(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 101146832 B
(45)授权公告日 2010.12.29

(21)申请号 200680009440.7

(22)申请日 2006.03.23

(30)优先权数据
102005014291.5 2005.03.24 DE

(85)PCT申请进入国家阶段日
2007.09.24

(86)PCT申请的申请数据
PCT/EP2006/061010 2006.03.23

(87)PCT申请的公布数据
WO2006/100300 DE 2006.09.28

(73)专利权人 巴斯福股份公司
地址 德国路德维希港

(72)发明人 M·魏斯曼特尔 S·布鲁恩斯
D·范埃斯布洛克

(74)专利代理机构 北京市中咨律师事务所 11247
代理人 刘金辉 林柏楠

(51)Int.Cl.
C08F 2/04(2006.01)
C08F 6/10(2006.01)
C08F 20/06(2006.01)
C08J 3/075(2006.01)
A61L 15/12(2006.01)
F26B 17/00(2006.01)

(56)对比文件
CN 88103323 A,1988.12.21, 全文.
CN 1282270 A,2001.01.31, 全文.
WO 03104302 A1,2003.12.18, 全文.

审查员 迟韶华

权利要求书 2 页 说明书 14 页

(54)发明名称

生产吸水性聚合物的方法

(57)摘要

本发明涉及一种通过聚合单体溶液并借助加热的气流干燥如此得到的水凝胶而生产吸水性聚合物的方法，其中在至少两个温度区中进行干燥和/或使气流在带式干燥机的上游区段中向上流过水凝胶，在带式干燥机的下游区段中向下流过，流动方向在水凝胶的水含量为15-45重量%处反转，和/或使水凝胶层在带式干燥机中至少在一定程度上被向上流过，其中气体速率为使水凝胶升起离开带所需气体速率的5-30%。本发明还涉及用于进行所述方法的装置和通过所述方法生产的吸水性聚合物在生产卫生制品中的用途。

CN 101146832 B

1. 一种通过聚合包含至少一种烯属不饱和酸官能单体和至少一种交联剂的单体溶液并借助加热的气流干燥所得水凝胶而生产具有低的干燥质量指数的吸水性聚合物的方法，该方法包括：

- 在两个或更多个气体入口温度满足条件 T_n 不等于 T_{n+a} 且气体入口温度 T_{n+a} 为至少150℃的温度区中进行干燥，其中指数 n 和 a 各自为大于 0 的整数，气体入口温度满足条件 T_n 高于 T_{n+a} 且气体入口温度相差不小于 2℃，和

- 使气流在带式干燥机的上游区段中向上流过水凝胶，在带式干燥机的下游区段中向下流过，流动方向在水凝胶的水含量为 15-45 重量%处反转，和

- 使水凝胶层在带式干燥机中至少在一定程度上被向上流过，其中气体速率为使水凝胶升起离开带所需气体速率的 5-30%，

其中所述交联剂包含两个或更多个烯属不饱和基团，且其中两个或更多个烯属不饱和基团经由一个或多个酯基团相互连接。

2. 根据权利要求 1 的方法，其中干燥在三个或更多个温度区中进行，其中所述温度区的气体入口温度满足条件 T_{n+a} 低于 T_{n+b}，其中指数 b 为大于 a 的整数。

3. 根据权利要求 2 的方法，其中气体入口温度满足条件 T_n 高于 T_{n+b}。

4. 根据权利要求 1-3 中任一项的方法，其中在所述温度区的两个或更多个中的气体入口温度 T_n 至 T_{n+a-1} 满足条件 T_{n+r} 高于 T_{n+s}，其中指数 a 为大于 1 的整数，指数 r 为 0 至 (a-2) 的整数且指数 s 为 (r+1) 至 (a-1) 的整数。

5. 根据权利要求 1-3 中任一项的方法，其中在所述温度区的两个或更多个中的气体入口温度 T_{n+b} 至 T_{n+c-1} 满足条件 T_{n+u} 高于 T_{n+v}，其中指数 c 为大于 (b+1) 的整数，指数 u 为 b 至 (c-2) 的整数，且指数 v 为 (u+1) 至 (c-1) 的整数。

6. 根据权利要求 1-3 中任一项的方法，其中在所述温度区的三个或更多个中的气体入口温度 T_{n+b} 至 T_{n+c-1} 满足条件 T_{n+u} 高于 T_{n+v} 高于 T_{n+w}，其中指数 c 为大于 (b+2) 的整数，指数 u 为 b 至 (c-3) 的整数，指数 v 为 (u+1) 至 (c-2) 的整数且指数 w 为 (v+1) 至 (c-1) 的整数。

7. 根据权利要求 1-3 中任一项的方法，其中气流在带式干燥机的上游区段中向上流过水凝胶，在带式干燥机的下游区段中向下流过，其中流动方向在水凝胶的水含量为 20-40 重量%处反转。

8. 根据权利要求 7 的方法，其中在流动方向反转后流过水凝胶层的气流速率处于升高状态。

9. 根据权利要求 1-3 中任一项的方法，其中水凝胶层在带式干燥机中至少在一定程度上被向上流过，其中气体速率为使水凝胶升起离开带所需速率的 10-20%。

10. 根据权利要求 1-3 中任一项的方法，其中水凝胶在干燥前具有的水含量为 30-70 重量%。

11. 根据权利要求 7 的方法，其中水凝胶在干燥前具有的水含量为 30-70 重量%。

12. 根据权利要求 9 的方法，其中水凝胶在干燥前具有的水含量为 30-70 重量%。

13. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中水凝胶在干燥后具有的水含量为 1-10 重量%。

14. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中流过水凝胶层的气流速率为 0.5-5m/s。

15. 根据权利要求 13 的方法，其中流过水凝胶层的气流速率为 0.5-5m/s。

16. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中流过水凝胶层的气流具有与不超过 50℃的露点相对应的水蒸气含量。

17. 根据权利要求 15 的方法，其中流过水凝胶层的气流具有与不超过 50℃的露点相对应的水蒸气含量。

18. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中流过水凝胶层的气流的温度为 50-250℃。

19. 根据权利要求 17 的方法，其中流过水凝胶层的气流的温度为 50-250℃。

20. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中水凝胶在干燥机中的停留时间为 10-120 分钟。

21. 根据权利要求 19 的方法，其中水凝胶在干燥机中的停留时间为 10-120 分钟。

22. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中在干燥过程中的主导压力低于大气压力。

23. 根据权利要求 21 的方法，其中在干燥过程中的主导压力低于大气压力。

24. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中水凝胶在带上的进料高度为 10-200cm。

25. 根据权利要求 23 的方法，其中水凝胶在带上的进料高度为 10-200cm。

26. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中带速为 0.005-0.05m/s。

27. 根据权利要求 25 的方法，其中带速为 0.005-0.05m/s。

28. 根据权利要求 1-3、11 和 12 中任一项的方法，其中对水凝胶的所述干燥而言干燥质量指数不超过 8。

29. 根据权利要求 27 的方法，其中对水凝胶的所述干燥而言干燥质量指数不超过 8。

生产吸水性聚合物的方法

[0001] 本发明涉及一种通过聚合单体溶液并借助加热的气流干燥所得水凝胶而生产具有低的干燥质量指数(Drying Quality Index)的吸水性聚合物的方法、进行所述方法的装置以及通过该方法生产的吸水性聚合物在生产卫生制品中的用途。

[0002] 本发明的其它实施方案由权利要求、说明书和实施例可知。应理解的是,在上文所述的以及将在下文更具体描述的本发明主题的特征不仅可以以所述特定的组合使用,还可以以其它不脱离本发明范围的组合使用。

[0003] 吸水性聚合物尤其为(共)聚合的亲水单体的聚合物,一种或多种亲水单体在合适的接枝基质上的接枝(共)聚合物,交联的纤维素醚,交联的淀粉醚,交联的羧甲基纤维素,部分交联的聚氧化烯或者可在水性流体中溶胀的天然产品如瓜耳胶衍生物。这类聚合物用作可吸收水溶液的产品来制造尿布、棉塞、卫生棉和其它卫生制品,也作为保水剂用于商品蔬菜种植。

[0004] 吸水性聚合物的生产例如描述于专著“Modern SuperabsorbentPolymer Technology”,F.L.Buchholz和A.T.Graham,Wiley-VCH,1998或Ullmann′ s Encyclopedia of Industrial Chemistry,第6版,第35卷,第73-103页中。

[0005] 聚合通常提供必须干燥的含水聚合物凝胶。聚合物凝胶的干燥同样描述于专著“Modern Superabsorbent Polymer Technology”,F.L.Buchholz和A.T.Graham,Wiley-VCH,1998,第87-93页中。

[0006] 干燥方法均具有以下特征:由于待干燥的聚合物材料的宽的凝胶尺寸分布,所有水凝胶颗粒的完全干燥只能在大部分水凝胶颗粒已过度干燥的条件下实现。这些干燥条件构成对干燥机能力的不经济利用。然而,当对干燥机能力的利用经济地优化后,干燥条件会使得大部分水凝胶颗粒已经干燥而小部分水凝胶颗粒仍然潮湿。潮湿的水凝胶颗粒为橡胶弹性且易于粘结在一起,因此其在待干燥的材料随后经受的研磨和筛分操作中会导致明显的破裂,这是不希望的。因此在筛分之前,必须从易碎的部分过度干燥的水凝胶颗粒中分离出潮湿的橡胶弹性的水凝胶颗粒。因此,工业操作者选择在干燥机能力利用和干燥机进料的加工性能之间折衷的干燥条件。

[0007] 本发明的目的是提供改进的生产吸水性聚合物颗粒的方法,尤其是改进该方法中出现的含水聚合物凝胶的干燥。

[0008] 干燥方法应经济且在短的停留时间中得到水含量低的产物,而且干燥方法还应非常温和,以使干燥仅在最低程度上改变产物质量。

[0009] 我们发现该目的由一种通过聚合单体溶液并借助加热的气流干燥所得水凝胶而生产吸水性聚合物的方法实现,该方法包括:

[0010] -在两个或更多个气体入口温度满足条件 T_n 不等于 T_{n+a} 的温度区中进行干燥,其中指数n和a各自为大于0的整数,优选1-20的整数,更优选1-10的整数,最优选1-5的整数,和/或

[0011] -使气流在带式干燥机的上游区段中向上流过水凝胶,在带式干燥机的下游区段中向下流过,流动方向在水凝胶的水含量为15-45重量%处反转,和/或

[0012] -水凝胶层在带式干燥机中至少在一定程度上被向上流过，其中气体速率为使水凝胶升起离开带所需气体速率的 5-30％。

[0013] 加热的气流的温度优选不低于 50℃，更优选不低于 100℃，最优选不低于 150℃且优选至多 250℃，更优选至多 220℃，最优选至多 200℃。

[0014] 指数表示干燥机原料以升序通过温度区的时间次序，即具有较高指数的温度区较晚被通过。温度区指可在其中独立地设定气体入口温度的区域。

[0015] 上游区段由具有较低指数的温度区组成，而下游区段由具有较高指数的温度区组成。因此，干燥机进料首先穿过上游区段。

[0016] 水含量由 EDANA（欧洲一次性用品及非织造物协会 (EuropeanDisposables and Nonwovens Association)）推荐的测试方法 No.430.2-02“水分含量”测定。

[0017] 水凝胶层升起离开带的气体或空气速率（流化点）可实验测定或通过 $v_{max}=\sqrt{\frac{\rho_B \times g \times \Delta h}{c_D}}$ 计算，其中 v_{max} 为水凝胶升起离开带的最大气体或空气速率，ρ_B 为水凝胶的堆积密度，g 为重力常数，Δh 为穿过水凝胶层的压降，且 c_D 为气体或空气的曳力系数。在流化点，作用于水凝胶层上的重力与气体或空气曳力相互抵消。流化点标志着固定床与流化床之间的分界。水凝胶的堆积密度为带上的水凝胶重量与带上的水凝胶总体积的比例。除水凝胶外，水凝胶的总体积还包括水凝胶中的空隙。

[0018] 优选地，所述至少两个气体入口温度满足条件 T_n 高于 T_{n+a}。

[0019] 干燥优选在三个或更多个温度区中进行，其中这些温度区的气体入口温度满足条件 T_n 不等于 T_{n+a}，优选 T_n 高于 T_{n+a} 且 T_{n+a} 低于 T_{n+b}，其中指数 b 为大于 a 的整数，优选 (a+1) 至 (a+20) 的整数，更优选 (a+1) 至 (a+10) 的整数，最优选 (a+1) 至 (a+5) 的整数，且优选 T_n 高于 T_{n+b}。

[0020] 在本发明的一个特别优选的实施方案中，在所述 a 温度区的两个或更多个中的气体入口温度 T_n 至 T_{n+a-1} 满足条件 T_{n+r} 高于 T_{n+s}，其中指数 a 为大于 1 的整数，指数 r 为 0 至 (a-2) 的整数且指数 s 为 (r+1) 至 (a-1) 的整数。

[0021] 在本发明的另一特别优选的实施方案中，在所述 (c-b) 温度区的两个或更多个中的气体入口温度 T_{n+b} 至 T_{n+c-1} 满足条件 T_{n+u} 高于 T_{n+v}，其中指数 c 为大于 (b+1) 的整数，优选 (b+1) 至 (b+20) 的整数，更优选 (b+1) 至 (b+10) 的整数，最优选 (b+1) 至 (b+5) 的整数，指数 u 为 b 至 (c-2) 的整数，且指数 v 为 (u+1) 至 (c-1) 的整数。

[0022] 在本发明的一个非常特别优选的实施方案中，在 (c-b) 温度区的三个或更多个中的气体入口温度 T_{n+b} 至 T_{n+c-1} 满足条件 T_{n+u} 高于 T_{n+v} 高于 T_{n+w}，其中指数 c 为大于 (b+2) 的整数，优选 (b+2) 至 (b+20) 的整数，更优选 (b+2) 至 (b+10) 的整数，最优选 (b+2) 至 (b+5) 的整数，指数 u 为 b 至 (c-3) 的整数，指数 v 为 (u+1) 至 (c-2) 的整数，且指数 w 为 (v+1) 至 (c-1) 的整数。

[0023] 非常特别优选在六个或更多个温度区中干燥含水水凝胶的方法，其中 a 不小于 2，b 不小于 3 且 c 不小于 6。优选气体入口温度设定为 T_n 高于 T_{n+b}，T_{n+1} 高于 T_{n+b+1} 以及 T_{n+1} 不低于 T_{n+b}。

[0024] 最佳并因此优选的温度分布可描述为由两个峰和一个谷组成的波。第一峰为 T_n，第二峰为 T_{n+b} 且之间的谷为 T_{n+a}，其中第一峰高于第二峰。

[0025] 气体入口温度的差别（若存在的话）通常不小于 0.5℃，优选不小于 1℃，更优选不小于 5℃，最优选不小于 10℃，且通常至多 50℃，优选至多 40℃，更优选至多 30℃，最优选至多 20℃。

[0026] 流过水凝胶层的气流速率优选不低于 0.5m/s，更优选不低于 0.8m/s，最优选不低于 1m/s 且优选至多 5m/s，更优选至多 3m/s，最优选至多 2m/s。

[0027] 待使用的气体不受任何限制。干燥可利用空气、氮气或其它在干燥条件下呈惰性的气体。优选空气。

[0028] 流过水凝胶层的气流可包含水蒸气。但水蒸气含量不应超过与优选不超过 50℃，更优选不超过 40℃，最优选不超过 30℃的露点相对应的值。

[0029] 气体入口温度 T_n 至 T_{n+a-1} 优选不超过 200℃，更优选为 175-180℃。

[0030] 气体入口温度 T_{n+a} 至 T_{n+b-1} 优选不低于 150℃，更优选不低于 155℃，最优选为 155-160℃。

[0031] 气体入口温度 T_{n+b} 至 T_{n+c-1} 优选不超过 185℃，更优选不超过 180℃，最优选为 170-175℃。

[0032] 干燥停留时间优选不小于 10 分钟，更优选不小于 20 分钟，最优选不小于 30 分钟且优选至多 120 分钟，更优选至多 90 分钟，最优选至多 60 分钟。

[0033] 基于干燥机上的总停留时间，对于具有气体入口温度 T_n 至 T_{n+a-1} 的温度区的停留时间总和，相对停留时间优选不小于 10％，更优选不小于 15％且优选至多 25％，非常特别优选至多 20％，非常特别优选为 18％，对于具有气体入口温度 T_{n+a} 至 T_{n+b-1} 的温度区的停留时间总和，相对停留时间优选不小于 5％，更优选不小于 10％且优选至多 20％，非常特别优选至多 16％，非常特别优选为 14％，且对于具有气体入口温度 T_{n+b} 至 T_{n+c-1} 的温度区的停留时间总和，相对停留时间优选不小于 80％，更优选不小于 70％且优选至多 40％，非常特别优选至多 60％，非常特别优选为 68％。

[0034] 各个 a 温度区 T_n 至 T_{n+a-1} 中的相对停留时间优选设定得使相对停留时间相同。

[0035] 各个 (b-a) 温度区 T_{n+a} 至 T_{n+b-1} 中的相对停留时间优选设定得使相对停留时间相同。

[0036] 各个 (c-b) 温度区 T_{n+b} 至 T_{n+c-1} 中的相对停留时间优选设定得使相对停留时间相同。

[0037] 当待干燥的水凝胶在带式干燥机的上游区段中被气流向上流过且在带式干燥机的下游区段中被向下流过时，在流动方向反转处的水凝胶水含量优选不低于 20 重量％，更优选不低于 24 重量％，甚至更优选不低于 26 重量％，最优选不低于 28 重量％且优选不超过 40 重量％，更优选不超过 34 重量％，甚至更优选不超过 32 重量％，最优选不超过 30 重量％。优选这样操作干燥：使得流动方向反转发生在温度区 T_{n+b-1} 与 T_{n+b} 之间。

[0038] 优选气流在流动方向反转后的速率处于升高状态，优选升高不低于 10％，更优选不低于 30％，非常特别优选不低于 40％且优选至多 100％，更优选至多 80％，非常特别优选至多 60％。

[0039] 当带式干燥机至少在一定程度上被向上流过时，气体速率优选不低于使水凝胶升起离开带所需的气体速率的 5％，更优选不低于 8％，最优选不低于 10％且优选至多 30％，更优选至多 25％，最优选至多为 20％。

[0040] 待干燥的聚合物凝胶的水含量优选不低于30重量%，更优选不低于40重量%，最优选不低于50重量%且优选至多70重量%，更优选至多65重量%，最优选至多60重量%。

[0041] 干燥的聚合物凝胶的水含量优选不低于2重量%，更优选不低于3重量%，最优选不低于5重量%且优选至多10重量%，更优选至多9重量%，最优选至多8重量%。

[0042] 干燥优选在与大气压力相比降低的压力下进行，优选压力降低不小于0.5毫巴，更优选不小于2毫巴，最优选不小于10毫巴。

[0043] 干燥机中的与大气压力相比降低的压力在干燥机中产生更好的气体流动，因此干燥更均匀。

[0044] 本发明的优选方法为输送带方法（带式干燥机）。带式干燥机为干燥对流系统，其用于特别温和地处理可透过空气的产物。将待干燥产物置于使气体通过的无末端的输送带上，并使其经受加热的气流（优选空气）的流动。

[0045] 使干燥气体再循环，以使干燥气体在重复穿过产物层的过程中可变得非常高度饱和。干燥气体的一定比例，每次通过的气体量的优选不低于10%，更优选不低于15%，最优选不低于20%且优选至多50%，更优选至多40%，最优选至多30%，作为高度饱和蒸气离开干燥机并带走从产物中蒸发的水量。

[0046] 干燥机的尺寸和设计取决于待处理的产品、生产能力和干燥负荷。

[0047] 带式干燥机可包括单带式、多带式、多段式或多层式系统。本发明优选使用具有至少一个带的带式干燥机进行操作。非常特别优选一带式干燥机。为确保带式干燥操作的最佳实施，各自作为所选处理参数的函数测定吸水性聚合物的干燥性能。带的孔尺寸与筛目大小与产物一致。类似地，某些表面增强如电抛光或特氟隆化 (Teflonizing) 是可行的。

[0048] 可使用本领域熟练技术人员已知的任何链引导或无链的带系统来确保产物的最佳输送，实例为板式带、金属薄片带和无末端板式带、聚合物和金属织物带。

[0049] 为确保经济地干燥吸水性聚合物，对干燥机内气体路径进行连贯地设计以进行能量有效地操作。可使用在干燥特性和能量利用方面有利的各种气体路径方案。可使用能量回收系统以利用废气流热量来预热供入的新鲜气体。

[0050] 气体路径可符合如下方案：向下 / 向上 / 交替错流、横向逆流或横向并流。优选横向逆流的气体路径。

[0051] 可直接或经由各种加热介质如蒸汽、温水、燃烧气体、热油或气体间接加热干燥机。

[0052] 一带式干燥机的卓越之处在于安装高度低。其用于温和干燥以及当不可以或不希望将松散材料从一个带倾倒传输至另一带时使用。

[0053] 当空间紧凑且干燥时间很长时，经常推荐使用多带式干燥机的方案。将产物均匀分布于最上面的带上并依次输送至下面的多个带上。其优点为产物在过渡并落至下一平面时重复翻转并均化。在从一个带过渡到下一带的过程中，产物传输导致附聚物破裂并产生用于传热和传质的新自由表面。

[0054] 多层式干燥机具有与多带式干燥机相似的特征，但各区段类似于一带式干燥机可独立地进行控制。多段干燥机由多个依次连接的一带式干燥机组成。

[0055] 均匀的产物进料是最佳干燥的重要前提。均匀的产物进料可通过使用可旋转分配带和振动分配带、摆动斜槽或螺杆、振动斜槽或摆动输送机实现。

[0056] 待干燥的水凝胶优选借助旋转带施加在带式干燥机的带上。进料高度，即旋转带与带式干燥机的带的垂直距离优选不小于 10cm，更优选不小于 20cm，最优选不小于 30cm 且优选至多 200cm，更优选至多 120cm，最优选至多 40cm。

[0057] 待干燥的水凝胶在带式干燥机上的厚度优选不小于 2cm，更优选不小于 5cm，最优选不小于 8cm 且优选不超过 20cm，更优选不超过 15cm，最优选不超过 12cm。

[0058] 带式干燥机的带速率优选不小于 0.005m/s，更优选不低于 0.01m/s，最优选不低于 0.015m/s 且优选至多 0.05m/s，更优选至多 0.03m/s，最优选至多 0.025m/s。

[0059] 通过其中通道中的环形输送机的带孔盘以上述方式装载干燥机进料且干燥机进料在输送过程中通过用气体 / 空气 / 混合物以上述方式吹过所述盘的孔而干燥的输送带方法进行的干燥（带式干燥）构成对吸水性聚合物的最经济的干燥方法，因此优选该方法。待干燥的材料的干燥速率可通过蒸发速率来测定，蒸发速率表示每小时在每平方米带面积上从待干燥的产物中干燥出的水的千克数。由于经济原因，蒸发速率应尽可能高。

[0060] 待通过本发明方法干燥且合适的话已与额外反应物和 / 或吸水性聚合物颗粒（在分级步骤中作为小尺寸除去）混合的水凝胶结构由于其已分割凝胶体的松散排列而具有较大的凝胶表面积，因此对于带式干燥具有经济有利的干燥速率。在本发明方法的特别优选的方案中，可通过向水凝胶颗粒施加隔离剂而进一步增加干燥速率。在不会对水凝胶颗粒施加机械应力的情况下，通过在适合的装置中喷雾施用隔离剂，这些装置的实例为旋转管、Drais 混合器、犁头式混合器，例如 L ö dige 混合器、Peterson-Kelly 混合器、锥形螺杆混合器。

[0061] 有用的隔离剂包括 HLB 值不低于 3 的非离子表面活性剂、离子表面活性剂或两性表面活性剂（对于 HLB 值的定义：参见 W.C.Griffin，J.Soc.Cosmetic Chem.5(1954)249）。优选可溶于或至少可分散于水中的这类表面活性剂。已知，当借助接触式干燥机进行干燥时，使用表面活性剂改进水凝胶颗粒的干燥性能且详尽地描述于 EP-A-0 785 224 中。用作隔离剂的表面活性剂的实例在 EP-A-0 785 223 的第 3 页第 27 行至第 4 页第 38 行中找到。有用的隔离剂还包括聚硅氧烷、不饱和醇或多元醇及其衍生物。所述类的化合物的实例在 DE-A-198 46 413 的第 6 页第 21-42 行找到。

[0062] 由于较大的块在干燥过程中粉碎成随后的小碎片，优选在进行干燥的过程中使聚合物凝胶的温度保持尽可能低，从而可提高效率并可防止块或小碎片粘结在一起。这例如可通过引入冷空气或环境空气充分冷却所得聚合凝胶而实现，此时蒸发的冷却作用会使聚合物材料自动冷却。聚合物凝胶例如通过在带上的流动干燥而干燥。

[0063] 本发明方法可对含水聚合物凝胶进行干燥，以使干燥质量指数 (DQI) 通常不超过 8，优选不超过 6，更优选不超过 4，甚至更优选不超过 2，最优选不超过 1 且通常不小于 0.01。

[0064] 当含水聚合物凝胶完全或部分使用如下交联剂生产时，本发明方法特别有利，该交联剂包含两个或更多个烯属不饱和基团，且其中两个或更多个烯属不饱和基团经由一个或多个酯基团相互连接，实例为不饱和单 - 或多羧酸与多元醇的酯，例如二丙烯酸酯或三丙烯酸酯，实例为丁二醇二丙烯酸酯、丁二醇二甲基丙烯酸酯、乙二醇二丙烯酸酯、乙二醇二甲基丙烯酸酯以及三羟甲基丙烷三丙烯酸酯，以及烯丙基化合物，例如（甲基）丙烯酸烯丙酯、氰脲酸三烯丙酯、马来酸二烯丙酯和聚烯丙基酯。

[0065] 含水聚合物凝胶通过聚合包含如下组分的单体溶液而得到：

[0066] a) 至少一种烯属不饱和酸官能单体，

[0067] b) 至少一种交联剂，

[0068] c) 合适的话一种或多种可与单体 a) 共聚的烯属和 / 或烯丙基属不饱和单体，和

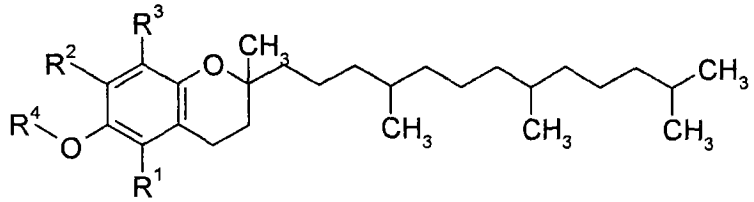
[0069] d) 合适的话，单体 a)、b) 和合适的话单体 c) 可至少部分接枝于其上的一种或多种水溶性聚合物。

[0070] 合适的单体 a) 例如为烯属不饱和羧酸，例如丙烯酸、甲基丙烯酸、马来酸、富马酸和衣康酸，或其衍生物如丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺、丙烯酸酯和甲基丙烯酸酯。特别优选丙烯酸和甲基丙烯酸。最优选丙烯酸。

[0071] 单体 a)，尤其是丙烯酸优选包含至多 0.025 重量％氢醌半醚。优选氢醌半醚为氢醌单甲醚 (MEHQ) 和 / 或生育酚。

[0072] 生育酚指下式化合物：

[0073]



[0074] 其中 R^1 为氢或甲基，R^2 为氢或甲基，R^3 为氢或甲基且 R^4 为氢或具有 1-20 个碳原子的酰基。

[0075] 优选 R^4 基团为乙酰基、抗坏血酰基 (ascorbyl)、琥珀酰基、烟酰基以及其它生理上可接受的羧酸。羧酸可为单 -、二 - 或三羧酸。

[0076] 优选其中 $R^1 = R^2 = R^3$ = 甲基的 α - 生育酚，尤其是外消旋的 α - 生育酚。R^1 更优选为氢或乙酰基。尤其优选 RRR-α - 生育酚。

[0077] 单体溶液优选包含不超过 130 重量 ppm，更优选不超过 70 重量 ppm，优选不低于 10 重量 ppm，更优选不低于 30 重量 ppm，尤其是约 50 重量 ppm 的氢醌半醚，所有量均基于丙烯酸，其中丙烯酸盐以丙烯酸计。例如，单体溶液可使用具有合适氢醌半醚含量的丙烯酸生产。

[0078] 交联剂 b) 为具有至少两个可自由基共聚入聚合物网络的可自由基聚合基团的化合物。合适的交联剂 b) 例如为如 EP-A-0 530 438 所述的乙二醇二甲基丙烯酸酯、二甘醇二丙烯酸酯、甲基丙烯酸烯丙酯、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、三烯丙基胺、四烯丙氧基乙烷，如 EP-A-0 547 847、EP-A-0 559476、EP-A-0 632 068、WO-A-93/21237、WO-A-03/104299、WO-A-03/104300、WO-A-03/104301 和 DE-A-103 31 450 中所述的二丙烯酸酯和三丙烯酸酯，如 DE-A-103 31 456 和在先德国专利申请 103 55 401.7 中所述的除丙烯酸酯基团外还包含其它烯属不饱和基团的混合丙烯酸酯，或者例如如 DE-A-195 43 368、DE-A-196 46 484、WO-A-90/15830 和 WO-A-02/32962 中所述的交联剂混合物。

[0079] 有用的交联剂 b) 尤其包括 N，N' - 亚甲基双丙烯酰胺和 N，N' - 亚甲基双甲基丙烯酰胺，多元醇的不饱和一元羧酸或多元羧酸的酯，例如二丙烯酸酯或三丙烯酸酯如丁二醇二丙烯酸酯、丁二醇二甲基丙烯酸酯、乙二醇二丙烯酸酯、乙二醇二甲基丙烯酸酯以及三羟甲基丙烷三丙烯酸酯，以及烯丙基化合物如（甲基）丙烯酸烯丙酯、氰脲酸三烯丙酯、马

来酸二烯丙酯、聚烯丙基酯、四烯丙氧基乙烷、三烯丙胺、四烯丙基乙二胺、磷酸的烯丙基酯以及例如如 EP-A-0 343 427 中所述的乙烯基膦酸衍生物。有用的交联剂 b) 还包括季戊四醇二烯丙基醚、季戊四醇三烯丙基醚、季戊四醇四烯丙基醚、聚乙二醇二烯丙基醚、乙二醇二烯丙基醚、甘油二烯丙基醚、甘油三烯丙基醚、基于山梨糖醇的聚烯丙基醚及其乙氧基化变体。本发明方法利用聚乙二醇的二（甲基）丙烯酸酯，其中所用聚乙二醇的分子量为 300-1000。

[0080] 然而，特别有利的交联剂 b) 为 3-15 重乙氧基化的甘油、3-15 重乙氧基化的三羟甲基丙烷、3-15 重乙氧基化的三羟甲基乙烷的二丙烯酸酯和三丙烯酸酯，尤其是 2-6 重乙氧基化的甘油或 2-6 重乙氧基化的三羟甲基丙烷、3 重丙氧基化的甘油、3 重丙氧基化的三羟甲基丙烷，以及 3 重混合乙氧基化或丙氧基化的甘油、3 重混合乙氧基化或丙氧基化的三羟甲基丙烷、15 重乙氧基化的甘油、15 重乙氧基化的三羟甲基丙烷、40 重乙氧基化的甘油、40 重乙氧基化的三羟甲基乙烷以及 40 重乙氧基化的三羟甲基丙烷的二丙烯酸酯和三丙烯酸酯。

[0081] 非常特别优选用作交联剂 b) 的为二丙烯酸酯化、二甲基丙烯酸酯化、三丙烯酸酯化或三甲基丙烯酸酯化的多重乙氧基化和 / 或丙氧基化的甘油，例如如 WO-A-03/104301 中所述。特别有利的是 3-10 重乙氧基化甘油的二 - 和 / 或三丙烯酸酯。非常特别优选 1-5 重乙氧基化和 / 或丙氧基化甘油的二 - 或三丙烯酸酯。最优选 3-5 重乙氧基化和 / 或丙氧基化甘油的三丙烯酸酯。这些交联剂的显著之处在于它们在吸水性聚合物中的残留水平特别低（通常低于 10 重量 ppm），并且与相同温度下的水的表面张力相比用其生产的吸水性聚合物的水性提取物具有几乎不变的表面张力（通常不低于 0.068N/m）。

[0082] 可与单体 a) 共聚的烯属不饱和单体 c) 的实例为丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺、巴豆酰胺、甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯、丙烯酸二甲基氨基乙酯、丙烯酸二甲基氨基丙酯、丙烯酸二乙基氨基丙酯、丙烯酸二甲基氨基丁酯、甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯、甲基丙烯酸二乙基氨基乙酯、丙烯酸二甲基氨基新戊酯和甲基丙烯酸二甲基氨基新戊酯。

[0083] 有用的水溶性聚合物 d) 包括聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、淀粉、淀粉衍生物、聚乙二醇或聚丙烯酸，优选聚乙烯醇和淀粉。

[0084] 优选的聚合抑制剂需要溶解的氧气以使性能最佳。因此，聚合抑制剂可在聚合之前通过惰性化，即使惰性气体，优选氮气流过它们来除去所溶解的氧气。单体溶液的氧气含量在聚合之前优选降低至小于 1 重量 ppm，更优选小于 0.5 重量 ppm。

[0085] 合适的原料聚合物的制备以及其它有用的亲水烯属不饱和单体 d) 描述于 DE-A-199 41 423、EP-A-0 686 650、WO-A-01/45758 和 WO-A-03/104300 中。

[0086] 吸水性聚合物通常通过使单体水溶液加成聚合，随后粉碎或不粉碎水凝胶而获得。合适的制备方法描述于文献中。吸水性聚合物例如可通过如下方法得到：

[0087] - 以分批法或在管式反应器中凝胶聚合，随后在绞肉机、挤出机或捏合机中粉碎 (EP-A-0 445 619、DE-A-19 846 413)

[0088] - 在捏合机中进行加成聚合并例如通过反向搅拌轴连续粉碎 (WO-A-01/38402)

[0089] - 在带上加成聚合，随后在绞肉机、挤出机或捏合机中粉碎 (DE-A-3825 366、US-6,241,928)

[0090] - 乳液聚合，生产具有较窄的凝胶尺寸分布的珠状聚合物 (EP-A-0 457660)

[0091] -机织物层的原位加成聚合，通常在连续操作中，预先用单体水溶液喷雾该机织物层，随后进行光聚合 (WO-A-02/94328、WO-A-02/94329)。

[0092] 反应优选如 WO-A-01/38402 中所述在捏合机中进行或如 EP-A-0 955086 中所述在带式反应器上进行。

[0093] 所得水凝胶的酸基通常被部分中和，优选中和至 25-85mol％，更优选 27-80mol％，甚至更优选 27-30mol％或 40-75mol％的程度，为此可使用常规中和剂，优选碱金属氢氧化物、碱金属氧化物、碱金属碳酸盐或碱金属碳酸氢盐及其混合物。也可使用铵盐代替碱金属盐。碱金属特别优选为钠和钾，但最优选氢氧化钠、碳酸钠或碳酸氢钠及其混合物。中和通常通过以水溶液或者优选以固体材料混合中和剂而进行。例如，具有明显小于 50 重量％水含量的氢氧化钠可以以熔点高于 23℃的蜡状物质存在。此时，可在升高温度下以片料或熔体计量加入。

[0094] 中和可在聚合之后，在水凝胶段进行。但也可在聚合之前通过向单体溶液加入部分中和剂而中和至多 40mol％，优选 10-30mol％，更优选 15-25mol％的酸基，并且仅在聚合之后，在水凝胶段设定最终所需的中和度。可通过混入中和剂而中和单体溶液。可将水凝胶机械粉碎，例如借助绞肉机粉碎，该情况下可将中和剂喷雾、淋洒或倾注，随后小心混入。为此，可将所得凝胶块反复冲洗而均化。优选将单体溶液中和至最终中和度。

[0095] 随后根据上述本发明方法对所得的水凝胶进行干燥。

[0096] 对干燥的水凝胶的其余处理对于本发明方法而言并不重要。本发明方法例如可进一步包括研磨、筛分和 / 或后交联的步骤。

[0097] 优选将干燥的水凝胶研磨并筛分，可用的研磨装置通常包括辊磨机、针磨机或摆动磨机。筛分的干燥水凝胶的粒度优选小于 1000μm，更优选小于 900μm，最优选小于 800μm 且优选高于 100μm，更优选高于 150μm，最优选高于 200μm。

[0098] 非常特别优选粒度（筛分切割）为 106-850μm。粒度根据由 EDANA（欧洲一次性用品及非织造物协会）推荐的测试方法 No.420.2-02“粒度分布”测定。

[0099] 然后优选将原料聚合物表面后交联。有用的后交联剂为包含两个或更多个能够与水凝胶的羧酸根基团形成共价键的基团的化合物。合适的化合物例如为如 EP-A-0 083 022、EP-A-543 303 和 EP-A-937 736 所述的烷氧基甲硅烷基化合物、聚氮丙啶、多胺、聚酰胺型胺、二 - 或多缩水甘油基化合物，如 DE-C-33 14 019、DE-C-35 23 617 和 EP-A-0 450 922 中所述的二 - 或多官能醇，或如 DE-A-102 04 938 和 US-6,239,230 中所述的 β - 羟基烷基酰胺。

[0100] 有用的后交联剂进一步包括 DE-A-40 20 780 的环状碳酸酯，DE-A-19807 502 的 2- 噁唑烷酮及其衍生物如 2- 羟基乙基 -2- 噁唑烷酮，DE-A-198 07992 的二 (2- 噁唑烷酮）和聚 (2- 噁唑烷酮），DE-A-198 54 573 的 2- 氧代四氢 -1,3- 噁嗪及其衍生物，DE-A-198 54 574 的 N- 酰基 -2- 噁唑烷酮，DE-A-10204 937 的环脲，DE-A-103 34 584 双环酰胺缩醛，EP-A-1 199 327 的氧杂环丁烷和环脲以及 WO 03/031482 的吗啉 -2,3- 二酮及其衍生物。

[0101] 后交联通常通过将表面后交联剂溶液喷雾至水凝胶或干燥原料聚合物粉末上而进行。在喷雾之后，将聚合物粉末热干燥，并且交联反应不仅可在干燥前也可以在干燥过程

中发生。

[0102] 用后交联剂溶液喷雾优选在具有移动混合器具的混合器中进行，如螺杆混合器、浆式混合器、盘式混合器、犁头混合器和铲式混合器。特别优选立式混合器，非常特别优选犁头混合器和铲式混合器。有用的混合器例如为 L ödige ® 混合器、Bepex ® 混合器、Nauta ® 混合器、Processall ® 混合器和 Schugi ® 混合器。

[0103] 作为进行热干燥的装置，优选接触式干燥机，更优选铲式干燥机，最优选盘式干燥机。有用的干燥机例如包括 Bepex ® 干燥机和 Nara ® 干燥机。还可使用流化床干燥机。

[0104] 干燥可在混合器本身中通过加热夹套或引入热空气流而进行。同样可用下游干燥机，例如盘式干燥机、旋转管式烘箱或可加热螺杆。但例如也可利用共沸蒸馏作为干燥工艺。

[0105] 优选的干燥温度为 50-250℃，优选 50-200℃，更优选 50-150℃。在此温度下在反应混合器或干燥机中的优选停留时间小于 30 分钟，优选小于 10 分钟。

[0106] 本发明还提供了可通过上述方法获得的吸水性聚合物。

[0107] 本发明吸水性聚合物的离心保留容量 (CRC) 通常不低于 10g/g，优选不低于 15g/g，更优选不低于 20g/g 且通常低于 100g/g。离心保留容量 (CRC) 由 EDANA（欧洲一次性用品及非织造物协会）推荐的测试方法 NO.441.2-02

[0108] “离心保留容量”测定。

[0109] 本发明吸水性聚合物的 0.3psi(2.07kPa) 负载下的吸收率通常不低于 10g/g，优选不低于 15g/g，更优选不低于 20g/g 且通常低于 60g/g。负载下的吸收率 (AUL) 由 EDANA（欧洲一次性用品及非织造物协会）推荐的测试方法 NO.442.2-02 “压力下的吸收”测定。

[0110] 本发明还提供了生产卫生制品，尤其是尿布的方法，该方法包括使用根据上述方法生产的吸水性聚合物颗粒。

[0111] 本发明还提供了用于干燥吸水性聚合物的装置，其包括：

[0112] i) 至少一个透气性输送带，

[0113] ii) 至少一个输送带 i)，其具有可将两股或更多股具有不同温度的加热的气流供至该至少一个输送带 i) 的装置，

[0114] iii) 至少一个气体预热器，

[0115] iv) 至少一股向下供至输送带 i) 上的气体供应，

[0116] v) 合适的话，至少一股向上供至输送带 i) 上的气体供应，其中输送带 i) 首先经受向上的流动，和

[0117] vi) 至少一个用于减压的装置。

[0118] 装置 ii) 例如可由至少两个独立的气体预热器组成或可由一个气体预热器组成，此时可将加热的气流分开并可通过混合废气或新鲜气体而相互独立地调节分开的料流温度。

[0119] 可经由装置 ii) 供应的不同温度的气流的数目优选为至少 6，更优选至少 8，甚至更优选至少 10，最优选 12。

[0120] “加热”的含义应理解为可向气流提供热能，从而使气流温度比加热前高，优选高

至少 10℃，更优选高至少 20℃，甚至更优选高至少 30℃，最优选高至少 40℃。

[0121] 可用作装置 vi）的装置实例为将气体输出干燥机，从而使干燥机中的压力低于周围环境而设置的压缩机。

[0122] 本发明还提供了用于干燥吸水性聚合物的装置，其包括：

[0123] i）至少一个透气性输送带，

[0124] ii）至少一个输送带 i），其具有可将至少 10 股具有不同温度的加热的气流供至该至少一个输送带 i）的装置，

[0125] iii）至少一个气体预热器，

[0126] iv）至少一股向下供至输送带 i）上的气体供应，

[0127] v）合适的话，至少一股向上供至输送带 i）上的气体供应，其中输送带 i）首先经受向上的流动，和

[0128] vi）合适的话，至少一个用于减压的装置。

[0129] 可经由装置 ii）提供的具有不同温度的气流的数目优选为至少 11，更优选至少 12，甚至更优选至少 13，最优选 14。

[0130] 本发明方法提供了一种生产具有优异吸收特性的吸水性聚合物的简单途径。本发明方法对如此聚合的含水聚合物凝胶提供温和且经济的干燥。本发明的干燥仅对产物性能具有最低限度的影响。如此获得的吸水性聚合物在需要吸收并保持含水流体的领域中具有非常广泛的应用。除卫生领域外，优选的应用领域还尤其包括农业领域以及其它工业应用领域。

[0131] 为测定后交联质量，使用下述测试方法测试干燥的吸水性聚合物颗粒。方法：

[0132] 除非另有说明，测量应在 23±2℃的环境温度和 50±10％的相对湿度下进行。在测量前将吸水性聚合物充分混合。

[0133] 离心保留容量 (CRC)

[0134] 吸水性聚合物颗粒的离心保留容量根据 EDANA（欧洲一次性用品及非织造物协会）推荐的测试方法 No. 441. 2-02“离心保留容量”测定。

[0135] 可提取物

[0136] 吸水性聚合物颗粒中可提取物的含量根据 EDANA（欧洲一次性用品及非织造物协会）推荐的测试方法 No. 470. 2-02“可提取物”测定。

[0137] 水分含量：

[0138] 水分含量根据描述于专著“Modern Superabsorbent PolymerTechnology”，F. L. Buchholz andA. T. Graham，Wiley-VCH，1998，第 143-144 页中的方法测定。在 180℃的氮气氛下将 1g 水凝胶样品在 LC 柱中干燥 1 小时，经由重量损失计算水分含量。

[0139] 干燥质量指数 (DQI)

[0140] 为测定干燥质量指数，从聚合后粉碎的含水聚合物凝胶中取样，将样品以薄层均匀地分布于筛底金属片上，均匀地散布于位于筛底纹金属薄片上的薄层中，随后在 80℃和至少低于 100 毫巴的减压下干燥 24 小时。该干燥形式非常温和。随后研磨干燥的水凝胶并分离出 300-600μm 的筛分级分（聚合物 1）。

[0141] 同样对通过待测试的干燥方法干燥的水凝胶样品进行研磨。随后分离出 300-600μm 的筛分级分（聚合物 2）。

[0142] 通过测定离心保留容量 (CRC) 和可提取物而表征干燥的吸水性聚合物。此外，测定水分含量并在计算这些性能时算术上考虑这些水分含量。水分含量通常为约 5 重量%。

[0143] 随后用测量值确定干燥质量指数 (DQI)，其如下计算：

[0144] $DQI = 0.5 \times (CRC_2[g/g] - CRC_1[g/g]) + 0.5 \times (\text{可提取物}_2[\%] - \text{可提取物}_1[\%])$

[0145] 下标分别指聚合物 1 和 2。干燥质量指数随离心保留容量增加（因装置干燥）而增加并随可提取物增加而增加。此两种贡献的权重相同。干燥质量指数的大小表明了吸水性聚合物的性能受含水聚合物凝胶的干燥条件影响程度的大小。低干燥质量指数表示温和的干燥。

[0146] EDANA 测试方法例如可在欧洲一次性用品及非织造物协会，AvenueEugène Plasky 157，B-1030，Brussels，比利时得到。

[0147] 实施例：

[0148] 生产聚合物凝胶

[0149] 将水、50 重量%氢氧化钠水溶液和丙烯酸混合，产生 38.8 重量%丙烯酸 / 丙烯酸钠溶液，以使中和度为 71.3mol%。单体溶液的固体含量为 38.8 重量%。在将各组分混合后，借助换热器将单体溶液连续冷却至 29℃的温度并用氮气脱挥发分。

[0150] 将聚乙二醇 400 二丙烯酸酯（平均分子量为 400g/mol 的聚乙二醇的二丙烯酸酯）用作多烯属不饱和交联剂。用量为 2kg/ 公吨单体溶液。

[0151] 使用如下组分引发自由基聚合：过氧化氢 (1.03kg(0.25 重量%) / 公吨单体溶液)、过二硫酸钠 (3.10kg(15 重量%) / 公吨单体溶液) 以及抗坏血酸 (1.05kg(1 重量%) / 公吨单体溶液)。

[0152] 单体溶液物料通过量为 18 公吨 / 小时。

[0153] 将各组分以如下量连续计量加入容量为 6.3m^3 的 List Contikneter 连续捏合反应器（来自瑞士 Arisdorf 的 List）中：

[0154] 18 公吨 /h 单体溶液

[0155] 36kg/h 聚乙二醇 400 二丙烯酸酯

[0156] 74.34kg/h 过氧化氢溶液 / 过二硫酸钠溶液

[0157] 18.9kg/h 抗坏血酸溶液

[0158] 在反应器的下游端，通过计量加入而额外添加 750-900kg/ 小时的粒度低于 150μm 的取出的小尺寸颗粒。

[0159] 反应溶液在进料点的温度为 23.5℃。反应器在 38rpm 的轴速率下操作。反应混合物在反应器中的停留时间为 15 分钟。

[0160] 对所获得的产物凝胶进行分析，发现其具有 0.6 重量%（基于固体含量）的残留丙烯酸含量和 45.0 重量%的固体含量。分离出任何直径为 50mm 或更大的凝胶颗粒。

[0161] 实施例 1-4

[0162] 在聚合并粉碎凝胶之后，将含水聚合物凝胶施加至带式干燥机。对总共 18.3 公吨 / 小时的水含量为 55 重量%的含水聚合物凝胶进行干燥。借助旋转带将凝胶从 30cm 的高度施加至干燥机的输送带上。凝胶层的高度为约 10cm。

[0163] 干燥机带速为 0.02m/s 且在干燥机带上的停留时间为约 37 分钟。

[0164] 将带式干燥机细分为总共六个温度区，其中气体入口温度可独立地调节。在温度

区 T_1-T_6 中的停留时间为 (n = 1 ;a = 2 ;b = 3, c = 6) :

[0165] 温度区 相对停留时间 绝对停留时间

[0166] T_1 9% 约 3.3 分钟

[0167] T_2 9% 约 3.3 分钟

[0168] T_3 14% 约 5.2 分钟

[0169] T_4 222/3% 约 8.4 分钟

[0170] T_5 222/3% 约 8.4 分钟

[0171] T_6 222/3% 约 8.4 分钟

[0172] 在 T_1-T_3 温度区中输送带经受向上的空气流。空气速率为 1.2m/s。

[0173] 在 T_4-T_6 温度区中输送带经受向下的空气流。空气速率为 1.8m/s。

[0174] 各温度区的气体入口温度总结于表 1 中,测量结果总结于表 2 中。

[0175] 表 1 :气体入口温度

[0176]

实施例	T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6
1	175℃	175℃	175℃	175℃	175℃	175℃
2	180℃	180℃	175℃	175℃	175℃	175℃
3	180℃	180℃	165℃	175℃	175℃	175℃
4	180℃	175℃	165℃	175℃	170℃	165℃

[0177] 表 2 :测量结果

[0178]

实施例	CRC_1	可提取物 $_1$	CRC_2	可提取物 $_2$	DQI
1	34.1g/g	8.5 重量%	44.9g/g	16.7 重量%	9.5
2	34.0g/g	8.4 重量%	42.1g/g	14.4 重量%	7.05
3	34.6g/g	8.1 重量%	39.0g/g	12.8 重量%	4.55
4	34.3g/g	8.2 重量%	34.9g/g	8.5 重量%	0.45

[0179] 实施例 5-7

[0180] 在聚合并粉碎凝胶之后,将含水聚合物凝胶施加至带式干燥机。对总共 18.3 公吨 / 小时的水含量为 55 重量%的含水聚合物凝胶进行干燥。借助旋转带将凝胶从 30cm 的高度施加至干燥机的输送带上。凝胶层的高度为约 10cm。

[0181] 干燥机带速为 0.02m/s 且在干燥机带上的停留时间为约 37 分钟。

[0182] 将带式干燥机细分为总共六个温度区,其中气体入口温度可独立地调节。在温度区 T_1-T_6 中的停留时间为 (n = 1 ;a = 2 ;b = 3, c = 6) :

[0183] 温度区 温度 相对停留时间 绝对停留时间

[0184] T_1 180℃ 9% 约 3.3 分钟

[0185] T_2 175℃ 9% 约 3.3 分钟

[0186] T_3 165℃ 14% 约 5.2 分钟

[0187] T_4 175℃ 222/3% 约 8.4 分钟

[0188] T_5 170℃ 222/3% 约 8.4 分钟

[0189] T_6 165℃ 222/3% 约 8.4 分钟

[0190] 在各温度区中可独立地选择流过带的方向，向下或向上。经由停留时间调节空气反转处的水含量。为此，可适当改变经受向上或向下流动的温度区的数目。

[0191] 流过带的空气在上游温度区中为向上。空气速率为 1.2m/s。

[0192] 流过带的空气在下游温度区中为向下。空气速率为 1.8m/s。

[0193] 这些参数设置总结于表 3 中且测量结果总结于表 4 中。

[0194] 表 3：流动方向反转处的空气速率、相对停留时间和水含量

[0195]

实施例	水凝胶在流动反转处的相对停留时间	水凝胶在流动反转处的水含量
5	32%	29.9 重量%
6	18%	36.3 重量%
7	541/3%	25.8 重量%

[0196] 表 4：测量结果

[0197]

实施例	CRC_1	可提取物 $_1$	CRC_2	可提取物 $_2$	DQI
5	34.4g/g	8.2 重量%	35.1g/g	8.3 重量%	0.41
6	34.3g/g	8.3 重量%	38.7g/g	9.6 重量%	2.84
7	34.6g/g	8.1 重量%	39.2g/g	12.9 重量%	4.68

[0198] 实施例 8-10

[0199] 在聚合并粉碎凝胶之后，将含水聚合物凝胶施加至带式干燥机。对总共 18.3 公吨 / 小时的水含量为 55 重量%的含水聚合物凝胶进行干燥。借助旋转带将凝胶从 30cm 的高度施加至干燥机的输送带上。凝胶层的高度为约 10cm。

[0200] 用于干燥的输送带的有效长度为 44m。

[0201] 将带式干燥机细分为总共六个温度区，其中气体入口温度可独立地调节。在温度区 T_1-T_6 中的停留时间为 (n = 1 ;a = 2 ;b = 3, c = 6)：

[0202] 温度区 温度 相对停留时间

[0203] T_1 180℃ 9%

[0204] T_2 175℃ 9%

[0205] T_3 165℃ 14%

[0206] T_4 175℃ 222/3%

[0207] T_5 170℃ 222/3%

[0208] T_6 165℃ 222/3%

[0209] 在带式干燥机中的停留时间经由带速率调节。使水凝胶层升起离开带的气体速率（流化点）为 11m/s。

[0210] 在 T_1-T_3 温度区中，空气流向上流过带。

[0211] 在 T_4-T_6 温度区中，空气流向下流过带。空气速率为 1.8m/s。

[0212] 参数设置总结于表 5 中，测量结果总结于表 6 中。

[0213] 表 5：在流向反转处的空气速率、相对停留时间和水含量

[0214]

实施例	流动反转前的空气速率	流动反转前的相对空气速率（基于 v_{max}）	在干燥机中的停留时间
8	0.8m/s	7%	50 分钟
9	1.2m/s	11%	30 分钟
10	3.2m/s	29%	40 分钟

[0215] 表 6：测量结果

[0216]

实施例	干燥后的水含量	DQI
8	7 重量%	8.10
9	4 重量%	0.45
10*)	5 重量%	2.70

[0217] *) 在凝胶层中破裂