uma quantidade do agente de transferência de cadeia aquoso depende do tipo de agente de transferência de cadeia aquoso e da concentração de uma solução aquosa de monômero, entretanto, é de 0,001 a 1% em mol com base nos monômeros totais e preferivelmente de 0,005 a 0,3% em mol. O uso de uma quantidade menor que 0,001% em mol não fornece nenhum efeito de agentes de transferência de cadeia. Por outro lado, o uso de uma quantidade superior a 1% em mol aumenta o conteúdo solúvel em água e contrariamente diminui a estabilidade e, portanto não é preferível. O agente de

transferência de cadeia pode ser adicionado dissolvendo o monômero em uma solução aquosa antes da polimerização ou seqüencialmente no meio da polimerização.

#### **(8) Secagem**

5 O polímero reticulado pelos métodos de polimerização acima é um polímero reticulado tipo gel hidratado, que pode ser triturado, se necessário, e depois seco. A secagem é executada geralmente a uma temperatura na faixa de 60°C a 250°C, preferivelmente de 100°C a 220°C e mais  
10 preferivelmente de 120°C a 200°C como temperaturas médias de aquecimento. O tempo de secagem depende da área de superfície e do conteúdo de água de um polímero e um tipo de secador e é selecionado para se obter o conteúdo de água objetivado. Na presente invenção, um polímero reticulado  
15 após a secagem é chamado de uma resina de absorção de água.

O conteúdo de água de uma resina de absorção de água usada na presente invenção não é especialmente limitado, entretanto, ele é selecionado de forma a fornecer uma partícula que exhibe fluidez mesmo à temperatura ambiente e  
20 estado de pó com o conteúdo de água de mais preferivelmente 0,2 a 30% em peso, também preferivelmente de 0,3 a 15% em peso e particularmente de forma preferível de 0,5 a 10% em peso. Conteúdo de água muito alto não apenas prejudica a fluidez e portanto afeta a produção mas também torna a  
25 pulverização de uma resina de absorção de água impossível e pode perder o controle para a distribuição do tamanho de partícula específico. O conteúdo de água de uma resina de absorção de água é especificado como a quantidade de água contida na resina de absorção de água, medida por perda de  
30 peso na secagem a 180°C por 3 horas.

Como um método de secagem usado, vários métodos podem ser adotados, de forma que o conteúdo de água objetivado seja atingido, incluindo secagem a quente, secagem através de ar quente, secagem sob pressão reduzida, secagem através de raios infravermelhos, secagem por microondas, desidratação azeotrópica com um solvente orgânico hidrofóbico e secagem de alta umidade usando-se vapor a alta temperatura, entretanto, não especialmente limitados.

A forma de uma resina de absorção de água da presente invenção obtida pelos métodos de produção acima não é especialmente limitada, contanto que ela seja adequada para ser tratada como pó e inclua formas esféricas, fibrosas, em bastão, quase esféricas, planas, irregulares, particuladas aglomeradas, partículas estruturadas porosas, entretanto, uma forma irregularmente pulverizada obtida por um processo de pulverização após a polimerização da solução aquosa ou da polimerização por fase reversa é essencialmente usada. Embora as partículas com forma irregularmente pulverizada sejam essencialmente usadas, outras partículas, por exemplo, partículas esféricas podem estar compreendidas. Neste caso, o conteúdo de partículas com forma irregularmente pulverizada é de 70 a 100% em peso, mais preferivelmente de 85 a 100% em peso e particularmente de forma preferível de 95 a 100% em peso. As partículas com forma irregularmente pulverizada obtidas através de um processo de pulverização podem ser essencialmente usadas.

**(9) Pulverização, classificação, controle do tamanho de partícula e capacidade de absorção**

Uma resina de absorção de água usada na presente invenção é ajustada preferivelmente para ter tamanho de

partícula específico.

Geralmente, quando se tenta obter partículas com tamanho de partícula médio ponderal tão pequenos quanto possível, a proporção de partículas final (por exemplo, 5 partículas menores que 106  $\mu\text{m}$ ) tende a aumentar, entretanto, por combinação de um método de pulverização e classificação descrito após, e também com a recuperação das finas partículas de resina de absorção de água, uma resina de absorção de água controlada para possuir diâmetro de 10 partícula específico podem ser obtida com alto rendimento.

Um pulverizador usado para se obter partículas possuindo forma irregularmente pulverizada e o seguinte diâmetro de partícula objetivado controlado, obtido por um processo de pulverização, inclui aqueles classificados como 15 um pulverizador de corte grosso, um pulverizador de impacto e um pulverizador de rotação de alta velocidade, entre os tipos de pulverizador classificados na Tabela 2.10 de "Powder Engineering Handbook" (Editado por *The Association of Powder Engineering*: primeira versão) e tais tipos que 20 possuem pelo menos um mecanismo de pulverização como corte, cisalhamento, impacto e fricção são preferivelmente usados e em particular, um pulverizador com mecanismo de corte ou cisalhamento como mecanismo principal é preferível. Além destes, mesmo aqueles classificados como sendo do tipo de 25 rotação de cilindro e um moinho de cilindros (tipo de rotação de cilindro) possuindo mecanismo de compressão como mecanismo de pulverização podem ser usados, se eles possuem efeitos de cisalhamento e corte fortes. Entre os pulverizadores preferíveis, tal equipamento pulverizador de 30 cisalhamento por múltiplas lâminas rotativas contra uma

lâmina fica é preferível. A velocidade periférica das lâminas rotativas é preferivelmente de 3,0 a 200 m/s, mais preferivelmente de 5,0 a 150 m/s. Tal pulverizador de lâminas com alta velocidade de rotação pode não apenas  
5 fornecer alta eficiência de pulverização e superior produtividade, mas também diminuir a geração de pós finos do agente de absorção de água.

Na presente invenção, pulverizando-se uma resina de absorção de água seca com conteúdo de água na faixa de 0,2  
10 a 30% em peso com o pulverizador de pó, a geração de partículas finas menores que 150  $\mu\text{m}$  pode ser suprimida ao mínimo e a operação com alta produtividade pode ser executada. Também, combinando-se com tecnologia de recuperação dos finos pós de resina de absorção de água  
15 descrita após, os seguintes diâmetros de partícula preferíveis da presente invenção podem ser alcançados.

O diâmetro de partícula de uma resina de absorção de água usada na presente invenção para se obter um agente de absorção de água da presente invenção é freqüentemente  
20 controlado finamente em uma estreita faixa de 150 a 380  $\mu\text{m}$ , preferivelmente de 180 a 360  $\mu\text{m}$ , mais preferivelmente de 200 a 340  $\mu\text{m}$  e particularmente de forma preferível de 220 a 320  $\mu\text{m}$ , como tamanho de partícula médio ponderal (especificado através de classificação por peneiras), e a  
25 proporção de partículas com diâmetros menores que 150  $\mu\text{m}$  é controlada para ser de 0 a 8% em peso, preferivelmente de 0 a 5% em peso e mais preferivelmente de 0 a 2% em peso.

A densidade aparente (especificada por JIS K-3362-1998) da resina de absorção de água da presente invenção  
30 para se obter um agente de absorção de água da presente

invenção é ajustada para estar na faixa de preferivelmente 0,40 a 0,90 g/mL e mais preferivelmente de 0,50 a 0,80 g/mL. A proporção de partículas com diâmetro menor que 600 µm e não menores que 150 µm é preferivelmente de 92 a 100% em peso em todas as partículas, mais preferivelmente de 95 a 100% em peso e também mais preferivelmente de 98 a 100% em peso. A proporção de partículas com diâmetro menor que 500 µm e não menores que 150 µm é preferivelmente de 90 a 100% em peso em todas as partículas, mais preferivelmente de 92 a 100% em peso e também mais preferivelmente de 93 a 100% em peso. o desvio padrão logarítmico ( $\delta\zeta$ ) da distribuição de tamanho de partícula é controlada preferivelmente para estar na faixa de 0,20 a 0,40, mais preferivelmente de 0,20 a 0,38 e particularmente de forma preferível de 0,20 a 0,36.

Uma resina de absorção de água assim obtida na presente invenção é ajustada para ter o tamanho de partícula acima e preferivelmente capacidade de retenção centrífuga (CRC) em uma solução salina fisiológica antes da reticulação de superfície é controlada para ser não menor que 32 g/g, mais preferivelmente de 35 a 70 g/g, também preferivelmente de 40 a 65 g/g e particularmente de forma preferível de 45 a 65 g/g. A capacidade de absorção pode ser controlada formulando-se uma quantidade específica de um agente de reticulação interno para uma solução aquosa de um monômero insaturado ou controlando-se as condições de polimerização ou as condições de secagem.

**(10) Recuperação e regeneração de partículas de resina de absorção de água finas**

Na presente invenção, como meio para controlar o

diâmetro de partícula pequeno e reduzir a quantidade de partículas final (partículas abaixo de 150 µm) embora contraditório, por exemplo, executa-se a recuperação e regeneração de partículas finas.

5 As partículas de resina de absorção de água finas (por exemplo, partículas menores que 106 µm) retiradas pela pulverização e classificação do Item (9) acima podem ser regeneradas para as partículas de resina de absorção de água objetivadas retornando-as a uma solução de monômero  
10 usada para a re-polimerização ou misturação com grande quantidade de água quente (proporção de peso entre partículas de resina de absorção de água final e água quente de 5:4 a 3:7) para retornar à substância tipo gel hidratada novamente, seguido pela secagem e pulverização,  
15 etc. Estas técnicas estão exemplificadas em US6228930, US5264495, US4950692, US5478879 e EP844270. Pela recuperação e regeneração das partículas fora da faixa objetivas, a quantidade de resíduo pode ser reduzida.

Através da combinação de um método de pulverização e  
20 de classificação de acordo com a presente invenção e também se recuperando e regenerando-se as partículas de resina de absorção de água finas, as partículas de absorção de água podem ser obtidas com rendimento preferivelmente não menor que 80% em peso e não maior que 100% em peso como base  
25 sólida em relação ao peso de monômero alimentado, também preferivelmente não menor que 90% em peso e não maior que 100% em peso e ainda mais preferivelmente não menor que 95% em peso e não maior que 100% em peso, onde o sólido (% em peso) é um valor calculado subtraindo-se o conteúdo de água  
30 (% em massa) de 100% em massa. As partículas obtidas pela

recuperação das finas partículas de resina de absorção de água possuem alta resistência de partícula equivalente àquela das partículas obtidas por polimerização, secagem e pulverização. Uma resina de absorção de água assim recuperada e regenerada é geralmente sujeitada à pulverização, classificação e controle de tamanho de partícula após misturação com uma resina de absorção de água obtida pelo processo de secagem (8).

**(11) Tratamento de reticulação de superfície**

10 A resina de absorção de água da presente invenção pode ser, conforme representado pelos métodos de produção de 1 a 3, uma com absorvência específica obtida pelo ajuste à distribuição de tamanho de partícula específico, seguido por reticulação de superfície adicional. A resina de absorção de água usada na presente invenção possui uma capacidade de retenção centrífuga (CRC) diminuída, por exemplo, por reticulação de superfície, para geralmente 50 a 95% da capacidade de retenção centrífuga (CRC) antes da reticulação de superfície e também para 60 a 90%. A diminuição da capacidade de retenção centrífuga pode ser ajustada pelo tipo e quantidade de um agente de reticulação, pela temperatura e tempo de reação, conforme apropriado.

O tratamento de reticulação de superfície na presente invenção significa uma operação para aumentar a densidade de reticulação próximo à superfície de uma partícula ao invés de no interior da partícula. Mais especificamente, ele é uma operação para formar um nova reticulação pela adição, sobre a superfície da partícula, de um composto (um agente de reticulação de superfície) possuindo pelo menos

dois grupos funcionais em uma molécula, que podem formar ligações por reação com um grupo ácido ou sais deste (por exemplo, um grupo carboxil ou sais deste) contido em uma resina de absorção de água particulada.

5 Executando-se tal reticulação de superfície, a absorvência contra pressão e a permeabilidade a líquido sob pressão descritas posteriormente podem ser melhoradas, e portanto, ele é particularmente preferido.

Um agente de reticulação de superfície usado na  
10 presente invenção não é especialmente limitado, entretanto, por exemplo, aqueles exemplificados em US6228930, US6071976, US6254990, e etc. podem ser usados e incluem, por exemplo, álcoois polihídricos tais como mono-, di-, tri-, tetra- ou polietilenoglicol, monopropilenoglicol,  
15 1,3-propanodiol, dipropilenoglicol, 2,3,4-trimetil-1,3-pentanodiol, polipropilenoglicol, glicerina, poliglicerina, 2-buteno-1,4-diol, 1,4-butanodiol, 1,3-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,2-ciclohexanodimetanol, etc.; compostos de epóxi tais como etileneglicol diglicidil  
20 éter, glicidol, etc.; compostos de amina polivalentes tais como etilenodiamina, dietilenotriamina, trietilenotetramina, tetraetilenopentamina, pentaetilenohexamina, polietilenoimina, poliamidapoliamina, etc.; compostos de halo-epóxi tais como epiclorohidrina,  
25 epibromohidrina, a-metilepiclorohidrina, etc.; condensados dos compostos de amina polivalentes e dos compostos de halo-epóxi; compostos de oxazolidinona tal como a 2-oxazolidinona, etc.; uréia cíclica; carbonato de alquilenos tal como carbonato de etileno, etc. Eles podem ser usados  
30 sozinhos ou em combinação de dois ou mais tipos. Para

exercer suficientemente os efeitos da presente invenção, é preferível usar essencialmente um álcool polivalente entre estes agentes de reticulação de superfície. Como um álcool polivalente, um que possui de 2 a 10 átomos de carbono é preferível e um que possui de 3 a 8 átomos de carbono é mais preferível.

O uso de uma quantidade de um agente de reticulação de superfície depende dos compostos usados ou da combinação destes, entretanto, é preferível estar na faixa de 0,001 a 10% em peso com base na resina de absorção de água e mais preferivelmente na faixa de 0,01 a 5% em peso.

Na reticulação de superfície na presente invenção, a água é preferivelmente usada como um solvente. Neste caso, o uso de uma quantidade de água depende do conteúdo de água de uma resina de absorção de água usada, entretanto, está preferivelmente na faixa de 0,2 a 20% em peso com base na resina de absorção de água e mais preferivelmente na faixa de 0,3 a 10% em peso. Um solvente orgânico hidrofílico que não água pode ser usado. Quando um solvente orgânico hidrofílico é usado, o uso de uma quantidade deste está preferivelmente na faixa de 0 a 10% em peso com base na resina de absorção de água, mais preferivelmente na faixa de 0 a 5% em peso, e também preferivelmente na faixa de 0 a 3% em peso.

Na reticulação de superfície na presente invenção, um método preferível é a pré-misturação de um agente de reticulação de superfície em água e/ou um solvente orgânico hidrofílico, seguida pela pulverização ou adição gota a gota da solução a uma resina de absorção de água e o método de pulverização é mais preferível. O tamanho da gota a ser

pulverizada está, como diâmetro de partícula médio, preferivelmente na faixa de 0,1 a 300 µm e mais preferivelmente na faixa de 0,1 a 200 µm.

O equipamento de mistura a ser usado na mistura de uma resina de absorção de água, um agente de reticulação e água ou um solvente orgânico hidrofílico é preferivelmente um com força de mistura forte para misturá-los uniformemente e seguramente. Um equipamento de mistura adequado inclui, por exemplo, um misturador de cilindro, um misturador cônico de parede dupla, um misturador de agitação de alta velocidade, um misturador em forma de V, um misturador Simplex, misturador helicoidal, um amassador de braço duplo, um amassador de trituração, um misturador rotativo, um misturador de fluxo de ar, um Turbulizer®, um misturador Lödige descontínuo, um misturador Lödige contínuo, etc.

Uma resina de absorção de água após a adição do agente de reticulação de superfície é preferivelmente sujeitada ao tratamento a quente. A temperatura de aquecimento (temperatura do meio de aquecimento ou a temperatura do material) está preferivelmente na faixa de 100°C a 250°C, mais preferivelmente na faixa de 150°C a 250°C e o tempo de aquecimento está preferivelmente na faixa de 1 minuto a 2 horas. Um exemplo de combinação adequada da temperatura de aquecimento e tempo de aquecimento é 180°C por 0,1 a 1,5 hora e 200°C por 0,1 a 1 hora. Uma resina de absorção de água particulada pode ser obtida por estes processos.

#### **(12) Aglomeração**

Para se obter um agente de absorção de água particulado da presente invenção, o processo de aglomeração

é executado. O processo de aglomeração inclui adicionar líquido aquoso à resina de absorção de água após o tratamento de reticulação de superfície, então aquecer, enquanto se mantém o conteúdo de água de 1 a 10% em peso, e  
5 também, se necessário, ajustar o tamanho de partícula na faixa específica.

O líquido aquoso a ser adicionado pode ser água em seu estado ou pode conter outros aditivos tal como um agente quelante descrito posteriormente, um componente feito de  
10 planta, um antimicrobiano, um polímero aquoso, um sal inorgânico e etc. O conteúdo dos aditivos está na faixa de 0,001 a 50% em peso em uma solução aquosa, mais preferivelmente de 0,001 a 30% em peso e ainda mais preferivelmente de 0,01 a 10% em peso.

15 Na presente invenção, a aglomeração é preferivelmente executada por um método para pulverizar ou adicionar gota a gota uma solução aquosa a uma resina de absorção de água, e um método de pulverização é mais preferível. O tamanho da gota a ser pulverizada está como diâmetro de partícula  
20 médio, preferivelmente na faixa de 0,1 a 300  $\mu\text{m}$  e mais preferivelmente na faixa de 0,1 a 200  $\mu\text{m}$ .

Como um equipamento de aglomeração a ser usado, aqueles que possuem força de mistura forte são preferíveis, incluindo um misturador de cilindros, um  
25 misturador cônico de parede dupla, um misturador de agitação de alta velocidade, um misturador em forma de V, um misturador Simplex, um misturador helicoidal, um amassador de braço duplo, um amassador de trituração, um misturador rotativo, um misturador de fluxo de ar, um  
30 Turbulizer®, um misturador Lödige descontínuo, um

misturador Lödige contínuo etc.

É preferível aquecer a mistura obtida da misturação com resina de absorção de água e líquido aquoso, enquanto se mantém o conteúdo de água da mistura. Em geral, a adição  
5 de água a uma resina de na de água aumenta a pegajosidade, entretanto, aquecendo-se enquanto se mantém o conteúdo de água, a fluidez do pó é recuperada através do desaparecimento da pegajosidade e assim pode-se simplificar o processo de produção e encurtar o tempo de produção. O  
10 processo de aquecimento é chamado de processo de cura na presente invenção. O tratamento a quente é executado, em vista de proporção de aglomeração ou força de aglomeração, mantendo-se o conteúdo de água (especificado pela perda de peso na secagem a 180°C por 3 horas) de um agente de  
15 absorção de água, de 1 a 10% em peso, mais preferivelmente de 2 a 8% em peso e também preferivelmente de 2,5 a 6% em peso. O meio de aquecimento tal como ar quente pode ser usado no aquecimento e a temperatura de aquecimento (temperatura do meio de aquecimento ou temperatura do  
20 material) está preferivelmente na faixa de 40°C a 120°C, mais preferivelmente na faixa de 50°C a 100°C e o tempo de aquecimento está preferivelmente na faixa de 1 minuto a 2 horas. A temperatura de aquecimento é expressa pela temperatura do meio de aquecimento em muitos casos. Um  
25 exemplo de combinação adequada da temperatura de aquecimento e tempo de aquecimento é 60°C por 0,1 a 1,5 hora e 100°C por 0,1 a 1 hora. O aquecimento e a adição de água podem ser executados pelo mesmo equipamento ou por equipamentos separados. O aquecimento pode ser executado  
30 com ou sem agitação, contanto que a temperatura ou conteúdo

de água possam ser controlados, mas o aquecimento sem agitação é preferível, curando assim as partículas (ligação de forma branda e formação como um bloco). Um método mais preferivelmente é aquecer uma mistura obtida da misturação  
5 com água e resina de absorção de água, enquanto a mistura foi cheia na faixa de 1 a 100 cm de altura, mais preferivelmente de 5 a 80 cm de altura, e particularmente de forma preferível de 10 a 70 cm de altura. A cured water-absorbing agent is then subjected to adjusting particle  
10 size and preferably further classification to obtain an objective agglomerated particle of the present invention.

O ajuste do tamanho de partícula aqui é uma operação conceitualmente similar à pulverização, entretanto, não é um processo para fornecer tal energia forte para destruir  
15 partículas primárias mas um processo executado sob energia fraca para justar partículas aglomeradas para possuir a distribuição de tamanho de partícula exigida. O equipamento adequado inclui um moinho "flash", um granulador de cilindros, etc.

Em tal aglomeração da presente invenção, apenas água ou uma solução aquosa com água como um componente principal (de 60 a 100%) é misturada como um ligante, seguido pelo aquecimento para cura, portanto isto não é apenas seguro mas também fornece um substrato de absorção superior devido  
25 à destruição dos aglomerados a um grau adequado em uso prático e controle da redução do tamanho de partícula médio ponderal pelo impacto descrito mais tarde, possivelmente na faixa da presente invenção.

De acordo com a tecnologia convencionalmente  
30 conhecida, as tecnologias de aglomeração de uma partícula

de resina de absorção de água com líquido aquoso foram divulgadas em JP-A-61-97333 e WO 91/17200. Entretanto, nestas tecnologias convencionalmente conhecidas, não apenas o efeito do melhoramento da aglomeração na permeabilidade a líquido não é confirmado, devido a nenhum controle sobre o tamanho da partícula e à alta quantidade de partículas finas presente mas também a segregação acontece facilmente devido também ao grande decréscimo da proporção do tamanho de partícula médio ponderal pelo impacto e à ampla distribuição do tamanho de partícula, portanto elas tiveram problemas de performance significativamente fraca, quando aplicadas a um substrato de absorção fino. Elas são diferentes da presente invenção em relação ao conceito fundamental.

Em geral, a forma de uma resina de absorção de água inclui, por exemplo, formas esféricas e/ou elípticas ou a forma de partícula primária tipo salsicha Vienna obtida pela polimerização em suspensão de fase reversa descrita nas Figuras 1 e 2 de USP5244735; as partículas primárias granuladas das partículas esféricas e/ou elípticas aglomeradas tais como as contas aglomeradas descritas na Figura 1, página 75 de "NONWOVENS WORLD" Outubro-Novembro de 2000 (publicado por Marketing Technology Service, Inc.); as partículas granuladas unidas a quente durante a polimerização descritas em JP-A-11-5808; a forma pulverizada irregularmente das partículas pulverizadas de um polímero tipo gel hidratado obtidas pela polimerização de uma solução de monômero, tal como "Cristais" nas Figuras 2, 3 e 4 de USP5981070 ou na Figura 1, página 75 de "NONWOVENS WORLD" Outubro-Novembro de 2000. Na presente

invenção, "uma partícula com forma irregularmente pulverizada" é uma partícula obtida pela secagem e pulverização de um polímero hidratado obtido por polimerização em solução aquosa e etc., ela é uma partícula  
5 cuja superfície pulverizada (superfície lisa) e cantos gerados por pulverização são confirmados usando-se um microscópio eletrônico ou um microscópio ótico.

Um agente de absorção de água na presente invenção é uma partícula com forma irregularmente pulverizada e contém  
10 partículas aglomeradas de uma partícula com forma irregularmente pulverizada. Uma partícula aglomerada na presente invenção significa uma partícula formada pela montagem de múltiplas partículas de resina de absorção de água. O diâmetro de cada partícula que compõe uma partícula  
15 aglomerada é reconhecido como estando na faixa de 50  $\mu\text{m}$  a 600  $\mu\text{m}$  e partículas menores que 50  $\mu\text{m}$  podem ser inclusas naturalmente na partícula aglomerada. A morfologia da partícula aglomerada inclui a formação de uma partícula pela montagem das próprias partículas final com cerca de 50  
20  $\mu\text{m}$  a 150  $\mu\text{m}$ ; partículas finas com cerca de 50  $\mu\text{m}$  a 150  $\mu\text{m}$  aderidas na periferia de uma partícula grande com 200 $\mu\text{m}$  a 600  $\mu\text{m}$  e a montagem de 2 ou mais partículas grandes com 150  $\mu\text{m}$  a 300  $\mu\text{m}$ , etc. A morfologia pode ser avaliada por observação usando-se um microscópio eletrônico ou um  
25 microscópio ótico. As propriedades de um agente de absorção de água que contém a partícula aglomerada são avaliadas para determinar se a diminuição da proporção do tamanho de partícula médio ponderal por impacto, a ser descrita mais tarde, está em uma faixa específica ou não. Na presente  
30 invenção, "uma partícula aglomerada com forma

irregularmente pulverizada" é um estado ligado de múltiplas camadas de partículas primárias obtidas pela secagem e pulverização de um polímero hidratado obtido por polimerização em solução aquosa e etc., ela é uma partícula  
5 cuja superfície pulverizada (superfície lisa) e cantos gerados por pulverização são confirmados na partícula primária usando-se um microscópio eletrônico ou um microscópio ótico. Convencionalmente, foi difícil produzir uma partícula com forma irregularmente pulverizada  
10 possuindo diâmetro de partícula pequeno e distribuição limitada de tamanho de partícula médio ponderal com alto rendimento devido ao fato de ser sujeitada ao processo de pulverização. O efeito da aglomeração por líquido aquoso mostrado pela presente invenção é particularmente evidente  
15 nesta partícula com forma irregularmente pulverizada.

Em um agente de absorção de água particulado da presente invenção, a proporção de peso da partícula aglomerada é preferivelmente não menor que 10% em peso e não maior que 100% em peso em um agente de absorção de água  
20 particulado, também preferivelmente não menor que 30% em peso e não maior que 100% em peso, também particularmente de forma preferível não menor que 50% em peso e não maior que 100% em peso e ainda mais preferivelmente não menor que 70% em peso, isto é um componente principal. Em um agente  
25 de absorção de água particulado da presente invenção, a proporção de peso da partícula aglomerada é determinada selecionando-se as partículas aglomeradas e não aglomeradas usando-se um microscópio e pela relação dos mesmos.

O diâmetro de partícula de um agente de absorção de  
30 água particulado com forma irregularmente pulverizada da

presente invenção é controlado de forma a ser tão curto quanto de 200 a 400  $\mu\text{m}$ , preferivelmente de 225 a 380  $\mu\text{m}$ , mais preferivelmente de 250 a 350  $\mu\text{m}$ , ainda mais preferivelmente de 250 a 330  $\mu\text{m}$ , como tamanho de partícula  
5 médio ponderal e a proporção de partículas menores que 150  $\mu\text{m}$  é controlada para ser de 0 a 5% em peso, preferivelmente de 0 a 4% em peso, mais preferivelmente de 0 a 3% em peso, especialmente de 0 a 2% em peso e ainda mais preferivelmente de 0 a 1% em peso.

10 No processo de aglomeração da presente invenção, a proporção aumentada do tamanho de partícula médio ponderal de um agente de absorção de água particulado com forma irregularmente pulverizada da presente invenção, obtida pelo processo de aglomeração, é preferivelmente controlada  
15 para estar entre 5 e 30% em relação ao tamanho de partícula médio ponderal de uma resina de absorção de água usada na presente invenção, mais preferivelmente de 7 a 25% e também preferivelmente de 9 a 20%, como proporção aumentada.

A densidade aparente (especificada por JIS K-3362-  
20 1998) de um agente de absorção de água particulado da presente invenção é ajustada para estar na faixa de preferivelmente 0,40 a 0,90 g/mL e mais preferivelmente de 0,50 a 0,80 g/mL. A proporção de partículas com diâmetros entre 150  $\mu\text{m}$  e 600  $\mu\text{m}$  de um agente de absorção de água  
25 particulado da presente invenção é preferivelmente de 90 a 100% em peso em todas as partículas, mais preferivelmente de 95 a 100% em peso e também mais preferivelmente de 98 a 100% em peso. O desvio padrão logarítmico ( $\sigma$ ) da distribuição do tamanho de partícula de um agente de  
30 absorção de água particulado da presente invenção é

controlado preferivelmente para ser de 0,20 a 0,50, mais preferivelmente de 0,20 a 0,45 e particularmente de 0,20 a 0,40.

**(13) Adição de um agente quelante**

5 A um agente de absorção de água particulado da presente invenção, um agente quelante, particularmente, um ácido carboxílico polivalente e sais deste pode ser formulado.

Um método de produção 3 da presente invenção, 10 particularmente, é um método para um agente de absorção de água particulado através de polimerização por reticulação de uma solução aquosa de um monômero insaturado contendo ácido acrílico não neutralizado e/ou sais destes como componentes principais na presença de um agente de 15 reticulação, secagem, pulverização, ajuste à distribuição do tamanho de partícula específico, reticulação de superfície das partículas de resina de absorção de água assim obtidas com absorvência específica e aglomeração para ajustar o tamanho de partícula através do aquecimento 20 enquanto se mantém o conteúdo de água de 1 a 10% em peso através da adição de água e classificação das partículas aglomeradas obtidas, onde um agente quelante é adicionado em um ou mais momentos selecionados a partir do grupo consistindo de (i) durante a polimerização, (ii) após a 25 polimerização e antes da reticulação de superfície, (iii) durante a reticulação de superfície, (iv) durante a aglomeração.

O agente quelante usado em um agente de absorção de água da presente invenção é preferivelmente um com alta 30 capacidade de bloqueio ou capacidade quelante para o íon Fe

ou Cu, especificamente, um com estabilidade constante para o íon Fe de não menos que 10, preferivelmente não menos que 20, também preferivelmente um ácido aminopolivalente carboxílico e sais deste e particularmente de forma  
5 preferível o ácido aminocarboxílico com não menos que 3 grupos carboxil e sais destes.

Estes ácidos carboxílicos polivalentes especificamente incluem o ácido dietilenotriaminopentacético, ácido trietilenotetramino hexaacético, ácido ciclohexano-1,2-  
10 diaminotetraacético, ácido N-hidroxietil etilenodiamino triacético, ácido etilenoglicol dietiléter diamino tetraacético, ácido etilenodiamino tetrapropiônico acético, ácido N-alkuil-N'-carboximetil aspártico, ácido N-alkuenil-N'-carboximetil aspártico e sais de metal alcalino destes;  
15 sais de metal alcalino terroso destes; sais de amônio destes ou sais de amina destes. Eles podem ser usados sozinhos ou em combinação de dois ou mais tipos. Entre estes, o ácido dietilenotriaminopentacético, ácido trietilenotetramino hexaacético, ácido N-  
20 hidroxietiletienodiamino triacético e sais destes são os mais preferíveis.

O uso de uma quantidade do agente quelante, particularmente, o ácido carboxílico polivalente de amino é tão pequeno quando geralmente de 0,00001 a 10 partes em  
25 peso com base em 100 partes em peso de uma resina de absorção de água, um componente principal, e preferivelmente de 0,0001 a 1 parte em peso. O uso de uma quantidade superior a 10 partes em peso não é apenas dispendiosa devido a falha em se obter efeito suficiente em  
30 relação ao uso da quantidade mas também incorre em um

problema de redução da capacidade de absorção. Por outro lado, o uso de uma quantidade menor que 0,00001 parte em peso não fornece efeito de adição suficiente.

Pela adição de tal agente quelante, a decomposição por  
5 tempo de um agente de absorção de água, que é derivada de uma reação entre os componentes na urina e o ferro (Fe), pode ser suprimida, o que pode sucessivamente suprimir a solubilização de um agente de absorção de água, diminuir a absorvência de um agente de absorção de água e diminuir a  
10 permeabilidade a líquido de um agente de absorção de água.

No caso da adição do agente quelante durante a polimerização, o agente quelante pode ser dissolvido em uma solução aquosa de um monômero insaturado, seguido pela polimerização ou ele pode ser adicionado no meio da  
15 polimerização. Ele pode ser adicionado a um polímero reticulado tipo gel ou uma resina de absorção de água obtida. Para adicionar o agente quelante durante a reticulação de superfície, a reticulação de superfície pode ser executada usando-se uma solução contendo o agente de  
20 reticulação adicionado com o agente quelante. Também, no caso de adicionar o agente quelante após a reticulação de superfície, a água dissolvida com o agente quelante pode ser pulverizada no processo de aglomeração, seguido por aquecimento enquanto se mantém o conteúdo de água entre 1 e  
25 10% em peso.

#### **(14) Outros aditivos**

Na presente invenção, os seguintes: (A) um componente feito de planta, (B) um sal de metal polivalente de ácido orgânico, (C) uma partícula fina inorgânica (incluindo (D)  
30 óxidos hidratados compósitos) podem ser adicionados como um

componente menor além do agente quelante, pelo qual várias funções podem ser fornecidas a um agente de absorção de água da presente invenção. Os métodos de adição incluem, no caso em que os aditivos são soluções, uma modalidade para  
5 adicionar como uma solução, como uma dispersão em água ou em seu estado; enquanto do caso em que os aditivos são pós, não solúveis em água, uma modalidade para adicionar como uma dispersão em água ou em seu estado; e no caso em que os aditivos são solúveis em água, as mesmas modalidades como  
10 no caso das soluções.

O uso de uma quantidade destes de (A) a (D) e (E), outros aditivos depende dos objetivos ou função a serem fornecidas, entretanto, é freqüentemente, como a quantidade de um tipo de aditivo, de 0 a 10 partes em peso com base em  
15 100 partes em peso de um agente de absorção de água, preferivelmente de 0,001 a 5 partes em peso e também preferivelmente de 0,002 a 3 partes em peso. O uso de uma quantidade menor de 0,001 parte em peso freqüentemente não fornece efeito suficiente ou função adicional, enquanto o  
20 uso de uma quantidade superior a 10 partes em peso pode não conseguir o efeito equivalente à quantidade adicionar ou pode incorrer em diminuição da performance de absorção.

#### **(A) Componente feito de uma planta**

Um agente de absorção de água da presente invenção  
25 pode ser formulado com um componente feito de planta na quantidade descrita acima para satisfazer o efeito desodorante. Os componentes feitos de uma planta a serem usados na presente invenção são preferivelmente pelo menos um composto selecionado a partir de polifenol, flavona,  
30 derivados deste e cafeína. É também preferível que o

componente de planta seja pelo menos um tipo selecionado de tanino, ácido tânico, *stachyurus praecox*, noz de galha e ácido gálico.

Uma planta contendo o componente acima a ser usado na presente invenção inclui, como em EP1352927 e W02003/104349, por exemplo, a planta *Theaceae* tal como camélia, planta *Hikasaki* e *Spraguei*; planta *Gramineae* tal como arroz, bambu *Sasa*, bambu, milho, trigo, etc. e planta *Rubiaceae* tal como café.

A forma do componente feito de uma planta a ser usado na presente invenção inclui extrato de planta (óleo essencial), a própria planta (planta moída em pó) resíduo de planta ou resíduo de extrato como subseqüentemente-produtos nos processos de produção da indústria de processamento de planta ou indústria de processamento de alimentos, entretanto, não limitadas a estas.

#### **(B) Sal de metal polivalente**

Um agente de absorção de água da presente invenção pode ser formulado com um sal de metal polivalente, particularmente, um sal de metal polivalente de um ácido orgânico na quantidade descrita acima para melhorar a fluidez do pó no estado seco e após a absorção da umidade.

Um sal de metal polivalente de um ácido orgânico usado e métodos para misturar os sais de metal polivalente são exemplificados em WO PCT/2004/JP1355, e o sal de metal polivalente de um ácido orgânico usados na presente invenção possuindo não menos que 7 átomos de carbono em uma molécula inclui sais metálicos de ácido graxo, ácido de petróleo ou ácido polimérico, exceto os sais de metal alcalino. Eles podem ser usados sozinhos ou em combinação

de dois ou mais tipos.

Ácidos orgânicos que compõem os sais de metal polivalente dos ácidos orgânicos exemplificados são ácidos graxos de cadeia longa ou ramificados tais como o ácido capróico, ácido otílico, ácido octinóico, ácido decanóico, 5 ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido oléico, ácido esteárico e etc.; os ácidos de petróleo tais como ácido benzóico, ácido miristicínico, ácido naftênico, ácido naftóico, ácido naftoxiacético, etc.; ácidos 10 poliméricos tais como ácido polimetacrílico, ácido polissulfônico, e etc. e preferivelmente aqueles que possuem um grupo carboxil em uma molécula e mais preferivelmente incluem ácidos graxos tais como ácido capróico, ácido octílico, ácido octinóico, ácido decanóico, 15 ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido oléico, ácido esteárico, ácido de sebo ou ácido graxo hidrogenado de óleo de castor e etc. Também preferivelmente, eles são ácidos graxos sem uma ligação insaturada em uma molécula, por exemplo, ácido capróico, 20 ácido octílico, ácido decanóico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esterárico. Mais preferivelmente, eles são ácidos graxos de cadeia longa possuindo não menos que 12 átomos de carbono em uma molécula, sem uma ligação insaturada em uma molécula tal 25 como o ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico e ácido esteárico.

### **(C) Partícula fina inorgânica**

Um agente de absorção de água da presente invenção pode ser formulado com partículas finas inorgânicas, 30 particularmente, partículas finas inorgânicas do tipo que

não se dissolvem em água para melhorar a fluidez após a absorção de umidade. Pós inorgânicos específicos a serem usados na presente invenção incluem, por exemplo, óxidos metálicos tais como dióxido de silício, óxido de titânico, 5 óxido de alumínio, etc.; ácido silícico (silicato) tal como um zeólito natural, um zeólito sintético, por exemplo, caulim, talco, argila, bentonita, etc. Entre estes, o dióxido de silício e o ácido de sílica (sal silicato) com diâmetro de partícula médio, medido por um método de 10 contador automático (contador de Coulter), de 0,001 a 200 µm são também preferíveis.

**(D) Óxido hidratado composto**

Um agente de absorção de água da presente invenção pode também ser formulado com um óxido hidratado composto 15 contendo zinco e silício e alumínio (por exemplo, Pedido de Patente Japonesa JP-2003-280373) para fornecer fluidez superior após a absorção de umidade (fluidez do pó após uma resina de absorção de água ou um agente de absorção de água absorver umidade) e também performance de desodorização 20 superior.

**(E) Outros**

Outros aditivos tais como um antimicrobiano, um polímero aquoso, água, uma partícula fina orgânica, e etc. podem ser adicionados arbitrariamente, contanto que um 25 agente de absorção de água da presente invenção possa ser obtido.

**(15) Agente de absorção de água particulado da presente invenção**

Um agente de absorção de água particulado da presente 30 invenção obtido pelos métodos de produção 1 a 3, como um

exemplo, é um novo agente de absorção de água que exibe nova performance que não está convencionalmente disponível.

Isto é, um agente de absorção de água particulado da presente invenção é:

5 um agente de absorção de água particulado possuindo forma irregularmente pulverizada, o qual agente de absorção de água particulado compreende como um componente principal uma resina de absorção de água de superfície reticulada obtida por polimerização de reticulação de um monômero  
10 insaturado possuindo um grupo ácido e/ou sais deste, o agente de absorção de água particulado contém partículas aglomeradas neste, e também o agente de absorção de água particulado satisfaz de (i) a (iii) descritos abaixo:

(i) capacidade de retenção centrífuga (CRC) do agente  
15 de absorção de água particulado em uma solução salina fisiológica sendo não menor que 32 g/g,

(ii) tamanho de partícula médio ponderal (D50) do agente de absorção de água particulado estando na faixa de 200 a 400  $\mu\text{m}$ ; e

20 (iii) partículas do agente de absorção de água particulado menores que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$  estando na faixa de 95 a 100% em peso.

O agente de absorção de água da presente invenção é controlado para possuir (ii) tamanho de partícula médio  
25 ponderal (D50) freqüentemente em uma faixa estreita de 200 a 400  $\mu\text{m}$ , preferivelmente de 225 a 380  $\mu\text{m}$ , particularmente de forma preferível de 250 a 350  $\mu\text{m}$ , especialmente de forma preferível de 250 a 330  $\mu\text{m}$ , e (iii) proporção de partículas menores que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$  na faixa de 95%  
30 a 100% em peso, mais preferivelmente de 96% a 100% em peso

e também preferivelmente de 97% a 100% em peso. Também preferivelmente, a proporção de partículas menores que 500 µm e não menores que 150 µm está na faixa de 90% a 100% em peso e também preferivelmente de 92% a 100% em peso, ainda  
5 mais preferivelmente de 93% a 100% em peso. Quando as partículas estão fora desta faixa, a distribuição do tamanho de partícula é ampliada, partículas menores que 150 µm aumentam e partículas não menores que 600 µm ou 500 µm aumentam, o que fornece pobre permeabilidade a líquido ou  
10 fraca sensação de toque quando usadas em um substrato de absorção fino e portanto não preferível. Pode não exibir o efeito da presente invenção, devido à grande variação na capacidade de absorção de um substrato absorvente na produção de um substrato absorvente fino.

15 O tamanho da partícula é ajustado à faixa específica controlando-se o tamanho da partícula da resina de absorção de água antes da reticulação de superfície, e por aglomeração da resina de absorção após a reticulação de superfície. Quando o tamanho de partícula médio ponderal é  
20 superior a 400 µm, não apenas uma sensação de material estranho será gerada na superfície de um absorvente higiênico ou uma fralda ou orifícios podem surgir na folha superior, causados pela forma irregularmente pulverizada e portanto não preferível, mas também tende a gerar problemas  
25 tais como geração de irregularidades na superfície de um absorvente higiênico ou fralda após a absorção de água, o que gera uma sensação desagradável ao usuário ou gera escapamento de líquido ao longo da superfície irregular, na aplicação prática a um absorvente higiênico ou uma fralda.  
30 Também, retarda a velocidade de absorção devido à pequena

área de superfície por peso unitário de um agente de absorção e fornece um ajuste ao usuário desconfortável por períodos longos devido ao longo tempo exigido para completar a absorção de líquido e portanto não preferível.

5 Tais problemas aparecem de forma significativa, particularmente, em um substrato absorvente com alta proporção (alta concentração) de um agente de absorção de água ou uma resina de absorção de água contido em um substrato de absorção fino ou por assim dizer um substrato  
10 de absorção de água tipo "sanduíche", onde um agente de absorção de água está entre duas folhas de pasta celulósica finas (tecido não tecido). Por outro lado, quando o tamanho de partícula médio ponderal é menor que 200  $\mu\text{m}$ , não apenas o controle torna-se difícil para a quantidade de partículas  
15 menores que 150  $\mu\text{m}$  estar na faixa de 0 a 5% em peso, mas também a quantidade de pós finos (partículas menores que 150  $\mu\text{m}$ ) gerada no processo de pulverização aumenta, a quantidade de resíduos aumenta e a quantidade de recuperação e reciclagem também aumentam, o que torna a  
20 produção difícil em relação aos custos, junto com o fato da permeabilidade a líquido tornar-se inferior e a taxa de captação de líquido dentro de um substrato absorvente tornar-se significativamente baixa e portanto não preferível.

25 Na presente invenção, (i) a capacidade de retenção centrífuga (CRC) em uma solução salina fisiológica é controlada para ser não menor que 32 g/g, preferivelmente de 34 a 70 g/g, mais preferivelmente de 35 a 70 g/g, também preferivelmente de 36 a 70 g/g, também preferivelmente de  
30 38 a 70 g/g e particularmente de forma preferível de 40 a

65 g/g. Quando ela está fora desta faixa, surge um problema de capacidade de absorção insuficiente se usada em uma fralda.

**(16) Outras características de um agente de absorção  
5 de água particulado da presente invenção**

**(iv) Absorvência contra pressão**

A absorvência contra pressão a uma pressão de 1,9 kPa (sob carga) em uma solução salina fisiológica de um agente de absorção de água da presente invenção é preferivelmente  
10 não menor que 20 g/g, mais preferivelmente não menor que 25 g/g, também preferivelmente não menor que 30 g/g e particularmente de forma preferível não menor que 35 g/g. Quando este valor é menor que 20 g/g, o efeito da presente invenção pode não ser satisfeito. O limite superior não é  
15 especialmente limitado, entretanto, cerca de 60 g/g pode ser suficiente em certos casos em relação ao aumento de custos devido à dificuldade de produção.

**(v) Percentual de partículas menores que 150 µm; (vi)  
Desvio padrão logarítmico**

20 Em um agente de absorção de água da presente invenção, a proporção de partículas menores que 150 µm é controlada na faixa de 0 a 5% em peso, preferivelmente de 0 a 4% em peso e mais preferivelmente de 0 a 3% em peso. Quando a proporção de partículas menores que 150 µm está dentro da  
25 faixa, não apenas uma superior capacidade de manipulação é obtida devido à pouca quantidade de pó mas também a permeabilidade a líquido e absorvência contra pressão são superiores.

(vi) O desvio padrão logarítmico (oζ) de uma  
30 distribuição de tamanho de partícula é controlado

preferivelmente para ser de 0,20 a 0,40, mais preferivelmente de 0,20 a 0,38 e particularmente de forma preferível de 0,20 a 0,36. Quando o desvio padrão logarítmico está fora da faixa, o tamanho de partícula médio ponderal tende a estar fora da faixa desejada de 150 a 600 µm, com alta probabilidade.

**(vii) Velocidade de absorção de vórtice**

A velocidade de absorção de um agente de absorção de água da presente invenção é inferior a 60 segundos, preferivelmente de 1 a 55 segundos, mais preferivelmente de 2 a 50 segundos e mais preferivelmente de 2 a 30 segundos. Um agente de absorção de água com velocidade de absorção de mais de 60 segundos pode não efetuar efeito suficiente devido ao longo período de tempo exigido para absorver líquido e ao longo período de sensação desagradável ao qual um usuário vestindo uma fralda ou um absorvente higiênico fica exposto.

**(viii) Fluidez (relação de bloqueio) após absorção de umidade**

Um agente de absorção de água da presente invenção é superior em características de manipulação de pó devido ao fato de possuir excelente fluidez após a absorção de umidade, descrita posteriormente em Exemplo. A fluidez após a absorção de umidade é preferivelmente de 0% a 20% em peso, ainda preferivelmente de 0% a 10% em peso e particularmente preferível de 0% a 5% em peso. A fluidez após a absorção de umidade acima de 20% em peso oferece um problema como dificuldade na produção de uma fralda devido a uma fluidez de pó ruim. Estas características de fluidez após a absorção de umidade podem ser alcançadas utilizando-

se os aditivos.

**(ix) Proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto e proporção de aumento de tamanho de partícula médio ponderal por aglomeração**

5 Um agente de absorção de água particulado da presente invenção tem uma proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto descrita nos Exemplos anteriores na faixa de 5% a 30%, mais preferivelmente de 5% a 20%, mais preferivelmente de 7% a 18% e ainda mais  
10 preferivelmente de 9% a 16%. Quando a proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto é superior a 30%, por exemplo, na produção de uma fralda, partículas aglomeradas são facilmente destruídas, o que aumenta os pós finos de uma resina de absorção de água, ou  
15 torna impossível uma dispersão uniforme entre fibras hidrofílicas na preparação de um substrato absorvente ou torna impossível a retenção de uma quantidade desejada de um agente absorvente de água particulado devido à queda de um substrato absorvente. Quando a proporção da redução de  
20 tamanho de partícula médio ponderal por impacto é inferior a 5% também ofereça problemas de grande mudança de volume de um agente de absorção de água particulado após a absorção de líquido, o que causa desigualdade parcial na espessura de um substrato absorvente fino após a absorção  
25 de líquido, sensação de material estranho em um substrato absorvente fino antes da absorção de líquido ou enrugamento de superfície após a absorção de líquido. Isto é, a proporção da redução de tamanho de partícula médio estar em uma faixa específica significa o rompimento de grandes  
30 partículas aglomeradas por impacto, o que exerce efeito de

gerar pouca sensação de material estranho em artigos absorventes finos em estado seco. A proporção de aumento de tamanho de partícula médio ponderal por aglomeração, a ser mostrado posteriormente em Exemplos, é o conceito oposto à  
5 proporção da redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto e expressa mudança na proporção de tamanho de partícula médio ponderal sendo gerada no processo de aglomeração. A proporção de aumento de tamanho de partícula médio ponderal por aglomeração é de 5% a 30% em peso, mais  
10 preferivelmente de 5% a 20% em peso e ainda preferivelmente de 7% a 18% em peso e particularmente preferível de 9% a 16% em peso. Exercendo-se controle dentro desta faixa, a proporção de redução (5) de diâmetro de partícula médio ponderal por impacto pode ser controlada na faixa desejada.

15 **(x) Densidade aparente de gel após inchaço saturado em uma solução salina fisiológica.**

Um agente de absorção de água particulado da presente invenção possui densidade aparente de gel após inchaço saturado em uma solução salina fisiológica, mostrado  
20 posteriormente em Exemplos, na faixa de 0,80 a 1,0 (g/cm<sup>3</sup>), preferivelmente de 0,85 a 1,0 (g/cm<sup>3</sup>), mais preferivelmente de 0,90 a 1,0 (g/cm<sup>3</sup>) e particularmente preferível 0,95 a 1,0 (g/cm<sup>3</sup>). Quando a densidade aparente de gel após inchaço saturado é menor que 0,80, é promovida uma grande  
25 mudança de volume de um agente de absorção de água particulado após absorção de líquido, o que causa desigualdade parcial na espessura de um substrato absorvente fino após absorção de líquido ou uma superfície enrugada após a absorção de líquido.

30 No caso em que o volume de artigos absorventes é muito

maior que o líquido absorvido, pode-se restringir a facilidade de movimentação de um usuário vestindo artigos absorventes finos ou o estado do caimento é aparentemente observado de fora, o que piora significativamente o moral de um usuário. Por outro lado, no caso de um agente de absorção de água da presente invenção, o volume de líquido absorvido e o volume de agente de absorção de água após a absorção de água são quase idênticos, fornecendo, desta forma, facilidade de movimento de um usuário vestindo os artigos absorventes utilizando um agente de absorção de água da presente invenção ou o estado de caimento não é observado por fora, o que pode melhorar o moral de um usuário.

**(xi) Tempo de permeação de líquido sob pressão**

O tempo de permeação de líquido sob pressão é o tempo exigido para que 50 mL de uma solução salina fisiológica para passar através de uma camada de um agente de absorção de água inchado ou uma resina de absorção de água, sob pressão de 0,689 kPa, usando-se um aparelho específico que será descrito posteriormente. Tempo menor para atravessar significa permeabilidade mais fácil a líquido através de uma camada de um agente de absorção de água inchado ou uma resina de absorção de água e, assim, uma propriedade de permeação de líquido superior.

A permeabilidade a líquido na presente invenção é um termo que inclui difusibilidade e efeito de permeabilidade a líquido superiores do agente que absorve água e aparece, por exemplo, não apenas como admissão de líquido superior de artigo absorvente em artigos absorventes finos, mas também como alta capacidade de difusão de líquido da porção

de descarga de fluido corpóreo por toda a área do artigo absorvente. Isto resulta na utilização efetiva de toda a área do artigo absorvente e na redução de vazamento de líquido ou na quantidade de re-umedecimento.

5 Particularmente, este efeito se mostra de forma significativa em um substrato absorvente com alta proporção (alta concentração) de agente de absorção de água ou uma resina de absorção de água em um substrato absorvente ou, por assim dizer, um substrato absorvente em "sanduíche"

10 preparado dispondo-se uma camada de agente absorvente de água entre duas folhas de cobertura (pano não tecido).

Muitos relatórios foram submetidos com tentativas de se melhorar esta permeabilidade a líquido, por exemplo, "Saline flow conductivity", descrita em WO 05/22356;

15 "Liquid permeation time of a physiological saline solution" descrita em JP-A-6-57010 e posteriormente em WO 96/17884.

A permeabilidade a líquido depende amplamente da capacidade de absorção e quanto maior a capacidade de absorção fornecida menor a permeabilidade a líquido. É

20 importante se melhorara permeabilidade a líquido enquanto se mantém a salta capacidade de absorção e a presente invenção possui efeito surpreendente na melhoria da permeabilidade a líquido sem reduzir a tanto a capacidade de absorção por método muito simples para executar o

25 processo de aglomeração.

O tempo de permeação de líquido sob pressão exigido para um agente de absorção de água particulado da presente invenção é difícil de ser especificado, devido à dependência da concentração de um substrato absorvente,

30 onde um agente de absorção de água é utilizado, é

entretanto, preferivelmente superior a 0 e não superior a 200 segundos, mais preferivelmente superior a 0 e não superior a 100 segundos e, mais preferivelmente, superior a 0 e não superior a 60 segundos.

5 O efeito da presente invenção pode ser expresso pela proporção de redução do tempo de permeação de líquido e pelo processo de execução de aglomeração, a proporção de tempo de permeação de líquido não pode ser inferior a 10% comparado ao caso sem o processo de aglomeração,  
10 preferivelmente não inferior a 20%, ainda preferivelmente não inferior a 25% e o limite superior do mesmo é de 100%.

As razões para a permeabilidade a líquido superior de um agente de absorção de água contendo partículas aglomeradas obtidas pela aglomeração usando-se, por  
15 exemplo, água, como na presente invenção, não são claras, entretanto os dois pontos a seguir são considerados: 1) Pelo processo de aglomeração, os pós finos que estão se aglomerando em meio às partículas do agente de absorção de água são diminuídos, o que melhora a fluidez de líquido e  
20 2) vários pós finos inorgânicos ou sais metálicos polivalentes, óxidos hidratados compósitos e similares adicionados para melhorar a permeabilidade a líquido tendem a ser retidos de forma mais firme na superfície de uma partícula de agente de absorção de água, o que melhora a  
25 fluidez de líquido.

#### **(xii) Conteúdo de água**

O conteúdo de água é um parâmetro para especificar matéria volátil como água contida em um agente de absorção de água. Um agente de absorção de água da presente invenção  
30 possui um conteúdo de água preferivelmente na faixa de 1% a

10% em peso e mais preferivelmente na faixa de 2% a 10% em peso. Quando o conteúdo de água está fora desta faixa, o efeito de melhoria da presente invenção não é obtido de forma que não apenas o efeito de melhoria da permeabilidade a líquido não é obtido como também a resistividade do volume de um agente absorvente, a ser descrito posteriormente, também aumenta.

**(xiii) Resistividade de volume do agente de absorção de água**

10 A resistividade do agente de absorção de água é a resistividade elétrica em uma camada de um agente de absorção de água, medida sob condições a serem descrita posteriormente. O grau de carregamento de eletricidade estática é julgado geralmente pelos seguintes critérios de  
15 avaliação:

aquele possuindo resistividade de volume na faixa não inferior a  $10^{14}$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato de ultra carregamento.

aquele possuindo resistividade de volume na faixa de  
20  $10^{12}$  [ $\Omega$ .m] a  $10^{14}$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato de alto carregamento.

aquele possuindo resistividade de volume na faixa de  $10^{10}$  [ $\Omega$ .m] a  $10^{12}$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato de carregamento.

25 aquele possuindo resistividade de volume na faixa de  $10^8$  [ $\Omega$ .m] a  $10^{10}$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato de baixo carregamento.

aquele possuindo resistividade de volume na faixa não superior a  $10^8$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato sem  
30 carregamento.

Um agente de absorção de água da presente invenção possui resistividade de volume de  $10^8$  [ $\Omega$ .m], conforme será mostrado posteriormente nos Exemplos, e é classificado como substrato de baixo carregamento. Por outro lado, uma resina de absorção de água sem conter partículas aglomeradas e possuindo conteúdo de água inferior a 1% possui resistividade de volume de  $10^{11}$  [ $\Omega$ .m] e é classificada como substrato de carregamento. Assim, um agente de absorção de água da presente invenção mostra efeitos como pequeno carregamento eletrostático durante o processo de fabricação do artigo absorvente fino, pouco espalhamento e aderência de pó, provocados pela eletricidade estática e, assim, manuseio superior. A faixa de resistividade de volume de um agente de absorção de água da presente invenção é preferivelmente não superior a  $10^{10}$ [ $\Omega$ .m] e ainda preferivelmente não superior a  $10^9$ [ $\Omega$ .m].

**(17) Um artigo absorvente**

As aplicações de um agente de absorção de água particulado da presente invenção não são especialmente limitadas, entretanto, o mesmo é utilizado preferivelmente em um substrato absorvente fino e em um artigo absorvente como um artigo absorvente fino.

Por exemplo, um substrato absorvente fino é obtido usando-se o agente de absorção de água particulado. O substrato absorvente da presente invenção significa aquele formado usando-se um agente de absorção de água particulado fibras hidrofílicas como componentes principais. O conteúdo do agente de absorção de água (concentração de núcleo) no substrato absorvente da presente invenção, baseado no peso total de agente de absorção de água e fibras hidrofílicas é

preferivelmente de 30% a 100% em peso, ainda preferivelmente de 35% a 100% em peso e particularmente preferido de 40% a 100% em peso.

No caso de um substrato absorvente da presente  
5 invenção ser um de tipo fino, a espessura de um substrato absorvente é preferivelmente de 0,1 mm a 5 mm. Usando-se tal substrato absorvente do tipo fino, pode-se obter um artigo absorvente fino. Adicionalmente, um artigo absorvente da presente invenção é aquele equipado com o  
10 substrato absorvente fino da presente invenção, uma folha de superfície com permeabilidade a líquido e uma folha de fundo impermeável a líquido.

Um método para produção do artigo absorvente da presente invenção pode ser, por exemplo, como segue: A  
15 preparação do substrato absorvente (núcleo absorvente) pela mistura ou disposição em "sanduíche" de um substrato de fibra e um agente de absorção de água particulado, seguido por uma disposição em "sanduíche" do núcleo absorvente entre o substrato com permeabilidade a líquido (a folha de superfície) e o substrato impermeável a líquido (a folha de  
20 fundo) e, se necessário, montagem de partes elásticas, camadas de difusão, fitas adesivas e similares para fabricar o artigo absorvente, em particular, uma fralda para um adulto ou um absorvente higiênico. Tal artigo  
25 absorvente é moldado sob compressão para possuir uma densidade na faixa de 0,06 g/cm<sup>3</sup> a 0,50 g/cm<sup>3</sup> e peso básico na faixa de 0,01 g/cm<sup>2</sup> a 0,20 g/cm<sup>2</sup>. O substrato de fibra a ser utilizado é exemplificado como fibra hidrofílica, pasta de celulose triturada ou línter de algodão, fibra  
30 celulósica reticulada, fibra de raiom, fibra de algodão,

fibra de lã, fibra de acetato, fibra de vináilon, etc. Preferivelmente são utilizadas como sobrepostas a ar.

Um agente de absorção de água particulado da presente invenção é aquele exibindo características de absorção superiores. Desta forma, artigos absorventes da presente invenção especificamente incluem artigos higiênicos, começando com fralda descartável para um adulto, cujo crescimento é significativamente recente, uma fralda infantil, um absorvente higiênico, por assim dizer, um absorvente para incontinência e similares.

Pela existência do agente de absorção de água particulado presente em um artigo absorvente, o mesmo alcança menos vazamento e manifesta excelente sensação de uso e sensação seca, com isso pode-se reduzir significativamente as cargas de pessoas utilizando tais artigos absorventes e de pessoal de enfermagem.

### **Exemplos**

A presente invenção será elucidada especificamente com os seguintes Exemplos e Exemplos Comparativos, embora a presente invenção não esteja limitada pelos exemplos a seguir.

Várias performances de agente de absorção de água foram medidas pelos métodos a seguir. Eles foram avaliados também se usando uma resina de absorção de água ao invés de um agente de absorção de água. O equipamento elétrico foi sempre usado sob condições de 100 V e 60 Hz nos Exemplos. Uma resina de absorção de água, um agente de absorção de água e artigos absorventes foram utilizados sob condições de 25°C ± 2°C e 50% de UR (umidade relativa), a menos que particularmente especificado. Uma solução aquosa de 0,90%

em peso de cloreto de sódio foi utilizada como solução salina fisiológica.

Uma resina de absorção de água e uma fralda existente no mercado e uma resina de absorção de água retirada de uma fralda que pode absorver umidade em distribuição podem ser usadas em um teste de comparação após secagem sob pressão reduzida (por exemplo, por cerca de 16 horas entre 60°C e 80°C), conforme necessário, para equilibrar o conteúdo de umidade (2% a 8% em peso, cerca de 5% em peso) da resina de absorção de água.

**(a) Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC) para uma solução salina fisiológica**

um agente de absorção de água de 0,20 g foi colocado de forma uniforme em um saco (60 mm x 85 mm) feito de pano não tecido e imerso em uma solução salina fisiológica controlada a 25°C ± 2°C. O saco contendo o agente de absorção de água foi retirado da solução salina após 30 minutos e submetido à drenagem por 3 minutos a 250 G (250 x 9,81 m/s<sup>2</sup>) usando uma centrífuga (centrífuga de tamanho reduzido Modelo H-122, produzida por Kokusan Corporation) e em seguida pesado para se obter o peso W2 (g). O peso W1 (g) da bolsa foi medido após operação similar sem qualquer agente de absorção de água. A Capacidade de Retenção Centrífuga (g/g) foi calculada a partir dos pesos W1 e W2 de acordo com a seguinte fórmula.

$$\begin{aligned} & \text{Capacidade de Retenção Centrífuga (g/g)} \\ & = (\text{peso W2 (g)} - \text{peso W1 (g)}) / (\text{peso do agente de absorção de} \\ & \text{água (g)}) - 1 \end{aligned}$$

**(b) Absorvência Contra Pressão a 1,9 kPa (AAP 1,9 kPa) para uma solução salina fisiológica**

Esta medição foi praticada de acordo com um método 442.1-99 (Absorvência Contra Pressão) fornecido por EDANA (European disposable and nonwovens association).

Um agente de absorção de água de 0,900 g foi espalhado  
5 de maneira uniforme sobre uma peneira metálica de 400 malhas produzida de aço inoxidável (tamanho de malha: 38 µm) soldada à face do fundo de um cilindro de suporte plástico com diâmetro interno de 60 mm. Um pistão (chapa de cobertura), que possui um diâmetro externo um pouco menor  
10 que 60 mm, sem espaço contra a superfície do diâmetro interno do cilindro de suporte que pode se mover para cima e para baixo suavemente, foi montado sobre o agente de absorção de água. O peso total W3 (g) do cilindro de suporte, do agente de absorção de água e do pistão foi  
15 medido. Uma carga foi montada no pistão para completar um conjunto de aparelhos de medição, onde a carga foi ajustada de forma que o peso total da carga e do pistão pressionasse de forma uniforme o agente de absorção de água a 1,9 kPa. Um filtro de vidro com diâmetro de 90 mm e espessura de 5  
20 mm foi colocado em uma placa de Petri com diâmetro de 150 mm e uma solução salina fisiológica controlada a 25°C ± 2°C foi vertida até o mesmo nível que a superfície superior do filtro de vidro. Uma folha de filtro de papel com diâmetro de 9 cm (Nº 2, de Toyo Roshi Kaisha Ltd.) foi colocada na  
25 superfície do filtro de vidro de forma que estivesse completamente molhado e assim o líquido em excesso fosse removido.

O conjunto de aparelhos de medição foi colocado no papel de filtro molhado e o líquido foi absorvido com o  
30 agente de absorção de água sob carga. O nível de líquido

foi mantido constante adicionando-se o líquido quando a superfície do líquido se tornava mais baixa que a superfície superior do filtro de papel. O conjunto dos aparelhos de medição foi erguido após uma hora e o peso W4 (g) (o peso total do cilindro de suporte, do agente de absorção de água inchado e do pistão), excluindo a carga, foi medido novamente. A absorvência contra pressão (g/g) foi calculada a partir dos pesos W3 e W4 de acordo com a seguinte fórmula.

$$\begin{aligned} & \text{Absorvência contra pressão (g/g)} \\ & = (\text{peso W4 (g)} - \text{peso W3 (g)}) / \text{peso de um agente de} \\ & \text{absorção de água (g)} \end{aligned}$$

**(c) Tamanho de partícula médio ponderal (diâmetro de partícula médio ponderal) (D50), desvio padrão logarítmico ( $\delta\zeta$ ) e percentual em peso de partículas menores que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$  em diâmetro**

Um agente de absorção de água foi submetido a classificação por peneira usando-se peneiras padrão JIS de 850  $\mu\text{m}$ , 710  $\mu\text{m}$ , 600  $\mu\text{m}$ , 500  $\mu\text{m}$ , 425  $\mu\text{m}$ , 300  $\mu\text{m}$ , 212  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 106  $\mu\text{m}$  e 45  $\mu\text{m}$  e o percentual em peso de partículas menores que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$  em diâmetro foi medido enquanto percentuais de sobremedida R em cada tamanho de partícula eram marcados em um papel de probabilidade logarítmica. O diâmetro de partícula correspondendo a R = 50% em peso foi assim determinado como tamanho de partícula médio ponderal (D50). O desvio padrão logarítmico ( $\delta\zeta$ ) é representado pela seguinte fórmula, onde um valor menor de  $\delta\zeta$  significa uma distribuição de tamanho de partícula mais restrita.

$$\delta\zeta = 0,5 \times \ln (X2/X1)$$

(onde X1 e X2 são diâmetros de partícula para R = 84,1% em peso e R = 15,9% em peso, respectivamente)

Para classificação por peneira, um agente de absorção de água de 10,00 g é carregado em cada uma das peneiras de malha padrão JIS (a PENEIRA PADRÃO IIDA: diâmetro interno de 75 mm) e peneirado por 5 minutos usando-se um agitador de peneira do tipo "Ro-tap" (Agitador de peneira Modelo ES-65 da Iida Seisakusho Co.,Ltd.).

O tamanho de partícula médio ponderal (D50) significa o diâmetro de partícula médio para a peneira padrão, correspondendo a 50% em peso baseado em todas as partículas, quando a peneiração é executada por peneiras padrão com malhas particulares conforme descrito na Patente U.S. de número 5.051.259, etc.

**(d) Velocidade de absorção de avaliação (método de vórtice)**

Uma solução aquosa de 0,90% em peso de cloreto de sódio (solução salina fisiológica) preparada com antecedência, de 1.000 partes em peso misturadas a 0,02 parte em peso de um Azul brilhante FCF, um aditivo alimentar, e mantida a 30°C. A solução salina fisiológica de 50 mL foi vertida em um bécher de 100 mL e adicionada com 2,0 g de agente de absorção de água durante agitação a 600 RPM com um agitador de cilindro com 400 mm de comprimento e diâmetro de 8 mm, para medir a velocidade de absorção (em segundos). A velocidade de absorção (em segundos) é o tempo exigido para que o líquido de teste cubra completamente o segmento do agitador à medida que o agente de absorção de água absorve a solução salina fisiológica, que foi medida de acordo com o padrão descrito

em JIS K 7224 (1996), "Testing method for water absorption speed of super absorbent resins - Description".

**(e) Fluidez (relação de bloqueio) após absorção de umidade (% em peso)**

5           2 g de um agente de absorção de água foram espalhados de forma uniforme no fundo de um recipiente de alumínio de diâmetro 52 mm e altura 22 mm e rapidamente colocado em uma incubadora de umidade controlável (PLATIOOUS LUCIFER PL-2G da ESPEC Corp.) anteriormente controlada a 25°C e 90% de  
10 umidade relativa e deixado para repousar por 60 minutos. Então o agente de absorção de água que absorveu umidade foi transferido para peneiras padrão JIS de 2.000 µm de diâmetro 7,5 cm. Quando o agente de absorção de água que absorveu umidade adere ao recipiente de alumínio de forma  
15 rígida demais para ser transferido à peneira padrão JIS, o agente de absorção de água que absorveu umidade e que grumou deve ser arrancado do recipiente e transferido para a peneira muito cuidadosamente para não destruir os grumos. O agente de absorção de água transferido para a peneira foi  
20 imediatamente peneirado por 8 segundos usando-se um agitador de peneira do tipo "Ro-tap" (AGITADOR DE PENEIRA IIDA: TIPO ES-65, N° DE SÉRIE 0501). Foram medidos o peso W5 (g) do agente de absorção de água de tamanho maior deixado na peneira e o peso W6 (g) do agente de absorção de  
25 água de tamanho menor que passou através da peneira. A fluidez após absorção de umidade (% em peso) foi calculada pela fórmula a seguir. O valor mais baixo em fluidez após absorção de umidade caracteriza o melhor agente de absorção de água em fluidez após a absorção de umidade e em natureza  
30 de manipulação de pó.

Fluidez após absorção de água (% em peso)

$$= (\text{peso W5 (g)} / (\text{peso W5 (g)} + \text{peso W6 (g)})) \times 100$$

**(f) Proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto e proporção de aumento de tamanho de partícula médio ponderal por aglomeração**

Um agente de absorção de água de 30,0 g e 10,0 g de contas de vidro possuindo diâmetro de 6 mm foram colocadas em um recipiente com volume interno de 125 g (frasco de maionese com nome comercial A-29, de Yamamura Glass Co. , Ltd.:Ver recipiente 41 na Figura 2 da USP6071976), seguido de selagem, montagem em uma máquina de dispersão (máquina de dispersão de teste N° 488 de Toyo Seiki Seisaku-Syo, Ltd.:Ver Figura 14 da USP6071976) e vibração por 10 minutos usando-se a máquina de dispersão sob condições de 100 V / 60 Hz, velocidade de rotação de vibração de 750 CPM. Após o impacto, o tamanho de partícula médio ponderal (D50) foi medido pelo método anterior. O tamanho de partícula médio ponderal (D50) de um agente de absorção de água antes do impacto foi também medido anteriormente. A proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto e a proporção de aumento de tamanho de partícula médio ponderal por aglomeração foram calculadas pelas fórmulas que seguem.

Proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto (%)

$$= 100 \times ((D50 \text{ antes do impacto}) - (D50 \text{ após impacto})) / D50 \text{ antes do impacto}$$

Proporção de aumento de tamanho de partícula médio ponderal por aglomeração (%)

$$= 100 \times ((D50 \text{ após aglomeração}) - (D50 \text{ antes da$$

aglomeração))/D50 após aglomeração

**(g) Densidade aparente de gel após inchaço saturado em uma solução salina fisiológica (g/cm<sup>3</sup>)**

Um agente de absorção de água de 3,0 g foi  
5 uniformemente espalhado em uma malha de metal de 400 malhas  
produzida de aço inoxidável (tamanho de malha: 38 µm)  
soldada à face de fundo de um cilindro de suporte plástico  
com um diâmetro interno de 60 mm e altura de 200 mm. Um  
filtro de vidro com diâmetro de 90 mm e espessura de 5 mm  
10 foi colocado em um recipiente (bécher de vidro de 2 L, TOP,  
Cat. N° 501 de Sogo Rikagaku Glass Seisakusyo Co., Ltd.)  
preenchido com 1,5 L de uma solução salina fisiológica na  
qual o cilindro plástico com o agente de absorção de água  
foi imerso e permaneceu imóvel no filtro de vidro. Após 30  
15 minutos de inércia, o cilindro de suporte contendo o agente  
de absorção de água inchado foi retirado do recipiente  
preenchido com solução salina fisiológica, em seguida  
erguido por 1 minuto para remover grosseiramente a solução  
em excesso e colocando a superfície de uma tela de aço  
20 inoxidável de 400 malhas do cilindro de suporte sobre cinco  
folhas de toalhas de papel dobradas em quatro (tamanho da  
folha = 38,0 x 33,0 cm, produto n° 61000 de Cresia Co.,  
Ltd.) por 3 minutos para remover o excesso de solução (isto  
é, para remover uma solução salina fisiológica não  
25 absorvida pelo agente de absorção de água). Então um pistão  
(111 g), o qual possui um diâmetro externo um pouco menor  
que 60 mm, sem espaço contra a superfície interna do  
cilindro de suporte e que pode se mover para cima e para  
baixo suavemente foi montado sobre a camada de agente de  
30 absorção de água inchado e deixado por 3 minutos. A altura

(espessura) do leito de gel inchado foi medida pela distância entre a superfície de fundo do cilindro de suporte e a superfície de fundo do pistão. O volume de gel ( $V1 \text{ cm}^3$ ) foi calculado a partir da altura do leito de gel inchado e a área de fundo do cilindro de suporte. O peso total  $W7$  (g) do cilindro de suporte, gel e pistão foi medido.

Separadamente, o peso total  $W8$  (g) do cilindro de suporte e do pistão, sem incluir o gel, foi medido. A densidade aparente do gel após o inchaço saturado foi calculada pela seguinte fórmula.

Densidade aparente de gel após inchaço saturado em uma solução salina fisiológica ( $\text{g/cm}^3$ )  
 $= (W7 \text{ (g)} - W8 \text{ (g)}) / \text{volume de gel (V1)} \text{ (g/cm}^3\text{)}$

Quando a densidade aparente de gel após o inchaço saturado está próxima de  $1,0 \text{ (g/cm}^3\text{)}$ , a mudança de volume de um agente de absorção de água particulado após absorção de líquido se torna pequena, o que elimina o problema de desigualdade de espessura ou de superfície enrugada de um substrato absorvente fino após absorção de líquido.

#### **(h) Avaliação de performance de substrato absorvente**

Um substrato absorvente para avaliação foi preparado que se avalie um agente de absorção de água a ser descrito posteriormente como um substrato absorvente e submetido a teste de re-umedecimento.

Para começar, um método de preparação de um substrato absorvente para avaliação é mostrado abaixo.

Um agente de absorção de água a ser descrito posteriormente em 1 parte em peso e pasta de celulose triturada em 2 partes em peso foram submetidas à misturação

a seco em um misturador. Assim a mistura obtida foi espalhada sobre uma tela de metal de 400 malhas (tamanho de malha:38  $\mu\text{m}$ ) para formar uma manta com o diâmetro de 90 mm. A manta foi submetida a uma pressão de 196,14 kPa por 1  
5 minuto para se obter um substrato absorvente para avaliação com peso básico de 0,05  $\text{g}/\text{cm}^2$ .

Subseqüentemente, um método para avaliação de quantidade de re-umedecimento após 10 minutos é mostrado abaixo.

10 O substrato absorvente para avaliação foi colocado no fundo de uma placa de Petri com diâmetro interno de 90 mm, produzida em aço inoxidável, e um pano não tecido com diâmetro de 90 mm foi colocado sobre a mesma. Uma solução salina fisiológica (uma solução aquosa de NaCl a 0,9% em  
15 peso) de 30 mL foi então vertida sobre o pano não tecido e submetida à absorção por 10 minutos sob condições sem carga. Subseqüentemente, 30 folhas de filtro de papel com diâmetro de 90 mm (Nº 2 de Toyo Roshi Kaisha Ltd.), cujo peso (W9 (g)) foi medido com antecedência, foram colocadas  
20 sobre o não tecido e o substrato absorvente. Em seguida, um pistão e uma carga (o peso total do pistão e da carga era de 20 kg) com diâmetro de 90 mm foram colocados sobre o filtro de papel de forma a pressionar de forma uniforme o substrato absorvente, o não tecido e o filtro de papel. Os  
25 papéis de filtro foram feitos para absorver líquido de re-umedecimento, enquanto são pressionados por 5 minutos. As 30 folhas do filtro de papel foram então pesadas (W10 (g)) para calcular a quantidade de re-umedecimento após 10 minutos.

30 A quantidade de re-umedecimento por 10 minutos (g) =

W10 (g) - W9 (g)

**(i) Avaliação de performance de substrato absorvente**

A espessura de um substrato absorvente foi medida sob carga de 0,5 kPa sobre um substrato absorvente.

5 **(j) Tempo de permeação de líquido sob pressão**

Primeiramente, um aparelho de medição de tempo de permeação de líquido sob pressão é explicado com referência à Figura 1.

Conforme mostrado na Figura 1, o aparelho de medição é  
10 composto de uma coluna de vidro (20), uma haste de  
pressurização (21) e uma carga (22). A coluna de vidro (20)  
possui uma forma cilíndrica com diâmetro interno de 25,4 mm  
e altura de 44 mm. Sob a coluna de vidro (20), uma torneira  
universal do tipo abre-fecha (25) é fixada e entre a  
15 torneira abre-fecha (25) e a coluna de vidro (20), um  
filtro de vidro (27) é inserido. O filtro de vidro (27)  
possui um tamanho de malha G1. Na coluna de vidro (20),  
linhas padrão L e H são marcadas. A linha padrão L  
corresponde à posição da superfície superior do líquido  
20 quando a coluna está cheia com 100 mL de uma solução salina  
fisiológica em estado fechado da torneira (25), enquanto a  
linha padrão H corresponde à posição da superfície superior  
do líquido quando a coluna está preenchida com 150 mL de  
uma solução salina fisiológica em estado fechado da  
25 torneira (25). Como a coluna de vidro (20), um produto  
comercial "Biocolumn CF-30K" (de Asone Co., Ltd.: Grau nº  
2-635-07) foi utilizado.

Na extremidade superior da haste de pressurização  
(21), é fixada uma placa de montagem (23) para montar a  
30 carga (22). A placa de montagem (23) é fabricada em formato

de círculo possuindo um diâmetro um pouco menor que o diâmetro interno da coluna de vidro (20).

Na extremidade inferior da haste de pressurização (21) é fixada uma placa de pressurização (24). A placa de pressurização (24) é fabricada em forma de círculo possuindo um diâmetro um pouco menor que 25,4 mm e espessura de 10 mm e 64 orifícios (24a) são formados de forma a penetrarem da superfície superior até a superfície inferior. A pluralidade de orifícios (24a) possui diâmetro de 1 mm e os mesmos estão alinhados em intervalos de cerca de 2 mm. Assim, uma solução salina fisiológica (29) pode fluir do lado da superfície superior até o lado da superfície inferior da placa de pressurização (24) através da pluralidade de orifícios (24a).

A haste de pressurização (21), isto é, a placa de pressurização (24) pode se mover para cima e para baixo na coluna de vidro (20). Na superfície inferior da placa de pressurização (24) é fixado um filtro de vidro (26) com diâmetro um pouco menor que 25,4 mm e espessura de 3 mm. O filtro de vidro (26) possui um tamanho de malha G0. O comprimento da haste de pressurização é de 330 mm.

O peso total da carga (22) e da haste de pressurização é ajustado de forma a adicionar, uniformemente, uma carga de  $7,03 \text{ g/cm}^2$  (0,689 kPa) a um agente de absorção de água inchado (30).

Usando-se um aparelho de medição composto conforme mencionado acima, foi medido o tempo de permeação de líquido sobre pressão. O método de medição é explicado abaixo.

Primeiramente, carregou-se um bécher de 200 mL com 100

mL de uma solução salina fisiológica (uma solução aquosa de NaCl a 0,9% em peso), seguido da adição de 0,2000 g de um agente de absorção de água para inchar por 20 minutos.

Separadamente, durante este período de tempo, carregou-se a coluna de vidro (20), montada com o filtro de vidro (27) e com a torneira (25) em estado fechado, com 200 mL de uma solução salina fisiológica (uma solução aquosa de NaCl a 0,9% em peso), seguido pela abertura da torneira para que fluíssem 150 mL da solução salina fisiológica para remover o ar no filtro de vidro (27) e na torneira fora do sistema.

Após o inchaço do agente de absorção de água ou de uma resina de absorção de água no bécher por 20 minutos, a solução salina fisiológica e o agente de absorção de água ou resina de absorção de água inchados no bécher foram levados até a coluna. Então mais 30 mL de outra solução salina fisiológica foram adicionados ao bécher para transferir completamente o conteúdo no bécher para a coluna, seguido da transferência do líquido à coluna.

Para assentar completamente o agente de absorção de água ou resina de absorção de água inchados no fundo da coluna, os mesmos são postos em repouso por 5 minutos.

Após 5 minutos a haste de pressurização é lentamente inserida na coluna. A inserção cuidadosa é exigida para não manter ar no conjunto de orifícios (24a) na haste de pressurização. Após por em contato a haste de pressurização com a camada de agente de absorção de água ou resina de absorção de água, a carga (22) é lentamente carregada, seguida de repouso por mais 5 minutos para estabilizar a camada do agente de absorção de água ou resina de absorção

de água.

Após 5 minutos, a torneira (25) é aberta para permitir a passagem de líquido. O tempo de passagem da superfície superior do líquido da linha padrão H até a linha padrão L é medido.

Imediatamente após a superfície superior do líquido passar a linha padrão L, a torneira (25) é fechada e uma solução salina fisiológica é adicionada lentamente da parte superior da coluna de forma que a superfície do líquido seja aumentada até 5 cm acima da linha padrão H (durante este período a haste de pressurização e a carga não devem ser removidos). Após a adição do líquido a torneira (25) é aberta novamente para medir de forma similar o tempo de passagem da superfície superior do líquido da linha padrão H até a linha padrão L. Operações de passagem de líquido similares são repetidas 4 vezes. O tempo de permeação de líquido sob pressão é o valor médio dos tempos de permeação de líquido das experiências 2, 3 e 4. O tempo de permeação de líquido no caso de operação similar sem a camada de gel é de 8 segundos.

O tempo de permeação de líquido menor significa a maior permeabilidade a líquido de um agente de absorção de água e quando aplicado a um substrato absorvente fino, significa melhoria na capacidade de admissão de líquido sob pressão. A proporção de redução de tempo de permeação de líquido sob pressão foi calculada pela seguinte fórmula.

Proporção de redução de tempo de permeação de líquido sob pressão (%)  
= 100 x [(tempo de permeação de líquido sob pressão sem aglomeração) - (tempo de permeação de líquido sob pressão

sob pressão com aglomeração)] / (tempo de permeação de líquido sob pressão sem aglomeração)

**(k) Conteúdo de água**

Em um prato de alumínio com diâmetro de 60 mm e peso conhecido (W11 (g)), foram espalhados uniformemente 2,000 g de um agente de absorção de água e deixado repousar por 3 horas em um forno sem circulação de ar (forno natural EYELANDO-450 da Tokyo Rika Machinery Co., Ltd.). Após 3 horas, o prato de alumínio é retirado e resfriado em um dessecador por 20 minutos para que seu peso seja medido (W12 (g)). O conteúdo de água foi calculado pela seguinte fórmula.

(Fórmula 9)

$$\begin{aligned} & \text{Conteúdo de água (\% em peso)} \\ & = [(W11 (g) + 2,000(g)) - W12 (g)] / 2,000 \end{aligned}$$

(i) Resistividade de volume de um agente de absorção de água

A resistividade de volume de um agente de absorção de água foi medida usando-se um micro amperímetro digital de ultra-alta resistência (modelo R8340A da Advantec Co., Ltd.). Um agente de absorção de água a ser avaliado é armazenado por não menos que 24 horas sob condições de ambiente lacrado de medição (19°C a 21°C e umidade relativa de 36% a 44%) e o lacre foi aberto para ser utilizado imediatamente antes do teste. Primeiramente, um recipiente de amostra para medição de resistência de pó (A-1-2, diâmetro de 150 mm e comprimento de 10 mm) é preenchido com um agente de absorção de água, e o recipiente é ajustado no aparelho de medida (espessura de amostra de 10 mm). O diâmetro de um eletrodo e o coeficiente de eletrodo do aparelho usado para a medição é de 80 mm e 0,503,

respectivamente. Após o término do ajuste, uma voltagem de 100 V é imposta e a resistividade de volume é medida após 1 minuto (valor de 1 minuto). A medição é repetida 3 vezes substituindo-se as amostras e 3 resultados têm suas médias calculadas para se obter o valor da medição. O grau de carregamento de eletricidade estática é julgado geralmente pelos seguintes critérios de avaliação:

aquele possuindo resistividade de volume na faixa não inferior a  $10^{14}$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato de ultra carregamento.

aquele possuindo resistividade de volume na faixa de  $10^{12}$  [ $\Omega$ .m] a  $10^{14}$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato de alto carregamento.

aquele possuindo resistividade de volume na faixa de  $10^{10}$  [ $\Omega$ .m] a  $10^{12}$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato de carregamento.

aquele possuindo resistividade de volume na faixa de  $10^8$  [ $\Omega$ .m] a  $10^{10}$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato de baixo carregamento.

aquele possuindo resistividade de volume na faixa não superior a  $10^8$  [ $\Omega$ .m] é definido como substrato sem carregamento.

**(Exemplo de Referência 1)**

Dissolveram-se 2,5 g de diacrilato de polietilenoglicol (número molar adicionado médio de unidade de óxido de etileno: 9) em 5.500 g de solução aquosa de acrilato de sódio possuindo uma razão de neutralização de 75% em mol (concentração de monômero: 38% em peso) para produzir líquido de reação. Subseqüentemente, o líquido de reação foi alimentado em um reator fabricado fixando-se uma

tampa a um amassador 10-L do tipo de braço duplo produzido em aço inoxidável e equipado com um invólucro e lâminas agitadoras em forma de "dois" e em seguida gás nitrogênio foi introduzido no sistema de reação para remover o

5 oxigênio dissolvido enquanto se mantinha o líquido de reação a 30°C. O líquido de reação foi então adicionado com 29,8 g de uma solução aquosa a 10% de persulfato de sódio e 1,5 g de uma solução aquosa a 1% de ácido L-ascórbico durante agitação do líquido de reação, resultando na

10 iniciação da polimerização após 1 minuto. A temperatura de pico de polimerização de 86°C foi alcançada após 17 minutos a partir da iniciação de polimerização. Após 60 minutos da iniciação da polimerização, um polímero similar a gel hidratado foi retirado, este polímero foi estava em estado

15 granulado a partículas com diâmetro de cerca de 1 mm a 4 mm. O polímero similar a gel hidratado granulado foi espalhado sobre uma tela metálica de 50 malhas (abertura de malha: 300 µm) e seco com ar quente a 160°C por 60 minutos. Após seco o material foi então pulverizado por um moinho de

20 cilindro e continuamente peneirado com malhas metálicas com abertura de malha de 500 µm e 106 µm. As partículas não menores que 500 µm foram pulverizadas novamente usando-se o moinho de cilindro. As partículas passando por uma peneira de malha metálica de 106 µm estavam em 12% em peso baseado

25 nas partículas totais submetidas a pulverização. A partícula de resina de absorção de água fina passada pela tela de malha metálica de 106 µm foi misturada a água quente (90°C) na mesma quantidade, seca novamente sob as mesmas condições e pulverizada para se obter uma resina de

30 absorção de água particulada (a) possuindo forma

pulverizada de modo irregular em 97% de rendimento.

A capacidade de retenção centrífuga (CRC) em uma solução salina fisiológica, tamanho de partícula médio ponderal (D50), percentual de partículas do agente de absorção menores que 600  $\mu\text{m}$  e não menores que 150  $\mu\text{m}$  e desvio padrão logarítmico da resina de absorção de água particulada obtida (a) foram medidos e mostrados na Tabela 1. Os resultados de resina de absorção de água particulada (b) - (d) no Exemplo de referência abaixo mencionados são mostrados também na Tabela 1.

Assim o pó obtido de uma resina que absorve água (a) de 100 partes em peso foi misturado a 3,53 partes em peso de uma solução aquosa de agente de reticulação de superfície composta de 0,5 parte em peso de propileno glicol, 0,03 partes em peso de etileno glicol diglicidil éter, 0,3 parte em peso de 1,4-butanodiol e 2,7 partes em peso de água. A mistura foi aquecida a 195°C por 45 minutos em um amassador para se obter uma resina de absorção de água de superfície reticulada (1). A distribuição de tamanho de partícula da resina de absorção de água (1) é mostrada na Tabela 3, o tamanho de partícula médio ponderal e o desvio padrão logarítmico da mesma na Tabela 4 e a resistividade de volume da mesma na Tabela 5. As partículas aglomeradas foram pouco observadas na resina de absorção de água (1).

#### **(Exemplo de Referência 2)**

Dissolveram-se 8,6 g de diacrilato de polietilenoglicol (número molar adicionado médio de unidade de óxido de etileno: 9) em 5.500 g de solução aquosa de acrilato de sódio possuindo uma razão de neutralização de

75% em mol (concentração de monômero: 38% em peso) para produzir líquido de reação. O líquido de reação foi fornecido ao reator do Exemplo de Referência 1 e gás nitrogênio foi introduzido no sistema de reação para  
5 remover o oxigênio dissolvido enquanto se mantinha o líquido de reação a 30°C. O líquido de reação foi então adicionado a 29,8 g de uma solução aquosa de persulfato de sódio a 10% em peso e 1,5 g de uma solução aquosa de ácido L-ascórbico a 1% em peso agitando-se o líquido de reação,  
10 resultando na iniciação da polimerização após 1 minuto. A temperatura de pico de polimerização de 86°C foi alcançada após 17 minutos a partir da iniciação de polimerização. Após 60 minutos da iniciação da polimerização, um polímero similar a gel hidratado foi retirado, este polímero foi  
15 estava em estado granulado a partículas com diâmetro de cerca de 1 mm a 4 mm. O polímero similar a gel hidratado granulado foi espalhado sobre uma tela metálica de 50 malhas (abertura de malha: 300 µm) e seco com ar quente a 160°C por 60 minutos. Após seco o material foi então  
20 pulverizado por um moinho de cilindro e continuamente peneirado com malhas metálicas com abertura de malha de 850 µm e 150 µm. As partículas não inferiores a 850 µm foram pulverizadas pelo moinho de cilindro novamente. Foi obtido o pó pulverizado de forma irregular de uma resina de  
25 absorção de água (b) com rendimento de 91%.

Assim o pó obtido de uma resina que absorve água (b) de 100 partes em peso foi misturado a 3,53 partes em peso de uma solução aquosa de agente de reticulação de superfície composta de 0,5 parte em peso de propileno  
30 glicol, 0,03 partes em peso de etileno glicol diglicidil

éter, 0,3 parte em peso de 1,4-butanodiol e 2,7 partes em peso de água. A mistura foi aquecida a 210°C por 35 minutos em um amassador para se obter uma resina de absorção de água de superfície reticulada (2). A distribuição de tamanho de partícula da resina de absorção de água (2) é mostrada na Tabela 3 e o tamanho de partícula médio ponderal e o desvio padrão logarítmico da mesma na Tabela 4. As partículas aglomeradas foram pouco observadas na resina de absorção de água (2).

10           **(Exemplo de Referência 3)**

Dissolveram-se 4,3 g de diacrilato de polietilenoglicol (número molar adicionado médio de unidade de óxido de etileno: 9) em 5.500 g de solução aquosa de acrilato de sódio possuindo uma razão de neutralização de 75% em mol (concentração de monômero: 38% em peso) para produzir líquido de reação. O líquido de reação foi fornecido ao reator do Exemplo de Referência 1 e gás nitrogênio foi introduzido no sistema de reação para remover o oxigênio dissolvido enquanto se mantinha o líquido de reação a 30°C. O líquido de reação foi então adicionado a 29,8 g de uma solução aquosa de persulfato de sódio a 10% em peso e 1,5 g de uma solução aquosa de ácido L-ascórbico a 1% em peso agitando-se o líquido de reação, resultando na iniciação da polimerização após 1 minuto. A temperatura de pico de polimerização de 86°C foi alcançada após 17 minutos a partir da iniciação de polimerização. Após 60 minutos da iniciação da polimerização, um polímero similar a gel hidratado foi retirado, este polímero foi estava em estado granulado a partículas com diâmetro de cerca de 1 mm a 4 mm. O polímero similar a gel hidratado

granulado foi espalhado sobre uma tela metálica de 50 malhas (abertura de malha: 300  $\mu\text{m}$ ) e seco com ar quente a 160°C por 60 minutos. Após seco o material foi então pulverizado por um moinho de cilindro e continuamente peneirado com malhas metálicas com abertura de malha de 425  $\mu\text{m}$  e 106  $\mu\text{m}$ . As partículas não menores que 425  $\mu\text{m}$  foram pulverizadas novamente usando-se um moinho de cilindro. As partículas que passaram através da peneira de 106 malhas ocuparam 15% em peso em relação ao peso total de partículas pulverizadas. As partículas finas da resina de absorção de água que passaram através da peneira de 106 malhas foram misturadas em água quente (90°C) em relação de peso igual, seguido pela secagem novamente a 160°C por 60 minutos, pulverização e classificação para se obter as partículas pulverizadas irregulares de uma resina de absorção de água © em 95% de rendimento.

Então, as partículas obtidas de uma resina de absorção de água (c) de 100 partes em peso foram misturadas a 3,53 partes em peso de uma solução aquosa de agente de reticulação de superfície composta de 0,5 parte em peso de propileno glicol, 0,03 partes em peso de etileno glicol diglicidil éter, 0,3 parte em peso de 1,4-butanodiol e 2,7 partes em peso de água. A mistura foi aquecida a 210°C por 35 minutos em um amassador para se obter uma resina de absorção de água de superfície reticulada (3). A distribuição de tamanho de partícula da resina de absorção de água (3) é mostrada na Tabela 3 e o tamanho de partícula médio ponderal e o desvio padrão logarítmico da mesma na Tabela 4. As partículas aglomeradas foram pouco observadas na resina de absorção de água (3).

**Exemplo 1**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de superfície reticulada (1) obtida no Exemplo de Referência 1, 4 partes em peso de água foram adicionadas por pulverização. A mistura resultante foi curada a 60°C por 1 hora, enquanto o conteúdo em água da mesma foi mantido em 4% em peso, e passada pela peneira metálica de malha de 600 µm para se obter um agente de absorção de água particulado (1) contendo 43% em peso de partículas aglomeradas. Os resultados da avaliação do agente de absorção de água particulado (1) são mostrados quanto à capacidade de retenção centrífuga, absorvência contra pressão de 1,9 kPa, velocidade de absorção, fluidez após absorção de umidade, proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto, densidade aparente de gel após inchaço saturado em uma solução salina fisiológica e conteúdo de água na Tabela 2, quanto a distribuição de tamanho de partícula na Tabela 3, quanto a tamanho de partícula médio ponderal e desvio padrão logarítmico na Tabela 4 e quanto a resistividade de volume na Tabela 5.

**Exemplo 2**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água (1) obtida no Exemplo de Referência 1, 5 partes em peso de uma solução aquosa de pentacetato de dietilenotriamina sódica foram misturadas por pulverização onde a quantidade de adição de pentacetato de dietilenotriamina sódica se torna em 100 ppm em relação à resina de absorção de água. A mistura resultante foi curada a 60°C por 1 hora, enquanto o conteúdo em água da mesma foi mantido em 5% em peso, e passada pela peneira metálica de malha de 600 µm para se

obter um agente de absorção de água particulado (2) contendo 54% em peso de partículas aglomeradas. O agente de absorção de água particulado (2) foi avaliado de forma similar ao Exemplo 1. Os resultados são mostrados nas 5 Tabelas 2 a 4.

### **Exemplo 3**

A 100 partes em peso do agente de absorção de água particulado reticulado de superfície (1) obtido no Exemplo 1, 0,3 parte em peso de estearato de cálcio particulado 10 fino (da Kanto Chemical Co., Inc.) foi adicionado e misturado (misturado a seco) para se obter um agente de absorção de água particulado (3). A partir da medição da distribuição de tamanho de partícula do agente de absorção de água particulado (3) obtido foram encontradas poucas 15 mudanças. O tamanho de partícula médio ponderal (D50), desvio padrão logarítmico (5) e percentual em peso de diâmetro de partícula de 600  $\mu\text{m}$  a 150  $\mu\text{m}$  mostraram os mesmos valores que aqueles do agente de absorção de água particulado (1) antes da mistura. Outras propriedades do 20 agente de absorção de água particulado (3) foram avaliadas de forma similar ao Exemplo 1. Os resultados são mostrados nas Tabelas 2 a 5.

### **Exemplo 4**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de 25 superfície reticulada (3) obtidas no Exemplo de Referência 3, 4, 5 partes em peso de água foram adicionadas por pulverização. A mistura resultante foi curada a 60°C por 1 hora, enquanto o conteúdo de água da mesma foi mantido a 4,5% em peso e passada pela peneira metálica de malha de 30 600  $\mu\text{m}$ . A 100 partes em peso do agente de absorção de água

particulado obtido, 0,3 parte em peso de dióxido de silício  
particulado fino (Nome Comercial: Aerosil 200) foi  
adicionada e misturada (misturado a seco) para se obter um  
agente de absorção de água particulado (4), contendo 48% em  
5 peso de partículas aglomeradas. A capacidade de retenção  
centrífuga, absorvência contra pressão de 1,9 kPa,  
velocidade de absorção, distribuição de tamanho de  
partícula, fluidez após absorção de umidade, proporção de  
redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto,  
10 densidade aparente de gel após inchaço saturado em uma  
solução salina fisiológica, conteúdo de água, distribuição  
de tamanho de partícula, tamanho de partícula médio  
ponderal e desvio padrão logarítmico do agente de absorção  
de água particulado (4) são mostrados nas Tabelas 2 a 5.

#### 15 **Exemplo Comparativo 1**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de  
superfície reticulada (2) obtida no Exemplo de Referência  
2, 0,3 parte em peso de dióxido de silício particulado fino  
(Nome Comercial: Aerosil 200) foi adicionada e misturada  
20 (misturada a seco) para obter um agente de absorção de água  
particulado comparativo (1), o qual foi avaliado de forma  
similar ao Exemplo 1. Os resultados são mostrados nas  
Tabelas 2 a 4.

#### **Exemplo 5**

25 Para avaliar a performance do agente de absorção de  
água particulado (1) obtido no Exemplo 1 como um substrato  
absorvente, foi preparado um substrato absorvente para  
avaliação (1) de acordo com o método (h) mencionado acima  
para avaliação de performance de substrato absorvente. A  
30 espessura do substrato absorvente para avaliação era de 4

mm. A quantidade de re-umedecimento por 10 minutos do substrato absorvente para avaliação (1) obtido foi medida e o estado do substrato absorvente após absorver o líquido foi também observado. Os resultados são mostrados na Tabela 5 6.

#### **Exemplos 6 a 8**

Usando-se os agentes de absorção de água particulados (2) a (4) obtidos nos Exemplos 2 a 4, ao invés do agente de absorção de água particulado (1) usado no Exemplo 5, foram obtidos os substratos absorventes para avaliação (2) a (4) respectivamente. Cada um possuía espessura de 4 mm. As quantidades de re-umedecimento dos substratos absorventes para avaliação (2) a (4) obtidos foram avaliadas e as condições dos substratos absorventes após absorverem líquido foram observadas. Os resultados são mostrados na Tabela 6.

#### **Exemplo Comparativo 2**

Usando-se o agente de absorção de água particulado para comparação (1) obtido no Exemplo Comparativo 1, ao invés do agente de absorção de água particulado (1) usado no Exemplo 5, um substrato absorvente para avaliação comparativa (1) foi obtido. O substrato absorvente para avaliação comparativa (1) possuía uma espessura de 6 mm. A quantidade de re-umedecimento do substrato absorvente para avaliação comparativa (1) obtido foi avaliada e o estado do substrato absorvente após a absorção de líquido foi observado. Os resultados são mostrados na Tabela 6.

#### **Exemplo 9**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de superfície reticulada (1) obtidas no Exemplo de Referência 30

1, 3 partes e 5 partes em peso de água foram misturadas por pulverização. As misturas resultantes foram aquecidas e curadas enquanto o conteúdo de água das mesmas foi mantido a 1%, 3% e 5% em peso, respectivamente, e em seguida foram passadas através de uma tela metálica possuindo um tamanho de malha de 600  $\mu\text{m}$ . A 100 partes em peso do agente de absorção de água particulado obtido, 0,3 parte em peso de dióxido de silício particulado fino (Nome Comercial: Aerosil 200) foi adicionada e misturada (misturada a seco) para se obter agentes de absorção de água particulados (5), (6) e (7), respectivamente. As relações de partículas aglomeradas nos agentes de absorção de água particulados (5), (6) e (7) são de 15% em peso, 33% em peso e 50% em peso, respectivamente. Os resultados da avaliação dos agentes de absorção de água particulados (5), (6) e (7) são mostrados quanto à capacidade de retenção centrífuga, absorvência contra pressão de 1,9 kPa, velocidade de absorção, fluidez após absorção de umidade, proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto, densidade aparente de gel após inchaço saturado em uma solução salina fisiológica, conteúdo de água, tempo de permeação de líquido sob pressão e proporção da redução de tempo de permeação de líquido sob pressão na Tabela 7, quanto a distribuição de tamanho de partícula na Tabela 8, e quanto a tamanho de partícula médio ponderal e desvio padrão logarítmico na Tabela 4 e quanto a resistividade de volume na Tabela 9.

### **Exemplo Comparativo 3**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de superfície reticulada (1) obtida no Exemplo de Referência

1, 0,3 parte em peso de dióxido de silício particulado fino (Nome Comercial: Aerosil 200) foi adicionada e misturada (misturada a seco) para obter um agente de absorção de água particulado comparativo (2). O agente de absorção de água particulado comparativo (2) foi avaliado de forma similar ao Exemplo 9. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7 a 9. O resultado de resistividade de volume está na Tabela 5.

#### **Exemplo 10**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de superfície reticulada (1) obtidas no Exemplo de Referência 1, 3 partes em peso de água foram misturadas por pulverização. A mistura resultante foi aquecida e curada a 60°C por 1 hora, enquanto o conteúdo de água da mesma foi mantido a 3% em peso, seguido pela passagem através de uma tela metálica possuindo um tamanho de malha de 600 µm. A 100 partes em peso do agente de absorção de água particulado obtido, 0,3 parte em peso de óxido de alumínio particulado fino (Nome Comercial: UFA-150, Fornecedor: Showa Denko K. K.) foi adicionada e misturada (misturada a seco) para se obter um agente de absorção de água particulado (8), contendo 33% em peso de partículas aglomeradas. O agente de absorção de água particulado (8) obtido foi avaliado de forma similar ao Exemplo 9. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7 a 9.

#### **Exemplo Comparativo 4**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de superfície reticulada (1) obtida no Exemplo 1, 0,3 parte em peso de óxido de alumínio particulado fino (Nome Comercial: UFA-150, Fornecedor: Showa Denko K. K.) foi adicionada e misturada (misturada a seco) para obter um agente de

absorção de água particulado comparativo (3). O agente de absorção de água particulado comparativo (3) obtido foi avaliado de forma similar ao Exemplo 9. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7 a 9.

5           **Exemplo 11**

Procedimentos similares ao do Exemplo 10 foram repetidos, exceto pelo uso de óxido hidratado de compósitos de zinco e silício (Nome Comercial: CERATIOX SZ-100, da Titan Kogyo K. K., proporção de peso de conteúdo de Zn/Si -  
10 82/18, diâmetro de partícula médio = 0,36 µm) ao invés do óxido de alumínio particulado fino, para obter um agente de absorção de água particulado (9). O agente de absorção de água particulado (9) foi avaliado de forma similar ao Exemplo 9. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7 a 9.

15           **Exemplo Comparativo 5**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de superfície reticulada (1) obtida no Exemplo de Referência 1, 0,3 parte em peso de óxido hidratado de composto de Zinco e Silício (Nome Comercial: CERATIOX SZ-100, da Titan  
20 Kogyo K. K., proporção de peso de conteúdo de Zn/Si - 82/18, diâmetro de partícula médio = 0,36 µm) foi adicionada e misturada (misturada a seco) para se obter um agente de absorção de água particulado comparativo (4). O agente de absorção de água particulado comparativo (4)  
25 obtido foi avaliado de forma similar ao Exemplo 9. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7 a 9.

**Exemplo de Referência 4**

A 5.500 g de uma solução aquosa de acrilato de sódio (concentração de monômero: 38% em peso) possuindo 75% em  
30 mol em proporção de neutralização, foram dissolvidos 7,5 g

de diacrilato de polietilenoglicol (número de moles adicionados médio de unidade de óxido de etileno: 9) para preparar o líquido de reação. Então, o líquido de reação foi carregado no reator usado no Exemplo de Referência 1, 5 foi introduzido gás nitrogênio no sistema de reação para remover o oxigênio dissolvido enquanto o líquido de reação foi mantido a 30°C. Subseqüentemente, foram adicionados 29,8 g de uma solução aquosa de persulfato de sódio a 10% em peso e 1,5 g de uma solução aquosa de ácido L-ascórbico 10 a 1% em peso. Após 1 minuto, a polimerização foi iniciada. A temperatura de polimerização mostrou uma temperatura de pico a 86°C após 17 minutos da iniciação da polimerização e um polímero em forma de gel hidratado foi retirado após 60 minutos da iniciação da polimerização. O polímero em forma 15 de gel hidratado obtido estava em estado granulado a partículas com diâmetro de cerca de 1 mm a 4 mm. Este polímero em forma de gel hidratado granulado foi espalhado em uma tela de 50 malhas (abertura de malha de 300 µm) e seco a 160°C por 60 minutos com ar quente. Então o polímero 20 seco foi pulverizado usando-se um moinho de cilindro, seguido por classificação contínua com telas possuindo tamanhos de malha de 450 µm a 106 µm. As partículas não menores que 450 µm foram pulverizadas novamente usando-se o moinho de cilindro. As partículas passando por uma peneira 25 metálica de malha de 106 µm eram 13% em peso baseado nas partículas totais submetidas a pulverização. A partícula de resina de absorção de água fina passada pela tela metálica de malha de 106 µm foi misturada a água quente (90°C) na mesma quantidade, seca novamente sob as mesmas condições e 30 pulverizada para se obter uma resina de absorção de água

particulada (d) possuindo forma pulverizada de modo irregular com 98% de rendimento.

Subseqüentemente, a 100 partes em peso da resina de absorção de água particulada (d) obtida, foi adicionada 0,7 parte em peso de uma solução aquosa de agente de reticulação de superfície, consistindo de 0,1 parte em peso de etileno glicol diglicidil éter, 0,3 parte em peso de propileno glicol e 0,3 parte em peso de água. A mistura foi aquecida a 210°C por 20 minutos em um amassador para se obter uma resina de absorção de água (4). Os resultados da avaliação da resina de absorção de água (4) são mostrados, quanto a distribuição de tamanho de partícula, na Tabela 8 e quanto a tamanho de partícula médio ponderal e desvio padrão logarítmico, na Tabela 9. Partículas aglomeradas foram pouco observadas na resina de absorção de água (4).

#### **Exemplo 12**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água de reticulação de superfície (4) obtida no Exemplo de Referência 4, uma solução consistindo de 0,01 parte em peso de pentacetato de dietilenotriamina sódica, 0,1 parte em peso de uma solução aquosa de extrato de folhas da planta *Theaceae* a 15% em peso (Nome Comercial: FS-80MO, Fornecedor: Shiraimatu Shinyaku Co. , Ltd., Endereço: 37-1 Ugawa, Mizuguchi-Cho, kouga-Gun, Shiga-Ken, Japão) e 3 partes em peso de água foram misturadas por pulverização. A mistura resultante foi aquecida e curada a 60°C por 1 hora enquanto o conteúdo de água era mantido a 3% em peso, seguido pela passagem através de uma tela com tamanho de malha de 600 µm. A 100 partes em peso do agente de absorção de água particulado obtido, 0,3 parte em peso de dióxido de

silício particulado fino (Nome Comercial: Aerosil 200) foi adicionada e misturada (misturada a seco) para se obter um agente de absorção de água particulado (10), contendo 35% em peso de partículas aglomeradas. O agente de absorção de água particulado (10) obtido foi avaliado de forma similar ao Exemplo 9. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7 a 9.

#### **Exemplo Comparativo 6**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água (4) obtida no Exemplo de Referência 4, 0,3 parte em peso de dióxido de silício particulado fino (Nome Comercial: Aerosil 200) foi adicionada e misturada (misturada a seco) para obter um agente de absorção de água particulado comparativo (5). O agente de absorção de água particulado comparativo (5) obtido foi avaliado de forma similar ao Exemplo 9. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7 a 9.

#### **Exemplo Comparativo 7**

A 100 partes em peso da resina de absorção de água (3) obtida no Exemplo de Referência 3, 0,3 parte em peso de dióxido de silício particulado fino (Nome Comercial: Aerosil 200) foi adicionada e misturada (misturada a seco) para obter um agente de absorção de água comparativo (6). O agente de absorção de água comparativo (6) obtido foi avaliado de forma similar ao Exemplo 9. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7 a 9.

**Tabela 1**

	CRC (g/g)	Tamanho de partícula médio ponderado	Percentual de partículas menores que 600 $\mu\text{m}$ e não menores que 150 $\mu\text{m}$ (%)	Desvio Padrão Logarítmico ( $\sigma\zeta$ )

		( $\mu\text{m}$ )		
WARP (a)	55	290	93	0,360
WARP (b)	36	469	76	0,375
WARP (c)	46	254	92	0,331
WARP (d)	39	271	92	0,355

WARP: partícula de resina de absorção de água, CRR: Capacidade de Retenção Centrífuga

**Tabela 2**

Agente de absorção de água particulado	CRC (g/g)	AAP a 1,9 kPa (g/g)	Velocidade de absorção (s)	Fluidez após absorção de umidade (%)	Redução da proporção do tamanho de partícula médio ponderal por impacto (%)	Densidade aparente do gel após inchaço saturada (g/cm <sup>3</sup> )	Conteúdo de água (% em peso)
PWA (1)	42	35	32	50	9	0,98	4,3
PWA (2)	42	35	32	50	9	0,98	5,2
PWA (3)	42	35	32	0	7	0,99	4,4
PWA (4)	37	28	20	0	15	0,88	4,7
Com. PWA (1)	29	28	65	0	0	0,66	0,2

PWA: Agente de absorção de água particulado, Com. PWA: Agente de absorção de água particulado comparativo, CRC: Capacidade de Retenção

Centrífuga, AAP: Absorvência Contra Pressão

Tabela 3

	Resina de Absorção de água e agente de absorção de água particulado	Não menor que 850 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Não menor que 710 $\mu\text{m}$ Menor que 850 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Não menor que 600 $\mu\text{m}$ Menor que 710 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Não menor que 500 $\mu\text{m}$ Menor que 600 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Não menor que 425 $\mu\text{m}$ Menor que 500 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Não menor que 300 $\mu\text{m}$ Menor que 425 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Não menor que 212 $\mu\text{m}$ Menor que 300 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Não menor que 150 $\mu\text{m}$ Menor que 212 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Não menor que 45 $\mu\text{m}$ Menor que 150 $\mu\text{m}$ (% em peso)	Menor que 45 $\mu\text{m}$ (% em peso)
Ex. Ref. 1	WAR (1)	0	0	0	0,3	5	43	26	19	6,2	0,7
Ex. Ref. 2	WAR (2)	0	1	20	25	14	23	12	3	2,2	0,0
Ex. Ref. 3	WAR (3)	0	0	0	0	1	35	32	24	6,9	1,0
Ex. 1	PWA (1)	0	0	0	4	11	45	20	16	3,5	0,1
Ex. 2	PWA (2)	0	0	0	4	13	44	19	17	2,8	0,0
Ex. 3	PWA (3)	0	0	0	4	11	45	20	16	3,5	0,1
Ex. 4	PWA (4)	0	0	0	1	8	44	23	21	2,9	0,1
Ex. Comp. 1	PWA Comp. (1)	0	1	20	25	14	23	12	3	2,2	0,0

Ex. Ref.: Exemplo de Referência, Ex.: Exemplo, Comp.Ex.: Exemplo Comparativo

WAR: Resina de absorção de água, PWA: Agente de absorção de água particulado

**Tabela 4**

	<b>Resina de absorção de água e agente de absorção de água particulado</b>	<b>Tamanho de partícula médio ponderal D50 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Desvio Padrão Logarítmico (<math>\sigma\zeta</math>)</b>
Exemplo de Ref. 1	Resina de absorção de água (1)	294	0,351
Exemplo de Ref. 2	Resina de absorção de água (2)	477	0,369
Exemplo de Ref. 3	Resina de absorção de água (3)	258	0,329
Exemplo 1	Agente de absorção de água particulado (1)	321	0,373
Exemplo 2	Agente de absorção de água particulado (2)	325	0,379
Exemplo 3	Agente de absorção de água particulado (3)	321	0,373
Exemplo 4	Agente de absorção de água particulado (4)	306	0,349
Exemplo Comp. 1	Agente de absorção de água particulado comparativo (1)	477	0,369

**Tabela 5**

	<b>Resina de absorção de água e agente de absorção de água particulado</b>	<b>Resistividade do Volume (<math>\Omega\text{m}</math>)</b>
Exemplo 1	Agente de absorção de água particulado (1)	$5,3 \times 10^8$
Exemplo 3	Agente de absorção de água particulado (3)	$2,6 \times 10^8$

Exemplo 4	Agente de absorção de água particulado (4)	$5,3 \times 10^8$
Exemplo de ref. 1	Resina de absorção de água (1)	$4,5 \times 10^{11}$
Exemplo comp. 3	Agente de absorção de água comparativo (2)	$4,1 \times 10^{11}$

**Tabela 6**

	<b>Substrato Absorvente</b>	<b>Agente de absorção de água particulado usado</b>	<b>Quantidade re-umidificada por 10 min. (g)</b>	<b>Estado do substrato absorvente após a absorção de líquido</b>
Exemplo 5	Substrato absorvente para avaliação (1)	Agente de absorção de água particulado (1)	3	Sem irregularidade no substrato absorvente
Exemplo 6	Substrato absorvente para avaliação (2)	Agente de absorção de água particulado (2)	3	Sem irregularidade no substrato absorvente
Exemplo 7	Substrato absorvente para avaliação (3)	Agente de absorção de água particulado (3)	5	Sem irregularidade no substrato absorvente
Exemplo 8	Substrato absorvente para avaliação (4)	Agente de absorção de água particulado (4)	5	Sem irregularidade no substrato absorvente
Exemplo Comp. 2	Substrato absorvente para avaliação comparativa (1)	Agente de absorção de água particulado comparativo (1)	12	Sem irregularidade no substrato absorvente

**Tabela 7**

	<b>Agente de absorção de</b>	<b>CRC (g/g)</b>	<b>AAP a 1,9 kPa</b>	<b>Velocidade de absorção</b>	<b>Fluidez (%)</b>	<b>Proporção de redução</b>	<b>Densidade do gel após</b>	<b>Conteúdo de água</b>	<b>LPT sob pressão</b>	<b>SR LPT sob</b>

	água particulado		(g/g)	(s)		de MPS (%)	SS (g/cm <sup>3</sup> )	(% em peso)	(s)	pressão (%)
Ex. 9	PWA (5)	44	22	28	0	7	0,95	1,2	60	29
	PWA (6)	43	22	27	0	9	0,94	3,1	57	32
	PWA (7)	42	22	26	0	12	0,93	5	56	33
Ex. Comp. 3	PWA Comp. (2)	44	22	28	0	2	0,96	0,1	84	-
Ex. 10	PWA (8)	43	24	29	0	9	0,94	3,3	55	30
Ex. Comp. 4	PWA Comp. (3)	44	24	30	0	2	0,95	0,2	79	-
Ex. 11	PWA (9)	43	28	32	0	9	0,98	3,1	153	24
Ex. Comp. 5	PWA Comp. (4)	44	28	32	0	2	0,98	0,1	200	-
Ex. 12	PWA (10)	35	22	29	0	15	0,90	3,3	26	30
Ex. Comp. 6	PWA Comp. (5)	36	22	30	0	2	0,90	0,2	37	-
Ex. 4	PWA (4)	37	28	20	0	15	0,88	4,7	19	27
Ex. Comp.	PWA Comp. (6)	38	29	21	0	1	0,85	0,1	26	-

7											
---	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Ex.: Exemplo, Comp.Ex.: Exemplo Comparativo, WAR: Resina de absorção de água, PWA: Agente de absorção de água particulado, PWA Comp.: agente de absorção de água particulado comparativo, CRC: Capacidade de Retenção Centrífuga, AAP: Absorvência Contra Pressão, fluidez: fluidez após a absorção de água, Proporção de redução de MPS: proporção de redução de tamanho de partícula médio ponderal por impacto, Densidade do gel após SS: densidade aparente do gel após inchação saturada, LPT sob pressão: Tempo de permeação de líquido sob pressão, SR LPT sob pressão: proporção de redução de tempo de permeação de líquido sob pressão.

5

**Tabela 8**

	Resina de Absorção de água e agente de absorção de água particulado	Não menor que 850 µm (% em peso)	Não menor que 710 µm (% em peso)	Não menor que 600 µm (% em peso)	Não menor que 500 µm (% em peso)	Não menor que 425 µm (% em peso)	Não menor que 300 µm (% em peso)	Não menor que 212 µm (% em peso)	Não menor que 150 µm (% em peso)	Não menor que 45 µm (% em peso)	Menor que 45 µm (% em peso)
Ex. Ref. 4	WAR (4)	0	0	0	0,1	3	40	27	21	6,8	0,9
Ex. 9	PWA (5)	0	0	0	3	9	45	30	9	3,6	0,1
Ex. 9	PWA (6)	0	0	0	3	11	46	28	9	2,8	0,1

Ex. 9	PWA (7)	0	0	0	4	12	47	26	9	2,5	0,0
Ex. 10	PWA (8)	0	0	0	3	11	46	28	9	2,8	0,1
Ex. 11	PWA (9)	0	0	0	3	11	46	28	9	2,8	0,1
Ex. 12	PWA (10)	0	0	0	4	10	48	27	8	2,6	0,1
Ex. Comp. 3	PWA Comp. (2)	0	0	0	0,3	5	43	26	19	6,2	0,7
Ex. Comp. 4	PWA Comp. (3)	0	0	0	0,3	5	43	26	19	6,2	0,7
Ex. Comp. 5	PWA Comp. (4)	0	0	0	0,3	5	43	26	19	6,2	0,7
Ex. Comp. 6	PWA Comp. (5)	0	0	0	0,1	3	40	27	21	6,8	0,9
Ex. Comp. 7	PWA Comp. (6)	0	0	0	0,1	2	39	27	22	7,0	1,0

Ex. Ref.: Exemplo de Referência, Ex.: Exemplo, Comp.Ex.: Exemplo Comparativo

WAR: Resina de absorção de água, PWA: Agente de absorção de água particulado

**Tabela 9**

	<b>Resina de absorção de água e agente de absorção de água particulado</b>	<b>Tamanho de partícula médio ponderal D50 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Desvio Padrão Logarítmico (<math>\sigma\zeta</math>)</b>
Exemplo de Ref. 4	Partícula de resina de absorção de água (d)	275	0,351
Exemplo 9	Agente de absorção de água particulado (5)	314	0,302
Exemplo 9	Agente de absorção de água particulado (6)	321	0,304
Exemplo 9	Agente de absorção de água particulado (7)	327	0,304
Exemplo 10	Agente de absorção de água particulado (8)	321	0,304
Exemplo 11	Agente de absorção de água particulado (9)	321	0,304
Exemplo 12	Agente de absorção de água particulado (10)	324	0,295
Exemplo Comp. 3	Agente de absorção de água particulado comparativo (2)	294	0,351
Exemplo Comp. 4	Agente de absorção de água particulado comparativo (3)	294	0,351
Exemplo Comp. 5	Agente de absorção de água particulado comparativo (4)	294	0,351
Exemplo Comp. 6	Agente de absorção de água particulado comparativo	275	0,351

	(5)		
Exemplo Comp. 7	Agente de absorção de água particulado comparativo	258	0,329
	(6)		

Um agente de absorção de água particulado com forma pulverizada de forma irregular da presente invenção possui, como mostrado nas Tabelas 2, 3, 7 e 8, um tamanho de partícula bem controlado, alta absorvência e alta densidade  
5 aparente de gel após inchaço saturado em solução salina fisiológica.

Tal agente de absorção de água particulado da presente invenção também possui velocidade de absorção e fluidez de pó superiores e pela adição de um aditivo para melhorar a  
10 fluidez após absorção de umidade, possui fluidez melhorada como mostrado nas Tabelas 2 e 7.

Além disso, devido ao agente de absorção de água particulado da presente invenção conter partículas aglomeradas, ele pode reduzir o tempo de permeação de  
15 líquido sob pressão como mostrado na Tabela 7.

Um agente de absorção de água particulado da presente invenção exibe baixa resistividade de volume como mostrado na Tabela 5.

Ainda, um agente de absorção de água particulado da presente invenção fornece um substrato absorvente do tipo  
20 fino com menos quantidade de re-umedecimento como mostrado na Tabela 6 e ainda fornece um artigo absorvente, como uma fralda, com boa sensação em uso, estável e de boa performance, devido ao substrato absorvente exibir pouca  
25 variação no estado de absorção de líquido sem enrugamento de superfície após a absorção de líquido, diferente de um

substrato absorvente no Exemplo Comparativo 1.

#### **Aplicabilidade Industrial**

Um agente de absorção de água particulado obtido de acordo com a presente invenção é um agente de absorção de  
5 água contendo partículas aglomeradas e possui distribuição de tamanho de partícula controlado e desta forma surte efeito em fornecer um substrato absorvente com capacidade de absorção e sensação em uso muito superiores quando comparado a um substrato absorvente convencional, quando  
10 utilizado com em um substrato absorvente do tipo fino, como uma fralda.

**REIVINDICAÇÕES**

1. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular **caracterizado** pelo fato de que o referido agente de absorção de água particulado compreende uma resina de absorção de água de superfície reticulada obtida por polimerização por reticulação interna de uma solução aquosa de um monômero insaturado composto principalmente de ácido acrílico e/ou seus sais com uma razão de neutralização de 20 a 100% molar na presença de um agente de reticulação, o referido agente de absorção de água particulado contendo partículas aglomeradas no mesmo e ainda cujo agente de absorção de água particulado satisfaz (i) a (iii) descritos abaixo:

(i) capacidade de retenção centrífuga (CRC) do agente de absorção de água particulado em uma solução salina fisiológica sendo não inferior a 32 g/g;

(ii) tamanho de partícula médio ponderal (D50) do agente de absorção de água particulado estando na faixa de 200 µm a 400 µm;

(iii) partículas do agente de absorção de água particulado menores que 600 µm e não menores que 150 µm na faixa de 95% a 100% em peso; e

em que o conteúdo de água do agente de absorção de água particulado é de 1% a 10% em peso e a proporção aumentada do tamanho de partícula médio ponderal do agente de absorção de água particulado devida à aglomeração é de 9% a 20%.

2. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a proporção

reduzida do tamanho de partícula médio ponderal do agente de absorção de água particulado causada por impacto é de 5% a 30%.

3. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizado** pelo fato de que o tempo de permeação de líquido sob pressão do agente de absorção de água particulado não é maior que 60 segundos.

4. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado** pelo fato de que a absorvência sob pressão a 1,9 kPa do agente de absorção de água particulado em uma solução salina fisiológica não é inferior a 20 g/g.

5. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **caracterizado** pelo fato de que a taxa de permeação a água em vórtice do agente de absorção de água particulado em solução salina fisiológica não é maior que 60 segundos.

6. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizado** pelo fato de que a fluidez do agente de absorção de água particulado após absorção de umidade é de 0% a 20% em peso.

7. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, **caracterizado** pelo fato de que o desvio padrão logarítmico da distribuição de tamanho de partícula do agente de absorção de água particulado é de

0,20 a 0,40.

8. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, **caracterizado** pelo fato de que a densidade aparente após o inchaço saturado do agente de absorção de água particulado em uma solução salina fisiológica está na faixa de 0,80 a 1,0 (g/cm<sup>3</sup>).

9. Agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **caracterizado** por ainda compreender, além da resina de absorção de água, um ou mais componentes selecionados a partir de um grupo consistindo de um agente quelante, um desodorante, um sal metálico polivalente e uma partícula fina inorgânica.

10. Artigo absorvente para excrementos, urina ou sangue **caracterizado** por incluir um substrato absorvente que compreende um agente de absorção de água particulado possuindo uma forma pulverizada de modo irregular conforme definido em qualquer das reivindicações 1 a 9 e uma fibra hidrofílica.

11. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que o substrato absorvente é do tipo fino, com uma espessura de 0,1 mm a 5 mm.

12. Artigo absorvente, de acordo com a reivindicação 10 ou 11, **caracterizado** pelo fato de que o conteúdo do agente de absorção de água particulado possuindo uma forma pulverizada de modo irregular é de 30% a 100% em peso baseado no peso total do agente de absorção de água particulado e da fibra hidrofílica.

13. Método para produção de um agente de absorção de

água particulado de forma pulverizada de modo irregular, cujo agente de absorção de água particulado compreende uma resina de absorção de água de superfície reticulada obtida por polimerização por reticulação interna de uma solução aquosa de um monômero insaturado composto principalmente de ácido acrílico e/ou seus sais com uma razão de neutralização de 20 a 100% molar na presença de um agente de reticulação e ainda através de etapas de secagem e pulverização, e o referido agente de absorção de água particulado contém partículas aglomeradas no mesmo, cujo método é **caracterizado** por compreender:

uma etapa de polimerização por reticulação de uma solução aquosa de um monômero insaturado contendo um ácido acrílico não neutralizado e/ou sais do mesmo na presença de um agente de reticulação;

uma etapa de ainda realizar a reticulação de superfície de uma resina de absorção de água obtida pela polimerização e a referida partícula de resina de absorção de água satisfazendo (i) a (iii) descritos abaixo:

(i) capacidade de retenção centrífuga (CRC) da partícula de agente de absorção de água em uma solução salina fisiológica sendo não inferior a 32g/g;

(ii) tamanho de partícula médio ponderal (D50) da partícula de agente de absorção de água estando na faixa de 150 µm a 380 µm; e

(iii) as partículas de resina de absorção de água menores que 600 µm e não menores que 150 µm estando na faixa de 92% a 100% em peso; e uma etapa de ainda adicionar líquido aquoso às mesmas após a reticulação de superfície e o aquecimento das partículas de resina enquanto se mantém o

conteúdo de água das mesmas em 1% a 10% em peso e ainda controlar o tamanho de partícula.

14. Método para produção de um agente de absorção de água particulado possuindo uma forma pulverizada de modo irregular, de acordo com a reivindicação 13, **caracterizado** pelo fato de que a etapa de polimerização por reticulação é conduzida na presença de um agente de transferência de cadeia.

15. Método para produção de um agente de absorção de água particulado possuindo uma forma pulverizada de modo irregular, de acordo com a reivindicação 13 ou 14, **caracterizado** pelo fato de que a solução aquosa do monômero insaturado contendo um ácido acrílico não neutralizado em concentração de 10% a 30% em peso é polimerizado por reticulação na presença de um agente de reticulação; e a resina obtida é neutralizada após a polimerização.

16. Método para produção de um agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 13 a 15, **caracterizado** pelo fato de que o método compreende uma etapa de adição de um agente quelante em um ou mais momentos selecionados a partir de um grupo consistindo de (i) durante a polimerização, (ii) após a polimerização e antes da reticulação de superfície, (iii) durante a reticulação de superfície, (iv) durante a aglomeração.

17. Método para produção de um agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 13 a 16, **caracterizado** por ainda compreender uma etapa de recuperação e regeneração de partículas finas da resina que

são excluídas das etapas de pulverização e classificação, assim obtendo-se uma partícula de resina de absorção de água em um rendimento de não menos que 90% em peso baseado no peso do monômero alimentado para ser polimerizado como equivalente de conteúdo sólido.

18. Método para produção de um agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 13 a 17, **caracterizado** pelo fato de que as partículas de resina de absorção de água são aglomeradas de forma que a proporção da redução de tempo de permeação de líquido sob pressão não seja inferior a 10%.

19. Método para produção de um agente de absorção de água particulado possuindo forma pulverizada de modo irregular, de acordo com qualquer uma das reivindicações 13 a 18, **caracterizado** por ainda compreender uma etapa de adição e mistura de partículas inorgânicas após a etapa de aglomeração.