



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014124205/04, 12.11.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
12.11.2012

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
17.11.2011 DE 102011086516.0

(43) Дата публикации заявки: 27.12.2015 Бюл. № 36

(45) Опубликовано: 10.06.2016 Бюл. № 16

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: WO 2010095427 A1, 26.08.2010. RU
2326892 C2, 20.06.2008. SU 1777603 A3,
23.11.1992. US 2005/0137546 A1, 23.06.2005.(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 17.06.2014(86) Заявка РСТ:
EP 2012/072352 (12.11.2012)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2013/072268 (23.05.2013)

Адрес для переписки:

105064, Москва, а/я 88, "Патентные поверенные
Квашнин, Сапельников и партнеры"

(72) Автор(ы):

ВАТТЕБЛЕД Лорен (DE),
ХАРРЕН Йорг (DE),
НАУМАНН Маттиас (DE),
ФУРНО Франк (DE),
ЛОБЕРТ Маттиас (DE),
ТЕНИ Райнер (DE)

(73) Патентообладатель(и):

ЭВОНИК ДЕГУССА ГМБХ (DE)

(54) СУПЕРАБСОРБИРУЮЩИЕ ПОЛИМЕРЫ, СПОСОБНЫЕ К БЫСТРОЙ АБСОРБЦИИ, И СПОСОБ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение касается области суперабсорбирующих полимеров. Способ получения водопоглощающего полимера включает следующие стадии: (i) смешивание: ($\alpha 1$) от 0,1 до 99,999% масс., предпочтительно от 20 до 98,99% масс., особенно предпочтительно от 30 до 98,95% масс. способных к полимеризации, содержащих кислотные группы этиленненасыщенных мономеров или их солей, причем особенно предпочтительными являются смеси, содержащие по меньшей мере этиленненасыщенные мономеры с кислотными группами, предпочтительно акриловую кислоту, ($\alpha 2$) от 0 до 70% масс., предпочтительно от 1 до

60% масс., особенно предпочтительно от 1 до 40% масс. способных к полимеризации этиленненасыщенных мономеров, способных сополимеризоваться с мономерами ($\alpha 1$), ($\alpha 3$) от 0,001 до 10% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких сшивающих агентов, ($\alpha 4$) от 0 до 30% масс., предпочтительно от 1 до 20% масс., особенно предпочтительно от 5 до 10% масс. водорастворимых полимеров, а также ($\alpha 5$) от 0 до 20% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких вспомогательных веществ, причем сумма

массовых количеств компонентов (α1)-(α5) составляет 100% масс., (ii) радикальную полимеризацию со сшиванием, целью которой является получение нерастворимого в воде, водного необработанного полимерного гидрогеля, (iii) сушку полимерного гидрогеля, (iv) измельчение и просеивание полимерного гидрогеля, (v) поверхностное вторичное сшивание измельченного и просеянного полимерного гидрогеля, и (vi) сушку и конфекционирование водопоглощающего полимера, причем перед подачей инициатора и стартом радикальной полимеризации к водному раствору мономеров добавляют от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2% масс., особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. по меньшей мере одного поверхностно-активного вещества, и при необходимости от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2% масс., особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. порообразователя с размером частиц в интервале

от 10 до 900 мкм в пересчете на водопоглощающие полимеры, причем поверхностно-активные вещества способны к сополимеризации с мономерами (α1), и поверхностно-активное вещество выбрано из группы, включающей соединения формулы $R^1-(EO)_n-блок-(PO)_m-R^2$, в которой R^1 или R^2 означает метил, этил, н-пропил, изопропил, н-бутил, изобутил, н-пентил, 2-метилбутил, 2,2-диметилпропил, -ОН, ацетил или аллил, n означает число от 2 до 20 и m означает число от 2 до 20. Заявлены также способ получения полимерного гидрогеля, водопоглощающий полимер, полимерный гидрогель, комбинированный материал и способ его получения, химические продукты и применение полимеров или гидрогелей. Технический результат - полученные полимеры и гидрогели обладают комплексом улучшенных свойств и более высокой удельной поверхностью по БЭТ. 9 н. и 12 з.п. ф-лы, 13 табл., 10 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2014124205/04**, 12.11.2012(24) Effective date for property rights:
12.11.2012

Priority:

(30) Convention priority:
17.11.2011 **DE 102011086516.0**(43) Application published: **27.12.2015** Bull. № **36**(45) Date of publication: **10.06.2016** Bull. № **16**(85) Commencement of national phase: **17.06.2014**(86) PCT application:
EP 2012/072352 (12.11.2012)(87) PCT publication:
WO 2013/072268 (23.05.2013)

Mail address:

**105064, Moskva, a/ja 88, "Patentnye poverennye
Kvashnin, Sapelnikov i partnery"**

(72) Inventor(s):

**VATTEBLED Loren (DE),
KHARREN Jorg (DE),
NAUMANN Mattias (DE),
FURNO Frank (DE),
LOBERT Mattias (DE),
TENI Rajner (DE)**

(73) Proprietor(s):

EVONIK DEGUSSA GMBKH (DE)(54) **SUPERABSORBENT POLYMERS CAPABLE OF FAST ABSORPTION AND SYNTHESIS METHOD THEREOF**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to superabsorbent polymers. Method of producing water-absorbing polymer involves following steps: (i) mixing: ($\alpha 1$) from 0.1 to 99.999 wt%, preferably from 20 to 98.99 wt%, especially preferably from 30 to 98.95 wt% capable of polymerisation, containing acid groups of ethylenically unsaturated monomers or salts thereof, wherein preferential are mixtures containing at least ethylenically unsaturated monomers with acidic groups, preferably, acrylic acid, ($\alpha 2$) from 0 to 70 wt%, preferably from 1 to 60 wt%, especially preferentially from 1 to 40 wt% capable of polymerisation of ethylenically unsaturated monomers capable of copolymerisation with monomers ($\alpha 1$), ($\alpha 3$) from 0.001 to 10 wt%, preferably from 0.01 to 7 wt%, especially preferably 0.05 to 5 wt% of one or several cross-linking agents, ($\alpha 4$) from 0 to 30 wt%, preferably from 1 to 20 wt%, especially preferably 5-10 wt% of water-soluble

polymers, as well as ($\alpha 5$) from 0 to 20 wt%, preferably from 0.01 to 7 wt%, especially preferably 0.05 to 5 wt% one or more auxiliary substances, wherein sum of weight amounts of components ($\alpha 1$)-($\alpha 5$) is 100 wt%, (ii) radical polymerisation with cross-linking, aim of which is to produce water-insoluble, aqueous raw polymer hydrogel, (iii) drying polymer hydrogel, (iv) milling and sieving polymer hydrogel (v) surface secondary cross-linking of ground and sieved polymer hydrogel; and (vi) drying and sorting and packing water-absorbing polymer, wherein before feeding initiator and start radical polymerisation of monomers added to aqueous solution from 0.01 to 5 wt%, preferably, from 0.02 to 2 wt%, especially preferably 0.07 to 1 wt% at least one surfactant, and optionally, from 0.01 to 5 wt%, preferably from 0.02 to 2 wt%, especially preferably 0.07 to 1 wt% blowing agent with particle size ranging from 10 to 900 mcm in terms of water-absorbing polymers, wherein surfactants are capable of

copolymerisation with monomers ($\alpha 1$), and a surfactant is selected from a group comprising compounds of formula $R^1-(EO)_n$ -block-(PO) $_m$ - R^2 , in which R^1 or R^2 denotes methyl, ethyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, isobutyl, n-pentyl, 2-methylbutyl, 2,2-dimethylpropyl, -OH, acetyl or allyl, n is a number from 2 to 20 and m denotes a number from 2 to 20. Invention also discloses

a method of producing polymer hydrogel, water-absorbing polymer, polymer hydrogel composite material and method of producing, chemical products and use of polymers or hydrogels.

EFFECT: technical result is obtained polymers and hydrogels have a system of improved properties and higher BET specific surface area.

21 cl, 13 tbl, 10 ex

R U 2 5 8 6 2 1 4 C 2

R U 2 5 8 6 2 1 4 C 2

Изобретение относится к суперабсорбирующим полимерам, способным к быстрой абсорбции, и к способу их получения.

Актуальной тенденцией в сфере конструирования подгузников является создание более тонких конструкций с пониженным содержанием целлюлозных волокон и повышенным содержанием суперабсорбера. Преимуществом более тонких конструкций является не только более высокая комфортность практического применения, но и пониженные расходы на упаковку и складское хранение. Тенденция к переходу ко все более тонким конструкциям подгузников обуславливает существенное изменение комплекса предъявляемых к суперабсорберам требований. Решающее значение при этом имеет способность гидрогеля к передаче и распределению жидкости. В связи с более высоким наполнением санитарно-гигиенического изделия (количеством суперабсорбера в расчете на единицу поверхности) находящийся в набухшем состоянии полимер не должен образовывать запирающий слой для очередной порции жидкости (блокирование гелем должно отсутствовать). Оптимальная способность продукта к перемещению жидкости способствует оптимальной эксплуатации санитарно-гигиенического изделия в целом.

Помимо проницаемости суперабсорбера (указываемой в виде так называемой проводимости солевого потока SFC, «Saline Flow Conductivity») и его абсорбционной способности под действием сжимающей нагрузки определяющим критерием является, в частности, также скорость абсорбции жидкости частицами суперабсорбера (указываемая в виде количества абсорбируемой жидкости в расчете на грамм суперабсорбера в секунду), которая позволяет судить о том, в состоянии ли абсорбирующий средний слой, характеризующийся высокой концентрацией данного суперабсорбера и содержащий лишь незначительное количество целлюлозных волокон, быстро поглощать жидкости при первичном контакте с ними. Подобное поглощение в случае абсорбирующих средних слоев с высоким содержанием суперабсорбера зависит, в частности, от скорости абсорбции материалом суперабсорбера.

Из уровня техники известны различные патентные публикации, касающиеся возможности повышения скорости абсорбции суперабсорбирующими частицами. Их международной заявки WO 96/17884 A1 известна водопоглощающая смола, в мономерном растворе которой используют твердый порообразователь с диаметром частиц в интервале от 1 до 100 мкм. Предпочтительными в принципе являются органические азосоединения, в рассматриваемом случае, в частности, соли акриловой кислоты с содержащими аминогруппу азосоединениями. При необходимости можно использовать чистые карбонаты, нитрид аммония или смеси этих соединений.

Недостатком цитируемого изобретения является быстрое превращение азосоединений, а также принципиальное диспергирование твердых частиц небольшого размера в мономерном растворе. Частицы большего размера невозможно эффективно диспергировать без их выделения из мономерного раствора в дисперсии до точки гелеобразования.

Недостатком использования известных из уровня техники суперабсорберов является проблема просачивания, возникновение которой обусловлено слишком медленным поглощением жидкости и/или отсутствием надлежащего транспорта жидкости через суперабсорбер.

Актуальной тенденцией в сфере конструирования подгузников прежде всего является создание более тонких конструкций с пониженным содержанием целлюлозных волокон и повышенным содержанием суперабсорбера. Преимуществом более тонких конструкций является не только более высокая комфортность практического применения, но и

пониженные расходы на упаковку и складское хранение. Абсорбирующие средние слои самого последнего поколения, описанные, например в международных заявках на патент WO-A-2008/155722, WO-A 2008/155711, WO-A 2008/155710, WO-A 2008/155702, WO-A 2008/155701, WO-A 2008/155699, европейской заявке на патент EP-A-1 225 857, международных заявках на патент WO-A 01/15647, WO-A 2011/120504, немецкой заявке на патент DE-A-10 2009 049 450, международных заявках на патент WO-A 2008/117109, WO-A 97/11659, европейской заявке на патент EP-A-0 826 349, международных заявках на патент WO-A 98/37846, WO-A 95/11653, WO-A 95/11651, WO-A 95/11652, WO-A 95/11654, WO-A 2004/071363 или WO-A 01/89439, в основном не содержат целлюлозу (в связи с этим соответствующие погузники называют также бесцеллюлозными подгузниками). Иммобилизация частиц суперабсорбера, обеспечиваемая в содержащих целлюлозу абсорбирующих средних слоях посредством целлюлозных волокон, в указанных выше абсорбирующих средних слоях новейшего поколения может быть реализована, например, благодаря фиксации частиц суперабсорбера на поверхности подложки в неподвижном положении посредством термопластичных волокон.

Тенденция к переходу ко все более тонким конструкциям подгузников и исключение выполняемой целлюлозными волокнами функции временного накопления жидкости и ее передачи обуславливают существенное изменение комплекса предъявляемых к суперабсорберам требований. Решающее значение при этом имеет способность гидрогеля предотвращать просачивание мочи при непосредственном мочеиспускании. Данный эффект достигается благодаря способности суперабсорбера/гидрогеля эффективно поглощать жидкость в процессе набухания и распределять ее в слое геля при одновременной минимизации количества несвязанной мочи в подгузнике. Особенностью предпочтительных суперабсорберов является эффективное перемещение жидкости, что обуславливает также возможность оптимальной эксплуатации санитарно-гигиенического изделия в целом.

Из патента США US 5,154,713 известны водопоглощающие полимеры, которые получают в растворе мономеров с использованием карбоната в качестве порообразователя. При этом частицы карбоната вводят в раствор мономеров задолго до непосредственной полимеризации, тогда как инициатор добавляют после диспергирования карбоната по истечении промежутка времени, составляющего от 5 до 15 минут, что обуславливает отсутствие равномерного распределения частиц карбоната, довольно значительную часть которого в некоторых случаях приходится выгружать.

Из европейского патента EP 0644207 известны суперабсорбирующие полимеры, которые также смешивают в растворе мономеров с используемым в качестве порообразователя органическим карбонатом. Недостатком цитируемого изобретения является использование соединений амина, а также присутствие в суперабсорбере продуктов деструкции органических карбонатов.

Из международной заявки WO 2010/095427 известны водопоглощающие полимеры, в которых диспергируют находящийся в растворе мономеров газ. В качестве газа используют азот, аргон, гелий, диоксид углерода и подобные газы, что позволяет создавать пористую структуру. Образующиеся микропузырьки следует сохранять в растворе мономеров благодаря использованию полиоксиэтилен-(20)-сорбитанмоностеарата до тех пор, пока не начнется полимеризация. Недостатком цитируемого изобретения является возможность вымывания поверхностно-активных веществ из конечного продукта, что оказывает негативное влияние на его технические показатели.

В настоящее время решающее значение имеет способность гидрогеля предотвращать просачивание мочи при непосредственном мочеиспускании. Данный эффект достигается благодаря способности суперабсорбера/гидрогеля эффективно поглощать жидкость в процессе набухания и распределять ее в слое гидрогеля при одновременной минимизации количества свободной мочи в подгузнике. Особенностью предпочтительных суперабсорберов является эффективное перемещение жидкости, что обуславливает также возможность оптимальной эксплуатации санитарно-гигиенического изделия в целом.

Под повторным увлажнением («Rewet») в общем случае подразумевают способность суперабсорбера или содержащего суперабсорбер комбинированного материала высвобождать жидкость при воздействии сжимающей нагрузки на впитывающий слой. При этом под впитывающим слоем подразумевают, например, бумагу, фильтровальную бумагу, коллаген, губки, пенопласты и подобные материалы.

Из европейского патента EP 1858998 B1 известны суперабсорбирующие пены, причем раствор мономеров образует пену благодаря подаче диоксида углерода и поверхностно-активных веществ лишь при повышенном давлении (12 бар).

Известные до последнего времени из уровня техники суперабсорберы недостаточно пригодны для использования в указанных выше конструкциях подгузников нового поколения, не содержащих целлюлозу.

В основу настоящего изобретения была положена общая задача устранить указанные выше недостатки уровня техники.

Задача изобретения, в частности, состояла в том, чтобы предложить способ получения водопоглощающего полимера с более высокой скоростью набухания и более быстрым поглощением жидкостей при одновременном сохранении общего качества, прежде всего высокой проницаемости.

Кроме того, способ должен подлежать экономичному и простому осуществлению при минимальном применении органических добавок и без необходимости использования избыточного давления.

Другая задача настоящего изобретения, в частности, состояла в том, чтобы предложить способ, позволяющий получать водопоглощающие полимеры с особенно высокой скоростью набухания.

Кроме того, способ должен допускать возможность получения водопоглощающих полимеров, обеспечивающих быстрое и интенсивное транспортирование жидкости, например, в тонких подгузниках, что, в свою очередь, способствовало бы быстрому поглощению и оптимальному распределению жидкости, то есть надлежащей капиллярности.

Другая задача настоящего изобретения прежде всего состояла в том, чтобы предложить водопоглощающий полимер, комбинированные материалы, содержащие подобные водопоглощающие полимеры, а также химические продукты, содержащие подобные водопоглощающие полимеры или комбинированные материалы, причем водопоглощающие полимеры должны характеризоваться повышенной скоростью абсорбции водных растворов.

Указанные выше задачи решаются посредством объектов независимых пунктов формулы изобретения. Предпочтительные и улучшенные варианты осуществления настоящего изобретения по отдельности или в виде комбинаций представлены в соответствующих зависимых пунктах формулы изобретения.

Указанные выше задачи согласно изобретению решаются благодаря способу получения водопоглощающего полимера, который включает следующие стадии:

(i) смешивание:

($\alpha 1$) от 0,1 до 99,999% масс., предпочтительно от 20 до 98,99% масс., особенно предпочтительно от 30 до 98,95% масс. способных к полимеризации, содержащих кислотные группы этиленненасыщенных мономеров или их солей или способных к полимеризации, содержащих протонированный или кватернированный азот этиленненасыщенных мономеров или их смесей, причем особенно предпочтительными являются смеси, содержащие по меньшей мере этиленненасыщенные мономеры с кислотными группами, предпочтительно акриловую кислоту,

($\alpha 2$) от 0 до 70% масс., предпочтительно от 1 до 60% масс., особенно предпочтительно от 1 до 40% масс. способных к полимеризации этиленненасыщенных мономеров, способных сополимеризоваться с мономерами ($\alpha 1$),

($\alpha 3$) от 0,001 до 10% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких сшивающих агентов,

($\alpha 4$) от 0 до 30% масс., предпочтительно от 1 до 20% масс., особенно предпочтительно от 5 до 10% масс. водорастворимых полимеров,

($\alpha 5$) от 0 до 20% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких вспомогательных веществ, причем сумма массовых количеств компонентов ($\alpha 1$)-($\alpha 5$) составляет 100% масс.,

(ii) радикальную полимеризацию со сшиванием, целью которой является получение нерастворимого в воде, водного необработанного полимерного гидрогеля,

(iii) сушку полимерного гидрогеля,

(iv) измельчение и просеивание полимерного гидрогеля,

(v) поверхностное вторичное сшивание измельченного и просеянного полимерного гидрогеля, и

(vi) сушку и конфекционирование водопоглощающего полимера,

причем перед подачей инициатора и стартом радикальной полимеризации к водному раствору мономеров добавляют от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2% масс. особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. по меньшей мере одного поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, включающей неионные, ионные или амфотерные поверхностно-активные вещества, и при необходимости от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2% масс., особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. порообразователя с размером частиц в интервале от 10 до 900 мкм в пересчете на водопоглощающие полимеры.

Под водопоглощающим полимером согласно изобретению подразумевают суперабсорбер.

В соответствии с другим вариантом получают гидрогель способом, который включает следующие стадии:

(i) смешивание:

($\alpha 1$) от 0,1 до 99,999% масс., предпочтительно от 20 до 98,99% масс., особенно предпочтительно от 30 до 98,95% масс. способных к полимеризации, содержащих кислотные группы этиленненасыщенных мономеров или их солей или способных к полимеризации, содержащих протонированный или кватернированный азот этиленненасыщенных мономеров или их смесей, причем особенно предпочтительными являются смеси, содержащие по меньшей мере этиленненасыщенные мономеры с кислотными группами, предпочтительно акриловую кислоту,

($\alpha 2$) от 0 до 70% масс., предпочтительно от 1 до 60% масс., особенно предпочтительно от 1 до 40% масс. способных к полимеризации этиленненасыщенных мономеров, способных сополимеризоваться с мономерами ($\alpha 1$),

($\alpha 3$) от 0,001 до 10% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких сшивающих агентов,

($\alpha 4$) от 0 до 30% масс., предпочтительно от 1 до 20% масс., особенно предпочтительно от 5 до 10% масс. водорастворимых полимеров,

($\alpha 5$) от 0 до 20% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких вспомогательных веществ, причем сумма массовых количеств компонентов ($\alpha 1$)-($\alpha 5$) составляет 100% масс.,

(ii) радикальную полимеризацию со сшиванием, целью которой является получение нерастворимого в воде, водного необработанного полимерного гидрогеля,

(iii) сушку полимерного гидрогеля,

(iv) измельчение и просеивание полимерного гидрогеля,

причем перед подачей инициатора и стартом радикальной полимеризации к водному раствору мономеров добавляют от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2% масс. особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. по меньшей мере одного

поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, включающей неионные, ионные или амфотерные поверхностно-активные вещества, и при необходимости от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2% масс., особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. порообразователя с размером частиц в интервале от 10 до 900 мкм, соответственно в пересчете на полимерный гидрогель.

Получаемый указанным способом предлагаемый в изобретении полимерный гидрогель может быть преобразован в предлагаемый в изобретении водопоглощающий полимер (суперабсорбер) посредством термически индуцированного вторичного сшивания.

Согласно изобретению предпочтительно осуществляют полимеризационное введение поверхностно-активных веществ в сетчатую структуру полимера. Благодаря этому предпочтительно существенно сокращается количество экстрагируемых поверхностно-активных компонентов и соответственно лишь в минимальной степени снижается поверхностное натяжение.

Согласно изобретению благодаря добавлению поверхностно-активных веществ и порообразователей к раствору мономеров в результате полимеризации образуется гель с тонкопористой структурой и получают порошкообразный суперабсорбер, который обладает большой поверхностью. Преимуществом, достигаемым благодаря реализуемому согласно изобретению увеличению общей поверхности, является более быстрая абсорбция жидкости по сравнению с обычными суперабсорберами. Речь при этом идет о так называемой скорости свободного набухания (показателе FSR).

Предлагаемые в изобретении водопоглощающие полимеры обладают показателем FSR в интервале от 0,3 до 0,65 г/г/с, предпочтительно от 0,35 до 0,60 г/г/с. Согласно изобретению в особенно предпочтительном варианте показатель FSR составляет более 0,40 г/г/с.

Согласно изобретению уменьшение поверхностного натяжения полимерных гидрогелей или суперабсорберов несмотря на использование поверхностно-активных веществ отсутствует.

Согласно изобретению проницаемость (показатель SFC) водопоглощающей полимерной композиции, которую в соответствии с настоящим изобретением всегда в указывают в пересчете на 1,5 г, находится в интервале от 30 до 200, предпочтительно от 50 до 180, особенно предпочтительно от 70 до 150.

Согласно изобретению поверхностное натяжение составляет более 50 мН/м, предпочтительно более 55 мН/м, особенно предпочтительно более 60 мН/м, наиболее

предпочтительно более 62 мН/м. При этом поверхностное натяжение согласно изобретению не превышает 68 мН/м.

В соответствии с изобретением полимерный гидрогель характеризуется распределением частиц по размерам (PSD), согласно которому более 60% масс. частиц
5 обладают размером от 300 до 600 мкм и менее 5% масс. частиц обладают размером менее 150 мкм.

При низком поверхностном натяжении в общем случае это приводит к повышенным значениям показателя повторного увлажнения, например, повторного увлажнения
10 изнаночной стороны подгузников, в которых используют подобные суперабсорберы, или показателя просачивания. Согласно изобретению данная проблема предпочтительно решается благодаря предлагаемому в изобретении способу и использованию вводимых при полимеризации поверхностно-активных веществ. Кроме того, суперабсорберы характеризуются сопоставимыми показателями удерживающей способности (CRC) и абсорбции под давлением (AAP).

Для получения предлагаемых в изобретении суперабсорберов фракционированные по массе поверхностно-активные вещества добавляют к раствору мономеров. Подобные особые поверхностно-активные вещества содержат способные к полимеризации функциональные группы и предпочтительно обладают химической структурой:



причем R^1 или R^2 означают метил, этил, н-пропил, изопропил, н-бутил, изобутил, н-пентил, 2-метилбутил, 2,2-диметилпропил, -ОН, ацетил или аллил, n означает число от 2 до 20, m означает число от 2 до 20, ЕО и РО соответственно являются придающими
20 поверхностно-активные свойства гидрофильными и гидрофобными блоками.

Предпочтительными являются реакционноспособные аллильные группы, поскольку согласно изобретению позже они, как и акрильные группы, входят в состав полимера и характеризуются более высокой стабильностью при гидролизе.

В особенно предпочтительном варианте один из остатков R^1 или R^2 означает аллил, в то время как другой остаток R^1 или R^2 означает ацетил или -ОН.

В соответствии с настоящим изобретением ЕО означает образующийся по реакции полиприсоединения этиленоксида простой эфир, который называют простым
30 полиэфиром или полиэтиленгликолем. В нижеследующем описании «аллил-(ЕО)_n-»

означает группу формулы $CH_2=CH-CH_2-O-(CH_2-CH_2-O)_n-$. Речь идет, в частности, о соединениях, в которых индекс n означает целое число от 2 до 20.

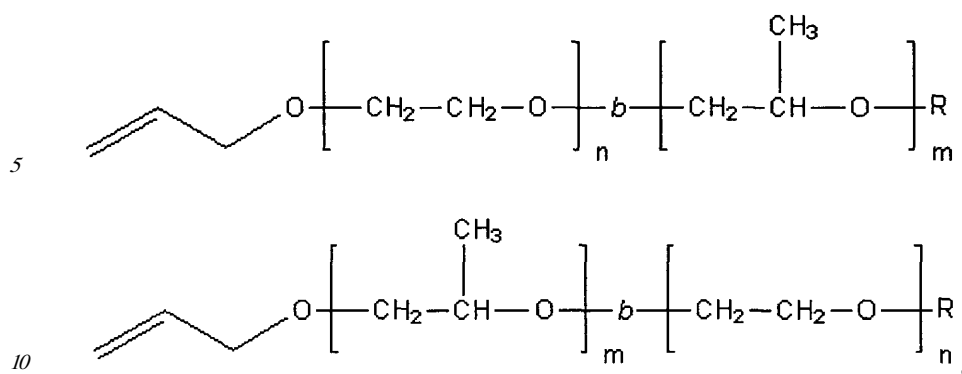
Предпочтительными являются соединения, в которых индекс n означает число от 4 до 12, особенно предпочтительно от 5 до 8.

В соответствии с настоящим изобретением РО в принципе означает пропиленоксид формулы $-(CH_2-CH(CH_3)-O)_m$. При этом индекс m означает целое число от 2 до 20.

Предпочтительными являются соединения, в которых индекс m означает число от 3 до 12, особенно предпочтительно от 4 до 7.

Предпочтительным является распределение обоих отличающихся друг от друга блоков, удовлетворяющее условию $2 \leq m \leq n \leq 20$, что обеспечивает гидрофильность основы и придает поверхностно-активному веществу определенную растворимость в
45 воде.

Предпочтительными являются поверхностно-активные вещества формул:



в которых R означает R¹ или R².

В соответствии с настоящим изобретением под отдельными структурными единицами РО подразумевают изотактические, синдиотактические или атактические последовательности конфигурации молекулы.

В качестве порообразователей можно использовать любые карбонаты, выбранные из группы, включающей карбонат лития, карбонат натрия, карбонат калия, карбонат рубидия, карбонат цезия и карбонаты с более высоковалентными ионами металлов, в частности, карбонат кальция, карбонат магния и карбонат стронция, а также их смеси.

В качестве других соединений можно использовать также гранулированные карбонаты, которые получают также в виде смешанных солей карбоната и/или перкарбоната с другой солью, выполняющей функцию наружного слоя, например, сульфатом. Согласно изобретению порообразователи обладают размером частиц в интервале от 10 до 900 мкм, предпочтительно от 50 до 500 мкм, особенно предпочтительно от 100 до 450 мкм.

Согласно изобретению поверхностно-активные вещества в общем случае используют одновременно со сшивающим агентом. В одном варианте осуществления изобретения порообразователь добавляют после подачи поверхностно-активного вещества. В другом варианте порообразователь можно добавлять одновременно с поверхностно-активным веществом или перед подачей последнего.

При добавлении порообразователей, соответственно соды, образуются пузырьки, которые в присутствии поверхностно-активных веществ обладают меньшим диаметром.

Согласно изобретению поверхностно-активные вещества обеспечивают стабилизацию большой газовой поверхности, образующейся в растворе вследствие добавления порообразователя. В результате одновременного протекания полимеризации происходит фиксация тонкопористой структуры (пористого геля). В процессе полимеризации поверхностно-активные вещества «деактивируются», то есть они могут встраиваться, или соответственно встраиваются в полимерную сетку в связи с присутствием в них реакционноспособных функциональных групп.

Наблюдаемый синергизм между поверхностно-активными веществами и порообразователями предпочтительно позволяет использовать небольшие количества порообразователя, например, карбоната. Типичными недостатками использования карбонатов являются, в частности, возможные проблемы, возникающие при их смешивании и добавлении в раствор, а также неконтролируемое диспергирование образующихся пузырьков, например, сильная коалесценция или слишком большие размеры пузырьков, а также утрата других свойств суперабсорберов.

Содержащие кислотные группы моноэтиленненасыщенные мономеры (α1) могут быть частично или полностью, предпочтительно частично нейтрализованы. Нейтрализованными предпочтительно являются по меньшей мере 10% мол., особенно

предпочтительно по меньшей мере от 25 до 50% мол., а также предпочтительно от 50 до 90% мол. содержащих кислотные группы моноэтиленненасыщенных мономеров. Нейтрализацию мономеров ($\alpha 1$) можно выполнять до или после полимеризации. При этом осуществляют частичную нейтрализацию по меньшей мере 10% мол., особенно

5 предпочтительно по меньшей мере от 25 до 50% мол., а также предпочтительно от 50 до 90% мол. мономеров. Нейтрализацию можно выполнять посредством гидроксидов щелочных металлов, гидроксидов щелочноземельных металлов, аммиака, а также карбонатов и бикарбонатов. Можно использовать также любые другие основания, образующие с кислотой водорастворимую соль. Возможной является также

10 нейтрализация смесью разных оснований. Нейтрализацию предпочтительно осуществляют аммиаком или гидроксидами щелочных металлов, особенно предпочтительно гидроксидом натрия или аммиаком.

Кроме того, полимер может содержать преобладающее количество свободных кислотных групп и в соответствии с этим обладать показателем pH, находящимся в

15 кислотном диапазоне. Подобный кислотный водопоглощающий полимер может быть по меньшей мере частично нейтрализован полимером со свободными щелочными группами, предпочтительно амингруппами, который в отличие от кислотного полимера обладает основным характером. Подобные полимеры, которые в литературе называют смешанными ионообменными полимерными абсорбентами (МВІЕА-полимерами),

20 описаны, в частности, в международной заявке WO 99/34843. Данный документ следует считать соответствующей ссылкой и частью настоящей заявки. МВІЕА-полимеры как правило представляют собой смесь, которая, с одной стороны, содержит полимер с основным характером (щелочной полимер), способный заменять анионы, а, с другой стороны, кислотный полимер, который в отличие от щелочного полимера способен

25 заменять катионы. Щелочной полимер содержит щелочные группы, причем в типичных случаях его получают путем полимеризации мономеров, содержащих щелочные группы или группы, которые могут быть преобразованы в щелочные группы. Подобными мономерами прежде всего являются первичные, вторичные или третичные амины, соответствующие фосфины или соединения, содержащие по меньшей мере две из

30 указанных выше функциональных групп. К подобным мономерам относятся, в частности, этиленамин, аллиламин, диаллиламин, 4-аминобутен, алкилоксициклины, винилформамид, 5-аминопентен, карбодиимид, формальдацин, меламин и так далее, а также их вторичные или третичные аминные производные.

Предпочтительными моноэтиленненасыщенными мономерами с кислотными

35 группами ($\alpha 1$) являются акриловая кислота, метакриловая кислота, этакриловая кислота, α -хлоракриловая кислота, α -цианоакриловая кислота, β -метилакриловая кислота (кретоновая кислота), α -фенилакриловая кислота, β -акрилоксипропионовая кислота, сорбиновая кислота, α -хлор-сорбиновая кислота, 2'-метилизокротоновая кислота, коричная кислота, п-хлоркоричная кислота, β -стеариловая кислота, итаконовая кислота,

40 цитраконовая кислота, мезаконовая кислота, глутаконовая кислота, аконитовая кислота, малеиновая кислота, фумаровая кислота, трикарбоксиэтилен и малеиновый ангидрид, причем предпочтительными являются акриловая кислота и метакриловая кислота, особенно предпочтительно акриловая кислота.

Помимо указанных выше мономеров с карбоксильными группами

45 моноэтиленненасыщенными мономерами ($\alpha 1$), содержащими кислотные группы, предпочтительно являются также этиленненасыщенные сульфокислоты или этиленненасыщенные фосфоновые кислоты.

Предпочтительными этиленненасыщенными сульфокислотными мономерами

являются аллилсульфокислота, алифатические или ароматические винилсульфокислоты или акриловые или метакриловые сульфокислоты. Предпочтительными алифатическими или ароматическими винилсульфокислотами являются винилсульфокислота, 4-винилбензилсульфокислота, винилтолуолсульфокислота и стиролсульфокислота. К предпочтительным акриловым, соответственно метакриловым сульфокислотам относятся сульфэтил(мет)акрилат, сульфопропил(мет)акрилат, 2-гидрокси-3-метакрилоксипропилсульфокислота, а также (мет)акриламидоалкилсульфокислоты, например, 2-акриламидо-2-метилпропансульфокислота.

К этиленненасыщенным фосфоновым кислотам, используемым в качестве мономеров ($\alpha 1$), предпочтительно относятся винилфосфоновая кислота, аллилфосфоновая кислота, винилбензилфосфоновая кислота, (мет)акриламидоалкилфосфоновые кислоты, акриламидоалкилдифосфоновые кислоты, фосфонометилированные виниламины и производные (мет)акрилфосфоновой кислоты.

Этиленненасыщенными мономерами ($\alpha 1$), содержащими протонированный азот, предпочтительно являются диалкиламиноалкил(мет)акрилаты в протонированной форме, например, гидрохлорид диметиламиноэтил(мет)-акрилата или гидросульфат диметиламиноэтил(мет)акрилата, а также предпочтительно диалкиламиноалкил(мет)акриламиды в протонированной форме, например, гидрохлорид диметиламиноэтил(мет)акриламида, гидрохлорид диметиламинопропил(мет)акриламида, гидросульфат диметиламинопропил(мет)акриламида или гидросульфат диметиламиноэтил(мет)-акриламида.

Этиленненасыщенными мономерами ($\alpha 1$), содержащими кватернированный азот, являются диалкиламмонийалкил(мет)акрилаты в кватернированной форме, например, предпочтительно метосульфат триметиламмонийметил(мет)акрилата или этосульфат диметилэтиламмонийметил(мет)акрилата, а также (мет)акриламидоалкилдиалкиламины в кватернированной форме, например, хлорид (мет)акриламидопропилтриметиламмония, хлорид триметиламмонийэтил(мет)акрилата или сульфат (мет)акриламидопропилтриметиламмония.

Предпочтительными моноэтиленненасыщенными мономерами ($\alpha 2$), способными сополимеризоваться с мономерами ($\alpha 1$), являются акриламиды и метакриламиды.

Предпочтительными (мет)акриламидами помимо акриламида и метакриламида являются алкилзамещенные (мет)акриламиды или аминоалкилзамещенные производные (мет)акриламида, например, N-метилол(мет)-акриламид, N,N-диметиламино(мет)акриламид, диметил(мет)акриламид или диэтил(мет)акриламид. Возможными виниламидами являются, например, N-виниламиды, N-винилформамиды, N-винилацетамиды, N-винил-N-метилацетамиды, N-винил-N-метилформамиды и винилпирролидон. Особенно предпочтительным из указанных выше мономеров является акрил-амид.

Кроме того, предпочтительными моноэтиленненасыщенными мономерами ($\alpha 2$), способными к сополимеризации с мономерами ($\alpha 1$), являются диспергируемые в воде мономеры. К предпочтительным диспергируемым в воде мономерам относятся сложные эфиры акриловой кислоты и сложные эфиры метакриловой кислоты, в частности, метил(мет)акрилат, этил(мет)акрилат, пропил(мет)акрилат или бутил(мет)акрилат, а также винилацетат, стирол и изобутилен.

Согласно изобретению предпочтительными сшивающими агентами ($\alpha 3$) являются соединения, которые содержат по меньшей мере две этиленненасыщенные группы в молекуле (сшивающие агента класса I); соединения, содержащие по меньшей мере две функциональные группы, способные вступать в реакцию конденсации с

функциональными группами мономеров ($\alpha 1$) или ($\alpha 2$) (конденсационные сшивающие агенты), в реакцию присоединения или в реакцию с раскрытием цикла (сшивающие агенты класса II); соединения, которые содержат по меньшей мере одну этиленненасыщенную группу и по меньшей мере одну функциональную группу, способную вступать в реакцию конденсации с функциональными группами мономеров ($\alpha 1$) или ($\alpha 2$), в реакцию присоединения или в реакцию с раскрытием цикла (сшивающие агенты класса III), или поливалентные катионы металлов (сшивающие агенты класса IV). При этом использование сшивающих агентов класса I позволяет сшивать полимеры посредством радикальной полимеризации этиленненасыщенных групп молекул сшивающего агента с моноэтиленненасыщенными мономерами ($\alpha 1$) или ($\alpha 2$), в то время как в случае сшивающих агентов класса II и поливалентных катионов металлов (сшивающих агентов класса IV) сшивание полимеров обеспечивают благодаря реакции конденсации функциональных групп (сшивающие агенты класса II), соответственно благодаря электростатическому взаимодействию поливалентного катиона металла (сшивающего агента класса IV) с функциональными группами мономеров ($\alpha 1$) или ($\alpha 2$). В случае сшивающих агентов класса III сшивание полимера осуществляют соответственно как посредством радикальной полимеризации этиленненасыщенных групп, так и благодаря реакции конденсации между функциональной группой сшивающего агента и функциональными группами мономеров ($\alpha 1$) или ($\alpha 2$).

Предпочтительными сшивающими агентами класса I являются сложные полиэфиры (мет)акриловой кислоты, которые получают, например, путем превращения полиола (например, этиленгликоля, пропиленгликоля, триметилпропана, 1,6-гександиола, глицерина, пентаэритрита, полиэтиленгликоля или полипропиленгликоля), аминспирта, полиалкиленполиамин (например, диэтилентриамин или триэтилентетраамин) или алкоксилированного полиола с акриловой или метакриловой кислотой. Кроме того, предпочтительными сшивающими агентами класса I являются поливиниловые соединения, поли(мет)аллильные соединения, сложные эфиры (мет)акриловой кислоты и моновинилового соединения или сложные эфиры (мет)акриловой кислоты и моно(мет)аллильного соединения, предпочтительно моно(мет)аллильного соединения полиола или аминспирта. В этой связи следует сослаться на немецкие патенты DE 19543366 и DE 19543368. Указанные публикации следует считать соответствующими ссылками и частью настоящей заявки.

Примерами сшивающих агентов класса I являются алкенилди(мет)акрилаты, например, этиленгликольди(мет)акрилат, 1,3-пропиленгликольди(мет)акрилат, 1,4-бутиленгликольди(мет)акрилат, 1,3-бутиленгликольди(мет)акрилат, 1,6-гександиолди(мет)акрилат, 1,10-декандиолди(мет)акрилат, 1,12-додекандиолди(мет)акрилат, 1,18-октадекандиолди(мет)акрилат, циклопентандиолди(мет)акрилат, неопентилгликольди(мет)акрилат, метилendi(мет)акрилат или пентаэритритди(мет)акрилат; алкенилди(мет)-акриламиды, например, N-метилди(мет)акриламид, N,N'-3-метилбутиленбис(мет)акриламид, N,N'-(1,2-дигидроксиэтилен)бис(мет)акриламид, N,N'-гексаметиленбис(мет)акриламид или N,N'-метиленибис(мет)-акриламид; полиалкоксиди(мет)акрилаты, например, диэтиленгликоль-ди(мет)акрилат, триэтиленгликольди(мет)акрилат, тетраэтиленгликоль-ди(мет)акрилат, дипропиленгликольди(мет)акрилат, трипропиленгликоль-ди(мет)акрилат или тетрапропиленгликольди(мет)акрилат; бисфенол-A-ди(мет)акрилат, этоксилированный бисфенол-A-ди(мет)акрилат, бензилдинди(мет)акрилат, 1,3-ди(мет)акрилоилоксипропанол-2, гидрохинонди(мет)акрилат, сложный эфир ди(мет)акрилата и оксиалкилированного предпочтительно 1-30 молями алкиленоксида (в расчете на гидроксильную группу), предпочтительно

этоксилированного триметилолпропана; тиоэтиленгликольди(мет)акрилат, тиопропиленгликольди(мет)акрилат, тиополиэтиленгликольди(мет)акрилат, тиополипропиленгликольди(мет)акрилат, простые дивиниловые эфиры, например, дивиниловый эфир 1,4-бутандиола, сложные дивиниловые эфиры, например, дивиниладипат, алкандиены, например, бутадиен или 1,6-гексадиен, дивинилбензол, ди(мет)-аллильные соединения, например, ди(мет)аллилфталат или ди(мет)-аллилсукцинат, гомополимеры и сополимеры хлорида ди(мет)аллилдиметиламмония, гомополимеры и сополимеры хлорида диэтил(мет)-аллиламинометил(мет)акрилатаммония, винил(мет)акриловые соединения, например, винил(мет)акрилат, (мет)аллил(мет)акриловые соединения, например, (мет)аллил(мет)акрилат, (мет)аллил(мет)акрилат, этоксилированный 1-30 молями этиленоксида (в расчете на гидроксильную группу); сложные ди(мет)аллиловые эфиры поликарбоновых кислот, например, ди(мет)аллилмалеат, ди(мет)аллилфумарат, ди(мет)аллилсукцинат или ди(мет)аллилтерефталат; соединения с тремя или более способными к радикальной полимеризации этиленненасыщенными группами, например, глицеринтри(мет)акрилат, сложные эфиры (мет)акрилата и глицерина, оксиэтилированного предпочтительно 1-30 молями этиленоксида (в расчете на гидроксильную группу), триметилолпропантри(мет)акрилат, сложные эфиры три(мет)акрилата и оксиалкилированного предпочтительно 1-30 молями алкиленоксида (в расчете на гидроксильную группу), предпочтительно этоксилированного триметилолпропана, триметакриламид, (мет)-аллилиденди(мет)акрилат, 3-аллилокси-1,2-пропандиолди(мет)акрилат, три(мет)аллилцианурат, три(мет)аллилизотианурат, пентаэритриттетра-(мет)акрилат, пентаэритриттри(мет)акрилат, сложные эфиры (мет)акриловой кислоты и пентаэритрита, оксиэтилированного предпочтительно 1-30 молями этиленоксида в расчете на гидроксильную группу, трис (2-гидроксиэтил)изоцианураттри(мет)акрилат, тривинилтримеллитат, три-(мет)аллиламин, ди(мет)аллилалкиламины, например, ди(мет)аллилметиламин, три(мет)аллилфосфат, тетра(мет)аллилэтилендиамин, сложные поли(мет)аллиловые эфиры, тетра(мет)аллилоксиэтан или галогениды тетра(мет)аллиламмония.

Предпочтительными сшивающими агентами класса II являются соединения по меньшей мере с двумя функциональными группами, способными вступать в реакцию конденсации с функциональными группами мономеров ($\alpha 1$) или ($\alpha 2$), предпочтительно с кислотными группами мономеров ($\alpha 1$) (конденсационные сшивающие агенты), в реакцию присоединения или в реакцию с раскрытием цикла. Подобными функциональными группам сшивающих агентов класса II предпочтительно являются спиртовые, аминные, альдегидные, глицидиловые, изоцианатные, карбонатные или эпихлорные функциональные группы.

Примерами сшивающих агентов класса II являются многоатомные спирты, например, этиленгликоль, полиэтиленгликоли, в частности, диэтиленгликоль, триэтиленгликоль и тетраэтиленгликоль, пропиленгликоль, полипропиленгликоли, в частности, дипропиленгликоль, трипропиленгликоль или тетрапропиленгликоль, 1,3-бутандиол, 1,4-бутандиол, 1,5-пентандиол, 2,4-пентандиол, 1,6-гександиол, 2,5-гександиол, глицерин, полиглицерин, триметилолпропан, полиоксипропилен, блоксополимеры этиленоксида с пропиленоксидом, сложные эфиры сорбита и жирных кислот, сложные эфиры полиоксиэтиленсорбита и жирных кислот, пентаэритрит, поливиниловый спирт и сорбит; аминоспирты, например, этаноламин, диэтанолламин, триэтанолламин или пропанолламин; полиамины, например, этилендиамин, диэтилентриамин, триэтилентетрамин, тетраэтиленпентамин или пентаэтиленгексамин; полиглицидиловые эфиры, в частности, глицидиловый эфир этиленгликоля, диглицидиловый эфир полиэтиленгликоля,

диглицидиловый эфир глицерина, полиглицидиловый эфир глицерина, полиглицидиловый эфир пентаэритрита, диглицидиловый эфир пропиленгликоля, диглицидиловый эфир полипропиленгликоля, диглицидиловый эфир неопентилгликоля, глицидиловый эфир гександиола, полиглицидиловый эфир триметилпропана, полиглицидиловый эфир сорбита, диглицидиловый эфир фталевой кислоты, диглицидиловый эфир адипиновой кислоты, 1,4-фениленбис(2-оксазолин), глицидол, полиизоцианаты, предпочтительно диизоцианаты, в частности, 2,4-толуолдиизоцианат и гексаметилендиизоцианат, полиазиридины, в частности, 2,2-бисгидроксиметилбутанолтрис[3-(1-азиридинил)пропионат], 1,6-гексаметилендиэтиленмочевина и дифенилметан-бис-4,4'-N,N'-диэтиленмочевина; пероксиды галогенов, например, эпихлоргидрин, эписбромгидрин и α -метилэпихлоргидрин; алкиленкарбонаты, в частности, 1,3-диоксолан-2-он (этиленкарбонат), 4-метил-1,3-диоксолан-2-он (пропиленкарбонат), 4,5-диметил-1,3-диоксолан-2-он, 4,4-диметил-1,3-диоксолан-2-он, 4-этил-1,3-диоксолан-2-он, 4-гидроксиметил-1,3-диоксолан-2-он, 1,3-диоксан-2-он, 4-метил-1,3-диоксан-2-он, 4,6-диметил-1,3-диоксан-2-он, 1,3-диоксолан-2-он, поли-1,3-диоксолан-2-он, поличетвертичные амины, в частности, продукты конденсации диметиламинов с эпихлоргидрином. Кроме того, предпочтительными сшивающими агентами класса II являются полиоксазолины, в частности, 1,2-этиленбисоксазолин, сшивающие агенты с силановыми группами, в частности, γ -глицидоксипропилтриметоксисилан и γ -аминопропилтриметоксисилан, оксазолидиноны, в частности, 2-оксазолидинон, бисоксазолидиноны и поли-2-окса-золидиноны, а также дигликольсиликаты.

Предпочтительными соединениями класса III являются содержащие гидроксильные или аминогруппы сложные эфиры (мет)акриловой кислоты, например, 2-гидроксиэтил (мет)акрилат и 2-гидроксипропил(мет)акрилат, а также содержащие гидроксильные или аминогруппы (мет)акриламиды или моно(мет)аллильные соединения диолов.

Поливалентными катионами металлов, используемыми в качестве сшивающих агентов класса IV, предпочтительно являются производные одновалентных или поливалентных катионов, причем одновалентными являются, в частности, катионы щелочных металлов, например, катионы калия, натрия или лития, предпочтительно лития. Предпочтительными двухвалентными катионами являются катионы цинка и щелочно-земельных металлов, таких как магний, кальций и стронций, причем предпочтительными являются катионы магния. Другими используемыми согласно изобретению катионами с более высокой валентностью являются катионы алюминия, железа, хрома, марганца, титана, циркония и других переходных металлов, а также двойные соли подобных катионов или смеси этих солей. Предпочтительно используют соли алюминия, квасцы и соответствующие разные гидраты, например, $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ или $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (14-18)\text{N}_2\text{O}$. В качестве сшивающего агента класса IV особенно предпочтительно используют $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ и соответствующие гидраты.

Суперабсорбирующие частицы, используемые в соответствии с предлагаемым в изобретении способом, предпочтительно сшиты сшивающими агентами, соответственно комбинациями сшивающих агентов, классов I; II; III; IV; I+II; I+III; I+IV; I+II+III; I+II+IV; I+III+IV; II+III+IV; II+IV или III+IV. Указанные комбинации сшивающих агентов разных классов соответствуют предпочтительному варианту сшивания используемых в соответствии с предлагаемым в изобретении способом суперабсорбирующих частиц.

Другими предпочтительными вариантами используемых в соответствии с предлагаемым в изобретении способом суперабсорбирующих частиц являются

полимеры, сшитые посредством любого из сшивающих агентов класса I.

Предпочтительными из них являются водорастворимые сшивающие агенты. При этом к особенно предпочтительным сшивающим агентам относятся N,N'-

метиленбисакриламид, полиэтиленгликольди(мет)акрилаты, хлорид

5 триаллилметиламмония, хлорид тетрааллиламмония, а также аллилнонэтиленгликольакрилат, получаемый с использованием девяти молей этиленоксида на моль акриловой кислоты.

В качестве водорастворимых полимеров ($\alpha 4$) суперабсорбирующие частицы могут содержать водорастворимые полимеры, например, частично или полностью смыленный

10 поливиниловый спирт, поливинилпирролидон, крахмал, производные крахмала, полигликоли или полиакриловую кислоту, предпочтительно находящиеся в полимеризационно введенной форме. Молекулярная масса указанных полимеров не является критическим параметром, если они обладают растворимостью в воде.

Предпочтительными водорастворимыми полимерами являются крахмал, производные

15 крахмала или поливиниловый спирт. Водорастворимые полимеры, предпочтительно полимеры синтетического происхождения, например, поливиниловый спирт, могут служить также основой для прививки подлежащих полимеризации мономеров.

В качестве вспомогательных веществ ($\alpha 5$) в полимерах присутствуют органические или неорганические частицы, например, средства для блокирования запаха, в частности,

20 цеолиты или циклодекстрины, вещества для ухода за кожей, поверхностно-активные средства или антиоксиданты.

К предпочтительным органическим вспомогательным веществам относятся циклодекстрины или их производные, а также полисахариды. Кроме того, предпочтительными являются целлюлоза и ее производные, в частности,

25 карбоксиметилцеллюлоза и простые эфиры целлюлозы. При этом предпочтительными циклодекстринами и их производными являются соединения, описанные в немецкой заявке на патент DE-A-19825486 (текст со строки 51 на странице 3 по строку 61 на странице 4 включительно). Данный текст следует считать соответствующей ссылкой и частью настоящей заявки. Особенно предпочтительными циклодекстринами являются

30 не подвергнутые превращению в производные α -, β -, γ - и δ -циклодекстрины.

В качестве неорганических вспомогательных веществ в форме частиц можно использовать любые материалы, которые обычно применяют для модифицирования свойств водопоглощающих полимеров. К предпочтительным неорганическим

вспомогательным веществам относятся сульфаты, в частности, сульфат натрия, лактаты,

35 например, лактат натрия, силикаты, в частности, каркасные силикаты, такие как цеолиты или силикаты, получаемые путем сушки водных растворов кремниевой кислоты или кремниевых зольей, например, соответствующие коммерчески доступные продукты, в частности, осажденные кремниевые кислоты и пирогенные кремниевые кислоты,

40 например, аэросилы с размером частиц в диапазоне от 5 до 50 нм, предпочтительно от 8 до 20 нм (например, Aerosil 200 фирмы Evonik Industries AG), алюминаты, диоксиды титана, оксиды цинка, глинистые материалы и другие известные специалистам минералы, а также углеродсодержащие неорганические материалы.

Предпочтительными являются любые природные или синтетические силикаты, опубликованные на страницах 750-783 учебника Hollemann und Wiberg, Lehrbuch der

45 Anorganischen Chemie, издательство Walter de Gruyter, 91. - 100. издание, 1985. Указанный раздел учебника следует считать соответствующей ссылкой и частью настоящей заявки.

Особенно предпочтительными силикатами являются цеолиты. В качестве цеолитов согласно изобретению можно использовать любые известные специалистам

синтетические или природные цеолиты. Предпочтительными природными цеолитами являются цеолиты из группы натролитов, группы гармотомов, группы морденитов, группы кабазитов, группы фожазитов (содалитов) или группы анальцитов. Примерами природных цеолитов являются анальцит, лейцит, поллучит, вайрацит, беллбергит, бикитаит, боггсит, бревстерит, хабазит, уиллхендерсонит, ковлезит, дакиардит, эдингтонит, эпистильбит, эрионит, фожазит, феррьерит, амицит, гарронит, жисмондит, гоббинсит, гмелинит, гоннардит, гускрикит, гармотон, филлипсит, уэлсит, клиноптилолит, гейландит, ломонтит, левин, маццит, мерлиноит, монтесоммаит, морденит, мезолит, натролит, сколецит, оффретит, пара-натролит, паулингит, перлиалит, баррерит, стильбит, стеллерит, томсонит, чернихит или югаваралит. Предпочтительными синтетическими цеолитами являются цеолит А, цеолит Х, цеолит Y, цеолит Р или продукт Abscents®.

В качестве цеолитов можно использовать так называемые цеолиты среднего типа, в которых отношение $\text{SiO}_2/\text{AlO}_2$ составляет менее 10:1 и особенно предпочтительно находится в диапазоне от 2:1 до 10:1. Помимо указанных средних цеолитов можно использовать также цеолиты высшего типа, к которым относятся, например, известные молекулярные сита типа ZSM, а также β -цеолит. Подобные высшие цеолиты предпочтительно характеризуются отношением $\text{SiO}_2/\text{AlO}_2$, составляющим по меньшей мере 35:1, особенно предпочтительно от 200:1 до 500:1.

В качестве алюминатов предпочтительно используют шпинели природного происхождения, в частности, обычную шпинель, цинковую шпинель, железистую шпинель или хромистую шпинель.

Предпочтительным диоксидом титана является чистый диоксид титана, то есть находящийся в кристаллической форме рутил, анатаз или брукит, содержащие железо диоксиды титана, например, ильменит, а также содержащие кальций диоксиды титана, например, титанит или перовскит.

Предпочтительные глинистые материалы описаны на страницах 783-785 учебника Hollemann und Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie, издательство Walter de Gruyter, 91. - 100. издание, 1985. Указанный раздел учебника следует считать соответствующей ссылкой и частью настоящей заявки. Особенно предпочтительными глинистыми материалами являются каолинит, иллит, галлуазит, монтмориллонит и тальк.

Кроме того, согласно изобретению предпочтительными являются неорганические тонкодисперсные частицы металлических солей монофосфорных, олигофосфорных и полифосфорных кислот. Среди них предпочтительными, в частности, являются гидраты, причем особенно предпочтительными являются гидраты от моногидратов до декагидратов и тригидраты. Соответствующими металлами являются, в частности, щелочные и щелочно-земельные металлы, предпочтительно щелочно-земельные металлы. К последним предпочтительно относятся магний и кальций, особенно предпочтительно магний. В отношении фосфатов, фосфорных кислот и их соединений с металлами также следует сослаться на учебник Hollemann und Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie, издательство Walter de Gruyter, 91. - 100. издание, 1985, раздел которого, опубликованный на страницах 651-669, следует считать соответствующей ссылкой и частью настоящей заявки.

Предпочтительными углеродсодержащими вспомогательными веществами являются графиты, представляющие собой чистый углерод, а не органический материал, также описанные в учебнике Hollemann und Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie, издательство Walter de Gruyter, 91. - 100. издание, 1985, раздел которого, опубликованный на страницах 705-708, следует считать соответствующей ссылкой и частью настоящей

заявки. При этом особенно предпочтительными являются искусственные графиты, например, кокс, пирографит, активированный уголь или сажа.

Получение водопоглощающих полимеров предлагаемым в изобретении способом предпочтительно можно осуществлять таким образом, что сначала из указанных выше
 5 мономеров и сшивающих агентов получают полимерный гидрогель в форме частиц, в нижеследующем описании называемый промежуточным продуктом VP. Исходный материал для получения водопоглощающих полимеров синтезируют, например, путем полимеризации в массе, которую предпочтительно осуществляют в смесительных реакторах, например, экструдерах, а также путем полимеризации в растворе,
 10 распылительной полимеризации, инверсионной эмульсионной полимеризации или инверсионной суспензионной полимеризации. Полимеризацию в растворе предпочтительно осуществляют в используемой в качестве растворителя воде. Полимеризацию в растворе можно осуществлять в непрерывном или периодическом режиме. Из уровня техники известен широкий диапазон варьирования параметров
 15 реакции, в частности, температуры, а также типа и количества инициаторов и реакционного раствора. Типичные технологические варианты описаны в патенте США US 4,286,082, немецком патенте DE 2706135, патенте США US 4,076,663, а также в немецких патентах DE 3503458, DE 4020780, DE 4244548, DE 4323001, DE 4333056 и DE 4418818. Указанные публикации следует считать соответствующими ссылками и частью
 20 настоящей заявки.

В качестве инициаторов для инициирования полимеризации можно использовать любые инициаторы, образующие в условиях полимеризации радикалы и обычно применяемые при получении суперабсорберов. К ним относятся термические инициаторы, окислительно-восстановительные инициаторы и активируемые посредством
 25 высокоэнергетического излучения фотоинициаторы. При этом инициаторы полимеризации могут находиться в растворе предлагаемых в изобретении мономеров в растворенном или диспергированном состоянии. Предпочтительным является использование водорастворимых инициаторов.

Пригодными термическими инициаторами являются любые известные специалистам соединения, которые под действием температуры распадаются на радикалы. При этом
 30 особенно предпочтительными являются термические инициаторы полимеризации с периодом полураспада, составляющим менее 10 секунд, предпочтительно менее 5 секунд при температуре ниже 180°C, предпочтительно ниже 140°C. Особенно предпочтительными термическими инициаторами полимеризации являются пероксиды,
 35 гидропероксиды, пероксид водорода, персульфаты и азосоединения. В некоторых случаях предпочтительным является использование смесей разных термических инициаторов полимеризации. При этом предпочтительными являются смеси пероксида водорода с персульфатом натрия или персульфатом калия с любым количественным соотношением компонентов. Пригодными органическими пероксидами предпочтительно
 40 являются пероксид ацетилацетона, пероксид метилэтилкетона, пероксид бензоила, пероксид лауроила, пероксид ацетила, пероксид каприла, изопропилпероксидкарбонат, 2-этилгексилпероксидкарбонат, гидропероксид трет-бутила, гидропероксид кумола, перпивалат трет-амила, перпивалат трет-бутила, пернеогексаноат трет-бутила, изобутират трет-бутила, пер-2-этилгексаноат трет-бутила, перизононаноат трет-бутила,
 45 пермалеат трет-бутила, пербензоат трет-бутила, 3,5,5-триметилгексаноат трет-бутила и пернеодеканоат амила. Кроме того, предпочтительными термическими инициаторами полимеризации являются азосоединения, в частности, азобисизобутиронитрил, азобисдиметилвалеронитрил, 2,2'-азобис(2-амидинопропан)дигидрохлорид,

азобисамидинопропандигидро-хлорид, 2,2'-азобис(N,N-диметилен) изобутираминдигидрохлорид, 2-(карбамоилазо)изобутиронитрил и 4,4'-азобис(4-циановалерьяновая кислота). Указанные соединения обычно используют в количестве, предпочтительно составляющем от 0,01 до 5% мол., предпочтительно от 0,1 до 2% мол., соответственно в пересчете на количество подлежащих полимеризации мономеров.

Окислительно-восстановительные инициаторы в качестве оксидного компонента содержат по меньшей мере одно из указанных выше персоединений, а в качестве восстанавливающего компонента предпочтительно аскорбиновую кислоту, глюкозу, сорбозу, монозу, гидросульфит, сульфат, тиосульфат, гипосульфит или сульфид аммония или щелочного металла, соли металлов, в частности, ионы железа(II) или серебра, или гидроксиметилсульфоксилат натрия. В качестве восстанавливающего компонента окислительно-восстановительного инициатора предпочтительно используют аскорбиновую кислоту или пиросульфит натрия. В пересчете на количество подлежащих полимеризации мономеров используют от 1×10^{-5} до 1% мол. восстанавливающего компонента окислительно-восстановительного инициатора и от 1×10^{-5} до 5% мол. окисляющего компонента окислительно-восстановительного инициатора. Вместо окисляющего компонента окислительно-восстановительного инициатора или в дополнение к окисляющему компоненту можно использовать одно или несколько предпочтительно водорастворимых азосоединений.

В случае если полимеризацию осуществляют под действием высокоэнергетического излучения, в качестве инициатора обычно используют так называемые фотоинициаторы. Речь при этом идет, например, о так называемых α -расщепителях, H-абстрагирующих системах или азидах. Примерами подобных инициаторов являются производные бензофенона, например, кетон Михлера, производные фенантрена, производные флуорена, производные антрахинона, производные тиоксанта, производные кумарина, эфиры бензоина и их производные, азосоединения, подобные указанным выше радикалообразователям, замещенные гексаарилбисимидазолы или ацилфосфиноксиды. Примерами пригодных азидов являются 2-(N,N-диметиламино)этил-4-азидоциннамат, 2-(N,N-диметиламино)этил-4-азидонафтилкетон, 2-(N,N-диметиламино)этил-4-азидобензоат, 5-азидо-1-нафтил-2'-(N,N-диметиламино)этилсульфон, N-(4-сульфонилазидофенил)-малеинимид, N-ацетил-4-сульфонилазидоанилин, 4-сульфонилазидоанилин, 4-азидоанилин, 4-азидофенацилбромид, п-азидобензойная кислота, 2,6-бис(п-азидобензилиден)циклогексанон и 2,6-бис(п-азидобензилиден)-4-метилциклогексанон. Количество фотоинициаторов (в случае их использования) обычно составляет от 0,01 до 5% масс. в пересчете на подлежащие полимеризации момеры.

Согласно изобретению предпочтительно используют иницирующую систему, состоящую из пероксида водорода, персульфата натрия и аскорбиновой кислоты. Полимеризацию иницируют посредством инициаторов как правило в температурном интервале от 0 до 90°C.

Реакцию полимеризации можно иницировать посредством одного инициатора или нескольких взаимодействующих друг с другом инициаторов. Кроме того, полимеризацию можно осуществлять, сначала добавляя один или несколько окислительно-восстановительных инициаторов. В процессе последующей полимеризации дополнительно используют термические инициаторы или фотоинициаторы, причем в случае использования фотоинициаторов реакцию полимеризации иницируют при воздействии высокоэнергетического излучения. Возможной является также обратная последовательность, в соответствии с которой посредством высокоэнергетического излучения и фотоинициаторов или термических инициаторов осуществляют

первоначальное инициирование реакции, в то время как последующую полимеризацию инициируют посредством одного или нескольких окислительно-восстановительных инициаторов.

Для придания полученным, как указано выше, полимерным гидрогелям (VP) формы частиц после выделения из реакционной смеси их можно сначала подвергать сушке при температуре от 20 до 300°C, предпочтительно от 50 до 250°C, особенно предпочтительно от 100 до 200°C, пока содержание воды не составит менее 40% масс., предпочтительно менее 20% масс., а также предпочтительно менее 10% масс. соответственно в пересчете на общую массу полимерного гидрогеля (VP). Сушку предпочтительно осуществляют в известных специалистам печах или сушилках, например, ленточных сушилках, решетчатых сушилках, вращающихся трубчатых печах, сушилках с псевдоожиженным слоем, тарельчатых сушилках, лопастных сушилках или инфракрасных сушилках.

При этом согласно изобретению измельчение предпочтительно выполняют путем сухого размола предпочтительно в молотковой мельнице, стержневой мельнице, шаровой мельнице или вальцовой мельнице. В другом варианте осуществления изобретения полимерный гидрогель можно измельчать также, используя комбинации нескольких указанных выше мельниц.

В предпочтительном варианте осуществления предлагаемого в изобретении способа в качестве водопоглощающих полимеров получают частицы, которые обладают внутренней зоной и ограничивающей ее поверхностной зоной. Причем поверхностная зона обладает иным химическим составом нежели внутренняя зона или отличается от последней физическими свойствами. Физическими свойствами внутренней зоны, отличающимися ее от поверхностной зоны, являются, например, плотность заряда или степень сшивания.

Подобные водопоглощающие полимеры, которые обладают внутренней зоной и ограничивающей ее поверхностной зоной, предпочтительно могут быть получены посредством вторичного сшивания реакционноспособных групп частиц полимерного гидрогеля VP, находящихся вблизи поверхности этих частиц. Подобное вторичное сшивание можно осуществлять термическими, фотохимическими или химическими методами.

Агентами вторичного сшивания предпочтительно являются указанные в пункте (a3) сшивающие агенты классов II и IV.

Агентами вторичного сшивания особенно предпочтительно являются диэтиленгликоль, триэтиленгликоль, полиэтиленгликоль, глицерин, полиглицерин, пропиленгликоль, диэтаноламин, триэтаноламин, полиоксипропилен, блоксополимеры этиленоксида с пропиленоксидом, сложные эфиры сорбита и жирных кислот, сложные эфиры полиоксиэтиленсорбита и жирных кислот, триметилпропан, пентаэритрит, поливиниловый спирт, сорбит, 1,3-диоксолан-2-он (этиленкарбонат), 4-метил-1,3-диоксолан-2-он (пропиленкарбонат), 4,5-диметил-1,3-диоксолан-2-он, 4,4-диметил-1,3-диоксолан-2-он, 4-этил-1,3-диоксолан-2-он, 4-гидроксиметил-1,3-диоксолан-2-он, 1,3-диоксан-2-он, 4-метил-1,3-диоксан-2-он, 4,6-диметил-1,3-диоксан-2-он, 1,3-диоксолан-2-он и поли-1,3-диоксолан-2-он.

В качестве агента вторичного сшивания особенно предпочтительно используют этиленкарбонат.

В предпочтительных вариантах получения водопоглощающих полимеров для вторичного сшивания используют сшивающие агенты, относящиеся к классам II и IV, соответственно комбинации сшивающих агентов классов II+IV.

Количество используемого для вторичного сшивания сшивающего агента

предпочтительно составляет от 0,01 до 30% масс., особенно предпочтительно от 0,1 до 20% масс., а также предпочтительно от 0,3 до 5% масс. соответственно в пересчете на массу суперабсорбирующего полимера.

Кроме того, с целью вторичного сшивания предпочтительно реализуют контакт между предпочтительно содержащим воду растворителем, смешивающимся с водой органическим растворителем (например, метанолом или этанолом) или смесями по меньшей мере двух этих растворителей, а также агентом вторичного сшивания, и наружной зоной частиц полимерного гидрогеля, причем указанный контакт реализуют в температурном интервале от 30 до 300°C, особенно предпочтительно от 100 до 200°C. При этом контакт предпочтительно реализуют путем напыления смеси агента вторичного сшивания с растворителем на частицы полимерного гидрогеля и последующего перемешивания частиц полимерного гидрогеля, находящихся в контакте с указанной смесью. При этом содержание агента вторичного сшивания в смеси с растворителем предпочтительно составляет от 0,01 до 20% масс., особенно предпочтительно от 0,1 до 10% масс. в пересчете на общую массу смеси. Кроме того, количество смеси, приводимой в контакт с частицами полимерного гидрогеля, предпочтительно составляет от 0,01 до 50% масс., особенно предпочтительно от 0,1 до 30% масс., соответственно в пересчете на массу частиц полимерного гидрогеля.

В результате протекания реакций конденсации предпочтительно образуются сложноэфирные, амидные, имидные или уретановые связи, причем предпочтительным является образование сложноэфирных связей.

К предлагаемым в изобретении полимерным гидрогелям и/или водопоглощающим полимерам можно добавлять также другие добавки и «эффектные» вещества.

Предпочтительными добавками являются антиадгезивы, например, неорганические или органические порошкообразные антиадгезивы. Подобные антиадгезивы предпочтительно используют в количествах, составляющих от 0 до 2% масс., особенно предпочтительно от 0,1 до 1,5% масс. в пересчете на массу полимерного гидрогеля и/или водопоглощающего полимера. К предпочтительным антиадгезивам относятся древесная мука, волокнистые материалы, порошкообразная кора, порошкообразная целлюлоза, минеральные наполнители, в частности, перлит, синтетические наполнители, в частности, полиамидный порошок, вязкозный порошок, диатомовая земля, бентонит, каолин, цеолиты, тальк, глина, зола, пылевидный уголь, силикаты магния, удобрения или смеси веществ. Предпочтительной является высокодисперсная пирогенная кремниевая кислота, поставляемая фирмой Evonik Degussa под торговым названием Aerosil.

В другом предпочтительном варианте осуществления предлагаемого в изобретении способа реализуют контакт частиц полимерного гидрогеля и/или водопоглощающего полимера с «эффектным» веществом, например, полисахарами, полифенольным соединением, например, гидролизуемыми танинами, соединением, содержащим кремний-кислород, или смесью по меньшей мере двух основанных на них «эффектных» веществ. «Эффектное» вещество можно добавлять как в твердой форме (в виде порошка), так и в растворенной форме вместе с растворителем, причем добавление «эффектного» вещества осуществляют самое раннее после реализации стадии (iii). В соответствии с настоящим изобретением под «эффектным» веществом подразумевают вещество, предназначенное для ингибирования запаха.

Согласно изобретению под полисахарами подразумевают известные специалистам полисахара, выбранные из группы, включающей крахмалы и их производные, целлюлозу и ее производные, а также циклодекстрины. При этом предпочтительными

циклодекстринами являются α -циклодекстрин, β -циклодекстрин, γ -циклодекстрин или смеси указанных циклодекстринов.

Содержащими кремний-кислород соединениями предпочтительно являются цеолиты. В качестве цеолитов можно использовать любые известные специалистам синтетические или природные цеолиты. Предпочтительными природными цеолитами являются цеолиты из группы натролитов, группы гармотомов, группы морденитов, группы кабазитов, группы фожазитов (содалитов) или группы анальцитов. Примерами природных цеолитов являются анальцит, лейцит, поллуцит, вайрацит, беллбергит, бикитаит, боггсит, бревстерит, хабазит, уиллхендерсонит, ковлезит, дакиардит, эдингтонит, эпистильбит, эрионит, фожазит, феррьерит, амицит, гарронит, жисмондит, гоббинсит, гмелинит, гоннардит, гускрицит, гармотон, филлипсит, уэлсит, клиноптилолит, гейландит, ломонтит, левин, маццит, мерлиноит, монтесоммаит, морденит, мезолит, натролит, сколецит, оффретит, пара-натролит, паулингит, перлиалит, баррерит, стильбит, стеллерит, томсонит, чернихит или югаваралит. Предпочтительными синтетическими цеолитами являются цеолит А, цеолит Х, цеолит Y, цеолит Р или продукт Abscents®.

В качестве катионов цеолиты, используемые в соответствии с предлагаемым в изобретении способом, предпочтительно содержат катионы щелочных металлов, в частности, Li^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+ или Fr^+ , и/или катионы щелочно-земельных металлов, в частности, Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} или Ba^{2+} .

В качестве цеолитов можно использовать так называемые цеолиты среднего типа, в которых отношение $\text{SiO}_2/\text{AlO}_2$ составляет менее 10:1 и особенно предпочтительно находится в диапазоне от 2:1 до 10:1. Помимо подобных средних цеолитов можно использовать также цеолиты высшего типа, к которым относятся, например, известные молекулярные сита типа ZSM, а также бета-цеолит. Подобные высшие цеолиты предпочтительно характеризуется отношением $\text{SiO}_2/\text{AlO}_2$, составляющим по меньшей мере 35:1, особенно предпочтительно от 200:1 до 500:1.

Предпочтительно используют цеолиты, частицы которых обладают средним размером в диапазоне от 1 до 500 мкм, особенно предпочтительно от 2 до 200 мкм, а также предпочтительно от 5 до 100 мкм.

В соответствии с предлагаемым в изобретении способом «эффектные» вещества предпочтительно используют в количестве, составляющем от 0,1 до 50% масс., особенно предпочтительно от 1 до 40% масс., а также предпочтительно от 5 до 30% масс. соответственно в пересчете на массу частиц полимерного гидрогеля и/или частиц водопоглощающего полимера.

Предпочтительными средствами ингибирования роста бактерий в принципе являются любые вещества, эффективные по отношению к грамположительным бактериям, например, такие как 4-гидроксibenзойная кислота, а также ее соли и сложные эфиры, N-(4-хлорфенил)-N'-(3,4-дихлорфенил)-мочевина, 2,4,4'-трихлор-2'-гидроксидифениловый эфир (триклозан), 4-хлор-3,5-диметилфенол, 2,2'-метиленбис(6-бром-4-хлорфенол), 3-метил-4-(1-метилэтил)фенол, 2-бензил-4-хлорфенол, 3-(4-хлорфеноксид)-1,2-пропандиол, 3-йод-2-пропинилбутилкарбамат, хлоргексидин, 3,4,4'-трихлоркарбанилид, антибактериальные ароматические вещества, тимол, тимьяновое масло, эвгенол, гвоздичное масло, ментол, ментоловое масло, фамезол, феноксиэтанол, монокаприлат глицерина, монокаприлат глицерина, монолаурат глицерина, монокаприлат диглицерина, N-алкиламида салициловой кислоты, например, N-октиламид салициловой кислоты или N-дециламид салициловой кислоты.

Пригодными ингибиторами ферментов являются, например, ингибиторы эстеразы.

Речь при этом предпочтительно идет о триалкилцитратах, таких как триметилцитрат, трипропилцитрат, триизопропилцитрат, трибутилцитрат и прежде всего триэтилцитрат (Hydagen TM CAT, фирма Cognis GmbH, Дюссельдорф/Германия). Указанные вещества ингибируют ферментативную активность и тем самым подавляют запах. Другими веществами, которые можно использовать в качестве ингибиторов эстеразы, являются стеролсульфаты или стеролфосфаты, например, ланостеринсульфат, холестеринсульфат, кампестеринсульфат, стигмастеринсульфат, ситостеринсульфат и соответствующие фосфаты, дикарбоновые кислоты и их сложные эфиры, например, глутаровая кислота, сложный моноэтиловый эфир глутаровой кислоты, сложный диэтиловый эфир глутаровой кислоты, адипиновая кислота, сложный моноэтиловый эфир адипиновой кислоты, сложный диэтиловый эфир адипиновой кислоты, малоновая кислота и диэтилмалонат, гидроксикислоты и их сложные эфиры, например, лимонная кислота, яблочная кислота, винная кислота или сложный диэтиловый эфир винной кислоты, а также глицинат цинка.

Пригодными поглотителями запаха являются вещества, которые абсорбируют соединения, являющиеся источником запаха, и могут удерживать их основную часть. Поглотители запаха уменьшают парциальное давление отдельных компонентов, а, следовательно, скорость их распространения. Важным требованием при этом является отсутствие негативного влияния на ароматические вещества. Поглотители запаха характеризуются отсутствием активности по отношению к бактериям. В качестве основного компонента они содержат, например, комплексную цинковую соль рицинолевой кислоты или особые душистые вещества в основном с нейтральным запахом, которые известны специалистам под названием «комплемент-связывающие антитела», например, экстракты лабданума, соответственно стиракса, или некоторые производные абиетиновой кислоты. Функцию подавителей запаха выполняют ароматические вещества или ароматические масла, которые помимо этой функции придают дезодорантам надлежащую ноту запаха. Пригодными ароматическими маслами являются, например, смеси природных и синтетических ароматических веществ. К природным ароматическим веществам относятся экстракты цветов, стеблей, листьев, фруктов, плодовых оболочек, корней, древесины, травянистых растений, трав, игл и веток, а также смолы и бальзамы. Кроме того, можно использовать сырье животного происхождения, например, циветту и кастореум. Типичными синтетическими ароматическими веществами являются продукты типа сложных эфиров, простых эфиров, альдегидов, кетонов, спиртов и углеводов. К ароматическим веществам типа сложных эфиров относятся, например, бензилацетат, п-трет-бутилциклогексилацетат, линалилацетат, фенилэтилацетат, линалилбензоат, бензилформиат, аллилциклогексилпропионат, стираллилпропионат и бензилсалицилат. К простым эфирам относятся, например, бензилэтиловые эфиры, к альдегидам, например, линейные насыщенные альдегиды с 8-18 атомами углерода, цитраль, цитронеллаль, цитронеллилоксиацетальдегид, цикламеновый альдегид, гидроксицитронеллаль, лилиальальдегид и буржональ, к кетонам, например, джонон и метилцедрилкетон, к спиртам, например, анетол, цитронеллол, эвгенол, изоэвгенол, гераниол, линалоол, фенилэтиловый спирт и терпинеол, к углеводам главным образом относятся терпены и бальзамы. Однако предпочтительно используют смеси разных ароматических веществ, что позволяет обеспечивать приятную общую ноту запаха. Кроме того, в качестве ароматических компонентов пригодны эфирные масла с низкой летучестью, которые чаще всего используют в виде ароматических компонентов, например, шалфейное масло, ромашковое масло, гвоздичное масло, мелиссовое масло, ментоловое

масло, коричное масло, масло цветов липы, можжевельное масло, ветиверовое масло, масло олибанума, масло гальбанума, масло лабданума и лавандиновое масло.

Предпочтительно используют (по отдельности или в виде смесей) бергамотное масло, дигидромирценол, лилиаль, лираль, цитронеллол, фенилэтиловый спирт, альфа-гексилкоричный альдегид, гераниол, бензилацетон, цикламеновый альдегид, линалоол, Boisambrene Forte, амброксан, индол, гедион, санделик, лимонное масло, мандариновое масло, апельсиновое масло, аллиламингликолят, цикловерталь, лавандиновое масло, масло мускатного шалфея, бета-дамаскон, масло герани бурбон, циклогексилсалицилат, Vertofix Coeur, Iso-E-Super, Fixolide NP, эвернил, иралдеин гамма, фенилуксусную кислоту, геранилацетат, бензилацетат, оксид розы, ромилат, иротил и флорамат.

Антиперспиранты благодаря их влиянию на активность экринных потовых желез уменьшают потообразование, а, следовательно, противодействуют подмышечному потоотделению и неприятному запаху тела. Пригодными вяжущими действующими веществами против пота прежде всего являются соли алюминия, циркония или цинка.

К подобным пригодным веществам с антигидротическим действием относятся, например, хлорид алюминия, хлоргидрат алюминия, дихлоргидрат алюминия, полуторахлоргидрат алюминия и их комплексные соединения, например, с пропиленгликолем-1,2, гидроксиаллантаинат алюминия, тартрат хлорида алюминия, трихлоргидрат алюминия-циркония, тетрахлоргидрат алюминия-циркония, пентахлоргидрат алюминия-циркония и их комплексные соединения, например, с аминокислотами, в частности, глицином.

Для смешивания, соответственно орошения пригодны любые устройства, которые позволяют гомогенно распределять раствор, порошок, суспензию или дисперсию на частицах полимерного гидрогеля (VP) или водопоглощающих полимеров. Примерами подобных устройств являются смесители Lödige (фирма-изготовитель Gebrüder Lödige Maschinenbau GmbH), смесители Gericke Multi-Flux (фирма-изготовитель Gericke GmbH), смесители DRAIS (фирма-изготовитель DRAIS GmbH Spezialmaschinenfabrik Mannheim), смесители Hosokawa (фирма-изготовитель Hosokawa Mokron Co., Ltd.), смесители Ruberg (фирма-изготовитель Gebr. Ruberg GmbH & CO. KG Nieheim), устройства для нанесения покрытий Hüttlin (фирма-изготовитель BWI Hüttlin GmbH Steinen), сушилки с движущимся слоем или распылительные грануляторы AMMAG (фирма-изготовитель AMMAG Gunskirchen, Австрия) или Heinen (фирма-изготовитель A. Heinen AG Anigenbau Varel), смесители Patterson-Kelly, лопастные смесители NARA, червячные смесители, тарельчатые смесители, сушилки с кипящим слоем или смесители Schugi. Для реализации контакта в псевдооживленном слое можно использовать любые известные специалистам и пригодные методы переработки в псевдооживленном слое. Так, например, можно использовать устройства для нанесения покрытий в кипящем слое.

Другим вкладом в решение указанных в начале настоящего описания задач является комбинированный материал, который содержит предлагаемые в изобретении водопоглощающие полимеры или полимерные гидрогели, соответственно получаемые предлагаемым в изобретении способом водопоглощающие полимеры или полимерные гидрогели, а также подложку. При этом предпочтительным является прочное соединение предлагаемых в изобретении водопоглощающих полимеров или полимерных гидрогелей с подложкой. Подложками предпочтительно являются пленки из полимеров, например, полиэтилена, полипропилена или полиамида, металлы, нетканые материалы, распушенная целлюлоза, тонкая бумага, ткань, природные или синтетические волокна или пенопласты. Кроме того, согласно изобретению комбинированный материал предпочтительно включает по меньшей мере одну зону, которая содержит примерно

от 15 до 100% масс., предпочтительно примерно от 30 до 100% масс., особенно предпочтительно примерно от 50 до 99,99% масс., предпочтительно примерно от 60 до 99,99% масс., предпочтительно примерно от 70 до 99% масс. водопоглощающих полимеров или полимерных гидрогелей соответственно в пересчете на общую массу указанной зоны комбинированного материала, причем указанная зона обладает размером, предпочтительно составляющим по меньшей мере $0,01 \text{ см}^3$, предпочтительно по меньшей мере $0,1 \text{ см}^3$, наиболее предпочтительно по меньшей мере $0,5 \text{ см}^3$.

Другим вкладом в решение по меньшей мере одной из указанных в начале настоящего описания задач является способ получения комбинированного материала, в соответствии с которым реализуют контакт предлагаемых в изобретении водопоглощающих полимеров, соответственно суперабсорберов, которые могут быть получены предлагаемым в изобретении способом, с подложкой и при необходимости используемой добавкой. В качестве подложек предпочтительно используют подложки, указанные выше при описании предлагаемого в изобретении комбинированного материала.

Другим вкладом в решение по меньшей мере одной из указанных в начале настоящего описания задач является также комбинированный материал, полученный описанным выше способом и предпочтительно обладает свойствами, аналогичными свойствам описанного выше предлагаемого в изобретении комбинированного материала.

Другим вкладом в решение по меньшей мере одной из указанных в начале настоящего описания задач являются химические продукты, содержащие предлагаемые в изобретении водопоглощающие полимеры или полимерные гидрогели, или предлагаемый в изобретении комбинированный материал. Предпочтительными химическими продуктами являются, в частности, пенопласты, формованные изделия, волокна, пленки, тонкие слои, кабели, уплотняющие материалы, поглощающие жидкость санитарно-гигиенические изделия, в частности, подгузники и гигиенические пакеты, основы для средств регулирования роста растений или грибов, основы для действующих веществ средств защиты растений, добавки для строительных материалов, упаковочные материалы или добавки к почве.

Вкладом в решение по меньшей мере одной из указанных в начале настоящего описания задач является также применение предлагаемых в изобретении водопоглощающих полимеров или предлагаемого в изобретении комбинированного материала в химических продуктах, предпочтительно в указанных выше химических продуктах, в частности, в санитарно-гигиенических изделиях, таких как подгузники или гигиенические пакеты, а также применение водопоглощающих полимерных частиц в качестве основы для средств регулирования роста растений или грибов или в качестве основы для действующих веществ средств защиты растений. В случае применения водопоглощающих полимерных частиц в качестве основы для средств регулирования роста растений или грибов или в качестве основы для действующих веществ основа предпочтительно должна высвобождать указанные средства, соответственно действующие вещества в течение контролируемого промежутка времени.

Методы испытания

В отсутствие иных указаний измерения выполняют в соответствии с методикой ERT («ERT» сокращенно означает тестирование, рекомендуемое EDANA - Европейской ассоциацией предметов одноразового пользования и нетканых материалов). В отсутствие иных указаний любые испытания в принципе осуществляют при температуре окружающей среды $23 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха $50 \pm 10\%$.

Распределение частиц по размерам (PSD)

Распределение водопоглощающих полимерных частиц по размерам определяют в

соответствии с рекомендуемой EDANA методикой испытания Mr. WSP 220.3-10 „Particle Size Distribution“.

Центрифужная удерживающая способность (CRC)

Центрифужную удерживающую способность определяют в соответствии с рекомендуемой EDANA методикой испытания Mr. WSP 241.3-10 "Centrifuge retention capacity".

Определение скорости свободного набухания (FSR)

Скорость абсорбции оценивают путем измерения так называемой скорости свободного набухания (FSR), выполняемого в соответствии с методикой испытания, приведенной на странице 12 европейской заявки на патент EP-A-0443627.

Абсорбция под давлением 0,7 psi (AAP)

Абсорбцию под давлением (AAP) определяют для всей гранулометрической фракции в соответствии с методикой WSP 242.3-10. При этом в снабженном сетчатым дном (400 меш) цилиндре с внутренним диаметром 60,0 мм берут навеску 0,90 г испытуемого

вещества (просев от 150 до 850 мкм; концентрация 0,032 г/см²), которую равномерно распределяют на дне цилиндра. На испытуемое вещество накладывают цилиндрический груз (50 г/см², соответственно 0,7 psi) с наружным диаметром 59,2 мм. В полимерную чашку помещают фильтровальные пластины, которые накрывают фильтровальной бумагой. Полимерную чашку заполняют 0,9-процентным раствором хлорида натрия таким образом, чтобы жидкость покрывала верхнюю кромку фильтровальных пластин. Затем на фильтровальные пластины устанавливают подготовленные, как указано выше, измерительные устройства. По истечении времени набухания (60 минут) удаляют измерительные устройства и снимают груз. Гравиметрически определяют количество поглощенной жидкости, и результат пересчитывают на грамм испытуемого вещества.

Определение проницаемости (проводимости солевого потока SFC)

Проницаемость определяют путем измерения так называемой проводимости солевого потока SFC, выполняемого в соответствии с методикой испытания, описанной в международной заявке на патент WO-A-95/26209. Навеска суперабсорбирующего материала составляет 1,5 г вместо 0,9 г.

Определение фиксированной предельной абсорбции (FHA) (0,3 psi. 20 см)

Определение осуществляют путем измерения так называемой фиксированной предельной абсорбции (FHA) в соответствии с методикой испытания, описанной в европейском патенте EP 1493453 A1 (со страницы 9, абзац [0078], по странице 10, абзац [0087], включительно).

Определение поверхностного натяжения (OFS)

Поверхностное натяжение определяют путем измерений, выполняемых в соответствии с методикой испытания, описанной в европейском патенте EP 1493453 A1 (страница 12, с абзаца [0105] по абзац [0111], включительно). Используют тензиометр марки Kruss K11 с пластиной Вильгельма.

Определение экстрагируемого полиэфира

Содержание экстрагируемого полиэфира определяют методом HPTLC (H-III 14a от 30.05.95), разработанным Немецким обществом по исследованию жиров (сообщение 152). Образцы измельчают, экстрагируют при нагревании в течение часа метанолом в аппарате Сокслета, концентрируют и анализируют методом тонкослойной хроматографии (TLC) на пластинах из силикагеля 60 размером 20×20 см. Нанесение образцов выполняют стандартизовано. В качестве элюента используют смесь хлороформа, метанола и воды (88/11/1% об.). Превращение в производное выполняют с помощью реагента Драгендорфа. Используют TLC-сканнер Camag CD60 с длиной

волны 520 нм. Результаты определения оценивают по отношению площадей пиков к площадям пиков стандарта.

Определение поверхности по БЭТ

Поверхность суперабсорберов по БЭТ определяют с помощью прибора Tristar 3020 Кг фирмы Micromeritics (вместо азота используют газообразный криптон), и результаты определения обрабатывают согласно стандарту ISO 9277. Навеску 4,6 г вакуумируют в течение ночи при комнатной температуре и разрежении 0,02 мбар и повторно взвешивают. Выполняют вакуумирование аналитического порта, которое по достижении разрежения 10 мм рт. ст. продолжают в течение шести минут. Кроме того, определяют мертвый объем. Анализ выполняют при температуре 77,1 К. Давление «р0» составляет 2,32 мм рт. ст. (с использованием газообразного криптона). Время компенсации для уравнивания измеряют по меньшей мере десять раз (5 секунд при скорости изменения менее 0,01%).

Примеры

Приведенные ниже примеры служат для более подробного пояснения настоящего изобретения и не ограничивают его объема.

Таблица 1

Пример ПАВ	Название (фирма-поставщик)	Описание (включая последовательность блоков)	n(EO)	m(PO)	R
1	PE7089 (Evonik Industries)	Аллил-10EO-b-10PO-ацетил	10	10	-C(=O)CH ₃
2	PE7087 (Evonik Industries)	Аллил-10PO-b-10EO-ацетил	10	10	-C(=O)CH ₃
3	PE7086 (Evonik Industries)	Аллил-10EO-b-10PO-метил	10	10	-CH ₃
4	Pluriol® A111 R (BASF)	Аллил-iEO-b-jPO-метил	-	-	-CH ₃
5	PE7514 (Evonik Industries)	Аллил-6EO-b-6PO-ацетил	6	6	-C(=O)CH ₃
6	PE7316/02 (Evonik Industries)	Аллил-6EO-b-6PO-гидроксил	6	6	-H
7	Pluriol® A23 R (BASF)	Аллил-qEO-b-rPO-гидроксил	-	-	-H
8	PE7065 (Evonik Industries)	Аллил-10PO-b-20EO-гидроксил	20	10	-H
9	PE7081 (Evonik Industries)	Аллил-10PO-b-20EO-метил	20	10	-CH ₃
10	Натрий лаурил-сульфоэфир (Hansa-Group)	Натрий лаурилсульфоэфир	-	-	-

Приведенные ниже примеры, выполненные в соответствии с изобретением, показывают, что при одновременном использовании способных к полимеризации

поверхностно-активных веществ и карбоната наблюдается синергический эффект в отношении скорости абсорбции (показателя FSR). При этом используют частицы с определенным распределением по размерам (в интервале от 150 до 710 мкм). Перед поверхностным вторичным сшиванием используют стандартную смесь, состоящую из

5 четырех следующих фракций: 15% масс. частиц с размером от 150 до 300 мкм; 50% масс. частиц с размером от 300 до 500 мкм; 30% масс. частиц с размером от 500 до 600 мкм и 5% масс. частиц с размером от 600 до 710 мкм. Распределение по размерам устанавливают для частиц полимерных гидрогелей.

В европейском патенте EP 1701786 B1 (абзацы от [0115] до [0117]) среднемассовые значения диаметра частиц определяются показателем D50. Согласно изобретению предпочтительным является диапазон от 300 до 600 мкм, особенно предпочтительно от 350 до 550 мкм и еще более предпочтительно от 400 до 500 мкм.

Предпочтительным является порообразователь, более 35% масс. частиц которого обладают размером в диапазоне от 100 до 300 мкм.

15 В нижеследующем описании аббревиатуру SX используют для обозначения повергнутого вторичному термическому поверхностному сшиванию промежуточного продукта (VP). Промежуточным продуктом является полученный после первой сушки полимерный гидрогель, который обладает указанным выше гранулометрическим составом.

20 Процентные количества поверхностно-активного вещества в принципе указывают в пересчете на акриловую кислоту (в отсутствие иных указаний 320 г), тогда как процентные количества карбоната указывают в пересчете на исходную смесь (1000 г).

Пример 1

В качестве добавки используют поверхностно-активное вещество № 1 (аллил-10ЕО-
25 б-10РО-ацетил из таблицы 1). Варьируют количества используемого поверхностно-активного вещества и карбоната.

Без способного к полимеризации поверхностно-активного вещества и соды Пример 1А (базовый гидрогель)

В 975,201 г водного раствора акрилата натрия со степенью нейтрализации 70% мол. (в пересчете на акриловую кислоту) и общей концентрацией мономеров 39,82% растворяют 0,775 г полиэтиленгликоль(300)диакрилата (PEG300DA) (0,2% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 83%) и 1,639 г полиэтиленгликоль-(440)моноаллилэфиракрилата (PEGMAE-A) (0,4% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 78%) в качестве

35 сшивающего агента. С целью удаления растворенного кислорода через раствор мономеров в пластмассовом полимеризационном сосуде в течение 30 минут пропускают азот. При температуре 4°C инициируют полимеризацию путем последовательного добавления 0,3 г персульфата натрия в 10 г дистиллированной воды, 0,07 г 35-процентного раствора пероксида водорода в 10 г дистиллированной воды и 0,015 г

40 аскорбиновой кислоты в 2 г дистиллированной воды. По достижении конечной температуры (около 100°C) полученный гель измельчают в мясорубке и в течение двух часов сушат при 150°C в камерной сушилке с циркуляцией воздуха. Сухой промежуточный продукт грубо измельчают, размалывают и разделяют на указанные выше фракции.

45 Пример 1В (второй базовый гидрогель)

В 975,443 г водного раствора акрилата натрия со степенью нейтрализации 70% мол. (в пересчете на акриловую кислоту) и общей концентрацией мономеров 39,81% растворяют 0,697 г полиэтиленгликоль(300)диакрилата (0,18% в пересчете на содержание

акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 83%) и 1,475 г полиэтиленгликоль (440)моноаллилэфиракрилата (0,36% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 78%) в качестве сшивающего агента. С целью удаления

- 5 растворенного кислорода через раствор мономеров в пластмассовом полимеризационном сосуде в течение 30 минут пропускают азот. При температуре 4°C инициируют полимеризация путем последовательного добавления 0,3 г персульфата натрия в 10 г дистиллированной воды, 0,07 г 35-процентного раствора пероксида водорода в 10 г дистиллированной воды и 0,015 г аскорбиновой кислоты в 2 г дистиллированной воды. По достижении конечной температуры (около 100°C)
- 10 полученный гель измельчают в мясорубке и в течение двух часов сушат при 150°C в камерной сушилке с циркуляцией воздуха. Сухой промежуточный продукт грубо измельчают, размалывают и разделяют на указанные выше фракции.

Отсутствие способного к полимеризации поверхностно-активного вещества и использование 0,2% легкой соды

15 Пример 1C

- В 973,443 г водного раствора акрилата натрия со степенью нейтрализации 70% мол. (в пересчете на акриловую кислоту) и общей концентрацией мономеров 39,89% растворяют 0,697 г полиэтиленгликоль(300)диакрилата (0,18% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 83%) и 1,475 г полиэтиленгликоль
- 20 (440)моноаллилэфиракрилата (0,36% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 78%) в качестве сшивающего агента. С целью удаления растворенного кислорода через раствор мономеров в пластмассовом полимеризационном сосуде в течение 30 минут пропускают азот. При температуре 4°C добавляют 2 г тонкодисперсной кальцинированной соды (фирма Solvay) и инициируют
- 25 полимеризацию путем последовательного добавления 0,3 г персульфата натрия в 10 г дистиллированной воды, 0,07 г 35-процентного раствора пероксида водорода в 10 г дистиллированной воды и 0,015 г аскорбиновой кислоты в 2 г дистиллированной воды. По достижении конечной температуры (около 100°C) полученный гель измельчают в мясорубке и в течение двух часов сушат при 150°C в камерной сушилке с циркуляцией
- 30 воздуха. Сухой промежуточный продукт грубо измельчают, размалывают и разделяют на указанные выше фракции.

Использование 0,3% способного к полимеризации поверхностно-активного вещества
Пример 1D

- В 965,601 г водного раствора акрилата натрия со степенью нейтрализации 70% мол. (в пересчете на акриловую кислоту) и общей концентрацией мономеров 40,22% растворяют 0,775 г полиэтиленгликоль(300)диакрилата (0,2% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 83%) и 1,639 г полиэтиленгликоль
- 40 (440)моноаллилэфиракрилата (0,4% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 78%) в качестве сшивающего агента. К полученному раствору добавляют 9,6 г 10-процентного водного раствора сомономера №. 1 (аллил-10ЕО-Ь-10РО-ацетила), и с целью удаления растворенного кислорода через раствор мономеров в пластмассовом полимеризационном сосуде в течение 30 минут пропускают азот. При температуре 4°C инициируют полимеризацию путем последовательного
- 45 добавления 0,3 г персульфата натрия в 10 г дистиллированной воды, 0,07 г 35-процентного раствора пероксида водорода в 10 г дистиллированной воды и 0,015 г аскорбиновой кислоты в 2 г дистиллированной воды. По достижении конечной температуры (около 100°C) полученный гель измельчают в мясорубке и в течение двух часов сушат при 150°C в камерной сушилке с циркуляцией воздуха. Сухой

промежуточный продукт грубо измельчают, размалывают и разделяют на указанные выше фракции.

Использование 0,3% способного к полимеризации поверхностно-активного вещества и 0,2% легкой соды

Пример 1Е

В 963,843 г водного раствора акрилата натрия со степенью нейтрализации 70% мол. (в пересчете на акриловую кислоту) и общей концентрацией мономеров 40,29% растворяют 0,697 г полиэтиленгликоль(300)диакрилата (0,18% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 83%) и 1,475 г полиэтиленгликоль (440)моноаллилэфиракрилата (0,36% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 78%) в качестве сшивающего агента. К полученному раствору добавляют 9,6 г 10-процентного водного раствора сомономера №. 1 (аллил-10ЕО-Ь-10РО-ацетила), и с целью удаления растворенного кислорода через раствор мономеров в пластмассовом полимеризационном сосуде в течение 30 минут пропускают азот. При температуре 4°С добавляют 2 г тонкодисперсной кальцинированной соды (фирма Solvay), и инициируют полимеризацию путем последовательного добавления 0,3 г персульфата натрия в 10 г дистиллированной воды, 0,07 г 35-процентного раствора пероксида водорода в 10 г дистиллированной воды и 0,015 г аскорбиновой кислоты в 2 г дистиллированной воды. По достижении конечной температуры (около 100°С) полученный гель измельчают в мясорубке и в течение двух часов сушат при 150°С в камерной сушилке с циркуляцией воздуха. Сухой промежуточный продукт грубо измельчают, размалывают и разделяют на указанные выше фракции.

Поверхностное вторичное сшивание полученных, как указано выше, промежуточных продуктов (VP) осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°С в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 1А-1Е результаты приведены в таблице 2.

Таблица 2

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1А	0 %	0 %	30,8	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1В	0 %	0 %	31,3	25,9	0,28	70,8	25,0	107	22,4
1С	0 %	0,2 %	31,5	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
1D	0,3 %	0 %	31,3	26,0	0,35	54,4	24,4	75	20,9
1Е	0,3 %	0,2 %	31,4	26,0	0,56	54,7	24,9	91	24,1

Пример 2

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве поверхностно-активного вещества используют аллил-10РО-Ь-10ЕО-ацетил (продукт РЕ7087 фирмы Evonik Industries). Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и

карбоната. Поверхностное вторичное сшивание получаемых при этом промежуточных продуктов осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°C в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 2D и 2E результаты приведены в таблице 3.

Таблица 3

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1A	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1B	0 %	0 %	31,3*	25,9	0,28	70,8	25,0	107	22,4
1C	0 %	0,2 %	31,5*	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
2D	0,3 %	0 %	31,6*	26,1	0,36	53,5	24,6	102	17,9
2E	0,3 %	0,2 %	31,6*	26,2	0,59	52,3	24,6	93	23,0

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

Пример 3

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве поверхностно-активного вещества используют аллил-10ЕО-Ь-10РО-метил (продукт РЕ7086 фирмы Evonik Industries). Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и карбоната. Поверхностное вторичное сшивание получаемых при этом промежуточных продуктов осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°C в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 3D и 3E результаты приведены в таблице 4

Таблица 4

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1A	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1B	0 %	0 %	31,3**	25,9	0,28	70,8	25,0	107	22,4
1C	0 %	0,2 %	31,5**	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
3D	0,3 %	0 %	31,4*	26,7	0,30	55,2	24,5	123	19,5
3E	0,3 %	0,2 %	32,0**	27,3	0,56	55,7	25,3	76	25,1

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

Пример 4

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве добавки используют Pluriol® A111 R (фирма BASF). Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и карбоната.

Использование 0,3% способного к полимеризации поверхностно-активного вещества и 0,2% легкой соды

Пример 4D

В 963,601 г водного раствора акрилата натрия со степенью нейтрализации 70% мол. (в пересчете на акриловую кислоту) и общей концентрацией мономеров 40,30%

растворяют 0,775 г полиэтиленгликоль(300)диакрилата (0,2% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 83%) и 1,639 г полиэтиленгликоль (440)моноаллилэфиракрилата (0,4% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 78%) в качестве сшивающего агента. К полученному

раствору добавляют 9,6 г 10-процентного водного раствора сомономера №4 (Pluriol® A111 R фирмы BASF), и с целью удаления растворенного кислорода через раствор мономеров в пластмассовом полимеризационном сосуде в течение 30 минут пропускают азот. При температуре 4°C добавляют 2 г тонкодисперсной кальцинированной соды (фирма Solvay), и иницируют полимеризацию путем последовательного добавления 0,3 г персульфата натрия в 10 г дистиллированной воды, 0,07 г 35-процентного раствора пероксида водорода в 10 г дистиллированной воды и 0,015 г аскорбиновой кислоты в 2 г дистиллированной воды. По достижении конечной температуры (около 100°C) полученный гель измельчают в мясорубке и в течение двух часов сушат при 150°C в камерной сушилке с циркуляцией воздуха. Сухой промежуточный продукт грубо измельчают, размалывают и разделяют на указанные выше фракции.

Поверхностное вторичное сшивание полученных, как указано выше, промежуточных продуктов (VP) осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°C

в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 4А-4Е результаты приведены в таблице 5.

Таблица 5

Пример	Добавка ПАВ- моно- мера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [еди- ницы]	FHA [г/г]
1А	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1С	0 %	0,2 %	31,5	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
4С	0,3 %	0 %	29,2*	25,8	0,39	52,5	25,6	126	22,6
4D	0,3 %	0,2 %	29,1*	26,4	0,54	52,1	25,6	67	22,4
4Е	0,3 %	0,2 %	32,1**	27,6	0,51	51,5	26,0	43	21,2

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

Пример 5

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве поверхностно-активного вещества используют аллил-6ЕО-б-6РО-ацетил (продукт PE7514 фирмы Evonik Industries). Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и карбоната.

Использование 0,3% способного к полимеризации поверхностно-активного вещества и 0% легкой соды

Пример 5D

В 965,843 г водного раствора акрилата натрия со степенью нейтрализации 70% мол. (в пересчете на акриловую кислоту) и общей концентрацией мономеров 40,21% растворяют 0,697 г полиэтиленгликоль(300)диакрилата (0,18% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 83%) и 1,475 г полиэтиленгликоль (440)моноаллилэфиракрилата (0,36% в пересчете на содержание акриловой кислоты/сложного эфира, составляющее 78%) в качестве сшивающего агента. К полученному раствору добавляют 9,6 г 10-процентного водного раствора сомономера Nr. 5 (аллил-6ЕО-б-6РО-ацетила), и с целью удаления растворенного кислорода через раствор мономеров в пластмассовом полимеризационном сосуде в течение 30 минут пропускают азот. При температуре 4°C инициируют полимеризацию путем последовательного добавления 0,3 г персульфата натрия в 10 г дистиллированной воды, 0,07 г 35-процентного раствора пероксида водорода в 10 г дистиллированной воды и 0,015 г аскорбиновой кислоты в 2 г дистиллированной воды. По достижении конечной температуры (около 100°C) полученный гель измельчают в мясорубке и в течение двух часов сушат при 150°C в камерной сушилке с циркуляцией воздуха. Сухой промежуточный продукт грубо измельчают, размалывают и разделяют на указанные выше фракции.

Поверхностное вторичное сшивание полученных, как указано выше, промежуточных продуктов осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната,

воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°C в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 5С-5Е результаты приведены в таблице 6.

Таблица 6

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1А	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1С	0 %	0,2 %	31,5	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
5С	0,2 %	0,2 %	31,4**	27,3	0,52	58,8	26,0	93	20,6
5D	0,3 %	0 %	29,8*	25,6	0,40	57,5	25,1	114	23,1
5Е	0,3 %	0,2 %	30,4**	26,3	0,59	57,8	26,0	74	22,3

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

Пример 6

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве поверхностно-активного вещества используют аллил-6ЕО-Ь-6РО-гидроксил (продукт РЕ7316/02 фирмы Evonik Industries). Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и карбоната. Поверхностное вторичное сшивание полученных, как указано выше, промежуточных продуктов осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°C в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 6С-6Е результаты приведены в таблице 7.

Таблица 7

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1A	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1C	0 %	0,2 %	31,5	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
6C	0,2 %	0,2 %	30,7*	26,8	0,53	60,0	25,8	74	24,6
6D	0,3 %	0 %	31,1*	26,5	0,37	60,8	24,8	92	23,1
6E	0,3 %	0,2 %	31,7**	26,6	0,60	59,8	25,2	81	25,2

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

Пример 7

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве добавки используют Pluriol® A23 R фирмы BASF. Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и карбоната. Поверхностное вторичное сшивание полученных, как указано выше, промежуточных продуктов осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°C в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 7C-7F результаты приведены в таблице 8.

Таблица 8

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1A	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1C	0 %	0,2 %	31,5	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
7C	0,1 %	0,2 %	29,9*	25,8	0,56	62,5	25,4	90	24,4
7D	0,3 %	0 %	30,3*	26,0	0,35	65,0	25,5	115	23,9
7E	0,3 %	0,2 %	30,7**	27,9	0,56	64,0	26,4	64	25,2
7F	0,3 %	0,2 %	30,0*	26,4	0,62	63,4	25,4	77	24,6

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

Пример 8

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве поверхностно-активного вещества используют аллил-10РО-b-20ЕО-гидроксил (продукт РЕ7065 фирмы Evonik Industries). Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и карбоната. Поверхностное вторичное сшивание полученных, как указано выше, промежуточных продуктов осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°C в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 8D-8Е результаты приведены в таблице 9.

Таблица 9

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1A	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1B	0 %	0 %	31,3**	25,9	0,28	70,8	25,0	107	22,4
1C	0 %	0,2 %	31,5**	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
8D	0,3 %	0 %	33,1*	29,1	0,40	55,8	25,0	80	24,4
8E	0,3 %	0,2 %	33,0**	27,9	0,65	55,2	25,7	81	23,8

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

Пример 9

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве поверхностно-активного вещества используют аллил-10РО-Ь-20ЕО-метил (продукт РЕ7081 фирмы Evonik Industries). Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и карбоната. Поверхностное вторичное сшивание полученных, как указано выше, промежуточных продуктов осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°С в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 9D-9Е результаты приведены в таблице 10.

Таблица 10

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1A	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1B	0 %	0 %	31,3**	25,9	0,28	70,8	25,0	107	22,4
1C	0 %	0,2 %	31,5**	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
9D	0,3 %	0 %	31,3*	28,0	0,40	55,8	24,9	102	24,3
9E	0,3 %	0,2 %	32,2**	28,4	0,55	56,1	25,3	90	24,7

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

Пример 10 (сравнительный)

Опыты выполняют аналогично примеру 1, однако в качестве поверхностно-активного вещества используют натрий лаурилсульфозфир (фирма Hansa-Group AG, Дуйсбург). Натрий лаурилсульфозфир является поверхностно-активным веществом, который неспособен полимеризационно встраиваться в полимер. Варьируют количества указанного поверхностно-активного вещества и карбоната.

Поверхностное вторичное сшивание полученных, как указано выше, промежуточных продуктов осуществляют путем нанесения покрытия из раствора этиленкарбоната, воды, лактата алюминия и сульфата алюминия в процентном соотношении 1/3/0,4/0,3 (в пересчете на 100 г промежуточного продукта) и последующего нагревания при 170°C в течение 90 минут в сушильном шкафу.

Полученные согласно примерам 10D-10E результаты приведены в таблице 11.

Таблица 11

Пример	Добавка ПАВ-мономера	Добавка легкой соды	CRC (VP) [г/г]	CRC (SX) [г/г]	FSR (SX) [г/г/с]	OFS [мН/м]	AAP (0,7 psi) [г/г]	SFC (1,5 г) [единицы]	FHA [г/г]
1A	0 %	0 %	30,8*	25,9	0,29	70,1	24,6	123	22,1
1B	0 %	0 %	31,3**	25,9	0,28	70,8	25,0	107	22,4
1C	0 %	0,2 %	31,5**	28,3	0,46	68,6	25,7	83	23,3
10D	0,3 %	0 %	31,6*	28,3	0,42	38,0	24,9	68	16,2
10E	0,3 %	0,2 %	32,8**	28,2	0,57	37,5	25,2	62	16,3

* сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,2 % и 0,4 % в пересчете на акриловую кислоту)

** сшивание посредством PEG300DA / PEGMAE-A (соответственно 0,18 % и 0,36 % в пересчете на акриловую кислоту)

При использовании поверхностно-активного вещества, не способного к встраиванию в полимерные цепи, наблюдается значительное уменьшение показателя фиксированной предельной абсорбции (FHA).

Поверхностное натяжение (OFS) водопоглощающих полимеров из приведенных выше примеров, выполненных в соответствии с изобретением, составляет более 50 мН/м, предпочтительно более 55 мН/м, особенно предпочтительно более 60 мН/м и наиболее предпочтительно превышает 62 мН/м. Поверхностное натяжение не должно превышать 68 мН/м. Благодаря этому предпочтительно наблюдается минимизация повторного увлажнения подгузников (например, повторного увлажнения обратной стороны подгузников) и сохранение капиллярности суперабсорбера в абсорбирующем среднем слое подгузника, что соответствует высоким показателям фиксированной предельной абсорбции (FHA). Использование коротких блоков ЕО и РО в поверхностно-активных сомономеров позволяет избежать сильного снижения поверхностного натяжения (показателя OFS).

Одновременное использование поверхностно-активных сомономеров и карбоната предпочтительно обуславливает синергическое повышение показателей FSR и FHA. Указанный эффект согласно изобретению проявляется, в частности, в том, что водопоглощающие полимеры обладают поверхностным натяжением (OFS), составляющим более 60 мН/м. Кроме того, предлагаемые в изобретении водопоглощающие полимеры характеризуются оптимальными показателями CRC, SFC и AAP.

Как следует из приведенных в нижеследующей таблице данных, способные к сополимеризации поверхностно-активные вещества (поверхностно-активные мономеры SM) согласно изобретению удастся встраивать в сетчатую структуру полимерного гидрогеля. Экстрагируемые количества соответствующих полиэфиров указаны в последней колонке таблицы. Речь при этом идет о процентном количестве экстрагируемых полиэфиров в пересчете на общее количество используемых для полимеризации способных к сополимеризации поверхностно-активных веществ (SM).

Согласно изобретению в принципе обнаруживают менее 10% экстрагируемых поверхностно-активных веществ/поверхностно-активных мономеров. Данное обстоятельство служит подтверждением встраивания поверхностно-активного вещества в полимерную матрицу суперабсорбера.

Пример	Количество экстрагируемого полиэфира (ч.н.м.)	Процентное количество экстрагируемого полиэфира в пересчете на его исходное количество
1A	<10 ч.н.м.	-
1D	60	2,4 %
5D	150	6,0 %
7D	85	3,4 %
8D	90	3,6 %
9D	70	2,8 %

Результаты измерения удельной поверхности по БЭТ неожиданно показывают, что удельная поверхность по БЭТ предлагаемых в изобретении полимерных гидрогелей превышает аналогичный показатель базовых полимерных гидрогелей (без поверхностно-активных веществ и соды) на величину, достигающую 18%.

Результаты измерения удельной поверхности по БЭТ

Пример	Добавка поверхностно-активного мономера	Добавка легкой соды	Удельная поверхность по БЭТ [м ² /г]	Увеличение по сравнению с базовыми гидрогелями
1B	0 %	0 %	0,0296	Базовый гидрогель
4B	0 %	0,2 %	0,0320	+8 %
7E	0,3 %	0,2 %	0,0348	+18 %

Формула изобретения

1. Способ получения водопоглощающего полимера, который включает следующие стадии:

(i) смешивание:

(α1) от 0,1 до 99,999% масс., предпочтительно от 20 до 98,99% масс., особенно предпочтительно от 30 до 98,95% масс. способных к полимеризации, содержащих кислотные группы этиленненасыщенных мономеров или их солей, причем особенно предпочтительными являются смеси, содержащие по меньшей мере этиленненасыщенные мономеры с кислотными группами, предпочтительно акриловую кислоту,

(α2) от 0 до 70% масс., предпочтительно от 1 до 60% масс., особенно предпочтительно от 1 до 40% масс. способных к полимеризации этиленненасыщенных мономеров, способных сополимеризоваться с мономерами (α1),

(α3) от 0,001 до 10% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких сшивающих агентов,

(α4) от 0 до 30% масс., предпочтительно от 1 до 20% масс., особенно предпочтительно от 5 до 10% масс. водорастворимых полимеров, а также

(α5) от 0 до 20% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких вспомогательных веществ, причем сумма массовых количеств компонентов (α1)-(α5) составляет 100% масс.,

(ii) радикальную полимеризацию со сшиванием, целью которой является получение нерастворимого в воде, водного необработанного полимерного гидрогеля,

(iii) сушку полимерного гидрогеля,

(iv) измельчение и просеивание полимерного гидрогеля,

(v) поверхностное вторичное сшивание измельченного и просеянного полимерного гидрогеля, и

(vi) сушку и конфекционирование водопоглощающего полимера,

причем перед подачей инициатора и стартом радикальной полимеризации к водному раствору мономеров добавляют от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2%

масс., особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. по меньшей мере одного поверхностно-активного вещества, и при необходимости от 0,01 до 5% масс.,

предпочтительно от 0,02 до 2% масс., особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. порообразователя с размером частиц в интервале от 10 до 900 мкм в пересчете на водопоглощающие полимеры,

причем поверхностно-активные вещества способны к сополимеризации с мономерами (α1) и поверхностно-активное вещество выбрано из группы, включающей соединения формулы $R^1-(EO)_n\text{-блок-(PO)}_m\text{-}R^2$, в которой R^1 или R^2 означает метил, этил, н-пропил, изопропил, н-бутил, изобутил, н-пентил, 2-метилбутил, 2,2-диметилпропил, -ОН, ацетил или аллил, n означает число от 2 до 20 и m означает число от 2 до 20.

2. Способ получения полимерного гидрогеля, который включает следующие стадии:

(i) смешивание:

(α1) от 0,1 до 99,999% масс., предпочтительно от 20 до 98,99% масс., особенно предпочтительно от 30 до 98,95% масс. способных к полимеризации, содержащих кислотные группы этиленненасыщенных мономеров или их солей, причем особенно предпочтительными являются смеси, содержащие по меньшей мере этиленненасыщенные мономеры с кислотными группами, предпочтительно акриловую кислоту,

(α2) от 0 до 70% масс., предпочтительно от 1 до 60% масс., особенно предпочтительно от 1 до 40% масс. способных к полимеризации этиленненасыщенных мономеров, способных сополимеризоваться с мономерами (α1),

(α3) от 0,001 до 10% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких сшивающих агентов,

(α4) от 0 до 30% масс., предпочтительно от 1 до 20% масс., особенно предпочтительно от 5 до 10% масс. водорастворимых полимеров,

(α5) от 0 до 20% масс., предпочтительно от 0,01 до 7% масс., особенно предпочтительно от 0,05 до 5% масс. одного или нескольких вспомогательных веществ, причем сумма массовых количеств компонентов (α1)-(α5) составляет 100% масс.,

(ii) радикальную полимеризацию со сшиванием, целью которой является получение нерастворимого в воде, водного необработанного полимерного гидрогеля,

(iii) сушку полимерного гидрогеля,

(iv) измельчение и просеивание полимерного гидрогеля,

причем перед подачей инициатора и стартом радикальной полимеризации к водному раствору мономеров добавляют от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2% масс., особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. по меньшей мере одного

поверхностно-активного вещества, и при необходимости от 0,01 до 5% масс., предпочтительно от 0,02 до 2% масс, особенно предпочтительно от 0,07 до 1% масс. порообразователя с размером частиц в интервале от 10 до 900 мкм, соответственно в пересчете на полимерный гидрогель,

5 причем поверхностно-активные вещества способны к сополимеризации с мономерами ($\alpha 1$) и поверхностно-активное вещество выбрано из группы, включающей соединения формулы $R^1-(EO)_n$ -блок-(PO) $_m$ - R^2 , в которой R^1 или R^2 означает метил, этил, н-пропил, изопропил, н-бутил, изобутил, н-пентил, 2-метилбутил, 2,2-диметилпропил, -ОН, ацетил или аллил, n означает число от 2 до 20 и m означает число от 2 до 20.

10 3. Способ по п. 1 или 2, отличающийся тем, что поверхностно-активное вещество выбрано из группы, включающей соединения формулы $R^1-(EO)_n$ -блок-(PO) $_m$ - R^2 , в которой n предпочтительно означает число от 4 до 12 и m предпочтительно означает число от 3 до 12.

15 4. Способ по п. 1 или 2, отличающийся тем, что поверхностно-активное вещество выбрано из группы, включающей соединения формулы $R^1-(EO)_n$ -блок-(PO) $_m$ - R^2 , в которой n особенно предпочтительно означает число от 5 до 8 и m особенно предпочтительно означает число от 4 до 7.

20 5. Способ по п. 1 или 2, отличающийся тем, что значения индексов n и m в формуле $R^1-(EO)_n$ -блок-(PO) $_m$ - R^2 особенно предпочтительно удовлетворяют условию $2 \leq m \leq n \leq 20$.

6. Способ по п. 1 или 2, отличающийся тем, что остаток R^1 или R^2 означает метил, этил, н-пропил, изопропил, н-бутил, изобутил, н-пентил, 2-метилбутил, 2,2-
25 диметилпропил, -ОН, ацетил или аллил, предпочтительно один из остатков R^1 или R^2 означает аллил, в то время как другой остаток R^1 или R^2 означает ацетил или -ОН.

7. Способ по одному из пп. 1 или 2, отличающийся тем, что поверхностно-активное вещество и порообразователь совместно добавляют к раствору мономеров.

30 8. Способ по одному из пп. 1 или 2, отличающийся тем, что порообразователи являются порошками, состоящими из неорганических частиц.

9. Способ по одному из пп. 1 или 2, отличающийся тем, что порообразователи состоят из частиц соды.

10. Способ по одному из пп. 1 или 2, отличающийся тем, что предпочтительный размер частиц порообразователей составляет от 10 до 900 мкм, предпочтительно от 50
35 до 500 мкм, особенно предпочтительно от 100 до 450 мкм.

11. Способ по одному из пп. 1 или 2, отличающийся тем, что размер частиц более 35% масс. порообразователя составляет от 100 до 300 мкм.

12. Способ по одному из пп. 1 или 2, отличающийся тем, что скорость свободного набухания (показатель FSR) водопоглощающего полимера или полимерного гидрогеля
40 составляет от 0,3 до 0,65, предпочтительно от 0,35 до 0,60.

13. Способ по одному из пп. 1 или 2, отличающийся тем, что поверхностное натяжение водопоглощающего полимера или полимерного гидрогеля составляет более 50 мН/м, предпочтительно более 55 мН/м, особенно предпочтительно более 60 мН/м, наиболее предпочтительно более 62 мН/м.

45 14. Способ по одному из пп. 1 или 2, отличающийся тем, что проницаемость водопоглощающего полимера или полимерного гидрогеля (показатель SFC, навеска 1,5 г) составляет от 30 до 200, предпочтительно от 50 до 180, особенно предпочтительно от 70 до 150.

15. Водопоглощающий полимер, полученный по одному из пп. 1 и 3-14.

16. Полимерный гидрогель, полученный по одному из пп. 2 и 3-14.

17. Комбинированный материал, который содержит водопоглощающий полимер по п. 15 или полимерный гидрогель по п. 16.

5 18. Способ получения комбинированного материала, в соответствии с которым реализуют контакт водопоглощающего полимера по п. 15 или полимерного гидрогеля по п. 16 со вспомогательным компонентом.

19. Комбинированный материал, полученный способом по п. 18.

10 20. Химические продукты, представляющие собой пенопласты, формованные изделия, волокна, пленки, тонкие слои, кабели, уплотняющие материалы, поглощающие жидкость санитарно-гигиенические изделия, основы для средств регулирования роста растений или грибов, упаковочные материалы, добавки к почве или строительные материалы, содержащие водопоглощающий полимер по п. 15, полимерный гидрогель по п. 16 или комбинированный материал по п. 19.

15 21. Применение водопоглощающего полимера по п. 15, или полимерного гидрогеля по п. 16, или комбинированного материала по п. 19 в химических продуктах, представляющих собой пенопласты, формованные изделия, волокна, пленки, тонкие слои, кабели, уплотняющие материалы, поглощающие жидкость санитарно-гигиенические изделия, основы для средств регулирования роста растений или грибов,
20 упаковочные материалы, или добавки к почве для контролируемого высвобождения действующих веществ, или строительные материалы.

25

30

35

40

45