



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0414903-3 B1

(22) Data do Depósito: 29/09/2004

(45) Data de Concessão: 21/03/2017



(54) Título: COMPOSIÇÃO ABSORVENTE, MÉTODO PARA ABSORVER FLUIDOS, USO DE UM MATERIAL NANOCOMPÓSITO ABSORVENTE OU SUPERABSORVENTE, FRALDA, ARTIGO PARA INCONTINÊNCIA, PRODUTO DE HIGIENE FEMININA, DEPOSIÇÃO PNEUMÁTICA, ROUPA ABSORVENTE, BANDAGEM, E TAMPÃO CIRÚRGICO

(51) Int.Cl.: A61L 15/28; A61L 15/22; A61L 15/60; B01J 20/22

(30) Prioridade Unionista: 29/09/2003 CA 2,443,059

(73) Titular(es): LE GROUPE LYSAC INC.

(72) Inventor(es): MOHAMMED BERRADA; STÉPHANE CHEVIGNY; CLAUDE THIBODEAU

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"COMPOSIÇÃO ABSORVENTE, MÉTODO PARA ABSORVER FLUIDOS, USO DE UM MATERIAL NANOCOMPÓSITO ABSORVENTE OU SUPERABSORVENTE, FRALDA, ARTIGO PARA INCONTINÊNCIA, PRODUTO DE HIGIENE FEMININA, DEPOSIÇÃO PNEUMÁTICA, ROUPA ABSORVENTE, BANDAGEM, E TAMPÃO CIRÚRGICO"**.

CAMPO DA INVENÇÃO

[001] A presente invenção refere-se a novos materiais absorventes ou superabsorventes de polissacarídeo filossilicato, assim como a métodos para a sua produção.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[002] Os materiais absorventes de água tais como polímeros superabsorventes podem ser empregados em várias aplicações, tais como em produtos sanitários descartáveis (por exemplo, fraldas, artigos de incontinência, produtos de higiene feminina, deposições pneumáticas e roupas absorventes), artigos domésticos, materiais de vedação, umectantes para produtos agrícolas para o condicionamento de solo, perfuração de óleo, revestimentos anti-condensação, materiais de armazenamento de água em agricultura/horticultura, produtos de papel absorventes, bandagens e tampões cirúrgicos, cama de palha para animais de estimação, curativos de ferimento, e como absorventes químicos. Além disso, eles podem ser empregados em aplicações relacionadas com o transporte de alimentos frescos ou frutos do mar, e em aplicações de embalagem de alimentos.

[003] O maior uso de materiais superabsorventes, no entanto, é em produtos de higiene pessoal descartáveis. Estes produtos incluem, em ordem de volume de material superabsorvente usado, fraldas, calças de treinamento, produtos de incontinência do adulto e produtos de higiene feminina. Destes, as fraldas são responsáveis por mais de 85% da quantidade total de material superabsorvente vendida em

2002 (Ohmura K., *Nonwovens Industry*, 2003, 34(5), p. 24). Como um resultado, o desenvolvimento de materiais superabsorventes tem sido grandemente focalizado na criação de materiais tendo propriedades ideais para a absorção de urina.

[004] As diferenças significativas entre os numerosos fluidos a serem absorvidos pelos vários produtos absorventes descartáveis, propõe um desafio substancial a qualquer fabricante de produtos de higiene.

[005] No caso de fraldas, o fluido a ser absorvido é tipicamente urina, um fluido grandemente composto de água, sais e materiais nitrogenosos tais como uréia. No caso de produtos de higiene feminina, o fluido a ser absorvido é tipicamente menstruação, um fluido complexo que compreende água, fluidos mucosos, sais, proteínas, fibrinogênio, resíduos de sangue e célula (Björnberg, *Nonwovens World*, 2000, 9(2), pp 54-62). Em tais fluidos complexos, as células e materiais coagulados são demasiados grandes para difundir dentro das redes estruturais do material superabsorvente. Ao invés, eles absorverão na superfície das partículas que compõem o material superabsorvente. Devido à pressão osmótica elevada do material superabsorvente parcialmente intumescido, as células e materiais coagulados se tornarão desidratados, levando à formação de um camada quase impermeável circundante ao material superabsorvente. Esta camada essencialmente impermeável seriamente impedirá a eficácia do material superabsorvente. A natureza do material superabsorvente usada para absorver fluidos complexos tais como menstruação, deve portanto ser diferente daquela usada para absorver fluidos simples tais como urina.

[006] Vários métodos têm sido apresentados com respeito ao desenvolvimento de materiais superabsorventes capazes de absorver fluidos complexos tais como menstruação. No entanto, qualquer melhora na capacidade destes materiais superabsorventes especifica-

mente designados para absorver fluidos complexos, foi muitas vezes compensada por uma diminuição em sua capacidade em absorver fluidos simples. Além do mais, estes materiais superabsorventes especificamente designados são muitas vezes mais onerosos em comparação com os materiais superabsorventes produzidos com massa desenvolvidos principalmente para a absorção de fluidos simples tais como urina.

[007] O uso de materiais superabsorventes quimicamente tratados tendo uma capacidade intensificada em absorver fluidos complexos, foi anteriormente descrito em vários documentos (Potts et al. US P 6.350.711; Di Luccion et al. WO 01/91684). Embora considerados serem um tanto eficazes, estes materiais freqüentemente envolvem processos de fabricação complicados, que invariavelmente aumentam o custo dos materiais superabsorventes resultantes.

[008] Dos muitos métodos usados para projetar materiais superabsorventes capazes de absorver fluidos complexos, polímeros com base em planta, e argilas ou compostos minerais, foram observados de serem particularmente úteis.

[009] Existe uma demanda global para a substituição de matérias primas derivadas de petróleo com materiais fundamentados em plantas. O uso de amidos pré-gelatinizados semelhantes a vidro biodegradáveis como absorventes para líquido foi descrito por Le Groupe Lysac (Huppé et al. CA 2.308.537).

[0010] Foi observado que os amidos modificados podem interagir sinergisticamente com polissacarídeos contendo manose, polissacarídeos iônicos, proteínas de formação de gel ou misturas destes (Bergeon, CA 2.426.478). Estas interações sinérgicas foram observadas serem especificamente úteis na formulação de materiais absorventes. As características de absorção destes amidos modificados podem ser atribuídas à amilopectina, um polímero ramificado de peso molecular

elevado de glicose. Foi observado que a amilopectina, quando reticulada ou submetida a uma rede, fornece materiais tendo propriedades absorventes melhoradas (Le Groupe Lysac; Thibodeau et al. (CA 2.462.053)).

[0011] Le Groupe Lysac (Couture et al., CA 2.362.006) tinha anteriormente descrito polissacarídeos reticulados de polietileno glicol como sendo absorventes particularmente úteis. Outros polissacarídeos modificados tendo propriedades absorvente melhoradas foram anteriormente relatados por Qin et al. (US P 5.550.189; US P 5.498.705; e US P 5.470.964); Besemer et al. (WO 0035504A1; WO 0134656A1; e WO 9929352A1); Chung-Wai et al. (US P 5.932.017; US P 6.231.675; e US P 6.451.121); Shah et al. (US P 5.718.770); Shi et al. (US P 6.277;186); assim como por Beenackers A. A. C. M. et al. (*Carbohydr. Polym.*, 2001, 45, 219-226).

[0012] O uso de galactomananas, reticuladas com borato ou íons de zircônio, como polissacarídeos absorventes, foi descrito em várias patentes: US P 4.642.868; US P 4.333.461; JP 2002-253961; JP 2002-035037; JP 2001-278998; JP 2002-037924; JP 2002-053859; JP 2001-120992; JP 2002-053859; e JP 2001-226525. No entanto, estes polissacarídeos sofrem de sinérese e problemas de circulação de gel.

[0013] Cottrell et al. (US P 5.536.825 e US P 5.489.674) descreveu o uso de galactomananas purificadas por solvente (metanol ou isopropanol) como polissacarídeos absorventes. Além disso, Annergren et al. (WO 0021581A1) descreveu que a impregnação de polissacarídeos reticuláveis em metanol fornece um material que apresenta absorvência superior. Entretanto, o uso de álcoois transmite custos de processo aumentados além de requerer precauções ambientais adicionais.

[0014] Mesmo embora o uso de materiais absorventes com base em polissacarídeo em produtos de tratamento pessoal seja conhecido, eles não possuem ganho na aceitação geral em tais aplicações. Isto é

devido, pelo menos em parte, as suas propriedades absorventes sendo geralmente inferiores aos materiais absorventes sintéticos tais como poliacrilatos. Além disso, muitos dos materiais com base natural apresentam propriedades de absorção fracas, particularmente quando submetidos às pressões externas. Muitos materiais com base natural tendem a formar massas gelatinosas macias, quando intumescidos com um líquido. Quando empregados em produtos absorventes, a presença de tais massas gelatinosas macias tende a impedir a passagem de líquidos (tais como soluções fisiológicas ou soluções aquosas) através da matriz fibrosa em que o material absorvente é incorporado. Este fenômeno é conhecido como bloqueio de gel. Assim que o bloqueio de gel ocorre, subsequentes insultos de líquido não podem ser eficientemente absorvidos pelo produto, e o produto tende a vaziar.

[0015] As argilas e outras composições minerais tais como terra diatomácea são ambientalmente amigáveis, naturalmente abundantes e econômicas. Mesmo embora muitos tipos de argila sejam conhecidas com relação a suas propriedades de absorção de líquido, seu uso é freqüentemente restrito devido à suas propriedades dispersivas coloidais em água. O uso de argilas em mistura com outros ingredientes tais como polímeros, foi anteriormente apresentado.

[0016] Burkholder et al. (US P 3.935.363) descreveu que minerais de argila tendo propriedades de absorção de água intensificadas podem ser obtidos quando floculados em agregados granulares usando pequenas quantidades de uma solução de sal inorgânico e/ou agente de floculação polimérico solúvel em água tal como ácido poliacrílico, seguido por secagem.

[0017] As misturas físicas de argilas e poliacrilatos também foram relatados por Shinji et al. (JP 10-244249), Kobayashi et al. (US P 5.489.469), McKinley et al. (US P 4.500.670), Richman et al. (US P 4.454.055), Sun et al. (US P 6.124.391), Roe et al. (US P 5.419.956) e

Schöne (US P 6.175.055).

[0018] As misturas físicas de superabsorventes tendo agragados de argila em sua superfície para os auxiliar na absorção de fluidos fisiológicos foram apresentados por Herfert et al. (US2004018006 A1) e Reeves et al. (US P 6.387.495 e US P 6.376.011).

[0019] Uma mistura de uma argila bentonita (> 85%) e um hidrocolóide polimérico orgânico insolúvel em água instumescível em água, tendo absorvência melhorada para uso em aplicações de cama de palha para gato foi descrita por Woodrum (US P 4.914.066). As camas de palha para gato compreendendo galactomananas reticuladas por bórax e bentonita foram descritas por Marshall (US20040035369).

[0020] Uma mistura seca de kieselguhr (terra diatomácea) e matrizes de gel orgânico (CMC, amido, dextrose, gelatina, etc.) para uso em tampões absorventes para acondicionamento de alimentos foi descrita por Marx (US P 4.615.923).

[0021] Uma mistura seca incluindo polímeros iônicos tais como carboximetil celulose, reticuladores iônicos e argilas foi descrita por Brander (US P 6.376.034 e US 5.820.955). Estas misturas foram descrita como sendo particularmente úteis em aplicações de acondicionamento de alimentos como tampões absorventes.

[0022] As misturas físicas de polissacarídeo-argila, mesmo embora oferecendo desempenhos sinérgicos com referência a suas propriedades de absorção, não possuem as capacidades de absorção de polissacarídeos modificados ou polímeros sintéticos.

[0023] Os nanocompósitos constituem uma classe relativamente nova de materiais. Como subentendido pelo termo "nanocompósitos", os constituintes que confeccionam o material nanocompósito são de tamanho nanômetro; um nanômetro sendo um milionésimo de um milímetro. Os materiais nanocompósitos muitas vezes apresentam propriedades, refletivas dos materiais que confeccionam o compósito. Os

materiais nanocompósitos podem ser sintetizados usando técnicas surpreendentemente simples e econômicas.

[0024] As argilas são compostas de filossilicatos, também referidos como silicatos semelhantes a metal laminado. Estes silicatos possuem uma espessura de cerca de 1 nanômetro (nm), embora tendo um comprimento e uma largura variando de 300 a 500 nm. O tamanho, composição e forma dos filossilicatos variarão dependendo da fonte de argila. Os cátions tais como íons de cálcio, magnésio, sódio ou potássio são localizados entre os filossilicatos, em uma disposição "tipo sanduíche". Após exposição a um ambiente aquoso, estes cátions se tornam hidratados, aumentando o espaço entre os distintos filossilicatos, resultando em um intumescimento da argila.

[0025] Os nanocompósitos de filossilicato são materiais compreendendo uma dispersão em nanoescala de filossilicatos em uma rede polimérica. Os nanocompósitos de filossilicato típicos são nanocompósitos esfoliados, nanocompósitos intercalados e nanocompósitos semi-esfoliados.

[0026] Os nanocompósitos esfoliados são também referidos como "dispersões de filossilicato". Dentro destes nanocompósitos esfoliados, os filossilicatos são deslaminados e uniformemente dispersos através da rede polimérica.

[0027] Os nanocompósitos intercalados são também referidos como "nanocompósitos sanduíches". Os nanocompósitos intercalados são compostos de camadas de filossilicato-polímero de repetição e alternantes.

[0028] Os nanocompósitos semi-esfoliados são compostos de argilas parcialmente esfoliadas. Dentro destes nanocompósitos semi-esfoliados, as argilas são deslaminadas em unidades menores que compreendem cerca de 45 a 70 blocos de filossilicato. As argilas geralmente compreendem unidades tendo de cerca de 85 a 140 blocos

de filossilicato como definido por Chenu et al. (*Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, 1990, Série 2, 310 (7 série 2), PP. 975-980). Estas unidades de filossilicato menores são dispersas uniformemente em toda rede polimérica.

[0029] Os nanocompósitos podem ser preparados por numerosas técnicas. A técnica mais comum envolve troca de íon dos cátions localizados no espaçamento intercamada das argilas usando tensoativos catiônicos (moléculas catiônicas que carregam cadeias alifáticas C₈-C₃₀). Esta técnica foi primeiro relatada por Okada et al. (*Mat. Res. Soc. Proc.*, 1990, 171, 45-50) e subseqüentemente por Pinnavaia et al. (US P 6.261.640; US P 6.414.069 e US P 6.261.640).

[0030] As técnicas para aumentar o espaçamento intercamada entre os filossilicatos que confeccionam as argilas foram apresentadas por Beall et al. (US P 6.228.903 e US P 5.760.121); Lan et al. (US P 6.399.690); Qian et al. (US P 6.407.155); Zilg et al. (US P 6.197.849), Ross et al. (US P 6.521.690); Barbee et al. (US20020169246 A1); Ishida (US P 6.271.297); Powell et al. (US P 6.730.719); Knudson et al. (US20020165305 A1); Lorah et al. (US20030060555 A1); Fischer et al. (US P 6.579.927) e Bagrodia et al. (US P 6.586.500).

[0031] Os nanocompósitos também foram preparados usando as técnicas fisico-químicas tais como extrusão, liofilização e tratamentos de onda ultrassônica, como apresentado por Torkelson et al. (WO 2004043663); Lee et al. (US20030134942 A1); Nobuyoshi (JP 02-203936), e McClelland et al. (CA 2.352.502).

[0032] O uso de argilas organofílicas tais como bentonita de quartênio-18 ativada para a absorção e desativação de enzimas proteolíticas fecais, foi apresentado por Shulz (US P 5.869.033). Estas argilas organofílicas foram usadas para impedir a brotoeja da fralda.

[0033] Os géis orgânicos-inorgânicos híbridos para uso em composições cosméticas ou farmacêuticas foram descritas por Lahanas et

al. (US P 6.042.839); Udagawa (JP 09-187493); Collin et al. (EP 1327435 A1); e Chevalier et al. (EP 1203789 A1). Entretanto, estes géis não foram relatados como materiais absorventes para uso em aplicações relacionadas com a higiene.

[0034] Amidos também foram relatados como sendo usados como componentes em materiais nanocompósitos. Os compósitos de copolímero de álcool amido/etileno-vinílico reforçados foram relatados por Reis et al. (J. Adv. Polym. Technol. 1997, 16, 263). Compósitos de caulim calcinado/amido termoplástico foram apresentados por DeCarvalho et al. (*Carboidr. Polym.* 2001, 45 (2), 189-194). Os híbridos de amido montmorilonita/termoplástico foram descritos por Parl et al. (*Macromolecular Materials and Engineering*, 2002, 287(8), pp. 553-558, J. of Mat. Sci, 2003, 39 (5), pp. 909-915) e McGlashan et al. (Polymer International, 2003, 52(11), PP 1767-1773). No entanto, estes materiais nanocompósitos contendo amido não foram relatados como apresentando propriedades absorventes.

[0035] O uso de quitosano nos materiais nanocompósitos também foram relatados. O quitosano catiônico, intercalado em montmorilonita, foi apresentado por Darder et al. (*Chemistry of materials*, 2003, 15 (20), PP 3774-3780). Um nanocompósito montmorilonita de quitosano enxertado por butil-acrilato, foi relatado por Li et al. (*Radiation physics and chemistry*, 2004, 69(6) APR, PP 467-471). O uso de xantana e escleroglucano em materiais nanocompósitos também foi relatado.

[0036] Os nanocompósitos superabsorventes produzidos a partir de monômeros etilenicamente insaturados foram relatados por Eiji et al. (JP 04-290547). Mesmo embora tendo uma capacidade de absorção e retenção elevada, eles são produzidos a partir de fontes não renováveis e são geralmente não biodegradáveis nem hipoalergênicos. Os nanocompósitos de poliacrilamida foram relatados por M'Bodj, O. et al. (*Journal of Colloid and interface science*, 2004, 273(2) (May 15),

PP 675-684).

[0037] A poliacrilamida enxertada com amido constitui um dos superabsorventes com a absorção de água mais elevada (Riccardo P.O., *Water-Absorbent Polymers: A Patent Survey. J. Macromol. Sci., Rev. Macromol. Chem. Phys.*, 1994, 607-662 (p. 634) e referências nele citadas). No entanto, devido aos custos elevados de produção e resistência de gel inferior, as aplicações de poliacrilamida enxertada por amido são limitadas.

[0038] A síntese e propriedades de compósitos superabsorventes de poliacrilamida enxertada por amido/argila tendo propriedades absorventes acentuadas, foram relatadas por Jihuai Wu et al. (*Macromol. Rapid Commun.* 2000, 21, (15), pp 1032-1034, *Polymer*, 2003, 44(21), PP 6513-6520). No entanto, estes materiais compósitos não são nem biodegradáveis nem hipoalergênicos.

[0039] Infelizmente, a maioria dos materiais com base em polissacarídeo modificado não possui propriedades absorventes comparáveis a muitos dos materiais sintéticos altamente absorventes, severamente limitando seu uso como materiais absorventes em produtos de higiene pessoal.

[0040] Assim permanece uma necessidade de materiais nanocompósitos altamente absorventes de polissacarídeo-argila adequados para uso em produtos de higiene pessoal assim como métodos para a produção destes materiais nanocompósitos altamente absorventes.

[0041] A presente invenção procura ir ao encontro destas e outras necessidades.

[0042] A presente invenção se refere a vários documentos, cujo conteúdo dos quais é aqui incorporado por referência em sua totalidade

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[0043] A presente invenção refere-se a novos materiais absorven-

tes ou superabsorventes. Mais especificamente, a presente invenção refere-se a materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos. Ainda mais especificamente, a presente invenção refere-se aos materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos absorventes ou superabsorventes biodegradáveis. Os polissacarídeos absorventes ou superabsorventes biodegradáveis podem ser auto-emanhados em um padrão semelhante a vidro e/ou podem ser reticulados. Além do mais, os materiais nanocompósitos superabsorventes da presente invenção são preferivelmente materiais sólidos secos tendo boas propriedades de intumescimento por fluido.

[0044] Em uma modalidade preferida, a presente invenção refere-se a novos materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato absorventes ou superabsorventes compreendendo galactomananas ou amidos modificados.

[0045] A presente invenção também refere-se ao uso dos materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos em produtos sanitários descartáveis tais como, por exemplo, fraldas, artigos de incontinência, produtos de higiene feminina, deposições pneumáticas e roupas absorventes. Além do mais, a presente invenção refere-se ao uso dos materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos em artigos domésticos, materiais de vedação, umectantes para produtos agrícolas para o condicionamento de solo, mineração e perfuração de óleo, revestimentos anti-condensação, materiais de armazenamento de água em agricultura/horticultura/silvicultura, produtos de papel absorventes, bandagens e tampões cirúrgicos, absorventes para derramamentos químicos, géis poliméricos para produtos cosméticos e farmacêuticos, neve artificial e em técnicas de combate ao fogo. Além disso, a presente invenção refere-se ao uso dos materiais nanocom-

pósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos em aplicações relacionadas com o transporte de alimento fresco ou frutos do mar assim como aplicações em acondicionamento de alimentos.

[0046] Em uma outra modalidade preferida, a presente invenção também refere-se ao uso de materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos para a absorção de líquidos, exemplos não limitativos dos quais incluem água, soluções aquosas, fluidos fisiológicos e soluções salinas.

[0047] A presente invenção também refere-se às composições incluindo um material nanocompósito superabsorvente que compreende polissacarídeos e filossilicatos e um material co-absorvente.

[0048] Finalmente, a presente invenção refere-se a métodos para a preparação de materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos.

[0049] Em mais uma outra modalidade, a presente invenção refere-se aos métodos para a preparação de materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos absorventes ou superabsorventes biodegradáveis.

[0050] Outro escopo e aplicabilidade se tornarão evidentes a partir da descrição detalhada dada em seguida. Deve ficar compreendido, no entanto, que esta descrição detalhada, enquanto indicação das formas de realização preferidas da invenção, é dada por meio de ilustração somente, visto que várias mudanças e modificações dentro do espírito e escopo da invenção se tornarão evidentes para aqueles qualificados na técnica.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[0051] Tendo assim de uma forma geral descrito a invenção, referência agora será feita aos desenhos que acompanham, mostrando por meio de ilustração uma modalidade desta, e em que:

[0052] A Figura 1 ilustra um micrografo eletrônico de varredura (Ampliação 7.000 vezes) de uma bentonita de cálcio a 20% (p/p) (Minelco MB 300) - nanocompósito de guar bórax (exemplo 7).

[0053] A Figura 2 ilustra um micrografo eletrônico de varredura (Ampliação 7.000 vezes) de guar bórax prístino (exemplo comparativo II).

[0054] A Figura 3 ilustra um micrografo eletrônico de varredura (Ampliação 7.000 vezes) de uma bentonita a 9,1% (p/p) (Bentonite Performance Minerals) - nanocompósito de amido semelhante a vidro (exemplo 1).

[0055] A Figura 4 ilustra um micrografo eletrônico de varredura (Ampliação 7.000 vezes) de amido semelhante a vidro prístino (exemplo comparativo I).

[0056] A Figura 5 ilustra um micrografo de força atômica de uma bentonita de cálcio (p/p) (Minelco MB 300) - nanocompósito de guar bórax (exemplo 7); blocos de filossilicato, indicando um padrão semi-esfoliado, foram marcados como PHB.

[0057] A Figura 6 ilustra um micrografo de força atômica de guar bórax prístino (exemplo comparativo II).

[0058] A Figura 7 ilustra um espectro de difração de raio X de uma bentonita a 9,1% (p/p) (Bentonite Performance Minerals) - nanocompósito de amido semelhante a vidro (exemplo 1).

[0059] A Figura 8 ilustra um espectro de difração de raio X de uma bentonita a 23,1% (p/p) (Bentonite Performance Minerals) - nanocompósito de amido semelhante a vidro (exemplo 2).

[0060] A Figura 9 ilustra um espectro de difração de raio X de amido semelhante a vidro prístino (exemplo comparativo 1).

[0061] A Figura 10 ilustra um espectro de difração de raio X de bentonita (Bentonite Performance Minerals, pó LD-12).

[0062] A Figura 11 ilustra um espectro de difração de raio X de

uma bentonita a 20% (p/p) (Minerals MB 300) - nanocompósito de guar bórax (exemplo 7).

[0063] A Figura 12 ilustra um espectro de difração de raio X de bentonita (Minerals MB 300).

[0064] A Figura 13 ilustra um espectro de difração de raio X de guar-bórax prístino (exemplo comparativo II).

[0065] A Figura 14 ilustra um aparelho de formação de núcleo absorvente dentro do qual polpa de felpa e partículas superabsorventes são transportadas e depositadas em um filtro não tecido termoligado, usando corrente de ar de alta velocidade. O aparelho de formação de núcleo absorvente usa ar comprimido (790 KPa), liberado por um compressor que é conectado ao aparelho através de uma mangueira flexível (1). Um regulador de ar pressurizado é conectado ao compressor. A polpa de felpa e os materiais absorventes e superabsorventes são introduzidos na câmara de mistura (2) do aparelho de formação de núcleo absorvente através de um funil (3). A polpa de felpa e os materiais absorventes e superabsorventes são cuidadosamente misturados na câmara de mistura usando um propulsor de 6 lâminas (4) conectado a um motor elétrico (5). O propulsor é localizado a 59,4 mm acima de uma tela de malha 4 (6). Uma escova (10) é posicionada acima da rede; a escova se esfrega contra a rede. As partículas pequenas o bastante para passar através da rede são depois transportadas para uma segunda câmara de mistura (7) através de uma corrente de ar, da qual elas são transportadas para uma célula de formação de partícula (8) (ilustrada com maiores detalhes na Figura 20). Uma câmara de vácuo de ar (9) é localizada debaixo da célula de formação de partícula. A câmara de vácuo é conectada a um limpador a vácuo. O processo de formação de núcleo pode ser observado através de uma janela de visualização (11).

[0066] A Figura 15 ilustra um extrusor de duas hélices (TSE) (12)

incluindo uma placa matriz (13); o diâmetro do barril é ilustrado como Db, e compreende seções de aquecimento Tb1, Tb2, Tb3, Tb4, Tb5, Tb6, Tb7, Tb8 e Td.

[0067] A Figura 16 ilustra uma modalidade de um elemento de rosca de avanço condutora dupla como usado no TSE; nesta modalidade, o passo da rosca de avanço condutora dupla (14) era 50,8 mm, a amplitude de fuga (15) era 1,5 mm, e os diâmetros internos (16) e externos (17) eram 27,7 e 48,9 mm respectivamente.

[0068] A Figura 17 ilustra uma modalidade de um elemento de rosca condutora única como usado no TSE; nesta modalidade, o passo da rosca condutora única (20) era 12,7 mm, a amplitude de fuga (21) era 2,7 mm, e os diâmetros internos (18) e externos (19) eram 27,7 e 38,3 mm respectivamente.

[0069] A Figura 18 ilustra um elemento de bloco propulsor (24) como usado no TSE, e incluindo sete elementos de bloco únicos tendo um ângulo alternante dianteiro de 30°; nesta modalidade um elemento de bloco propulsor único (22) tinha uma amplitude (23) de 12,7 mm, os diâmetros internos (25) e externos (26) eram 27,7 e 48,9 respectivamente.

[0070] A Figura 19 ilustra uma modalidade da geometria assim como a seção transversal da matriz (30) (ao longo da linha A-A) como usado no TSE; nesta modalidade, a matriz tinha duas aberturas (27) de 6 mm (diâmetro) respectivamente, o espaçamento (29) entre as aberturas da matriz era de 30 mm, o espaçamento máximo (28) entre os barris helicoidais era de 89 mm, o diâmetro do barril (31) era de 50 mm, o comprimento da parte cilíndrica da matriz (34) era de 38 mm e seu diâmetro (32) era de 30 mm, o comprimento da transição cônica (35) da parte cilíndrica para a abertura da matriz era de 20 mm, e o volume de extrusado total (33) da matriz era de 250 cm³.

[0071] A Figura 20 ilustra uma vista em corte transversal da célula

de formação de partícula superabsorvente; um funil (36) é posicionado sobre uma célula de moldagem (37) em que um núcleo absorvente (40) é produzido; no fundo da célula de moldagem está localizado uma tela de malha 20 (38); a tela é posicionada abaixo de um filtro não tecido termoligado de polipropileno Dounor® 23 GSM (gramas per metro quadrado) (39), retendo as partículas finas de felpa e absorventes na célula de moldagem (37); o ar que passa através da célula de moldagem é transportada para uma câmara de vácuo (11) conectada a um vácuo; após completar a formação do núcleo absorvente, a célula de moldagem (37) foi removida por uma placa manipulada (41).

[0072] A Figura 21 ilustra uma vista em corte transversal de um esquema duplo C de uma deposição pneumática não tecido (44); o superabsorvente (45) é colocado dentro da seção principal (42) e as duas seções flexíveis (43) são dobradas e coladas uma sobre a outra.

[0073] A Figura 22 ilustra o comportamento FSC e CRC de um nanocompósito de guar-bórax (3% bentonita), como uma função de distribuição de tamanho de partícula.

[0074] A Figura 23 ilustra o comportamento FSC e CRC de um guar-bórax prístino como uma função de distribuição de tamanho de partícula.

[0075] A Figura 24 ilustra os cinéticos de absorção de guar-bórax, (30% bentonita - nanocompósito de guar bórax e, 40% bentonita - nanocompósito guar bórax.

[0076] A Figura 25 ilustra um "cilindro de reumedecimento" usado para medir as características de reumedecimento para fraldas simuladas. As extremidades opostas do cilindro (46) são compostas de Plexiglas™, e possuem um orifício (47) que mede 2,5 cm de diâmetro em seu centro. Ambos os orifícios são conectados por um cilindro interno (48), criando um vazio (49) entre o cilindro externo (50) e o cilindro interno (48). Um peso (51), sustentado por dois parafusos (52), é posici-

onado dentro deste vazio. O peso leva a massa total do cilindro para 3,87 kg. O cilindro interno (48) é depois suprido com água (53).

[0077] DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[0078] A presente descrição se refere a vários termos químicos rotineiramente usados. Não obstante, as definições dos termos selecionados são fornecidos para clareza e consistência.

[0079] Como aqui usado, o termo "Capacidade de Intumescimento Livre", também chamado "Absorção Total" se refere à quantidade (g) de fluido absorvido per grama da composição. Os fluidos típicos são sangue, sangue sintético e soluções salina (solução de NaCl a 0,9% peso/peso, em seguida chamada de solução de NaCl a 0,9% ou salina).

[0080] Como aqui usado, o termo "Capacidade de Retenção do Centrifugador" (CRC) também chamado de "Retenção", se refere à quantidade (g) do fluido retido per grama da composição, seguinte a exposição da composição a uma força de centrifugação de 250G. Os fluidos típicos são sangue, sangue sintético e soluções salina (solução de NaCl a 0,9% peso/peso, em seguida chamada de solução de NaCl a 0,9% ou salina).

[0081] Como aqui usado, o termo "Absorção Sob Carga" (AUL) em 2,1 kpa, 4,8 kpa ou 6,2 kpa 0,3 psi, 0,7 psi ou 0,9 psi, também chamado "Absorção Contra Pressão", se refere à quantidade (g) de fluido absorvido per grama de composição. Os fluidos típicos são sangue, sangue sintético e soluções salina (solução de NaCl a 0,9% peso/peso, em seguida chamada de solução de NaCl a 0,9% ou salina).

[0082] Como aqui usado, o termo "reumedecer" ou "umedecimento de retorno" se refere a uma característica física de uma fralda, um toalha sanitária, uma deposição pneumática, um núcleo de absorvente ou uma peça de roupa de incontinência, que mede a capacidade destes produtos absorventes de reter os fluidos sob a pressão aplicada (4,8

kpa 0,7 psi).

[0083] Como aqui usado, o termo "área de mancha" ou "difusão" se refere a uma característica física de uma fralda, um toalha sanitária, uma deposição pneumática, um duplo C, um núcleo de absorvente ou uma peça de roupa de incontinência, que mede a área de manchamento (cm^2) produzida por uma dada quantidade de um líquido.

[0084] Como aqui usado, o termo "tempo de penetração" se refere a uma característica física de uma fralda, um toalha sanitária, uma deposição pneumática, um núcleo de absorvente ou uma peça de roupa de incontinência, que mede o tempo tomado por um produto absorvente para absorver uma dada quantidade de um líquido.

[0085] Como aqui usado, o termo "nanocompósito(s)" se refere aos materiais compreendendo uma dispersão em nanoescala de filossilicatos em uma rede polimérica. Os nanocompósitos de filossilicato típicos são os nanocompósitos esfoliados, nanocompósitos intercalados e nanocompósitos semi-esfoliados.

[0086] Como aqui usado, o termo "filossilicatos" ou "silicatos semelhantes a metal laminado", se refere a aluminossilicatos tendo uma espessura de cerca de 1 nm, embora tendo um comprimento e uma largura variando de 300 a 500 nm. Os filossilicatos são um constituinte principal das argilas. O tamanho, composição e forma dos filossilicatos variarão dependendo das fontes de argila. Os filossilicatos tipicamente possuem a fórmula molecular geral: $\text{Al}_2\text{O}_3 \bullet 4 \text{SiO}_2 \bullet \text{H}_2\text{O}$.

[0087] Como aqui usado, o termo "nanocompósitos intercalados", também referidos como "nanocompósitos sanduíches", se refere aos nanocompósitos compostos de camadas poliméricas de filossilicato de repetição e alternantes. Dentro destes nanocompósitos intercalados, o espaçamento entre as camadas de filossilicato é aumentado para fornecer a inserção de um polímero.

[0088] Como aqui usado, o termo "nanocompósitos esfoliados",

também referido como "dispersões de filossilicato" se refere aos nanocompósitos compreendendo filossilicatos deslaminados que são dispersos através de uma rede polimérica.

[0089] Como aqui usado, o termo "nanocompósitos semi-esfoliados", se refere aos nanocompósitos compreendendo argilas parcialmente esfoliadas. Dentro destes nanocompósitos semi-esfoliados, as argilas são deslaminadas em unidades menores compreendendo de cerca de 45 a 70 blocos de filossilicato. As argilas geralmente compreendem unidades tendo de cerca de 85 a 140 blocos de filossilicato como definido por Chenu et al. (*Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Série 2*, 1990,310 (7 série 2), PP. 975-980). Dentro destes nanocompósitos semi-esfoliados, as unidades de filossilicato menores são dispersas uniformemente através do polímero.

[0090] Como aqui usado, o termo "polissacarídeo" se refere a polímeros que compreendem uma cadeia principal consistindo principalmente (pelo menos 90%) de unidades de repetição de monossacarídeo e/ou unidades de repetição de monossacarídeo derivatizado. Exemplos não limitativos incluem amidos, amidos modificados, amilopectina, amilopectina modificada, amilose, amilose modificada, quitosano, quitina, goma guar, goma guar modificada, goma de alfarroba, goma *tara*, goma konjac, farinha konjac, goma de feno-grego, goma de algarrobeira, mananas de aloé, celulose, celulose modificada (exemplos representativos incluem celulose carboxialquilada e carboximetil celulose), polissacarídeos oxidados, polissacarídeos sulfatados, polissacarídeos catiônicos, pectina, goma arábica, goma caraia, xantana, carrageninas kapa, iota ou lambda, ágar-ágar e alginatos. Exemplos não limitativos de polissacarídeos com base em manose incluem goma guar, goma *tara*, goma de alfarroba, konjac, goma de algarrobeira, e extratos de feno-grego.

[0091] Como aqui usado, o termo "unidade de monossacarídeo",

se refere às aldoses ou cetoses C₅-C₆ cíclicas. Exemplos não limitativos de aldoses C₅-C₆ incluem alose, altrose, glicose, manose, gulose, idose, galactose, talose, ribose, arabinose, xilose, lixose. Exemplos não limitativos de cetoses C₅-C₆ incluem ribulose, xilulose, frutose, sorbose e tagatose.

[0092] Como aqui usado, o termo "derivados de monossacarídeo" se refere a qualquer unidade de monossacarídeo química ou enzimaticamente modificada.

[0093] Como aqui usado, o termo biodegradável se refere a qualquer substância que é degradada em pelo menos 50%, dentro de 56 dias ou menos, de acordo com o método de teste OECD 302B. Um exemplo não limitativo específico de substâncias biodegradáveis são os polissacarídeos.

[0094] Como aqui usado, o termo "deposição pneumática" se refere a um tipo de núcleo absorvente, geralmente localizado dentro de toalhas sanitárias e fraldas de bebê. As deposições pneumáticas são fabricadas usando fibras "fluff" de celulose. No entanto, eles podem ser fabricados usando materiais absorventes ou superabsorventes, e/ou fibras de bicomponente. As deposições pneumáticas são geralmente fabricadas usando uma suspensão em ar de partículas e fibras que são forçadas a se depositar em uma tela submetida a vácuo. O depósito resultante é depois comprimido, resultando em uma deposição pneumática.

[0095] Como aqui usado, o termo "duplo C" se refere a um tipo de núcleo absorvente, geralmente localizado dentro de toalhas sanitárias, que é fabricado usando uma deposição pneumática (ver a Figura 21). O espaçamento interior do "duplo C" geralmente compreende materiais superabsorventes.

[0096] Como aqui usado, o termo "prístino" se refere a um polissacarídeo que não compreende qualquer dispersão de filossilicato (isto

é, não um nanocompósito).

[0097] Como aqui usado, o termo "tempo de permanência" se refere ao tempo tomado por um material para passar através do extrusor, a partir do orifício de admissão da alimentação até a matriz. O tempo de permanência é geralmente medido mediante a adição de uma pequena quantidade de material contendo um agente de coloração no orifício de admissão da alimentação. O tempo é iniciado quando o material contendo o colorante entra no barril e é interrompido quando é observado na saída da matriz.

[0098] Como aqui usado, o termo "temperatura de extrusado" se refere à temperatura do material na saída da matriz como medido por um par termoeletrico portátil mergulhado em uma das aberturas da matriz.

[0099] Como aqui usado, o termo "polissacarídeos iônicos" se refere aos polissacarídeos tanto aniônicos quanto catiônicos.

[00100] Como aqui usado, o termo "fibras" se refere às fibras tanto naturais quanto sintéticas.

[00101] T: Temperatura de extrusado ($^{\circ}\text{C}$); Ω : velocidade rotacional da hélice, expressa em RPM (revoluções por minuto); Q: Produção do extrusor ou taxa de fluxo (Kg/h); Q_{die} : Rendimento de extrusão da matriz (kg/h); T_{b_x} : Temperatura ($^{\circ}\text{C}$) da seção de barril X (Figura 15); T_d : Temperatura da matriz ($^{\circ}\text{C}$) (Figura 15); HP: Força do motor do extrusor (Cavalo-Vapor); D_b : Diâmetro de barril do extrusor (mm) (Figura 15).

AFM: Microscopia de Força Atômica.

SEM: Microscopia Eletrônica de Varredura.

[00102] Em um amplo sentido, a presente invenção refere-se a novos materiais absorventes ou superabsorventes. Mais especificamente, a presente invenção refere-se a materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos. Ainda mais

especificamente, a presente invenção refere-se aos materiais nanocompósitos superabsorventes compreendendo polissacarídeos e filossilicatos biodegradáveis. Os polissacarídeos absorventes ou superabsorventes biodegradáveis podem ser auto-emanhados em um padrão semelhante a vidro e/ou podem ser reticulados.

[00103] Os materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato superabsorventes da presente invenção possuem padrões macromoleculares distintos. Dentro destes materiais nanocompósitos, os filossilicatos são dispersos através da rede de polissacarídeo seguindo um padrão esfoliado e/ou semi-esfoliado. Foi surpreendentemente descoberto que estes padrões são influenciados pelas condições tanto de mistura (forças de cisalhamento) quanto do processo envolvidas na preparação do material nanocompósito.

[00104] Os polissacarídeos preferidos são guar e amido. O guar é particularmente preferível quando é reticulado na presença de filossilicatos, embora o amido seja particularmente preferido quando for auto-emanhado (formando um polissacarídeo semelhante a vidro) na presença de filossilicatos.

[00105] Os nanocompósitos superabsorventes de polissacarídeo-filossilicato biodegradáveis são uma nova classe de materiais. Os filossilicatos constituem de um constituinte principal de argilas, um material ambientalmente amigável e naturalmente abundante. Foi surpreendentemente descoberto que os materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato tendo propriedades superabsorventes podem ser preparados pela mistura da biodegradabilidade e absorvência elevada dos polissacarídeos com as propriedades de resistência e estabilidade da argila. Estes materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato foram preparados usando métodos de solução ou extrusão.

[00106] Os nanocompósitos extrusados (Exemplos 1 e 2 respectivamente) foram caracterizados por difração de raio X (Figuras 7 e 8

respectivamente). Um amplo rebaixamento pode ser observado em 4° Teta em ambos espectros. O amido semelhante a vidro puro (figura 9, Exemplo comparativo I) e a bentonita pura (Figura 10) não apresentam um tal rebaixamento amplo. O rebaixamento é indicativo dos nanocompósitos extrusados sendo caracterizados por um padrão esfoliado, tendo um espaçamento intercamadas de cerca de 20 a 25 Å. A presença de um padrão esfoliado pode ser confirmado pela microscopia eletrônica de varredura "SEM" (Figuras 3 e 4). Uma superfície semelhante a vidro caótica (superfície plana, rompida por pequenas fraturas) pode ser distinguida da Figura 3. Uma superfície de amido semelhante a vidro mais lisa pode ser distinguida da Figura 4.

[00107] Os nanocompósitos gerados por solução possuem um padrão macromolecular diferente. Os nanocompósitos com base em solução (Exemplo 7) foram da mesma forma caracterizados por difração de raio X (Figura 11). Entretanto, nenhum efeito de rebaixamento ao redor de 3 a 4° Teta pode ser distinguido. Além do mais, guar bórax puro (Figura 13, exemplo comparativo II), e bentonita pura (Figura 12), também não mostram nenhum rebaixamento. A ausência de qualquer efeito de rebaixamento é indicativo que o espaçamento intercamadas entre os filossilicatos permanece inalterado no nanocompósitos com base em solução.

[00108] Os nanocompósitos gerados em solução foram ainda caracterizados por microscopia de força atômica "AFM", que indicou a formação de um padrão semi-esfoliado. Muitos blocos de filossilicato (PHB), indicativos de um padrão semi-esfoliado, podem ser distinguidos no micrógrafo de força atômica da bentonita de cálcio/nanocompósito guar-bórax a 20% (Figura 5). Os blocos de filossilicato possuem uma espessura geral de cerca de 50 nm. No entanto, como pode ser discernido da Figura 6, o guar-bórax compreende uma superfície lisa, rompida apenas por fraturas longas e curvas no materi-

al. A presença de um padrão semi-esfoliado pode ser ainda confirmado por microscopia eletrônica de varredura "SEM" (Figura 1 e exemplo 7). Uma superfície caótica tendo partículas muito pequenas nela embutidas pode ser discernida com relação ao nanocompósito de bentonita/guar-bórax a 20% (Figura 1). Uma superfície organizada relativamente lisa, rompida apenas pelas poucas rugas, pode ser discernida com relação ao guar bórax prístino (Figura 6, exemplo comparativo II).

[00109] Foi descoberto (Exemplos 40 e 41) que os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato tendo um tamanho de partícula variando de cerca de 88 μ , a cerca de 590 μ m, são especialmente úteis para absorver fluidos. Além disso, ao contrário dos polissacarídeos prístinos, estes nanocompósitos também apresentam estabilidade de desempenho sobre uma ampla faixa de tamanhos de partícula.

[00110] Além do mais, ao contrário dos polissacarídeos prístinos, os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato da presente invenção não sofrem de circulação de gel ou sinérese (Figura 24). Como pode ser observado da Figura 24, o material tanto polissacarídeo quanto nanocompósito alcançam um valor FSC máximo dentro de 30 minutos de exposição. O valor FSC máximo é mantido pelos materiais nanocompósitos indicativos da ausência de circulação de gel e sinérese. Entretanto, no caso do polissacarídeo (Guar-bórax) uma queda no valor FSC pode ser observada indicativo de circulação de gel e sinérese.

[00111] Os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato da presente invenção podem ser usados para absorver fluidos tanto simples quanto complexos (isto é, água, soluções aquosas, soluções fisiológicas, soluções salinas, sangue, sangue sintético, soro ou fluidos menstruais). De fato, foi surpreendentemente descoberto que os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato da presente invenção possuem uma capacidade aumentada em absorver sangue bovino, em comparação com os polissacarídeos prístinos (polissacarídeos sem filossili-

catos). Isto tem implicações importantes, levando em consideração os produtos de higiene feminina e curativos de ferimento em que os absorventes têm de absorver sangue, sangue sintético, soro, fluidos menstruais assim como fluidos fisiológicos. É importante observar que mesmo embora os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato da presente invenção demonstrem uma capacidade aumentada em absorver fluidos complexos, eles permanecem eficazes em sua capacidade em absorver fluidos simples. Estas características de absorção melhoradas são ilustradas nos Exemplos de 3 a 6 e 42 a 45. O nanocompósito de bentonita/guar-bórax a 20% apresentou na maioria dos casos valores FSC e CRC mais elevados em sangue ou sangue sintético, em comparação com o polissacarídeo prístino. Além disso, os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato do Exemplo 7 também apresentaram um tempo de penetração reduzido na maioria das deposições pneumáticas e duplos C, enquanto também reduzem a área de mancha (sangue ou sangue sintético). Os tempos de aquisição levam em conta as toalhas sanitárias para manipular taxas de fluxo de fluido mais elevadas, enquanto as áreas de mancha menores impedem os vazamentos do produto de higiene.

[00112] Surpreendentemente, comparado com as propriedades de absorção da argila e do polissacarídeo prístino, um efeito sinérgico é discernido para os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato da presente invenção. As interações sinérgicas são observadas quando os desempenhos de absorção dos materiais nanocompósitos excedem aqueles do valor teórico esperado. O valor teórico é obtido através da adição da respectiva contribuição de cada componente do nanocompósito (isto é, polissacarídeo e argila), como ilustrado abaixo na Equação 1.

$$S_{\text{nanocompósito}} > (S_{\text{argila}} \times C_{\text{argila}}) + (S_{\text{polissacarídeo}} \times C_{\text{polissacarídeo}})$$

Equação 1

[00113] Na equação 1, S_{argila} , $S_{\text{polissacarídeo}}$ e $S_{\text{nanocompósito}}$ são os desempenhos de absorção da fonte de argila, o polissacarídeo prístino e o nanocompósito respectivamente, enquanto C_{argila} e $C_{\text{polissacarídeo}}$ são as frações em peso dos componentes que confeccionam o material nanocompósito.

[00114] As interações sinérgicas observadas são especialmente pronunciadas com nanocompósitos esfoliados. As interações sinérgicas observadas são aceitáveis com nanocompósitos semi-esfoliados. As interações sinérgicas podem ser observadas tanto com fluidos simples quanto fluidos complexos (sangue, menstruação ou soro).

[00115] Custos baixos de produção, são uma outra vantagem dos nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato da presente invenção; a argila sendo um material econômico e facilmente disponível.

[00116] Os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato superabsorventes da presente invenção podem ser incorporados nos produtos de higiene pessoal absorvente tais como, por exemplo, fraldas de bebês, produtos de incontinência, toalhas sanitárias e outros mais. Eles podem ser também usados em membros absorventes tais como núcleos absorventes, deposições pneumáticas ou estruturas espumadas.

[00117] Os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato superabsorventes da presente invenção podem também ser usados em várias outras aplicações como em tampões de alimento, em aplicações agrícolas e silvicultura para a retenção de água no solo e para a liberação de água nas raízes das plantas e árvores; nas técnicas de combate ao fogo; em bandagens e tampões cirúrgicos; para a limpeza geral de derramamentos de solução acídica ou básica, incluindo derramamentos químicos solúveis em água; como géis poliméricos para a liberação controlada de cosméticos e produtos farmacêuticos (também conhecidos como sistemas de liberação de medicamentos); e em neve artificial.

[00118] Os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato superabsorventes da presente invenção podem ser misturados com outros materiais co-absorventes para fornecer composições superabsorventes. Em uma modalidade preferida, as composições superabsorventes compreendem de cerca de 1 a cerca de 99% (p/p) de material nanocompósito, e de cerca de 99 a cerca de 1% (p/p) de material co-absorvente. Exemplos não limitativos de materiais co-absorventes incluem polímeros superabsorventes sintéticos, polissacarídeos com base em manose, polissacarídeos iônicos, fibras e misturas destes.

[00119] Em uma modalidade mais preferida, as composições superabsorventes são preparadas mediante a mistura dos nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato com polissacarídeos iônicos; polissacarídeos catiônicos ou aniônicos ou misturas destes. Em mais uma modalidade preferida, as composições superabsorventes são preparadas pela mistura dos nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato com um ou mais polissacarídeos aniônicos. Exemplos não limitativos de polissacarídeos aniônicos incluem polissacarídeos de carboxialquila, carboximetil celulose, amido de carboximetila, polissacarídeos oxidados, xantana, carrageninas, pectina e misturas destes. Exemplos não limitativos de fibras incluem celulose, viscose, raíom, acetato de celulose, Nylon®, polialquilenos, polietileno, polipropileno, fibras de bicomponente, poliésteres, poliactídeos, polipropanodióis, Lyocell®, esfagno e misturas destes. Exemplos não limitativos de polissacarídeos com base em manose são extratos de guar, *tara*, alfarroba, konjac, fenogrego, extratos de algarrobeira e mananas de aloé.

[00120] Os polímeros superabsorventes sintéticos a serem incorporados nas composições superabsorventes podem ser de uma forma geral obtidos a partir da polimerização, preferivelmente pela polimerização radical ou de enxertia radical, de monômeros, exemplos não limitativos dos quais incluem ácido acrílico, sais de acrilato, éster acrí-

lico, anidrido acrílico, ácido metacrílico, sais de metacrilato, ésteres metacrílicos, anidrido metacrílico, anidrido maléico, sais maléicos, ésteres de maleato, acrilamida, acrilonitrila, álcool vinílico, vinil pirrolidona, acetato de vinila, vinil guanidina, ácido aspártico, sais aspárticos e misturas destes.

[00121] Os nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato superabsorventes da presente invenção podem ser preparados seguindo procedimentos simples. Em uma modalidade particular, uma solução ou suspensão aquosa de polissacarídeo solúvel em água é misturado para homogeneidade com uma dispersão de argila aquosa. As argilas, assim que intumescidas, deslaminarão sob condições de cisalhamento. É desta maneira crítico deixar as argilas intumescer antes da adição da solução ou suspensão de polissacarídeo solúvel em água.

[00122] As taxas de cisalhamento seriamente afetará o padrão macromolecular do material nanocompósito. As taxas de cisalhamento baixo, tais como aquelas observadas com agitadores magnéticos, resultarão na formação de um padrão semi-esfoliado. No entanto, as taxas de cisalhamento elevadas, tais como aquelas observadas com extrusão ou misturadores de cisalhamento elevado, resultarão na formação de um padrão mais esfoliado. Os padrões mais esfoliados são preferíveis para os materiais nanocompósitos da presente invenção.

[00123] Os extrusores estão ganhando em popularidade como reatores contínuos para processos tais como polimerização, modificação polimérica ou compatibilização de misturas poliméricas. Um extrusor foi usado na preparação de amidos absorventes semelhantes a vidro, como descrito por Huppé et al. (CA 2.308.537). No caso de extrusão reativa, várias reações orgânicas podem ser conduzidas nos extrusores, incluindo polimerização, enxertia, formação de copolímero, formação de rede molecular, reticulação, funcionalização e degradação controlada (*Reactive Extrusion: Principles and Practice*, Xanthos M. Ed.,

Hanser Publishers, New York, 1992).

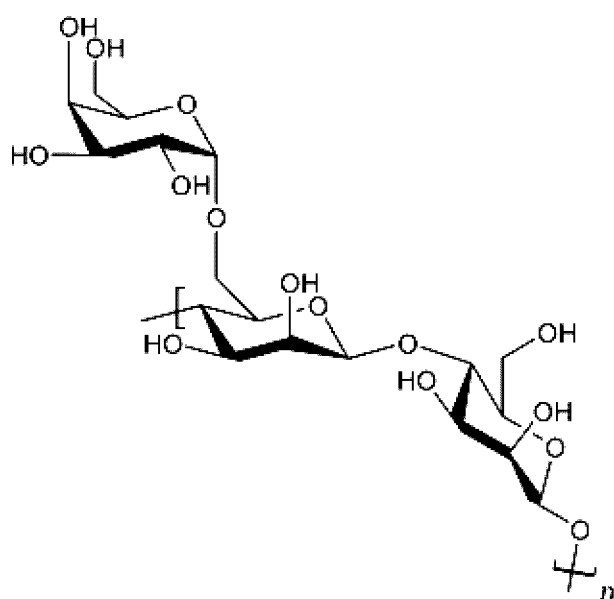
[00124] Foi descoberto que os nanocompósitos de amido semelhantes a vidro de filossilicato podem ser produzidos por simplesmente adicionar e misturar argilas intumescidas e hidratadas com uma pasta de amido, seguido pela extrusão da mistura de argila-amido. Logo que extrusado, a mistura de argila-amido foi secada e triturada. Estes nanocompósitos de amido semelhantes a vidro de filossilicato apresentam melhores propriedades absorventes do que o amido semelhante a vidro prístino, mesmo embora compreendendo um teor de filossilicato elevado (25%).

[00125] Os amidos semelhantes a vidro são compostos de uma rede amorfa de filamentos de polissacarídeo auto-emaranhados tais como por exemplo filamentos de amilopectina e/ou amilose. Os nós dentro desta rede molecular são simplesmente produzidos por ligação de hidrogênio. Os materiais absorventes nanocompósitos tendo um teor de amilopectina com excesso de 90% não apresentam efeitos sinérgicos entre o componente de polissacarídeo e o componente de filossilicato.

[00126] Como anteriormente mencionado, os materiais absorventes nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato podem ser preparados usando métodos de solução (isto é, usando uma solução aquosa ou uma suspensão aquosa do polissacarídeo). Exemplos não limitativos de polissacarídeos solúveis em água incluem, amidos modificados, amilopectina modificada, amilopectina, amilose, amilose modificada, quitosano, quitina, goma guar, goma guar modificada, goma de alfarroba, goma *tara*, goma konjac, farinha konjac, goma feno-grego, goma de algarrobeira, mananas de aloé, celulose, celulose modificada (exemplos incluem celulose carboxialquilada e carboximetil celulose), polissacarídeos oxidados, polissacarídeos sulfatados, polissacarídeos catiônicos, pectina, goma arábica, goma caraia, xantana, carrageninas

kapa, iota ou lambda, ágar-ágar e alginatos. Os polissacarídeos solúveis em água particularmente preferidos incluem gomas de galactomanana. As galactomananas são polissacarídeos neutros de ocorrência natural consistindo em uma cadeia principal de polissacarídeo biodegradável β -(1,4)-manose tendo graus variáveis de substituição (DS), a qual resíduos de D-galactopiranosila isolados são ligados através de articulações α -(1,6).

[00127] A goma guar é derivada de endosperma triturado da planta guar, que é cultivada extensivamente nas regiões semi-áridas do Paquistão e Índia. Como mostrado abaixo no Esquema 1, a estrutura da goma guar compreende uma relação de substituição de galactose aleatória de 1,6:1. Esta relação é sujeita a flutuações de safra para safra ou de subespécies para subespécies (Jasinski et al. *J. of Polym. Sci.*, part. B, 1996, 34, pp. 1477-1488).



Esquema 1

[00128] É preferível que os polissacarídeos sejam reticulados quando os métodos de solução forem empregados para se preparar os materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato absorventes da presente invenção. A reticulação impedirá o polissacarídeo de completamente se dissolver na suspensão aquosa. No entanto, com

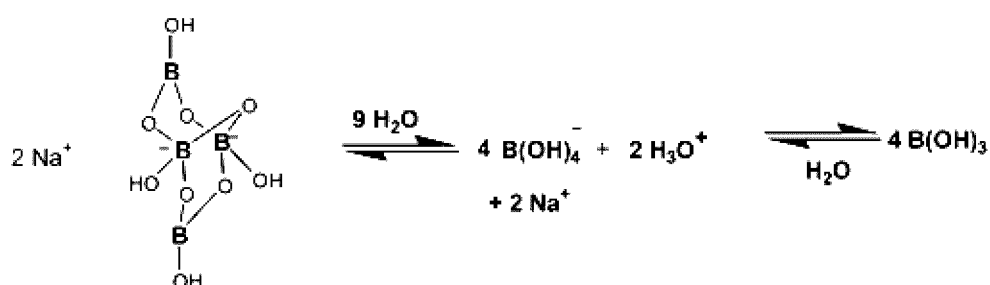
um grau de reticulação demasiado elevado, qualquer agente de reticulação em excesso impedirá o intumescimento subsequente do material nanocompósito, reduzindo suas propriedades absorventes.

[00129] Seguinte a mistura de uma suspensão de um polissacarídeo solúvel em água e uma dispersão de argila aquosa, uma solução contendo agentes de reticulação é adicionada na mistura. Exemplos de agentes de reticulação incluem, mas não são limitados a eles, bórax (para polímeros de manose), ácido bórico (para polímeros de manose), glioxal, epíclorohidrina, trimetafosfato de sódio, tripolifosfato de sódio, oxícloreto de fósforo e misturas destes. Exemplos não limitativos adicionais de reticuladores conhecidos na técnica incluem dicloreto de succinila, cloreto de acrilóila, butanodiol, éter diglicídílico, éter etanodiol diglicídílico, dianidrido piromelítico, divinilsulfonas, diisocianatos, bisacrilamidas e misturas destes. Um agente de reticulação particularmente preferido é o ácido bórico ou bórax. O agente de reticulação é particularmente útil para a reticulação de galactomananas.

[00130] Tetraborato de sódio (bórax) e ácido bórico são derivados de boro bem documentados para a reticulação de cis-dióis, particularmente para a reticulação de goma guar (Muller US P 4.624.868, e US P 4.333.461). O enrijecimento da arquitetura macromolecular da goma guar usando estes reticuladores, melhora sua resistência de gel além de melhorar sua capacidade de absorção e retenção.

[00131] O bórax (tetraborato de sódio) e o ácido bórico reagem com a goma guar através dos íons de borato em soluções básicas aquosas (Pezron E. et al. *Macromolecules*, 1998, 21, 1121-1125). Como mostrado abaixo no Esquema 2, uma solução aquosa de bórax consiste em um sistema em que o bórax, o íon de borato e o ácido bórico estão em equilíbrio. Estudos de ^{11}B NMR de um derivado de guar-borato, ilustraram a presença de um complexo 2:1 de um anel de manosilaborato de cinco membros e um anel de glactosilaborato de seis mem-

bros (Jasinski R. et al., *J. Polym. Sc. Part B-Polym. Phys.*, 1996, 34, 1477-1488).



Esquema 2

[00132] Após a adição do agente de reticulação, os componentes combinados são deixados por um período de tempo suficiente para permitir a formação de gel. Sob condições ideais de concentração, e na ausência de inibidores, os períodos de formação de gel típicos não são mais do que cerca de 30 minutos. A mistura neste ponto é bastante espessa e requer outro processamento. De modo a obter a consistência desejada, o produto transformado em gel é precipitado com um excesso de álcool. Outras técnicas de precipitação ou secagem podem também ser usadas.

[00133] A incorporação de uma etapa de precipitação, usando um álcool tal como, por exemplo, metanol, etanol ou isopropanol é preferível. A etapa de precipitação de álcool também removerá as impurezas do material nanocompósito de polissacarídeo-filossilicato superabsorvente. Além do mais, um ajuste no pH melhorará a textura do material nanocompósito de polissacarídeo-filossilicato superabsorvente obtido, assim como melhora suas propriedades assépticas. O produto é depois disso removido por filtração, e homogeneizado por trituração ou moagem em um tamanho de partícula consistente com uma textura pulverulenta. O produto nanocompósito pode então ainda ser processado, dependendo de seu uso final destinado.

[00134] A argila a ser usada na fabricação dos materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato superabsorventes da presente

invenção pode ser qualquer argila capaz de esfoliar ou semi-esfoliar em soluções aquosas. A fonte de argila pode ser ou natural ou sintética. Exemplos de argilas incluem,, mas não são limitados a eles, esmectitas, hectoritas, bentonitas, montmorilonitas, Laponites®, celitas, illitas e misturas destes. Uma argila particularmente preferida é bentonita, que é uma argila tipo montmorilonita. A bentonita é essencialmente produzida a partir de filossilicatos de alumínio hidratado coloidal e contém quantidades variáveis de ferro, álcali e metais terrosos alcalinos. Bentonitas de cálcio, sódio, potássio e magnésio são preferíveis. As bentonitas de troca de íon podem também ser usadas na preparação destes materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato superabsorventes da presente invenção.

[00135] Os materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato superabsorventes mais eficazes são obtidos quando a contribuição do componente de argila está na faixa de cerca de 1% (p/p) a cerca de 40% (p/p). Os materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato tendo um conteúdo de argila variando de cerca de 1 a cerca de 25% são especialmente preferidos.

[00136] Os materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato da presente invenção agora serão ainda descritos como ilustrados nos Exemplos de 1 a 45.

Capacidade Biodegradável

[00137] Os polissacarídeos prístinos, usados para a fabricação dos materiais nanocompósitos de polissacarídeo-filossilicato da presente invenção, devem ser absorventes e biodegradáveis. A capacidade biodegradável de um polissacarídeo prístino foi confirmada se pelo menos 50% do teor de "Carbono Orgânico Dissolvido" (DOC) desaparecesse durante um período de 56 dias.

[00138] Um amido semelhante a vidro foi disperso em uma concentração de 250 mg/l, como medido por DOC. Inóculo (0,2 g/l, Activated

mud, Valcartier, Canada) foi adicionado à amostra e o pH da solução foi mantido entre 6,5 e 8. A solução foi agitada em 175 rpm e incubada a 20 °C durante 56 dias. O teor de DOC foi medido em: t = 0 (antes da adição de inóculo), t = 3 h, t = 14 dias, t = 28 dias, t = 42 dias e t = 56 dias. Foi observado que 92,5% do amido semelhante a vidro foi biodegradado seguinte a 14 dias de exposição ao inóculo.

[00139] Um borato guar foi disperso em uma concentração de 250 mg/l, como medido por DOC. Inóculo (0,2 g/l, Activated mud, Valcartier, Canada) foi adicionado à amostra e o pH da solução foi mantido entre 6,5 e 8. A solução foi agitada em 175 rpm e incubada a 20 °C durante 56 dias. O teor de DOC foi medido em: t = 0 (antes da adição de inóculo), t = 3 h, t = 14 dias, t = 28 dias, t = 42 dias e t = 56 dias. Foi observado que 86,7% do guar borato foi biodegradado seguinte a 14 dias de exposição ao inóculo.

Teste de Sangue

[00140] O teste de sangue foi feito com sangue bovino e com sangue sintético. O sangue sintético foi preparado como se segue:

[00141] A um béquer pesado de 2 litros, 700 ml de água desionizada foram adicionados, seguido pela adição de carboximetil celulose de sódio (14 g; DS: 0,7; MW: 90 KDa). Após dissolução completa da celulose, albumina (20 g, Sigma A5253) e uma bolsa (15,6 g) de D-MEM/F-12 (meio Eagle modificado da Dubelcco, 15 mM, Hepes #12400024, Gibco-Invitrogen Corp.) foram adicionados seguido por agitação até dissolução completa. NaHCO₃ (1,2 g) e hemoglobulina (1,75 g, de sangue bovino, Sigma H2625) foram adicionados à solução e agitados até dissolução completa. Se necessário, o pH da solução foi ajustada para 7,2 usando ou NaOH (1N) ou HCl (1N). Finalmente, água desionizada adicional foi adicionada até que o peso total da solução alcançasse 1000 g. A solução foi deixada repousar por cerca de 30 minutos e foi depois filtrada (tecido de algodão com 4 dobras). A

solução filtrada foi mantida refrigerada e descartada após 10 dias.

Fabricação do Núcleo Absorvente

[00142] Os núcleos absorventes foram preparados por um processo que envolve um aparelho de formação de núcleo absorvente (ver Figuras 14 e 20).

[00143] As deposições pneumáticas foram fabricadas por uniformemente dispersar polpa de felpa (0,5 g; SCA, Drummondville, Canada) em um filtro não tecido termoligado de polipropileno (39) (Figura 20). Uma célula de moldagem (6 x 20 cm) (37) (Figura 20) foi montada e posicionada no núcleo absorvente que forma o aparelho. Seguinte a criação de um vácuo na câmara de vácuo (11) (Figura 14), o motor foi alterado. O regulador de ar pressurizado (1) (Figura 14) foi depois ativado deixando o ar despressurizado entrar no aparelho. A polpa de felpa (0,5 g) foi depois adicionada ao aparelho de formação de núcleo absorvente através de um funil (4) (Figura 14), seguido pela adição do material absorvente ou superabsorvente (1 g) e pela adição de uma outra porção da polpa de felpa (2 g). Os materiais foram deixados depositar na célula de moldagem produzindo um núcleo absorvente (40) (Figura 20). A célula de moldagem foi depois lentamente removida do aparelho de formação do núcleo absorvente. O núcleo absorvente obtido (40) e o filtro não tecido (39) foram comprimidos sob uma pressão variando de 1 a 3 tons, produzindo um núcleo absorvente tendo uma espessura variando de cerca de 3 a cerca de 3,5 mm. O filtro não tecido (39) foi depois removido do núcleo comprimido que fornece uma deposição pneumática tendo uma densidade de cerca de 300 gramas por metro quadrado (GSM) e uma carga superabsorvente de cerca de 25%.

[00144] As fraldas simuladas foram fabricadas uniformemente dispersar polpa de felpa (1,5 g; SCA, Drummondville, Canada) em um filtro não tecido termoligado de polipropileno (39) (Figura 20). Uma cé-

lula de moldagem (10 x 20 cm) (37) (Figura 20) foi montada e posicionada no núcleo absorvente que forma o aparelho. Seguinte a criação de um vácuo na câmara de vácuo (11) (Figura 14), o motor foi alterado. O regulador de ar pressurizado (1) (Figura 14) foi depois ativado deixando o ar despressurizado entrar no aparelho. A polpa de felpa (2,39 g) foi depois adicionada ao aparelho de formação de núcleo absorvente através de um funil (4) (Figura 14), seguido pela adição do material absorvente ou superabsorvente (1,79 g). Uma porção adicional de polpa de felpa (2,39 g) e material absorvente ou superabsorvente (1,79 g) foi depois adicionada sucessivamente duas vezes mais. Os materiais foram deixados depositar na célula de moldagem produzindo um núcleo absorvente (40) (Figura 20). A célula de moldagem foi depois lentamente removida do aparelho de formação do núcleo absorvente. O núcleo absorvente obtido (40) e o filtro não tecido (39) foram comprimidos sob uma pressão variando de 1 a 3 tons, produzido um núcleo absorvente tendo uma espessura variando de cerca de 4,22 a cerca de 4,45 mm. O núcleo comprimido tinha uma densidade de cerca de 0,17 grama por centímetro quadrado e uma carga superabsorvente de cerca de 38%. Um material não tecido ligado por fiação BBA® 15 GSM foi depois posicionado sobre o núcleo absorvente comprimido, mais especificamente sobre o material não tecido termoligado de polipropileno, simulando uma folha de topo da fralda.

Formação Duplo C

[00145] Uma deposição pneumática (44) (14 x 20 cm, 100 GSM, Thurso, Canada) foi dobrada em uma forma C (Figura 21). A deposição pneumática foi dobrada tal que a seção principal (42) media 6 cm e as seções dobráveis (43) media 7 cm. O material absorvente ou superabsorvente (45) foi depois borrifado dentro da seção principal. As seções dobráveis foram depois dobradas sobre o material absorvente e coladas.

EXPERIMENTAL

Materiais

[00146] Amido de trigo grau A foi obtido da Archer Daniels Midland® (Decatur, USA). Lascas de guar e gomas guar foram adquiridas da TIC-Gum® (Belcamp, USA) e Polypro (Minneapolis, USA). Enquanto a bentonita de cálcio (Minelco® MB 300) foi obtida da Minelco Minerals® (Flixborough, UK), as bentonitas cinzas foram adquiridas da Aldrich® (St-Louis, USA) e Bentonite Performance Minerals® (Denver, USA, LD-12). Celita foi adquirida da Aldrich® (St-Louis, USA). Laponite™ e illita foram adquiridas da Source Clay Repository (Purdue University, West-Lafayette, USA). Metanol de grau de pesquisa, hidróxido de sódio, e ácido clorídrico foram obtidos da Laboratoire MAT® (Beauport, Canada). Ácido bórico, bórax, trimetafosfato de trissódio, tripolifosfato de sódio e oxicleto de fósforo foram todos obtidos da Aldrich® (St-Louis, USA). Polpa de felpa foi obtida da SCA® (Drummondville, Canada). Deposições pneumáticas, para a formação de duplo C, foram fornecidas por Concert (Thurso, Canada) materiais não tecidos ligados por fiação BBA® 15 GSM, usados na fabricação de fraldas simuladas, foram adquiridos da BBA Nonwovens (Nashville, USA). O material não tecido termoligado de polipropileno Dounor® 23 GSM foi adquirido da Dounor (Neuville en Ferrain, France).

Extrusor

[00147] Um extrusor de duas hélices de interengrenagem corotativo (TSE) foi usado (Tabela 1). O esquema da hélice para a configuração TSE é ilustrado abaixo na Tabela 2.

Tabela 1: Extrusores de duas hélices.

Fabricante	Código da máquina	D _b	HP	Esquema Barrel & Screw	Esquema da matriz
Baker Perkins Food Machinery Division	MPF-50D	50	25	Figuras 15 a 18 & Tabela 2	Figura 19

Tabela 2: Esquema de hélice para a configura TSE.

Esquema de duas hélices			
Feed port	Tipo de elemento	Descrição	Número de elementos
	Rosca de avanço condutora dupla	Figura 16	4 2/3
	Rosca condutora única	Figura 17	2
	Blocos propulsores	Figura 18	21 (ângulo alternante dianteiro de 30°)
	Rosca condutora única	Figura 17	5 ½

Moedor

[00148] Um moedor de café Braun® model KSM foi usado para triturar as amostras de extrusado produzidas.

[00149] Máquina de peneirar

[00150] Quando indicado, as amostras foram peneiradas usando um batedor de peneira de teste Tyler Rota-Tap®.

Métodos de teste

[00151] Como debatido em Modern Superabsorbent Polymer Technology (Buchholz F. L. and Graham A. T. Eds., Wiley-VCH, New York, 1998, section 4.6.1. Swelling Capacity: Theory and Practice, p. 147), vários métodos de medição são usados de modo a caracterizar a ca-

pacidade de intumescimento de um polímero. No campo de superabsorventes, a Capacidade de Intumescimento Gravimétrico [também chamado a Capacidade de Intumescimento Livre (FSC)] e a Capacidade de Centrifugação [também chamada a Capacidade de Retenção de Centrifugador (CRC)] são métodos recomendados. A FSC e a CRC foram usadas para comparar as capacidades de intumescimento dos produtos absorventes obtidos.

Medições AUL

[00152] A Absorção Sob Carga (AUL) em uma solução de NaCl a 0,9% em 2,1 kpa, 4,8 kpa ou 6,2 kpa (0,3 psi, 0,7 psi e 0,9 psi) foi determinada de acordo com o método de teste recomendado 442.2-02 da EDANA, usando 0,1 ou 0,9 grama do material absorvente no aparelho.

Saquinhas de chá para medições da FSC e CRC

[00153] Saquinhas de chá (10 x 10 cm) foram preparados a partir de papel de filtro Ahlstrom® vedado a quente ($16,5 \pm 0,5$ g/m²).

Medições da FSC

[00154] A Capacidade de Intumescimento Livre (FSC) em uma solução de NaCl a 0,9% foi determinada de acordo com o método de teste recomendado 440.2-02 da EDANA. (Free Swell Capacity no. 440.2-02, Recommended test Method: Superabsorbent materials-Polyacrylate superabsorbent powders-Free Swell Capacity in Saline by Gravimetric Determination, 2002).

Medições da CRC

[00155] A Capacidade de Retenção de Centrifugador (CRC) em uma solução de NaCl a 0,9% foi determinada de acordo com o método de teste recomendado 441.2-02 da EDANA. (Centrifuge Retention Capacity No. 441.2-02, Recommended test Method: Superabsorbent materials-Polyacrylate superabsorbent powders-Determination of Fluid Retention Capacity in Saline Solution After Centrifugation, 2002).

Reumedecimento

[00156] A característica de reumedecimento para fraldas simuladas, duplos C e deposições pneumáticas foi determinada usando o seguinte método:

Sangue natural (7 ml), sangue sintético (7 ml) ou uma solução de NaCl aquosa a 0,9% (55 ml), foi despejado na superfície de uma deposição pneumática, um duplo C, ou uma fralda simulada. A superfície úmida foi depois coberta com papéis de filtro pesados (cerca de 8 g para duplos C e deposições pneumáticas, e cerca de 15 g para fraldas simuladas) (VWR West-Chester, USA N° 28320-041 filter N° 415). Uma pressão externa 4,8 kPa (0,7 psi) foi depois aplicada usando um peso de aço inoxidável circular (3,13 Kg) tendo um diâmetro de 9 cm e uma altura de 7 cm. Alternativamente, qualquer peso tendo um diâmetro de 7 cm e fornecendo uma pressão igual a 0,7 PSI ou 4,83 KPa pode ser usado. A pressão foi mantida durante 2 minutos. O aumento no peso dos papéis de filtro corresponde à quantidade de fluido liberado pelas fraldas, duplos C e deposições pneumáticas.

Tempo de penetração

[00157] A característica de penetração para os duplos C e deposições pneumáticas foi determinada usando o seguinte método:

[00158] Um duplo C ou uma deposição pneumática foi colocado em uma superfície plana. Uma placa Plexiglas® (19,5 cm x 10 cm x 0,4 cm) tendo um orifício circular foi posicionado no topo do duplo C ou deposição pneumática tal que o orifício foi posicionado no centro do duplo C ou deposição pneumática. O orifício circular foi depois enchido com sangue natural ou sintético (7 ml). O cronômetro foi iniciado assim que o líquido entra em contato com o duplo C ou deposição pneumática. Até a exaustão do líquido, precauções especiais foram tomadas para garantir que o orifício estivesse sempre suprido com líquido. O cronômetro foi interrompido assim que todo o líquido tivesse desapa-

recido da superfície do artigo absorvido (duplo C ou deposição pneumática).

[00159] A característica de penetração para fraldas simuladas foi determinada usando o seguinte método:

[00160] Uma fralda simulada foi colocada em uma superfície plana e o centro foi marcado com uma marca permanente. Um cilindro de teste Plexiglas® redondo (Figura 25) foi depois carregado com solução salina (25 ml). O cronômetro foi iniciado assim que o líquido entra em contato com a fralda simulada. O cronômetro foi interrompido assim que todo o líquido tivesse desaparecido da superfície do artigo absorvente (fralda simulada) e o tempo transcorrido foi denotado como T_1 . O cilindro foi depois carregado com uma quantidade adicional de solução salina (15 ml) e o cronômetro foi iniciado assim que o líquido entra em contato com a fralda simulada. O cronômetro foi interrompido assim que todo o líquido tivesse desaparecido da superfície do artigo absorvente (fralda simulada) e o tempo transcorrido foi denotado como T_2 . O procedimento foi repetido uma terceira vez usando mais 15 ml de solução salina, fornecendo um tempo transcorrido denotado como T_3 . O tempo de penetração (T) para as fraldas simuladas é igualado como o $T_1 + T_2 + T_3$.

Área de difusão ou de mancha

[00161] Seguinte as experiências de penetração, a área de difusão ou de mancha dos artigos absorventes (duplos C, deposições pneumáticas e fraldas simuladas) foi analisada e determinada usando um multímetro; o multímetro que traça o contorno da área úmida deixada atrás dos artigos absorventes seguinte a exposição ao líquido. As dimensões da mancha foram medidas e computadas.

Micrógrafos eletrônicos de varredura

[00162] Os micrógrafos eletrônicos de varredura foram registrados usando um microscópio eletrônico de varredura Hitachi® S 3000N. As

amostras foram colocadas em papel adesivo de dois lados, colado em uma placa de alumínio. Quaisquer partículas não coladas foram removidas com um jato de ar. Uma camada de ouro fina (cerca de 10 nm) foi depois aplicada à superfície da amostra colada por um aparelho de revestir de excitação. A superfície foi depois examinada e registrada.

Espectros de difração de raio X

[00163] Os espectros de difração de raio X foram registrados com um X-pert® difractometer usando uma fonte de Cu K α (1.542 Å) (50 KV, 40 mA, taxa de varredura de 0,02 grau/seg. O método Theta-2Theta foi usado para caracterizar as amostras.

Microscopia de força atômica

[00164] Os micrógrafos de força atômica foram registrados usando um Digital Instruments® nanoscope III-A, em modo trabalho de bilro. As amostras foram coladas em um lado do papel colado de dois lados. O outro lado do papel colado foi colado em uma placa magnética, que foi prendida sob a agulha do instrumento.

EXEMPLOS

EXEMPLO COMPARATIVO I

Preparação de um amido semelhante a vidro

[00165] Uma pasta tendo um teor de umidade total de 22,8% foi preparada mediante a mistura de amido de trigo grau A (15 kg) com água (3,7 kg). A pasta foi depois alimentada em um extrusor usando um aparelho alimentador volumétrico Ktron® T35 girando em 24 rpm e tendo o seguinte perfil de temperatura do barril: Tb₁ = 32 °C, Tb₂ = 38 °C, Tb₃ = 49 °C, Tb₄ = 66 °C, Tb₅ = 82 °C, Tb₆ = 93 °C, Tb₇ = 104 °C e Tb₈ = 116 °C. A taxa de fluxo foi 16,8 kg/h, e a temperatura de extrusado foi 129 °C. A hélice do extrusor estava girando em 100 rpm. Os extrusados obtidos foram subsequêntemente amadurecidos por 24 horas em 60 °C em um forno de convecção, e triturado usando um moinho. O extrusado moído foi depois peneirado para fornecer um extru-

sado tendo um tamanho de partícula variando de cerca de 150 μm a cerca de 600 μm . As FSC e CRC do produto foram determinadas de ser 7,9 g/g e 5,3 g/g respectivamente. As partículas extrusadas foram analisadas por difração de raio X e SEM.

EXEMPLO COMPARATIVO II

Preparação de batelada de um guar borato

[00166] Farinha de guar (0,5 Kg, Procol P3) foi dissolvida em 25 litros de água, em uma cuba de mistura de 85 litros equipado com um misturador Crepaco® (Rosemont, USA) Liquiverter® CLV 25. Uma solução aquosa de 2 litros contendo 57 g de Bórax foi depois adicionada a 15,3 kg da mistura guar anteriormente preparada (em uma cuba de mistura de 25 litros). Um gel firme foi imediatamente formado. O gel foi cuidadosamente misturado com um agitador com propulsor por cerca de 30 minutos, até que a textura do gel fosse estabilizada. O gel foi depois separado em 45 amostras (382 ml cada uma), que foram transferidas para misturadores de cozinha Braun®. Metanol (550 a 600 ml) foi adicionado a cada amostra seguido por agitação durante 1 minuto. O pH foi ajustado para 7,9 usando ácido clorídrico concentrado. A solução foi filtrada usando uma centrífuga Western States® basket (tecido de filtragem de 1 μm , 3600 rpm). Os filtrados foram lavados com metanol novo (1,3 litros) e secados durante a noite em um forno de convecção a 60 °C. O pó resultante foi triturado com moedor de café Braun® e peneirado, mantendo somente as partículas tendo um tamanho variando de 122 μm a 559 μm . O material foi caracterizado por difração de raio X, AFM e SEM. Várias características físicas deste guar submetido a borato são listadas abaixo na Tabela 3.

Tabela 3: Características físicas do guar submetido a borato preparado como descrito no Exemplo Comparativo II.

Característica	Resultados
Pó	
FSC (Salina, g/g)	105
FSC (sangue bovino, g/g)	32
FSC (sangue sintético, g/g)	34
CRC (Salina, g/g)	93
CRC (sangue bovino, g/g)	20
CRC (sangue sintético, g/g)	27
AUL (Salina, 0,9 g, 0,7 psi, g/g)	7,8
AUL (Salina, 0.9 g, 0,9 psi, g/g)	7,3
Fralda simulada-salina	
Reumedecimento (g)	2,88
Tempo de penetração (segundos)	395
Área de mancha (cm ²)	160
Deposição pneumática-sangue bovino	
Reumedecimento (g)	2,06
Tempo de penetração (segundos)	10,5
Área de mancha (cm ²)	41,3
Duplo C-sangue bovino	
Reumedecimento (g)	1,43
Tempo de penetração (segundos)	48
Área de mancha (cm ²)	42
Deposição pneumática-sangue Sintético	
Reumedecimento (g)	2,52
Tempo de penetração (segundos)	16,8
Área de mancha (cm ²)	39,2

Duplo C-sangue Sintético	
Reumedecimento (g)	1,82
Tempo de penetração (segundos)	150
Área de mancha (cm ²)	49,3

EXEMPLO 1

Preparação de um nanocompósito de amido semelhante a vidro (9,1% bentonita)

[00167] Uma pasta foi preparada mediante a mistura de amido de trigo grau A (15 kg), água (4,23 kg) e bentonita (Bentonite Performance Minerals®; 1,5 kg). A pasta foi depois alimentada em um extrusor usando um aparelho alimentador volumétrico Ktron® T35 girando em 22 rpm e tendo o seguinte perfil de temperatura do barril: $Tb_1 = 32\text{ }^{\circ}\text{C}$, $Tb_2 = 38\text{ }^{\circ}\text{C}$, $Tb_3 = 49^{\circ}\text{C}$, $Tb_4 = 66^{\circ}\text{C}$, $Tb_5 = 82^{\circ}\text{C}$, $Tb_6 = 93^{\circ}\text{C}$, $Tb_7 = 104^{\circ}\text{C}$ e $Tb_8 = 116^{\circ}\text{C}$. A taxa de fluxo foi 13,2 kg/h, e a temperatura de extrusado foi 122°C. A hélice do extrusor estava girando em 100 rpm. Os extrusados obtidos foram subseqüentemente amadurecidos por 24 horas em 60°C em um forno de convecção, e triturado usando um moador. O extrusado moído foi depois peneirado para fornecer um extrusado tendo um tamanho de partícula variando de cerca de 150 μm a cerca de 600 μm . As FSC e CRC do produto foram determinadas de ser 8,3 g/g e 5,2 g/g respectivamente. As partículas extrusadas foram analisadas por difração de raio X e SEM.

EXEMPLO 2

Preparação de um nanocompósito de amido semelhante a vidro (23,1% bentonita)

[00168] Uma pasta foi preparada mediante a mistura de amido de trigo grau A (15 kg), água (5,36 kg) e bentonita (Bentonite Performance Minerals®; 4,5 kg). A pasta foi depois alimentada em um extrusor usando um aparelho alimentador volumétrico Ktron® T35 girando em 24 rpm e tendo o seguinte perfil de temperatura do barril: $Tb_1 = 32\text{ }^{\circ}\text{C}$,

Tb₂ = 38 °C, Tb₃ = 49 °C, Tb₄ = 66 °C, Tb₅ = 82 °C, Tb₆ = 93 °C, Tb₇ = 104 °C e Tb₈ = 116 °C. A taxa de fluxo foi 12,0 kg/h, e a temperatura de extrusado foi 125,5 °C. A hélice do extrusor estava girando em 100 rpm. Os extrusados obtidos foram subsequêntemente amadurecidos por 24 horas em 60 °C em um forno de convecção, e triturado usando um moedor. O extrusado moído foi depois peneirado para fornecer um extrusado tendo um tamanho de partícula variando de cerca de 150 µm a cerca de 600 µm. As FSC e CRC do produto foram determinadas de ser 7,3 g/g e 3,8 g/g respectivamente. As partículas extrusadas foram analisadas por difração de raio X e SEM.

EXEMPLOS DE 3 a 6

Estudo comparativo do efeito da carga de bentonita em nanocompósitos de amido semelhantes a vidro

[00169] As pastas foram preparadas como descrito no Exemplo 2 e usando os parâmetros ilustrados abaixo na Tabela 4.

Tabela 4: Efeito da concentração de bentonita em nanocompósitos de amido semelhantes a vidro.

Exem plo	Bentonita		Amido (kg)	Água (kg)	Taxa de fluxo (kg/h)	T (°C)	FSC (g/g)	CRC (g/g)
	Kg	% seca (p/p)						
I	0	0	15	3,7	16,8	129	7,9	5,3
1	1,5	9,1	15	4,2	13,2	122	8,3	5,2
3	3,0	16,7	15	4,8	13,6	127	8,3	4,2
2	4,5	23,1	15	5,36	12,0	126	7,8	3,8
4	3,9	28,6	9	4,38	19,3	121	7,2	3,0
5	3,9	33,3	7,8	3,35	11,9	127	7,1	2,7

[00170] As contribuições sinérgicas podem ser determinadas sabendo que a bentonita (Bentonite Performance Minerals®) possui uma

FSC de 5,18. Os efeitos sinérgicos observados são ilustrados na Tabela 5.

Tabela 5: Contribuição sinérgica de bentonita em nanocompósitos de amido semelhante a vidro.

Exemplo	Bentonita % seca (p/p)	FSC teórica (g/g)	FSC (g/g)	Sinergia (g/g)
I	0	-	7,9	-
1	9,1	7,6	8,3	0,7
3	16,7	7,4	8,3	0,9
2	23,1	7,3	7,8	0,5
4	28,6	7,1	7,2	0,1
5	33,3	7,0	7,1	0,1

[00171] Como pode ser deduzido a partir dos efeitos sinérgicos mostrados na Tabela 5, os materiais nanocompósitos tendo um teor de bentonita variando de cerca de 5 a cerca de 25% são preferíveis.

EXEMPLO 7

Preparação de batelada de um nanocompósito de guar bentonita submetido a borato (bentonita a 20%)

[00172] Farinha de guar (0,5 Kg, Procol P3) e bentonita (125 g) (Minelco® Microgel MB 300) foram dissolvidas em 25 litros de água, em uma cuba de mistura de 85 litros, equipada com um misturador Crepac® (Rosemont, USA) Liquiverter® CLV 25. Uma solução aquosa de 2 litros contendo 57 g de Bórax foi depois adicionada a 15,3 kg da mistura guar anteriormente preparada (em uma cuba de mistura de 25 litros). Um gel firme foi imediatamente formado. O gel foi cuidadosamente misturado com um agitador com propulsor por cerca de 30 minutos, até que a textura do gel fosse estabilizada. O gel foi depois separado em 45 amostras (384 ml cada uma), que foram transferidas para misturadores de cozinha Braun®. Metanol (550 a 600 ml) foi adicionado a cada amostra seguido por agitação durante 1 minuto. O pH

foi ajustado para 7,9 usando ácido clorídrico concentrado. A solução foi filtrada usando uma centrífuga Western States® basket (tecido de filtragem de 1 μm , 3600 rpm). Os filtrados foram lavados com metanol novo (1,3 litros) e secados durante a noite em um forno de convecção a 60 °C. O pó resultante foi triturado com um moedor de café Braun® e peneirado, mantendo somente as partículas tendo um tamanho variando de 122 μm a 559 μm . O material foi caracterizado por difração de raio X, AFM e SEM. Várias características físicas deste material nanocompósito de bentonita guar submetido a borato são listadas abaixo na Tabela 6.

Tabela 6: Características físicas do material nanocompósito de guar bentonita submetido a borato preparado como descrito no Exemplo 7.

Característica	Resultados
Características do pó	
FSC (Salina, g/g)	84
FSC (Sangue bovino, g/g)	36
FSC (Sangue sintético, g/g)	43
CRC (Salina, g/g)	72
CRC (Sangue bovino, g/g)	24
CRC (Sangue sintético, g/g)	38
AUL (Salina, 0,9 g, 0.7 psi, g/g)	6,9
AUL (Salina, 0.9 g, 0.9 psi, g/g)	6,4
Fralda simulada-salina	
Reumedecimento (g)	2,67
Tempo de penetração (segundos)	450
Área de mancha (cm^2)	174
Deposição pneumática-sangue bovino	
Reumedecimento (g)	2,75
Tempo de penetração (segundos)	5

Área de mancha (cm ²)	35,4
Duplo C-sangue bovino	
Reumedecimento (g)	1,90
Tempo de penetração (segundos)	18
Área de mancha (cm ²)	36,3
Deposição pneumática-sangue sintético	
Reumedecimento (g)	2,95
Tempo de penetração (segundos)	7
Área de mancha (cm ²)	35,9
Duplo C-sangue sintético	
Reumedecimento (g)	1,94
Tempo de penetração (segundos)	110
Área de mancha (cm ²)	40,8

[00173] Como pode ser deduzido a partir dos dados fornecidos na Tabela 6, o material nanocompósito possui uma FSC e CRC significativamente aumentadas tanto em sangue natural (sangue bovino) quanto em sangue sintético, comparado com guar-bórax prístino. Além disso, os tempos de penetração reduzidos e as taxas de absorção aumentadas podem geralmente ser distinguidos para o material nanocompósito de guar bentonita submetido a borati.

EXEMPLO 8

Nanocompósito de bentonita de guar-borato (bentonita a 10%)

[00174] Lasca de guar (3,00 g; 1,0 equivalente) foi colocada em suspensão em água desionizada (150 ml) e agitada com um agitador magnético. Hidróxido de sódio (30% p/v; 3,0 ml; 1,22 equivalente) foi depois adicionado e a mistura aquecida em 60 °C durante 5 horas. A bentonita (0,334 g; Gray Bentonite, Aldrich) foi colocada em suspensão em água destilada (10 ml) e a suspensão resultante agitada em 50 °C. A suspensão de bentonita foi depois adicionada à pasta fluida de guar e deixada reagir por uma hora. Ácido bórico (0,3664 g; 0,32 equi-

valentes), dissolvido em água desionizada (20 ml), foi depois adicionada durante a agitação. O gel resultante foi misturado com metanol (200 ml), triturado, e transferido para dentro de um béquer. O pH foi ajustado para 7,91 sob agitação mecânica vigorosa usando ácido clorídrico (10%). O sólido assim obtido foi filtrado, lavado com metanol (3 x 25 ml), secado durante a noite em 60 °C em um forno de convecção e triturado para fornecer um pó particulado branco tendo as características mostradas na Tabela 7.

Tabela 7: Características de desempenho do nanocompósito de bentonita guar-borato preparado como descrito no Exemplo 7.

Guar-borato/bentonita - bentonita a 10%	Valores
CRC (g/g)	91
FSC (g/g)	115
AUL (0,3 psi 0.9g) (g/g)	11,0
pH do gel	7,4

EXEMPLOS de 9 a 16

Nanocompósitos de bentonita branca de guar-borato; efeito da carga de bentonita sobre os materiais nanocompósitos

[00175] Os nanocompósitos de bentonita guar-borato dos Exemplos de 9 a 16, foram preparados seguindo o procedimento anteriormente descrito no Exemplo 8. Bentonita branca (Minelco® MB 300) foi usada. Como ilustrado abaixo na Tabela 8, a carga de bentonita foi variada de 0% a 40% (peso de bentonita branca/peso de guar).

Tabela 8: Efeito da concentração de bentonita sobre o desempenho de absorção dos nanocompósitos.

Exemplo	Concentração de bentonita branca (% P/P)	CRC (g/g)	FSC (g/g)	AUL (0,3 psi 0,9 g) (g/g)	pH do gel
9	0 %	93	115	10,8	7,4
10	3 %	95	113	10,1	7,4
11	5 %	90	114	11,1	7,4
12	10 %	74	101	9,8	7,4
13	15 %	73	101	9,8	7,4
14	20 %	76	107	9,7	7,4
15	30 %	60	80	8,1	7,4
16	40 %	61	65	7,8	7,4

EXEMPLO 17

Nanocompósito de bentonita Gray/guar-foafato otimizado (bentonita a 10%)

[00176] Lasca de guar (5,0 g) foi colocada em suspensão em água desionizada (167 ml) e agitada com um agitador magnético. A bentonita (0,56 g; Gray Bentonite, Aldrich) foi colocada em suspensão em água destilada (10 ml) e a suspensão resultante agitada em 50°C. A suspensão de bentonita foi depois adicionada à pasta fluida de guar e deixada reagir por uma hora. Hidróxido de sódio (30% p/v; 6,0 ml; 1,46 equivalente) foi depois adicionado, seguido pela adição de tripolifosfato de sódio (STPP; 0,16 g; 0,0141 equivalentes) e a mistura aquecida

para 70 °C por 15 horas. Após esfriamento para a temperatura ambiente, o gel resultante foi misturado com metanol (200 ml), triturado, e transferido para dentro de um béquer. O pH foi ajustado para 7,41 sob agitação mecânica vigorosa usando solução de ácido clorídrico (10%). O sólido assim obtido foi filtrado, lavado com metanol (3 x 50 ml), seco durante a noite em 60 °C em um forno de convecção e triturado para fornecer um pó particulado branco tendo as características mostradas na Tabela 9.

Tabela 9: Características de desempenho do nanocompósito de bentonita guar-fosfato preparado como descrito no Exemplo 17.

Guar-borato/bentonita - bentonita a 10%	Valores
CRC (g/g)	39
FSC (g/g)	48
AUL (0,3 psi 0.9g) (g/g)	9,0
pH do gel	7,4

EXEMPLOS de 18 a 21

Nanocompósitos de bentonita cinza guar-fosfato; efeito da carga de bentonita sobre os materiais nanocompósitos

[00177] Os nanocompósitos de bentonita guar-fosfato dos Exemplos de 18 a 21, foram preparados seguindo o procedimento antagônistas descrito no Exemplo 17. Como ilustrado abaixo na Tabela 10, a carga de bentonita foi variada de 0% a 40% (peso de bentonita cinza/peso de guar).

Tabela 10: Efeito da concentração de bentonita sobre o desempenho de absorção dos nanocompósitos de bentonita guar-fosfato.

Exemplo	Concentração de bentonita branca (% P/P)	CRC (g/g)	FSC (g/g)	AUL (0,3 psi 0,9 g) (g/g)	pH do gel
18	0 %	48	61	9.4	7.4
19	20 %	37	51	10.0	7.4
20	30 %	19	29	10.0	7.4
21	40 %	17	22	10.0	7.4

EXEMPLOS de 22 a 26

Nanocompósito de bentonita branca guar-bórax; efeito da carga de bentonita sobre os materiais nanocompósitos usando misturador de cisalhamento elevado

[00178] Bentonita branca [Minelco® MB 300; 0,334 g (10%); 0,755 g (20%); 1,29 g (30%); 2,00 g (40%)] foi colocada em suspensão em água desionizada (150 ml) e aquecida em 70 °C. Após esfriamento para a temperatura ambiente, farinha de guar (3,00 g; Procol®) foi adicionada. A solução resultante foi agitada usando um misturador Silver-son® High-Shear (30 minutos a 8000 rpm). Uma solução de bórax (20 ml; 5,65 g de bórax em 200 ml de água desionizada) foi depois adicionada, e o gel resultante agitado durante 25 minutos. Os géis resultantes foram misturados com metanol (350 ml), triturados, e transferidos para dentro de um béquer. O pH foi ajustado para 7,90 sob agitação mecânica vigorosa usando ácido clorídrico (10%). O sólido assim obtido foi filtrado, lavado com metanol (3 x 50 ml), secado durante a noite em 60 °C em um forno de convecção e triturado para fornecer um pó particulado branco tendo as características mostradas na Tabela 11. Como ilustrado abaixo na Tabela 11, a carga de bentonita foi variada de 0% a 40% (peso da bentonita cinza/peso de guar).

Tabela 11: Características de desempenho do nanocompósito de bentonita guar-borato preparado usando um misturador de cisalhamento

elevado.

Exemplo	Concentração de bentonita cinza (% p/p)	CRC(g/g)	FSC (g/g)
22	0 %	100	84
23	10 %	122	100
24	20 %	76	55
25	30 %	78	62
26	40 %	72	58

EXEMPLOS de 27 a 30

Nanocompósitos de Celite guar-borato

[00179] Os nanocompósitos de celita guar-borato dos Exemplos de 27 a 30, foram preparados seguindo o procedimento anteriormente descrito no Exemplo 8. Celita (Aldrich) foi usada em vez de bentonita. Como ilustrado abaixo na Tabela 12, a carga de celita foi variada de 0%\$ a 40% (peso de celita/peso de guar).

Tabela 12: Efeito da carga de celita sobre o desempenho de absorção dos nanocompósitos de celita guar-borato.

Exemplo	Concentração de celita (% p/p)	CRC (g/g)	FSC (g/g)	AUL (0,3 psi 0,9g) (g/g)	pH do gel
9	0 %	93	115	10,8	7,4
27	10%	93	94	11,7	7,4
28	20 %	57	95	10,0	7,4
29	30 %	43	83	9,2	7,4
30	40 %	28	58	8,4	7,4

EXEMPLO de 31 a 33

Nanocompósitos de Laponite® guar-borato

[00180] Laponite® [0,187 g (3%); 0,316 g (5%)] foi colocada em suspensão em água desionizada (150 ml) e aquecida em 70 °C. Após esfriamento para a temperatura ambiente, farinha de guar (6,00 g; Procol®) foi adicionada. Uma solução de bórax (40 ml; 5,65 g de bórax

em 200 ml de água desionizada) foi depois adicionada, e o gel resultante agitado durante 25 minutos. Os géis resultantes foram misturados com metanol (700 ml), triturados, e transferidos para dentro de um béquer. O pH foi ajustado para 7,90 sob agitação mecânica vigorosa usando ácido clorídrico (10%). O sólido assim obtido foi filtrado, lavado com metanol (3 x 100 ml), secado durante a noite em 60 °C em um forno de convecção e triturado para fornecer um pó particulado branco tendo as características mostradas na Tabela 13. Como ilustrado abaixo na Tabela 13, a carga de Laponite® foi variada de 0% a 5% (peso da Leponite®/peso de guar).

Tabela 13: Efeito da Laponite™ sobre o desempenho de absorção dos nanocompósitos de Laponite™ guar-borato.

Exemplo	concentração de Laponite™ (% p/p)	CRC (g/g)	FSC (g/g)	AUL (0,9 g, 0,7 PSI)
31	0%	97	75	7,65
32	3%	93	76	7,51
33	5%	95	77	7,44

EXEMPLOS de 34 a 36

Nanocompósitos de ilita guar-borato

[00181] Ilita [0,187 g (3%); 0,316 g (5%)] foi colocada em suspensão em água desionizada (150 ml) e aquecida em 70 °C. Após esfriamento para a temperatura ambiente, farinha de guar (6,00 g; Procol®) foi adicionada. Uma solução de bórax (40 ml; 5,65 g de bórax em 200 ml de água desionizada) foi depois adicionada, e o gel resultante agitado durante 25 minutos. Os géis resultantes foram misturados com metanol (700 ml), triturados, e transferidos para dentro de um béquer. O pH foi ajustado para 7,90 sob agitação mecânica vigorosa usando ácido clorídrico (10%). O sólido assim obtido foi filtrado, lavado com metanol (3 x 100 ml), secado durante a noite em 60 °C em um forno de convecção e triturado para fornecer um pó particulado branco tendo as

características mostradas na Tabela 14. Como ilustrado abaixo na Tabela 14, a carga de ilita foi variada de 0% a 5% (peso da ilita/peso de guar).

Tabela 14: Efeito da ilita sobre o desempenho de absorção dos nanocompósitos de ilita guar-borato.

Exemplo	Concentração de ilita (% p/p)	CRC (g/g)	FSC (g/g)	AUL (0,9 g, 0,7 PSI)
34	0 %	96,73	75,43	7,65
35	3 %	77,20	61,54	6,45
36	5 %	103,59	83,62	4,60

EXEMPLOS de 37 a 39

Cinéticos de absorção de nanocompósitos de bentonita guar-borato

[00182] Bentonita [Minelco® MB 300; Exemplo 37: 0% (guar-borato pristino); exemplo 38: 1,87 g (30%); Exemplo 39: 2,49 g (40%)] foi colocada em suspensão em água desionizada (150 ml) e aquecida em 70 °C durante 30 minutos. Após esfriamento para a temperatura ambiente, farinha de guar (6,00 g; Procol®) foi adicionada. A solução resultante foi agitada por 45 minutos. Uma solução de bórax (40 ml; 5,65 g de bórax em 200 ml de água desionizada) foi depois adicionada, e o gel resultante agitado durante 25 minutos. Os géis resultantes foram misturados com metanol (700 ml), triturados, e transferidos para dentro de um béquer. O pH foi ajustado para 7,90 sob agitação mecânica vigorosa usando ácido clorídrico (10%). O sólido assim obtido foi filtrado, lavado com metanol (3 x 100 ml), secado durante a noite em 60°C em um forno de convecção e triturado para fornecer um pó particulado branco. No curso das medições de FSC, os saquinhos de chá foram expostos a uma solução salina durante períodos de tempo definidos (5 minutos, 10 minutos, 15 minutos, 30 minutos, 1 hora, 1½ hora, 2 horas, 2½ horas e 3 horas). A partir dos resultados ilustrados na Figura 24, pode ser observado que o guar-bórax pristino apresenta uma ab-

sorção máxima em 30 minutos. No entanto, a capacidade de absorção diminuiu um pouco nos próximos 30 minutos, indicativo de sinérese e problemas de circulação de gel. Ao contrário do guar-borato prístino, os nanocompósitos de bentonita guar-borato não sofreu qualquer sinérese e problemas de circulação de gel.

EXEMPLOS 40 e 41

Nanocompósitos de bentonita guar-borato; efeito do tamanho de partícula sobre o desempenho de absorção

[00183] Bentonita branca [Minelco® MB 300; Exemplo 40: 0% 0,334 (guar-borato prístino); Exemplo 41: 0,373 g (3%)] foi colocada em suspensão em água desionizada (600 ml) e aquecida em 70 °C durante 30 minutos. Após esfriamento para a temperatura ambiente, farinha de guar (12,0 g; Procol®, 1 equivalente) foi adicionada. A solução resultante foi agitada por 45 minutos. Uma solução de bórax (80 ml; 0,074N, 0,08 equivalente) foi depois adicionada, e o gel resultante agitado durante 25 minutos. Os géis resultantes foram misturados com metanol (1200 ml), triturados, e transferidos para dentro de um béquer. O pH foi ajustado para 7,90 sob agitação mecânica vigorosa usando uma solução de ácido clorídrico (10%). O sólido assim obtido foi filtrado, lavado com metanol (3 x 50 ml), secado durante a noite em 60°C em um forno de convecção e triturado para fornecer um pó particulado branco. O pó resultante foi peneirado usando peneiras de Malha 30, 60, 100 e 170. As FSC, CRC e AUL foram determinadas para cada produto peneirado. Os resultados obtidos para o guar-borato prístino (Exemplo 40) e o nanocompósito de bentonita guar-borato (Exemplo 41) são ilustrados nas Figuras 23 e 22 respectivamente. A partir dos resultados ilustrados na Figura 22 pode ser observado que o nanocompósito de guar-borato bentonita apresenta características de FSC e CRC essencialmente estáveis durante toda a distribuição da extensão de partículas. No entanto, o guar borato prístino apresenta carac-

terísticas de FSC e CRC reduzidas para as partículas tendo um tamanho de cerca de 150 μm (Figura 23).

EXEMPLOS de 42 a 45

Efeitos sinérgicos nos nanocompósitos de bentonita guar-borato

[00184] Bentonita branca [Minelco® MB 300; 0,094 g (3%); 0,188 g (5%); 0,316 g (10%)] foi colocada em suspensão em água desionizada (150 ml) e aquecida em 70 °C. Após esfriamento para a temperatura ambiente, farinha de guar (3,00 g; Procol®) foi adicionada. Uma solução de bórax (20 ml; 5,65 g de bórax em 200 ml de água desionizada) foi depois adicionada, e o gel resultante agitado durante 25 minutos. Os géis resultantes foram misturados com metanol (350 ml), triturados, e transferidos para dentro de um béquer. O pH foi ajustado para 7,90 sob agitação mecânica vigorosa usando ácido clorídrico (10%). O sólido assim obtido foi filtrado, lavado com metanol (3 x 50 ml), secado durante a noite em 60 °C em um forno de convecção e triturado para fornecer um pó particulado branco tendo as características mostradas na Tabela 15. Como ilustrado abaixo na Tabela 15, a carga de bentonita foi variada de 0% a 10%.

Tabela 13: Características de desempenho do nanocompósito de bentonita guar-borato preparado usando várias cargas de bentonita.

Exemplo	% de bentonita seca (p/p)	FSC observada (g/g)	CRC observada (g/g)	FSC calculada (g/g)	CRC calculada (g/g)	Si-nergia da FSC (g/g)	Si-nergia da CRC (g/g)
42	0	111	98	-	-	-	-
43	3	135	102	108	95	27	7
44	5	132	101	106	93	26	8
45	10	103	91	100	88	3	3

[00185] Embora a presente invenção tenha sido descrita mais aci-

ma por meio das suas formas de realização preferidas, ela pode ser modificada sem divergir do espírito e natureza da invenção objeto como definido nas reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição absorvente, caracterizada pelo fato de que compreende um material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, e pelo menos um material co-absorvente.

2. Composição absorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o material co-absorvente é selecionado do grupo consistindo em polímeros superabsorventes sintéticos, polissacarídeos com base em manose, polissacarídeo iônicos, fibras e misturas destes.

3. Composição absorvente de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que os polímeros superabsorventes sintéticos se baseiam em monômeros selecionados do grupo consistindo em ácido acrílico, sais de acrilato, éster acrílico, anidrido acrílico, ácido metacrílico, sais de metacrilato, ésteres metacrílicos, anidrido metacrílico, anidrido maléico, sais maléicos, ésteres de maleato, acrilamida, acrilonitrila, álcool vinílico, vinil pirrolidona, acetato de vinila, vinil guanidina, ácido aspártico, sais aspárticos e misturas destes.

4. Composição absorvente de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que os polissacarídeos com base em manose são selecionados do grupo consistindo em goma guar, goma tara, goma de alfarroba, konjac, goma algarobeira, goma de feno-grego e misturas destes.

5. Composição absorvente de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que os polissacarídeo iônicos são selecionados do grupo consistindo em polissacarídeos de carboxialquila, carboximetil celulose, amido de carboximetila, polissacarídeos oxidados, xantana, carrageninas, pectina e misturas destes.

6. Composição absorvente de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que as fibras são selecionadas do grupo

consistindo em celulose, viscose, raíom, acetato de celulose, polialquilenos, polietileno, polipropileno, fibras de bi-componentes, poliésteres, polilactídeos, polipropanodióis, esfagno e misturas destes.

7. Composição absorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de ser para uso em um produto absorvente selecionado do grupo consistindo em fraldas, artigos para incontinência, produtos de higiene feminina, deposições pneumáticas, roupas absorventes, artigos domésticos, materiais de vedação, umectantes para produtos agrícolas para o condicionamento do solo, revestimentos anti-condensação, materiais de armazenamento de água na agricultura/horticultura/silvicultura, produtos de papel absorventes, bandagens e tampões cirúrgicos, absorventes para derramamentos químicos, géis poliméricos para cosméticos e produtos farmacêuticos, e neve artificial.

8. Método para absorver fluidos selecionados do grupo consistindo em água, soluções aquosas, soluções fisiológicas e soluções salinas, caracterizado pelo fato de que compreende o contato dos fluidos com um produto absorvente que compreende um material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo.

9. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o produto absorvente ainda compreende pelo menos um material co-absorvente.

10. Método de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que o material co-absorvente é selecionado do grupo consistindo em polímeros superabsorventes sintéticos, polissacarídeos com base em manose, polissacarídeos iônicos, fibras e misturas destes.

11. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o produto absorvente é selecionado do grupo con-

sistindo em fraldas, artigos para incontinência, produtos de higiene feminina, deposições pneumáticas, roupas absorventes, artigos domésticos, produtos de papel absorventes, bandagens, tampões cirúrgicos e absorventes para derramamentos químicos.

12. Uso de um material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, caracterizado pelo fato de ser na fabricação de um produto absorvente para a absorção de fluidos selecionados do grupo consistindo em água, soluções aquosas, soluções fisiológicas e soluções salinas.

13. Uso de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que o produto absorvente ainda compreende pelo menos um material co-absorvente.

14. Uso de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que o material co-absorvente é selecionado do grupo consistindo em polímeros superabsorventes sintéticos, polissacarídeos com base em manose, polissacarídeos iônicos, fibras e misturas destes.

15. Uso de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que o produto absorvente é selecionado do grupo consistindo em fraldas, artigos para incontinência, produtos de higiene feminina, deposições pneumáticas, roupas absorventes, artigos domésticos, produtos de papel absorventes, bandagens e tampões cirúrgicos, absorventes para derramamentos químicos.

16. Fralda, caracterizada pelo fato de que compreende o material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, e opcionalmente pelo menos um material co-absorvente.

17. Artigo para incontinência, caracterizado pelo fato de que compreende o material nanocompósito absorvente ou superabsorven-

te que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, e opcionalmente pelo menos um material co-absorvente.

18. Produto de higiene feminina, caracterizado pelo fato de que compreende o material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, e opcionalmente pelo menos um material co-absorvente.

19. Deposição pneumática, caracterizada pelo fato de que compreende o material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, e opcionalmente pelo menos um material co-absorvente.

20. Roupa absorvente, caracterizada pelo fato de que compreende o material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, e opcionalmente pelo menos um material co-absorvente.

21. Bandagem, caracterizada pelo fato de que compreende o material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, e opcionalmente pelo menos um material co-absorvente.

22. Tampão cirúrgico, caracterizado pelo fato de que compreende o material nanocompósito absorvente ou superabsorvente que compreende uma dispersão de um filossilicato em uma rede de polissacarídeo, e opcionalmente pelo menos um material co-absorvente.

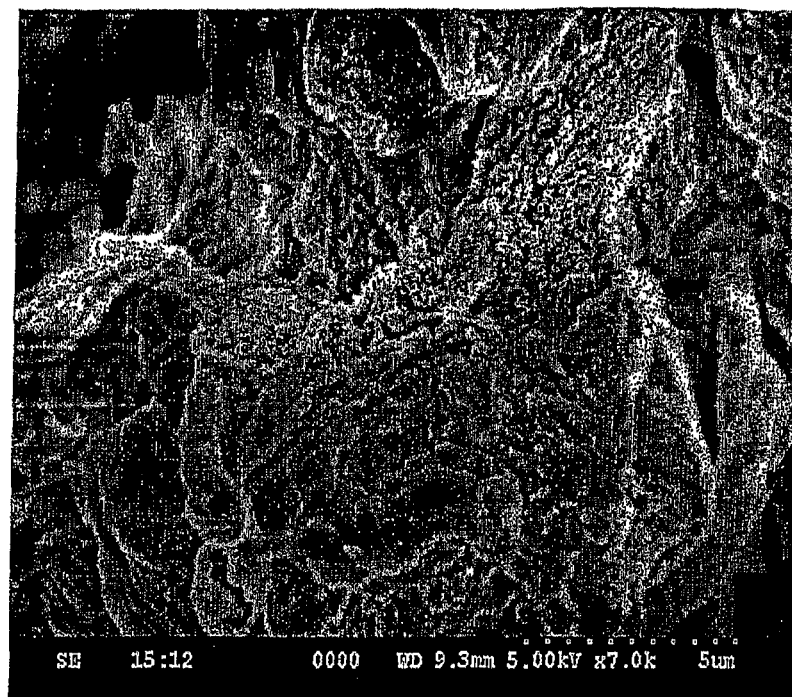


FIG 1

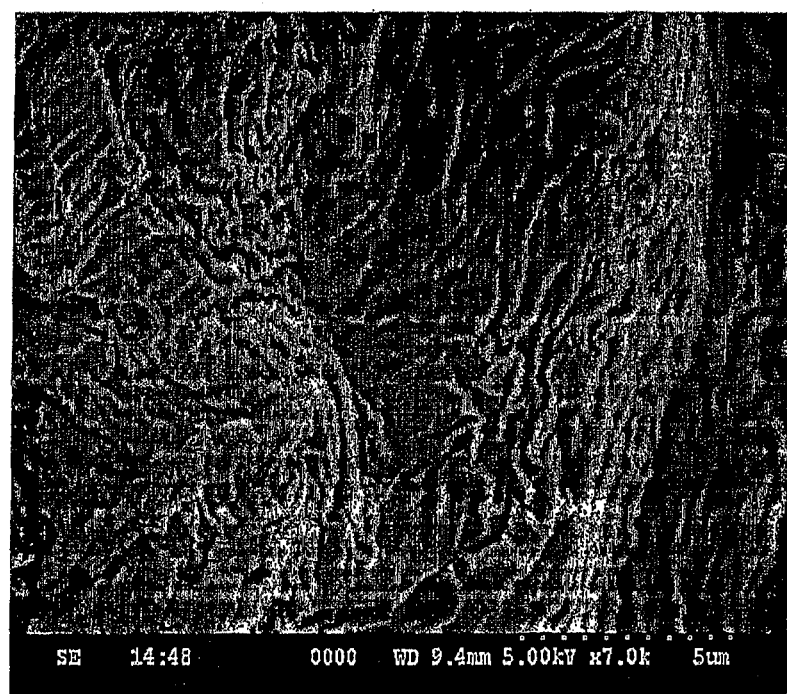


FIG 2

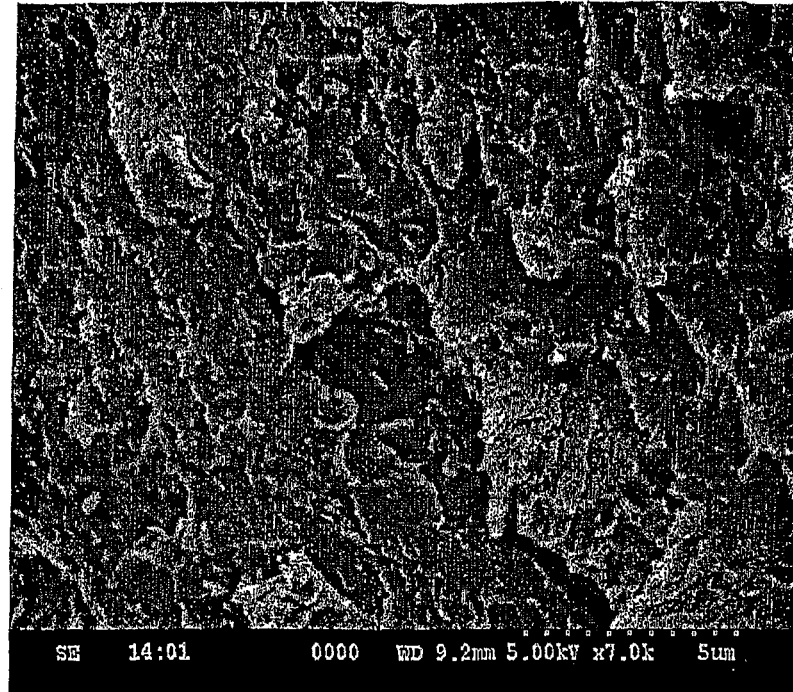


FIG 3

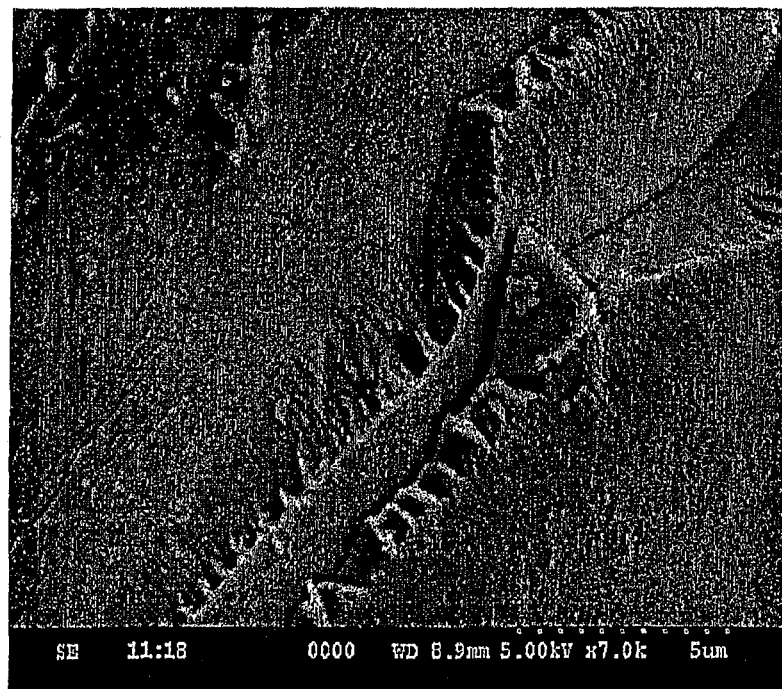


FIG 4

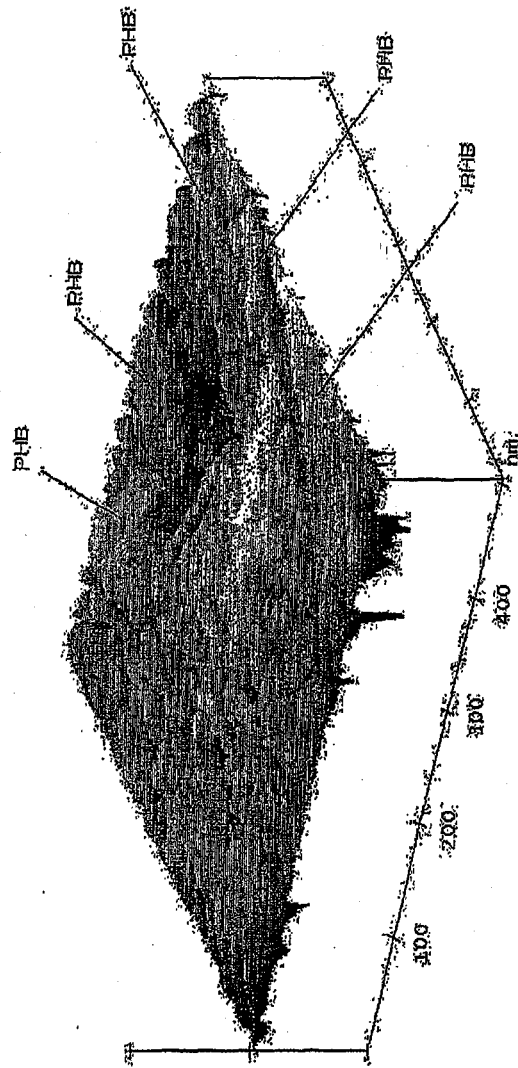


FIG 5

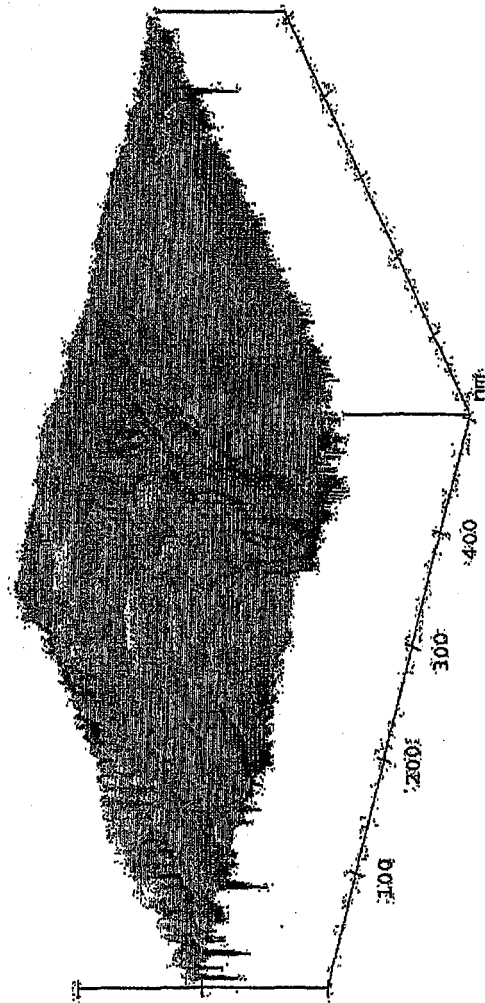


FIG 6

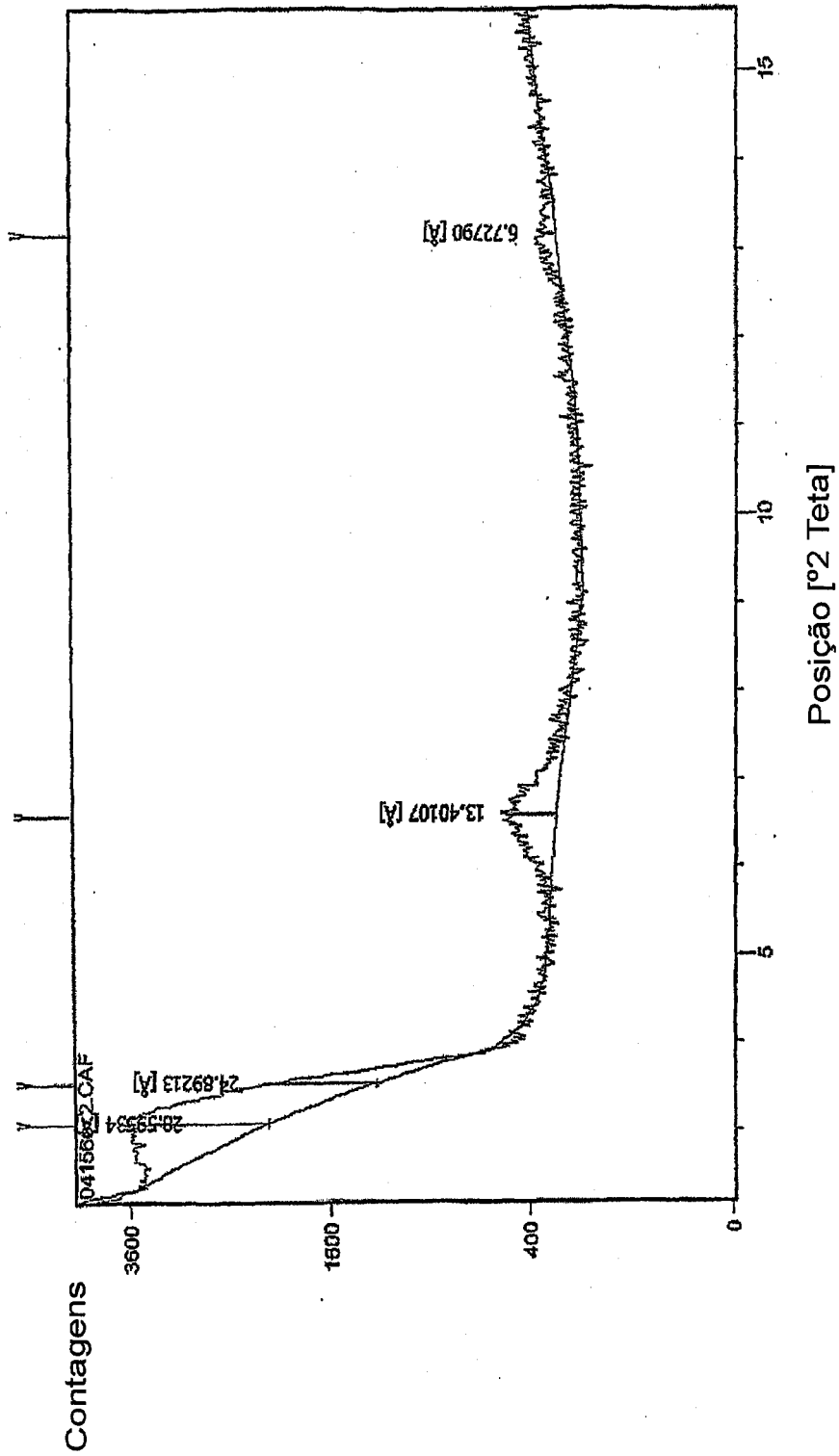


FIG 7

6/22

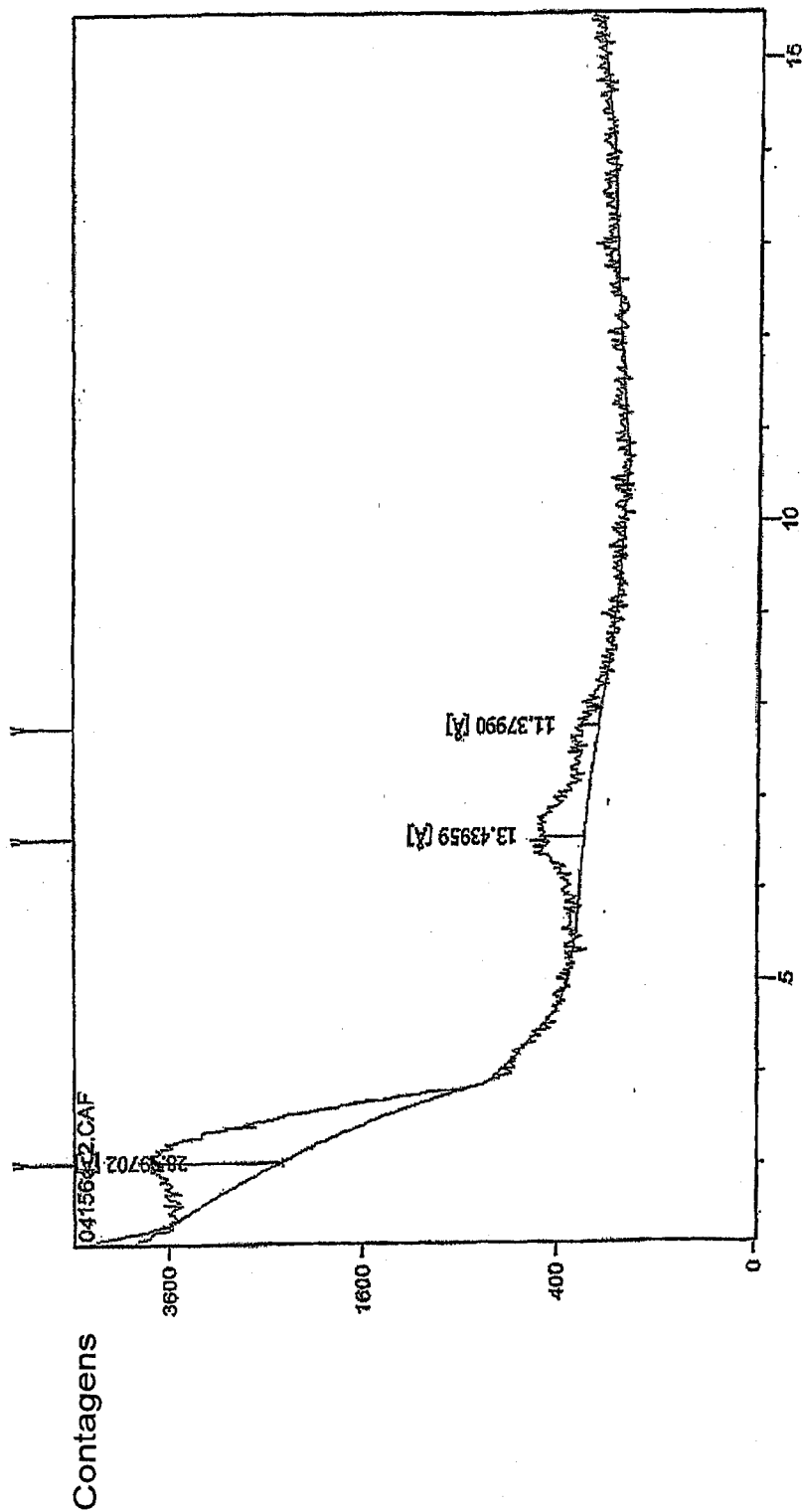
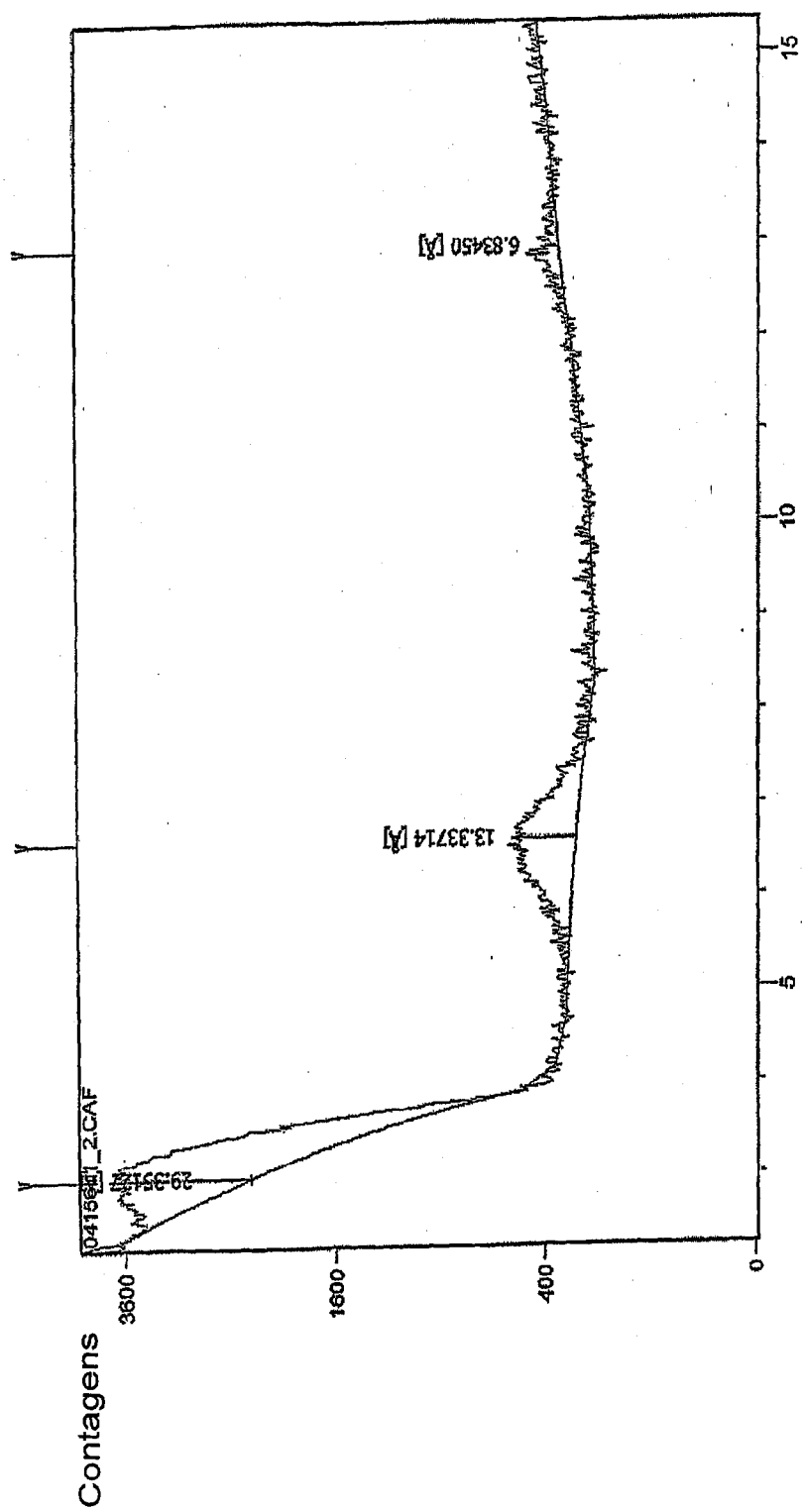


FIG 8



Posição [°2 Teta]

FIG 9

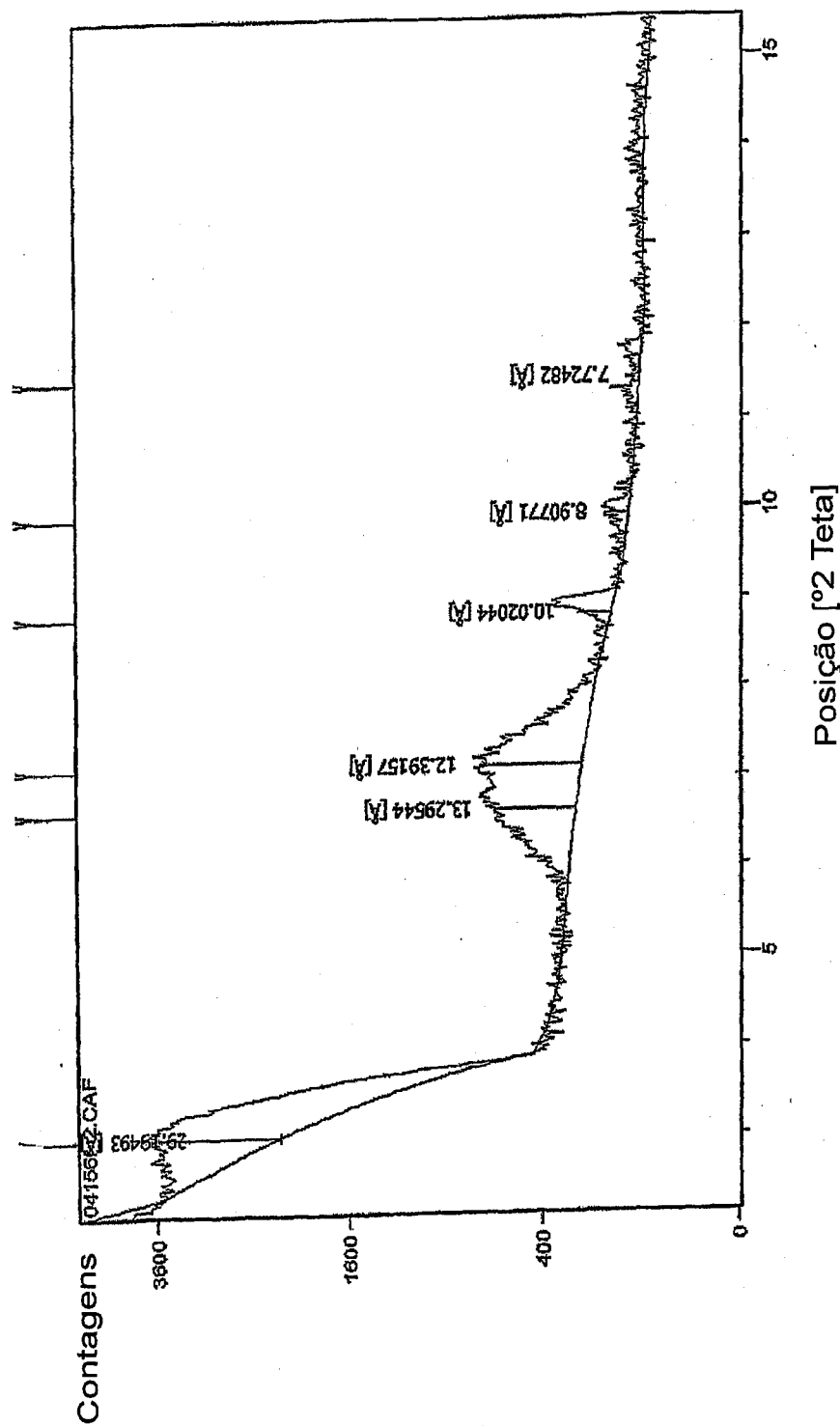


FIG 10

9/22

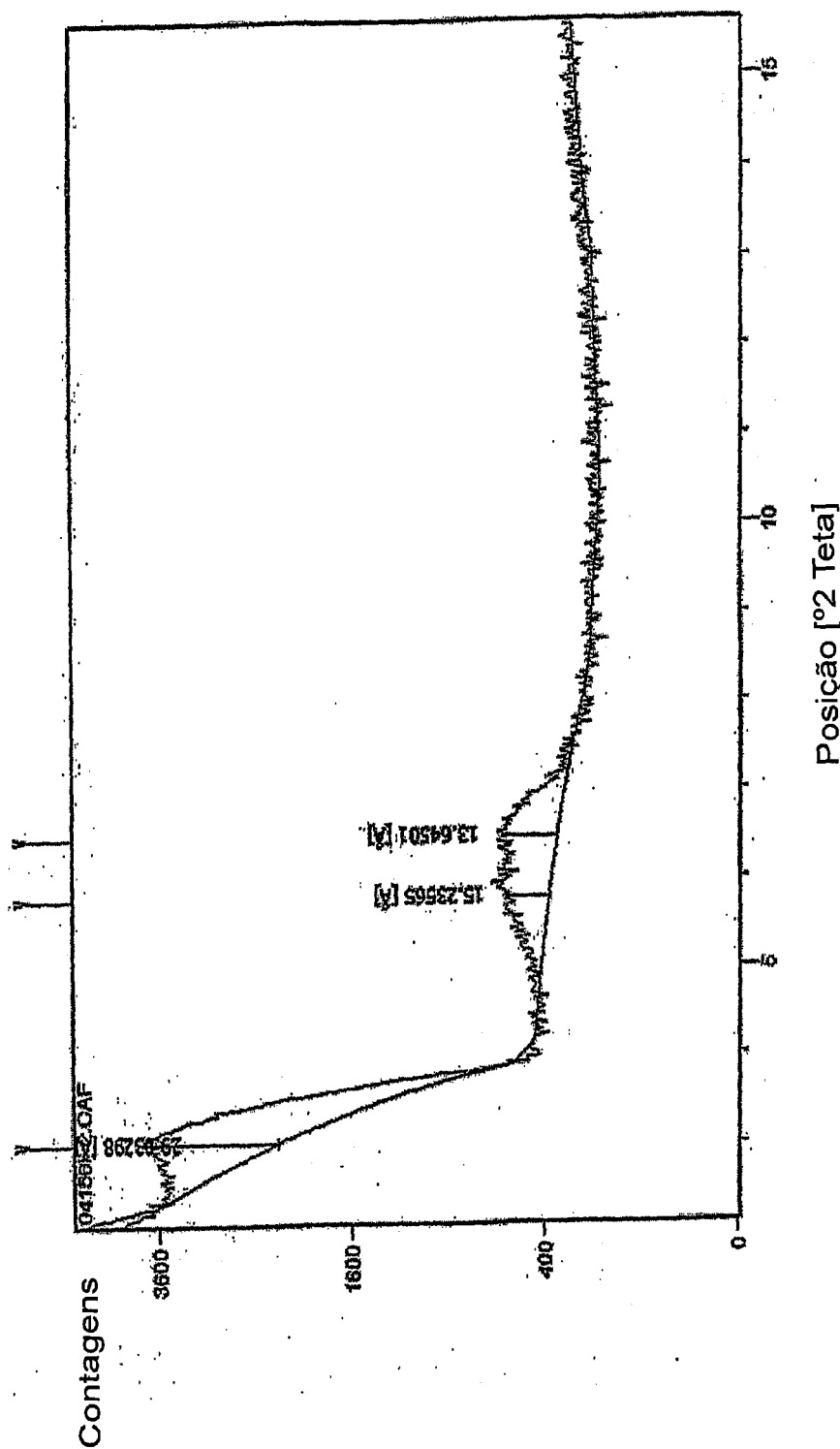


FIG 11

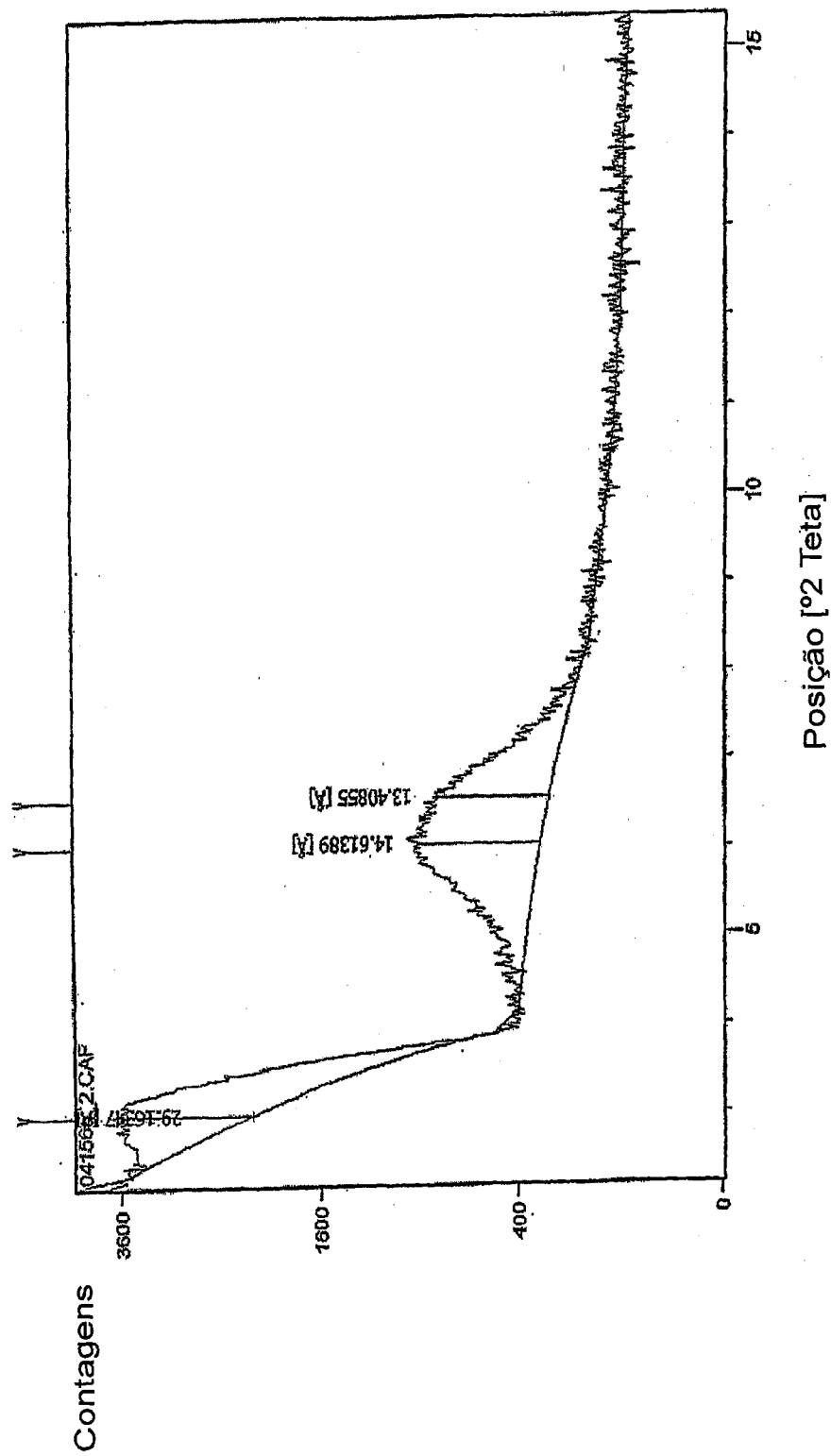


FIG 12

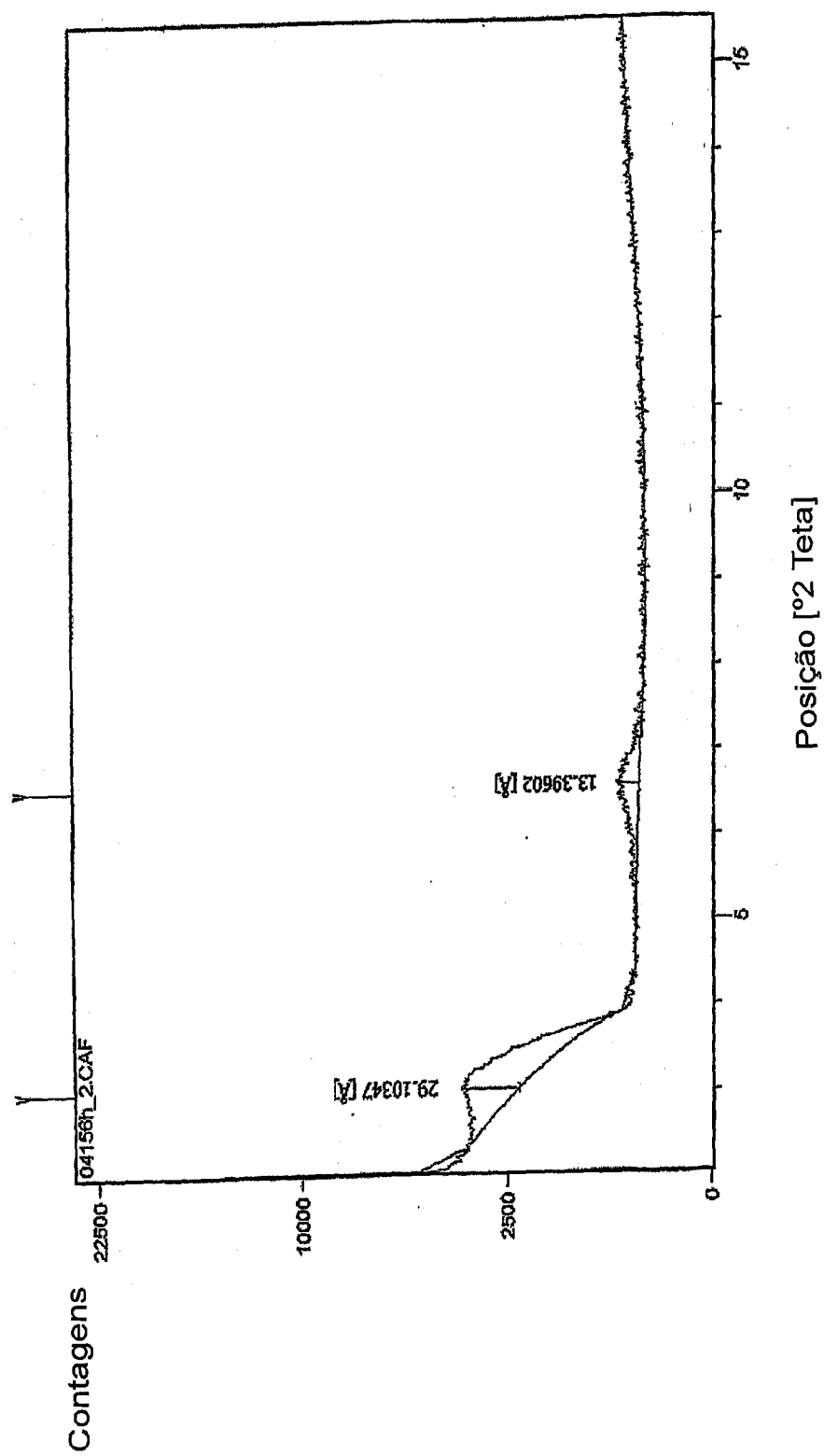


FIG 13

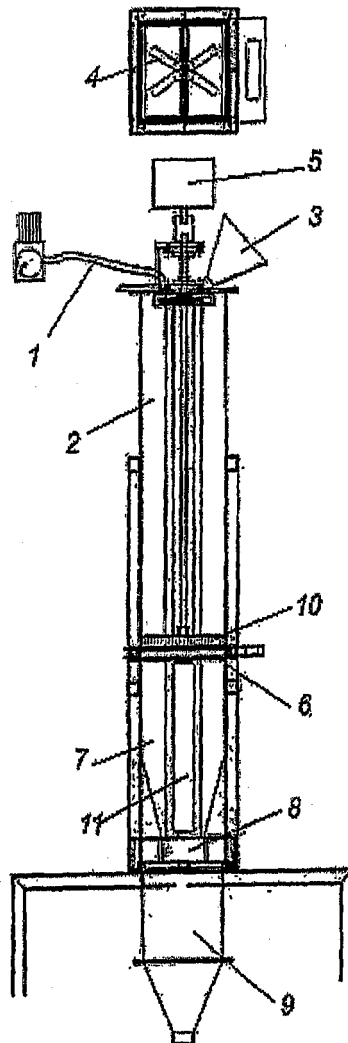


FIG 14

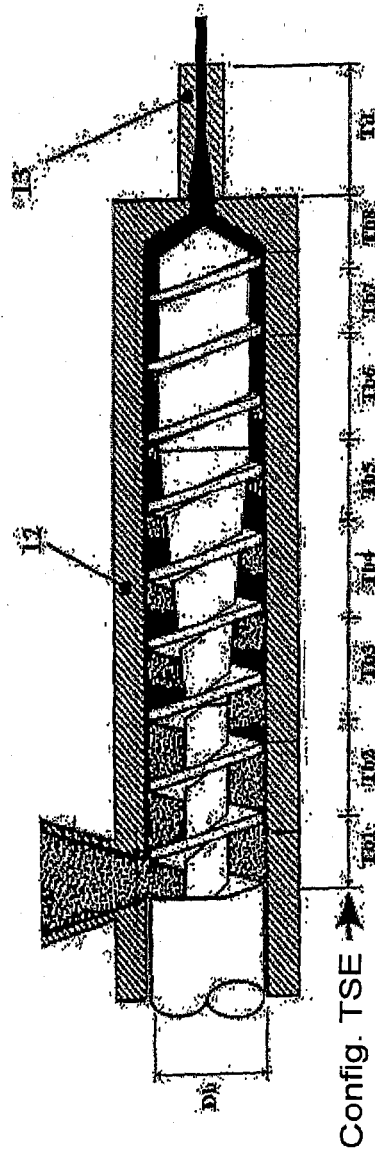


FIG 15

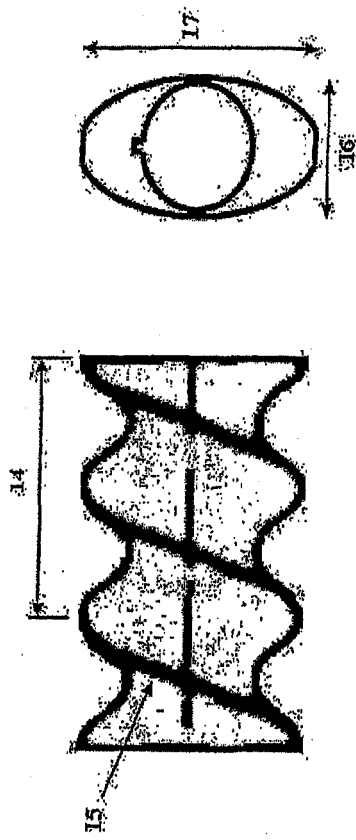


FIG 16



FIG 17

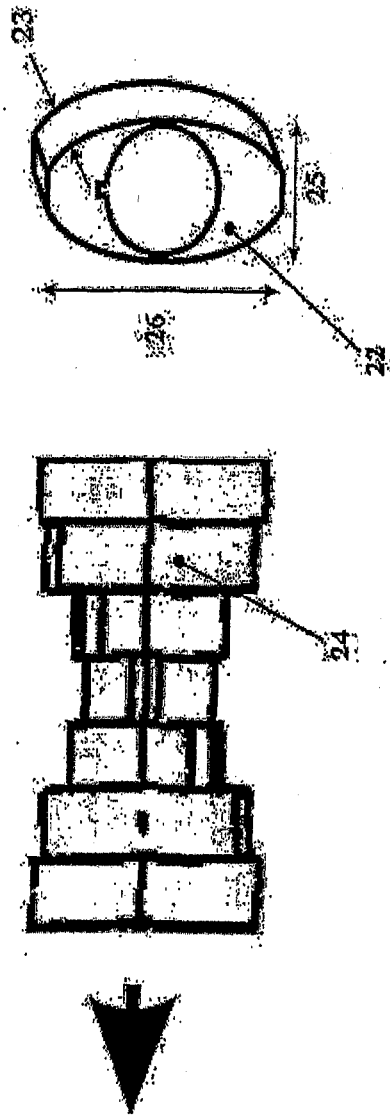


FIG 18

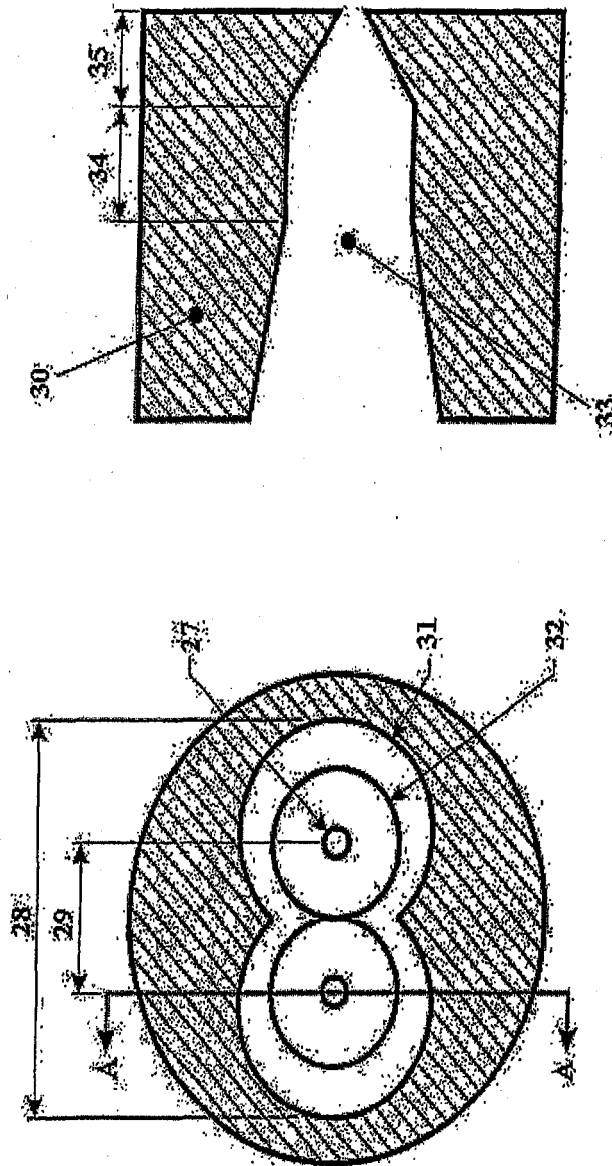


FIG 19

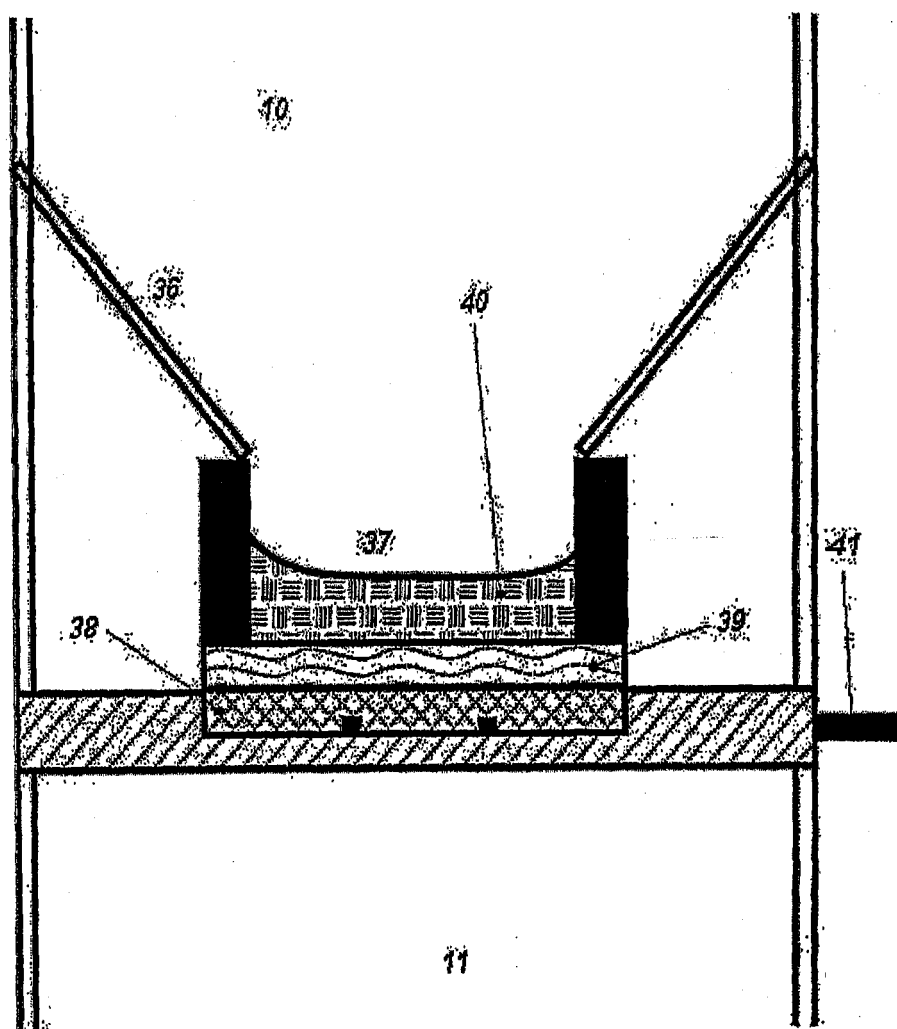


FIG 20

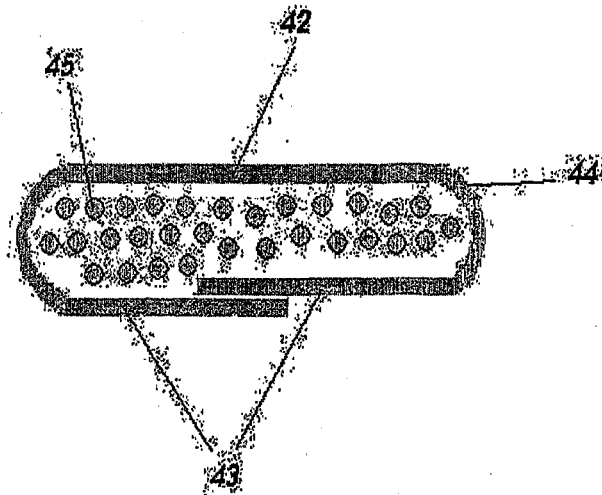


FIG 21

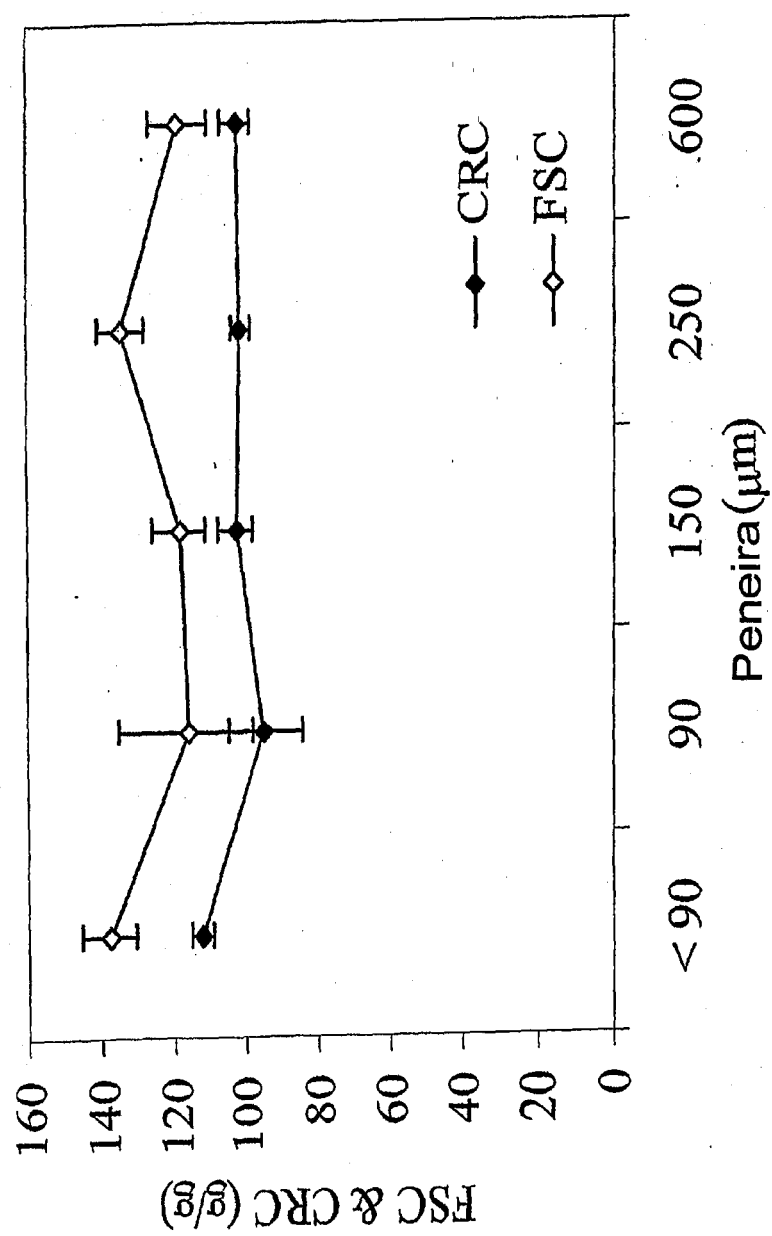


FIG 22

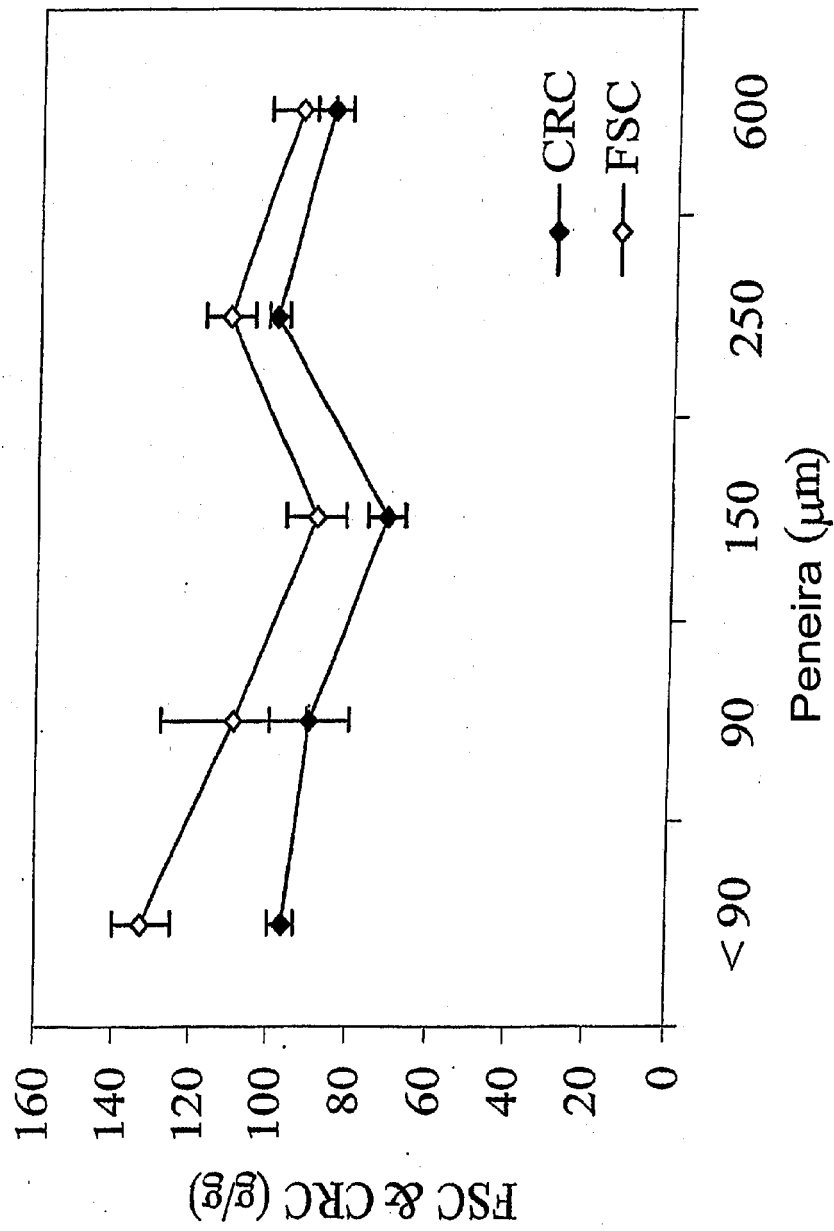


FIG 23

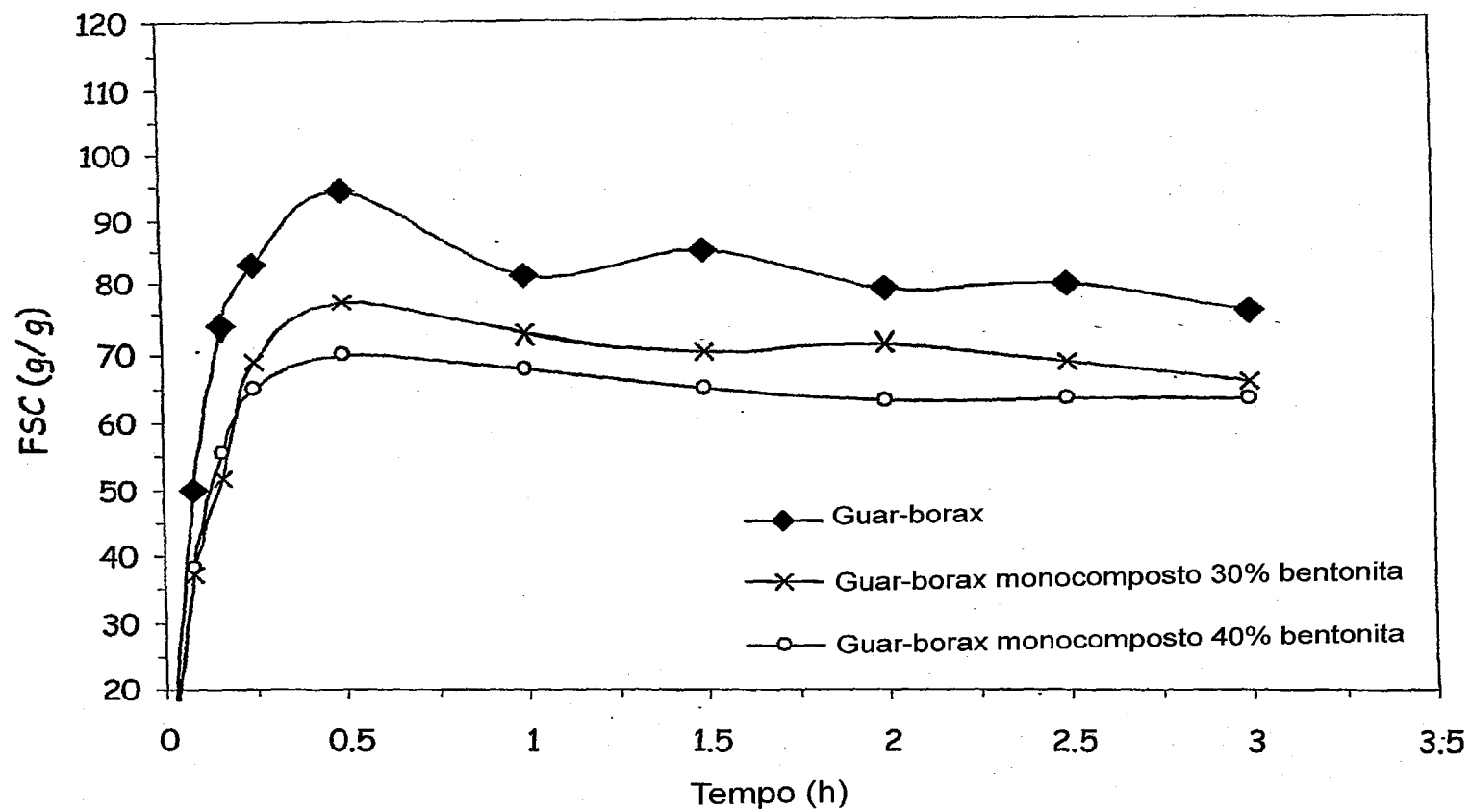


FIG 24

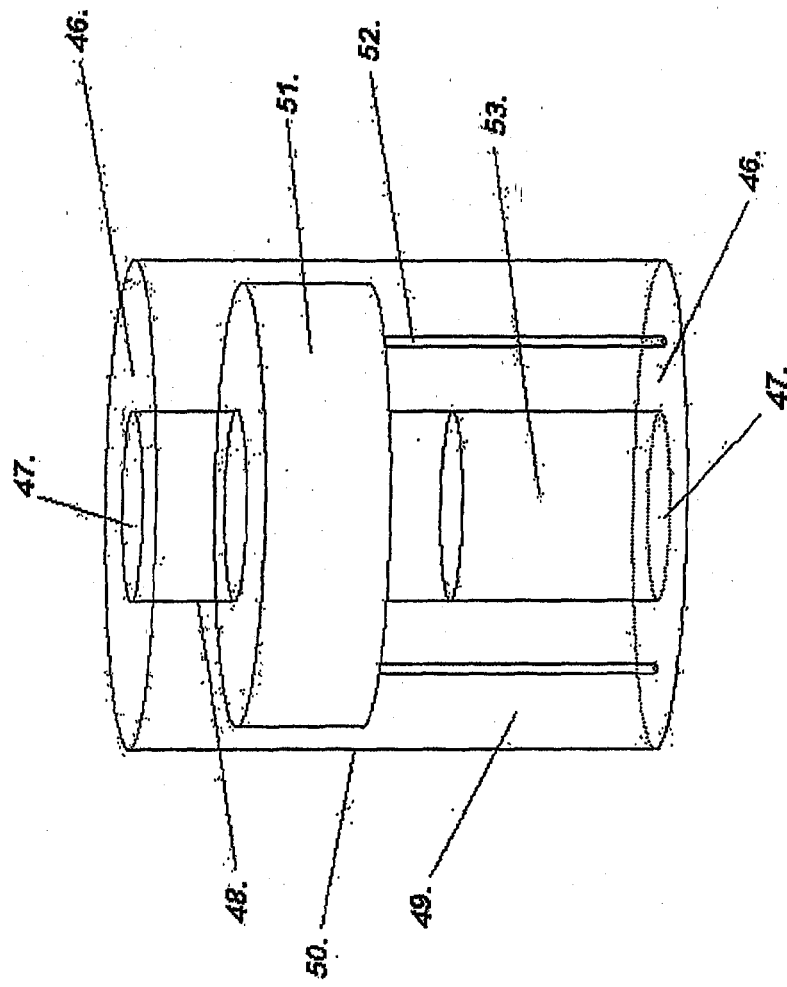


FIG 25