República Federativa do Brasil

Ministério do Desenvolvimento, Indústria, Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0717171-4 B1

(22) Data do Depósito: 25/09/2007

(45) Data de Concessão: 17/10/2023

(54) Título: MATERIAL SUPERABSORVENTE

(51) Int.Cl.: C08B 31/12; A61L 15/28; C08J 3/12; G01N 21/35.

(30) Prioridade Unionista: 18/04/2007 US 60/912,471; 18/04/2007 US 60/912,623; 18/04/2007 US 60/912,611; 25/09/2006 US 60/826,845.

(73) Titular(es): ARCHER DANIELS MIDLAND COMPANY.

(72) Inventor(es): ISABELLE BOLDUC; ANNE-CLAUDE COUFFIN; SHUOJIA DONG; DANICK GODIN; GEORGE KOUTLAKIS; NICOLE LACHAPELLE; ANDRÉ LAFOREST; CAROLINE LAVERGNE; VLADIMIRO NETTEL; NICOLAS NOURRY; FRÉDÉRIC PICARD; OSCAR SUAREZ-HERNANDEZ; CATHERINE THERIAULT.

(86) Pedido PCT: PCT CA2007001734 de 25/09/2007

(87) Publicação PCT: WO 2008/037082 de 03/04/2008

(85) Data do Início da Fase Nacional: 25/03/2009

(57) Resumo: POLISSACARÍDEOS CARBOXIALQUILADOS SUPERABSORVENTES COM SUPERFÍCIE TRATADA E PROCESSO PARA PRODUZIR OS MESMOS. A presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquilados com superfície tratada,compreendendo um teor de base biológica de elo menos 82%. Os polissacarídeos carboxialquilados com superfície trata -a compreendem uma Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC) de pelo1enos 18 g/g, uma Capacidade de Encharcamento Livre (FSC) de pelo menos 26 g/g, e uma Absorvância sob Carga (AUL) a 0,005 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g. Os processos para a produção de polissacarídeos caroxialquilados com superfície tratada também são descritos pela invenção.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"MATERIAL SUPERABSORVENTE".**

REFERÊNCIA CRUZADA A PEDIDOS DE PATENTE AFINS

[0001] O presente pedido de patente reivindica o benefício do pedido de patente provisório n° US 60/826.845, depositado em 25 de setembro de 2006 e dos pedidos de patente provisórios n°s US 60/912.471, 60/912611 e 60/912.623, depositados em 18 de abril de 2007, cujos teores inteiros são incorporados como referência.

CAMPO TÉCNICO DA INVENÇÃO

[0002] A presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquilados superabsorventes com superfície tratada. Mais especificamente, porém não exclusivamente, o presente relatório descritivo refere-se também a um processo para a produção de polissacarídeos carboxialquilados com superfície tratada, que têm propriedades absorventes. A presente invenção refere-se também a formulações e artigos de higiene que compreendem polissacarídeos carboxialquilados com superfície tratada.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[0003] Os materiais absorventes, tais como polímeros superabsorventes, podem ser empregados em várias aplicações tais como artigos de higiene descartáveis (por exemplo, fraldas, artigos para incontinência, produtos higiênicos femininos. "airlaids" e curativos absorventes); artigos domésticos; materiais vedantes; em fluidos para perfuração de petróleo (por exemplo, material contra perda de circulação, fluidos de fraturamento); revestimentos contra condensação; em aplicações agrícolas, em horticultura e silvicultura, para reter água no solo e para liberar água para as raízes de plantas e árvores; na indústria têxtil; em aplicações de impressão; em produtos de papel absorventes; em bandagens e coxins cirúrgicos (por exemplo, curativos de feridas); no tratamento de minérios; em

produtos para concreto; em caixas sanitárias para animais de estimação ("pet litter"); no tratamento de água; em protetores de alimentos (por exemplo, aplicações relacionadas ao transporte de alimentos frescos e embalagem de alimentos); em detergentes; em géis para combate a incêndios; no controle de nuvens; como absorventes químicos para a limpeza de derramamentos aquosos ácidos e/ou básicos, incluindo derramamentos químicos solúveis em água; como géis poliméricos para a liberação lenta e controlada de cosméticos e produtos farmacêuticos (também conhecidos como sistemas de distribuição de fármacos); e na produção de neve artificial. Entretanto, o principal uso de polímeros superabsorventes, conhecidos também como "SAPs", reside em artigos de higiene pessoal descartáveis. Tais produtos incluem, em ordem decrescente de volume de materiais superabsorventes usados, fraldas, calcinhas ou cuecas descartáveis para treinamento ("training pants") de bebês na fase de abandono das fraldas, produtos para incontinência de adultos e produtos de higiene feminina.

[0004] Os polissacarídeos carboxialquila foram descritos como materiais superbabsorventes por Ning et al., patente n° US 5.247.072; Qin et al., patente n° US 5.470.964; patente n° US 5.498.705; patente n° US 5.550.189; documento n° WO 01/87365; e pedido de patente n° US 2006/0147689. Entretanto, além de serem onerosos, as características de absorção desses materiais eram frequentemente insuficientes para serem úteis na indústria de higiene. Como resultado, materiais superabsorventes sintéticos tais como poliacrilatos experimentaram rápido desenvolvimento.

[0005] A "absorvância sob Carga" (AUL), medida a 0,005 MPa (0,7 psi), constitui um indicador amplamente reconhecido que caracteriza a eficiência de absorção de um material superabsorvente. Os polissacarídeos carboxialquila que apresentam altos valores de AUL

foram descritos anteriormente por Mertens *et al.* (pedido de patente n° US 2004/0157734. Entretanto, Mertens não menciona o teor de base biológica e o padrão de carboxialquilação dos polissacarídeos descritos. Além disso, Mertens não menciona o processo de carboxialquilação usado para produzir os materiais descritos.

[0006] Os amidos carboxialquilados, produzidos por meio de processos aquosos, foram descritos anteriormente por Gross et al., patente n° US 5.079.354; Couture et al., documento n° CA 2.362.006; e Theodorus et al., documento n° NL 9100249. Entretanto, os amidos carboxialquilados não foram descritos como tendo altos valores de AUL.

[0007] A presente invenção faz referência a inúmeros documentos, cujos teores são aqui incorporados como referência em sua totalidade.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[0008] A presente invenção refere-se geralmente a partículas de polissacarídeos carboxialquila com superfície tratada, que apresentam propriedades superabsorventes.

[0009] Em uma modalidade, a presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquila superabsorventes com superfície tratada, que compreendem um teor de base biológica de pelo menos 82%, e polissacarídeos estes que têm uma AUL (medida a 0,005 MPa (0,7 psi)) de pelo menos 14 g/g. Em uma modalidade da presente invenção, os polissacarídeos carboxialquilados com superfície tratada compreendem um estrutura polimérica natural de origem agrícola.

[0010] Em uma modalidade da presente invenção, os polissacarídeos carboxialquilados compreendem uma partícula que tem um tamanho na faixa entre 150 μm e 850 μm.

[0011] Em uma modalidade, a presente invenção refere-se a partículas de polissacarídeos carboxialquila superabsorventes internamente reticulados. Em uma modalidade da presente invenção,

as partículas de polissacarídeos carboxialquila internamente reticulados têm superfície tratada.

[0012] Em uma modalidade da presente invenção, o polissacarídeo carboxialquilado é selecionado no grupo que consiste em amidos carboxialquilados, celulose carbóxi-alquiladas e galactomananas carbóxi-alquiladas. Os exemplos não-limitativos de amidos incluem amido de batata, milho, trigo, tapioca de milho ceroso, e misturas deles.

[0013] Em ainda outra modalidade, a presente invenção refere-se ao amidocarboximetila com superfície tratada. Em uma modalidade da presente invenção, ao amidocarboximetila compreende um padrão de substituição homogêneo com carbóxi-metila e apresenta uma AUL (medida a 0,005 MPa (0,7 psi)) de pelo menos 14 g/g depois do tratamento superficial.

[0014] Em ainda outra modalidade, a presente invenção refere-se a um amido carboxialquilado obtido pela carboxialquilação em um meio aquoso alcalino. Em uma modalidade, o amido carboxialquilado tem superfície tratada.

[0015] Além disso, em uma modalidade, a presente invenção refere-se a um processo para a produção de polissacarídeos carboxialquilados com superfície tratada, compreendendo:

- obter um polissacarídeo carboxialquilado;
- tratar a superfície do polissacarídeo carboxialquilado com um ácido não-reticulante; e
- aquecer o polissacarídeo carboxialquilado com superfície tratada.

[0016] Em uma modalidade da presente invenção, a fonte de aquecimento é selecionada no grupo que consiste em uma fonte infravermelha e uma fonte de gás quente.

[0017] Em uma modalidade da presente invenção, o processo

pode compreender opcionalmente uma etapa de reticulação interna, uma etapa de redução do tamanho de partícula e/ou uma etapa de peneiração.

[0018] Além disso, em uma modalidade, a presente invenção refere-se a um processo para a produção de amido carboxialquilado com superfície tratada, compreendendo:

- dispersar um amido em um meio alcalino;
- reagir o amido com um reagente carbóxialquilante;
- tratar a superfície do amido carboxialquilado usando um ácido não-reticulante; e
- aquecer o polissacarídeo carboxialquilado com superfície tratada.

[0019] Em uma modalidade da presente invenção, a fonte de aquecimento é selecionada no grupo que consiste em uma fonte infravermelha e uma fonte de gás quente.

[0020] Em uma modalidade da presente invenção, a etapa de carboxialquilação compreende ainda, em uma sequência inespecífica: (i) ajustar o pH do amido carboxialquilado; (ii) purificar o amido carboxialquilado; e (iii) ajustar o teor de umidade do amido carboxialquilado. Além disso, em uma modalidade da presente invenção, o processo pode compreender opcionalmente uma etapa de pré-empastamento alcalino, uma etapa de reticulação interna, uma etapa de redução do tamanho de partícula e/ou uma etapa de peneiração. Em uma modalidade da presente invenção, o pH do amido carboxialquilado fica na faixa entre 6,0 e 10,0.

[0021] Além disso, em uma modalidade, a presente invenção refere-se a partículas de polissacarídeos carboxialquilados, que compreendem uma superfície acidificada. Em outra modalidade da presente invenção, estas partículas se distinguem pela ausência de uma banda de éster ou um realce de éster, como ilustrado por

espectroscopia ATR-IR.

[0022] Além disso, em uma modalidade, a presente invenção refere-se a um polissacarídeo carboxialquilado que compreende:

- uma superfície ácida; e

- ligações cruzadas internas selecionadas no grupo que consiste em ligações iônicas e éter;

onde o dito polissacarídeo carboxialquilado se distingue pela presença de uma banda de éster, como ilustrado por espectroscopia ATR-IR.

[0023] Em ainda outra modalidade, a presente invenção refere-se a um artigo higiênico e/ou membro absorvente, compreendendo partículas de polissacarídeo carbóxialquilado com superfície tratada.

[0024] Em ainda outra modalidade, a presente invenção refere-se a um membro absorvente que compreende entre cerca de 15% e cerca de 80% (em peso) de partículas de polissacarídeo carboxialquila com superfície tratada. Em outra modalidade da presente invenção, as partículas de polissacarídeo carboxialquila com superfície tratada compreende um teor de base biológica de pelo menos 82% (em peso), determinado pelo método na norma ASTM D6866-06ª. Em ainda outra modalidade, a presente invenção refere-se a um artigo higiênico que compreende um absorvente como aqui descrito acima. Em uma modalidade da presente invenção, o artigo higiênico compreende uma terceira taxa de captação de pelo menos 0,22 mL/s e/ou uma taxa de captação média de pelo menos 0,12 mL/s. Em uma modalidade da presente invenção, o artigo higiênico um terceiro valor de re-humidificação de no máximo 4,0 gramas e/ou um valor de re-humidificação total de no máximo 6,0 gramas.

[0025] Em ainda outra modalidade, a presente invenção refere-se ao uso de partículas de polissacarídeo carboxialquila com superfície tratada como absorventes em produtos sanitários descartáveis (por

exemplo, fraldas, artigos para incontinência, produtos higiênicos femininos, "airlaids" e curativos absorventes); artigos domésticos; materiais vedantes; em fluidos para perfuração de petróleo (por exemplo, material contra perda de circulação, fluidos de fraturamento); revestimentos contra condensação; em aplicações agrícolas, em horticultura e silvicultura, para reter água no solo e para liberar água para as raízes de plantas e árvores; na indústria têxtil; em aplicações de impressão; em produtos de papel absorventes; em bandagens e coxins cirúrgicos (por exemplo, curativos de feridas); no tratamento de minérios; em produtos para concreto; em caixas sanitárias para animais de estimação ("pet litter"); no tratamento de água; em protetores de alimentos (por exemplo, aplicações relacionadas ao transporte de alimentos frescos e embalagem de alimentos); em detergentes; em géis para combate a incêndios; no controle de nuvens; como absorventes químicos para a limpeza de derramamentos aquosos ácidos e/ou básicos, incluindo derramamentos químicos solúveis em água; como géis poliméricos para a liberação lenta e controlada de cosméticos e produtos farmacêuticos (também conhecidos como sistemas de distribuição de fármacos), como airlaids; e na produção de neve artificial.

[0026] Em ainda outra modalidade, a presente invenção refere-se ao uso de partículas de polissacarídeos carboxialquila com superfície tratada como absorventes para líquidos. Em uma modalidade da presente invenção, os líquidos são selecionados no grupo que consiste em água, soluções aquosas, fluidos fisiológicos e soluções salinas.

[0027] Finalmente, a presente invenção refere-se a composições que compreendem partículas de polissacarídeos carboxialquila com superfície tratada e um material coabsorvente.

[0028] O texto precedente e outros objetivos, vantagens e

características da presente invenção ficarão mais evidentes após a leitura da descrição não-restritiva que se segue de suas modalidades ilustrativas, fornecidas meramente a a título exemplificativo fazendo referência aos desenhos anexos.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[0029] Nos desenhos apensados:

a figura 1 é uma vista perpendicular lateral esquemática parcialmente secional de um artigo higiênico de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 2a é uma vista perpendicular lateral esquemática de um aparelho para produzir um membro absorvente de acordo com uma modalidade da presente invenção; a figura 2b é uma vista da seção transversal tomada ao longo da linha 2b-2b da figura 2a;

a figura 3 é uma vista perpendicular esquemática ampliada da seção transversal da célula formadora do membro absorvente do aparelho da figura 2a;

a figura 4 é uma vista em perspectiva esquemática de um cilindro de re-humidificação para testar os membros absorventes de artigos higiênicos da presente invenção;

a figura 5 ilustra um espectro infravermelho da refletância total atenuada (ATR-IR) de amido carboximetila tratado superficialmente com ácido cítrico de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 6 ilustra um espectro infravermelho da refletância total atenuada (ATR-IR) de amidos carboxialquilados tratados superficialmente com ácido clorídrico de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 7 ilustra um espectro infravermelho da refletância total atenuada (ATR-IR) de amidos carboxialquilados tratados superficialmente com ácido esteárico de acordo com uma modalidade

da presente invenção;

a figura 8 ilustra uma micrografia de Microscópio Eletrônico de Varredura (SEM) de partículas de amido carboximetila "vítreas" com tratamento superficial dinâmico de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 9 ilustra uma micrografia de Microscópio Eletrônico de Varredura (SEM) de partículas de amido carboximetila "vítreas" com tratamento superficial estático de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 10 ilustra uma micrografia de Microscópio Eletrônico de Varredura (SEM) de partículas de polissacarídeo carboxialquilado porosas sem tratamento superficial de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 11 ilustra uma micrografia de Microscópio Eletrônico de Varredura (SEM) de partículas de polissacarídeo carboxialquilado porosas com tratamento superficial de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 12 apresenta um gráfico que ilustra o desempenho FSC, CRC e AUL de um amido carboximetila com tratamento superficial, aquecido em um ambiente estático (forno de convecção, programado em 140°C) durante um período de 5 horas de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 13 apresenta um gráfico que ilustra o desempenho FSC, CRC e AUL de uma celulose carboximetila com tratamento superficial, aquecida em um ambiente estático (forno de convecção, programado em 140°C) durante um período de 2 horas de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 14 apresenta um gráfico que ilustra o desempenho FSC, CRC e AUL de um amido carboximetila com tratamento superficial, aquecido em um ambiente estático (forno de infravermelho,

programado em 140°C) durante um período de 20 minutos de acordo com uma modalidade da presente invenção;

a figura 15 apresenta um gráfico que ilustra o desempenho FSC, CRC e AUL de um amido carboximetila com tratamento superficial, aquecido em um ambiente estático (forno de infravermelho, programado em 160°C) durante um período de 20 minutos de acordo com uma modalidade da presente invenção; e

a figura 16 é uma vista perpendicular lateral de uma rosca de extrusora de acordo com uma modalidade da presente invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DE MODALIDADES ILUSTRATIVAS

[0030] Para proporcionar um entendimento claro e consistente dos termos utilizados no presente relatório descritivo, inúmeras definições são fornecidas abaixo. Além disso, a menos que diferentemente definido, todos termos técnicos e científicos aqui utilizados têm o significado comumente entendido pelos versados nas técnicas às quais a presente invenção pertence.

[0031] O uso da palavra "um" ou "uma", quando usada em conjunto com o termo "compreende" nas reivindicações e no relatório descritivo pode significar "1" (um), mas é consistente também com o significado de "um ou mais", "pelo menos um", e "um ou mais", "pelo menos um", e "um ou mais do que um". Similarmente, a palavra "outro" pode significar pelo menos um segundo ou mais.

[0032] Como utilizadas neste relatório descritivo e nas reivindicações, as palavras "compreendendo" (e qualquer forma de compreendendo, tais como "compreende" e "compreende"), "tendo" (e qualquer forma de tendo, tais como "ter" e "tem"), "incluindo" (e qualquer forma de incluindo, tais como "incluir" e "inclui") ou "contendo" (e qualquer forma de contendo, tais como "conter" e "contém"), são inclusivas ou de limite aberto e não excluem elementos ou etapas do processo adicionais, não-citadas.

[0033] Como utilizado neste relatório descritivo e nas reivindicações, o termo "cerca de" é definido como estando perto como entendido pelos versados nessas técnicas, e em uma modalidade não-limitativa, o termo é definido como estando dentro de 10%, de preferência dentro de 5%, mais preferivelmente dentro de 1%, e ainda mais preferivelmente, dentro de 0,5%.

[0034] O termo "por cento" ou "%", a menos que diferentemente especificado, refere-se a uma porcentagem em peso (isto é, p/p).

[0035] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "solução salina" refere-se a uma solução de cloreto de sódio a 0,9% (p/p) em água desmineralizada.

[0036] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "partícula distinta" refere-se a partículas individuais.

[0037] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "substituição homogênea" refere-se a polissacarídeos carboxialquilados que compreendem uma distribuição substancialmente uniforme de grupos carbóxialquilado na maioria das unidades de anidroglicose depois da carboxialquilação. Tipicamente, os polissacarídeos carboxialquilados substituídos de forma homogênea se distinguem por um desvio-padrão no grau de substituição de no máximo 0,3.

[0038] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "polissacarídeo" refere-se a polímeros que têm um esqueleto que compreende unidades repetidas de monossacarídeos. Os exemplos não-limitativos incluem amidos, amidos modificados, amilopectina, amilopectina modificada, amilose, amilose modificada, celulose, celulose modificada, galactomananas, e galactomananas modificadas.

[0039] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "unidade de monossacarídeo" refere-se a aldoses ou cetoses cíclicas de C5-C6. Os exemplos não-limitativos de aldoses de C5-C6 incluem alose,

altrose, glicose, manose, gulose, idose, galactose, talose, ribose, arabinose, xilose, e lixose. Os exemplos de cetoses de C5-C6 incluem ribulose, xilulose, frutose, sorbose, e tagatose.

[0040] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "Capacidade de Expansão Livre" (FSC), também denominada "Absorção Total", refere-se à quantidade (g) de fluido absorvido por grama da composição. Os fluidos típicos são soluções salinas (solução de NaCl a 0,9% em peso, aqui doravante denominada soluções de NaCl a 0,9% ou solução salina).

[0041] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "Capacidade de Retenção Centrífuga" (CRC), também denominada "Retenção" refere-se à quantidade (g) de fluido retido por grama da composição, após exposição da composição a uma força de centrifugação de 250 G. Os fluidos típicos são soluções salinas (solução de NaCl a 0,9% em peso, aqui doravante denominada soluções de NaCl a 0,9% ou solução salina).

[0042] Como aqui utilizado, o temo "Absorção sob Carga" (AUL) a 0,005 MPa (0,7 psi), também denominada "Absorção Contra Pressão" (AAP) ou "Absorção Sob Pressão" (AUP) refere-se à quantidade (g) de fluido absorvido por grama da composição sob uma dada pressão aplicada. Os fluidos típicos são soluções salinas (solução de NaCl a 0,9% em peso, aqui doravante denominada soluções de NaCl a 0,9% ou solução salina).

[0043] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "artigo de higiene" refere-se a produtos projetados para absorver fluidos, mais especificamente fluidos fisiológicos. Os exemplos não-limitativos de artigos de higiene incluem fraldas, vestes para incontinência, e absorventes higiênicos.

[0044] Como aqui utilizado, o termo "núcleo absorvente" refere-se ao componente do artigo de higiene que é principalmente responsável

pelas propriedades de manejo de líquidos do artigo, incluindo captação, transporte, distribuição e armazenamento de líquidos corporais.

[0045] Como aqui utilizado, o termo "membro absorvente" refere-se ao componente do núcleo absorvente que tipicamente proporciona uma ou mais propriedades de manejo, por exemplo, captação de líquidos, distribuição de líquidos, transporte de líquidos, armazenamento de líquidos, etc.

[0046] O termo "gelatinização" é bem conhecido nessas técnicas e é utilizado geralmente para descrever a intumescência e hidratação de amidos.

[0047] Como aqui utilizado, o termo "reumectar" ou "umectar novamente" é uma medida das capacidades de retenção de fluidos do artigo sob carga. Os valores de re-humidificação são relatados em gramas.

[0048] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "material absorvente" ou "polímero absorvente" refere-se a materiais em um estado sólido seco, que têm boas propriedades de intumescimento com fluidos e são capazes de formar um gel após contato com um fluido. Os exemplos não-limitativos de tais fluidos são água, soluções aquosas, solução salina, ou fluidos fisiológicos.

[0049] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "superabsorvente", "polímero superabsorvente" ou "SAP" refere-se a materiais absorventes capazes de formar um gel após contato com um líquido tais como água, soluções aquosas, solução salina, ou fluidos fisiológicos. Tais materiais se distinguem por uma Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC) de pelo menos 15 g/g.

[0050] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "teor de umidade" refere-se à quantidade de água (% em peso) contida em um material.

[0051] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "aquoso" pretende incluir qualquer meio de reação que compreende pelo menos 15% em peso de água. Isto inclui, porém sem limitações, sistemas que compreendem água e opcionalmente um ou mais cosolventes.

[0052] Como utilizados neste relatório descritivo, os termos "material granular", "grânulos", "partículas", "pós", "grãos" ou "polvilhos" referem-se a materiais particulados em um estado finamente dividido.

[0053] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "tamanho de partícula" refere-se à maior dimensão de uma partícula. O tamanho de partícula pode ser determinado diretamente usando métodos de peneiração, microscópios ópticos ou eletrônicos de varredura, bem como por outros métodos bem conhecidos. O tamanho de partícula é frequentemente considerado como o diâmetro da partícula.

[0054] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "partículas de gel distintas" refere-se a partículas superabsorventes, as quais, depois de suficientemente intumescidas em solução salina, têm a aparência de partículas de gel distintas.

[0055] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "com superfície tratada" refere-se a uma superfície quimicamente ou fisicamente modificada.

[0056] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "agente reticulante", "reticulador" ou "agente reticulante exógeno" refere-se a um agente, o qual, com um polissacarídeo reticulável, reage com o polissacarídeo para produzir um polissacarídeo reticulado. Os exemplos não-limitativos de reações reticulantes incluem a reação do agente reticulante com pelo menos dois grupos hidroxila do polissacarídeo; a reação do agente reticulante com pelo menos dois grupos carboxila do polissacarídeo; e a reação do agente reticulante com um grupo hidroxila do polissacarídeo e um grupo carboxila do

polissacarídeo.

[0057] Como utilizado neste relatório descritivo, o termo "eficiência da reação" refere-se geralmente à quantidade (%) do produto obtida em relação à quantidade teórica, baseado na quantidade inicial dos reagentes usados.

[0058] Muito poucos biopolímeros de ocorrência natural possuem propriedades adequadas de formação de gel. Os biopolímeros produzem tipicamente géis que, quando úmidos, formarão uma camada impermeável que bloqueia o fluxo de fluidos. Além disso, sua resistência estrutural é baixa, tornando-os ineficazes para aplicações que requerem características de alta AUL. A modificação da estrutura dos biopolímeros frequentemente resulta em reduções indesejadas do teor de base biológica. Os polissacarídeos compreendem uma classe de biopolímero que foi usada anteriormente na indústria absorvente. Os exemplos não-limitativos de polissacarídeos incluem galactomananas, amidos e celuloses.

[0059] O amido é amplamente conhecido pelas suas propriedades de formação de gel em água quente. Os absorventes baseados em amidos foram descritos anteriormente por Huppé et al., documento n° CA 2.308.537 e Thibodeau et al., documento n° CA 2.462.053. Entretanto, esses materiais não foram descritos como tendo características adequadas de AUL. Descobriu-se surpreendentemente que os amidos carboxialquilados com superfície tratada possuem boas características de AUL, tornando-os apropriados como materiais superabsorventes na indústria de higiene pessoal.

[0060] Os amidos podem ser obtidos a partir de inúmeras fontes, incluindo, porém sem limitações, milho, trigo, batata, inhame, mandioca, arroz, painço, sorgo, cevada, aveia, feijões, fava-de-cavalo, ervilhas, lentilhas, trigo-sarraceno, bananas, arracácia, oca, sagu, taro, tapioca, batata-doce, e misturas deles. Em uma modalidade da

presente invenção, o amido é obtido a partir de fontes selecionadas no grupo que consiste em milho, milho ceroso, batata, tapioca e trigo.

[0061] Para melhorar as características de AUL, os polissacarídeos são quimicamente modificados pela reação com um agente carbóxialquilante. Em uma modalidade da presente invenção, o agente carbóxialquilante compreende um agente carboximetilante. Os grupos carbóxialquilado podem estar na sua forma carboxílica neutra ou na forma de íons carboxilato. Como resultado do seu caráter fortemente iônico, os polissacarídeos carboxialquilados apresentam intensas forças osmóticas. Uma força osmótica impulsora é benéfica para obter alta capacidade de absorção.

[0062] Em uma modalidade, os polissacarídeos carboxialquilados da presente invenção compreendem um pH na faixa entre 4,5 e 10,0. Em outra modalidade, os polissacarídeos carboxialquilados da presente invenção compreende um pH na faixa entre 5,0 e 8,0. O pH dos polissacarídeos carboxialquilados influencia quaisquer reações subsequentes de tratamento da superfície.

[0063] Os exemplos não-limitativos de cátions associados com os polissacarídeos carboxialquilados da presente invenção incluem cátions monovalentes tais como os íons sódio, potássio, amônio, e íons orgânicos de amônio. Em uma modalidade da presente invenção, o cátion compreende prata. A prata foi descrita anteriormente como apresentando propriedades antimicrobianas (Cullen et al., documento n° US 2006/149182 A1). Os superabsorventes que compreendem amido carboximetilas com prata são úteis como agentes inibidores de odores, bem como para controlar o crescimento bacteriano. Além disso, os amido carboximetilas com prata são apropriados para uso em curativos de feridas e cortinas cirúrgicas.

[0064] Em uma modalidade da presente invenção, os polissacarídeos carboxialquilados são preparados por síntese de

éteres de Williamson. Em uma modalidade da presente invenção, o agente carbóxialquilante compreende haloácidos e/ou seus sais. Os exemplos não-limitativos de sais incluem os sais de metais alcalinos. Em outra modalidade da presente invenção, os haloácidos compreendem haloácidos de C2-C5. Em ainda outra modalidade da presente invenção, os haloácidos de C2-C5 compreendem ácido monocloroacético, monocloroacetato de sódio, monocloroacetato de potássio, monocloroacetato de lítio, e misturas deles.

[0065] Uma típica reação de carboxialquilação é a seguinte:

$$\text{Amido-}(OH_3) + m\ X\text{-}(CH_2)\text{-}CO_2Z + WHO \rightarrow$$

$$\text{Amido-}[(O\text{-}(CH_2)_y\text{-}CO_2Z)_m][OH]_{3-m}{}^{+}\ m\ WX$$

em que:

Y é um número inteiro na faixa entre 1 e 4; X é selecionado no grupo que consiste em Cl, Br e I; W é um metal alcalino; m é um valor numérico na faixa entre 0,3 e 1,5; e Z é selecionado no grupo que consiste em H, metal alcalino, amônio e amônio orgânico.

[0066] Em uma modalidade da presente invenção, os polissacarídeos carboxialquilados compreende substituintes carbóxialquilado derivados de base biológica. Em uma modalidade da presente invenção, os substituintes são derivados de haloácidos com base biológica e/ou seus sais. Em ainda outra modalidade da presente invenção, o haloácido com base biológica compreende ácido monocloroacético. Os intermediários ácido acético e ácido glicólico são obtidos a partir de substratos com base biológica por fermentação ou oxidação (patentes n°s US 4.463.019, 4.456.622, 4.569.845, 3.445.245, 4.076.844, 4.282.257, 6.753.170, 4.935.360, 4.656.140, 4.503.078, e documento n° WO 98/00558). Os intermediários podem ser halogenados como descrito nas patentes n°s US 4.281.184, 4.383.121 e 7.135.597.

[0067] Em uma modalidade da presente invenção, o agente

carbóxialquilante compreende haloácidos sem base biológica ou misturas deles com haloácidos com base biológica e/ou seus sais.

[0068] Em uma modalidade, a presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquilados que compreendem um grau de substituição com base biológica de pelo menos 0,01. Em uma modalidade, a presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquilados que compreendem um grau total de substituição na faixa entre 0,2 e 1,0. Em outra modalidade, a presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquilados que compreendem um grau total de substituição na faixa entre 0,4 e 0,7.

Meio Alcalino e Carboxialquilação

[0069] A carboxialquilação de amido foi realizada primeiramente dispersando o amido em um meio alcalino. Em uma modalidade da presente invenção, o amido é dispersado diretamente no álcali seco. Alternativamente, o amido pode ser dispersado em um solvente orgânico hidrofílico alcalino aquoso. Em uma modalidade da presente invenção, o solvente orgânico hidrofílico compreende um álcool de C_1-C_5. Os exemplos não-limitativos de álcalis secos compreendem hidróxido de lítio, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio e misturas deles. Em uma modalidade da presente invenção, os álcalis secos estão na forma de pó. Em uma modalidade da presente invenção o álcool de C1-C5 é isopropanol.

[0070] Surpreendentemente, quando o processo de carboxialquilação foi realizado em um meio aquoso alcalino, foram obtidas características absorventes excelentes do produto carboxialquilado. Sem desejar se ater a qualquer teoria, acredita-se que as cadeias de amido e os agentes carbóxialquilantes são mais lábeis em um ambiente aquoso. Esta maior mobilidade proporciona um padrão de substituição carbóxi-alquilada mais homogêneo. Em uma modalidade da presente invenção, o meio aquoso alcalino

compreende um pH de pelo menos 11,0. Os teores de umidade típicos de amidos ficam na faixa entre 15% e 99%. A propensão para reações colaterais entre as funções hidroxila e o agente carbóxialquilante aumentam com o teor crescente de umidade.

[0071] Surpreendentemente, quando o processo de carboxialquilação foi realizado usando extrusão reativa, foram obtidos produtos que apresentam características absorventes excelentes (AUL a 0,005 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g). Além disso, eficiências da reação de pelo menos 60% puderam ser obtidas por extrusão reativa. Em uma modalidade da presente invenção, o teor de água no processo de carboxialquilação/extrusão fica na faixa entre 15% e 30%.

[0072] As extrusoras de rosca dupla são tipicamente usadas para realizar o processo de carboxialquilação. As extrusoras de rosca dupla proporcionam mais flexibilidade e cisalhamento necessários para realizar a reação de carboxialquilação. Em uma modalidade da presente invenção, os ingredientes secos, tais como amido e o agente carbóxi-alquilante, são alimentados para dentro da extrusora. Os ingredientes transportados para um ponto de injeção alcalino (por exemplo, hidróxido alcalino), localizado tipicamente a montante dos elementos amassadores. O álcali pode ser injetado na forma de uma solução. Água pode ser adicionalmente injetada para assegurar um teor de umidade na faixa entre 15% e 30%. Para limitar a degradação dos reagentes na extrusora, a temperatura é mantida abaixo de 140°C. A pasta alcalina resultante é bombeada e amassada para aumentar a eficiência da reação. A extrusora de rosca dupla pode ser opcionalmente equipada com um ventilador para evacuação de unidade. O ventilador pode ser colocado sob vácuo caso uma maior evacuação de unidade seja desejada. O amido carboxialquilado pode ser opcionalmente bombeado para dentro de uma matriz a fim de produzir filamentos do extrudado.

[0073] Em uma modalidade da presente invenção, os polissacarídeos carboxialquilados são reticulados. A reticulação pode ser realizada antes, durante ou depois do processo de carboxialquilação. Em uma modalidade da presente invenção a reticulação é realizada antes da etapa de carboxialquilação. Um estado semelhante a lama é mantido após a adição de uma pequena quantidade de álcali (pH $\leq$ 10). A lama alcalina proporciona um meio de reação apropriado para a reação do amido com um agente reticulante covalente. Em uma modalidade da presente invenção, o agente reticulante compreende epicloridrina. Realizar a reticulação antes da etapa de gelatinização proporciona maior eficácia de reação de reticulação. Em uma modalidade, a presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquilados que têm um teor de reticulante (baseado no polissacarídeo carboxialquilado) de no máximo 10%. Em outra modalidade, a presente invenção refere-se a amido carboxialquilado reticulado que tem um teor de reticulante (baseado no amido carboxialquilado) de no máximo 10%.

[0074] A reticulação fornece um produto de amido que tem maior peso molecular, maior resistência do gel e maior resistência à deformação sob tensão. Um aumento na resistência do gel resultará em aumentos na CRC e AUL. Em uma modalidade da presente invenção, foram usados polissacarídeos reticulados que têm um peso molecular de pelo menos 500.000 Da.

[0075] Em uma modalidade, a presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquilados distinguidos por uma FASC de pelo menos 25 g/g, uma CRC de pelo menos 18 g/g e uma AUL a0,005 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g.

Purificação

[0076] A pureza do produto carboxialquilado é de importância. Como importantes quantidades de sais são produzidas durante a

etapa de carboxialquilação, quaisquer impurezas residuais podem levar ao "envenamento por sais", o que terá o efeito de reduzir o desempenho de absorção do produto carboxialquilado. O produto carboxialquilado pode ser purificado por lavagem com um solvente orgânico miscível com água e/ou misturas de solvente orgânico miscível com água/água. Os exemplos não-limitativos de solventes orgânicos miscíveis com água incluem álcoois de C1-C4. O produto carboxialquilado lavado é subsequentemente filtrado e secado. O processo de purificação é continuado até que nenhuma precipitação de sais possa ser observada a partir das lavagens quando misturado com AgNO3. A condutividade das lavagens representa outra indicação da pureza do produto carboxialquilado. A condutividade deve ser no máximo 1.500 μS/cm.

[0077] Em uma modalidade da presente invenção, o produto carboxialquilado foi purificado sob condições ácidas. A primeira etapa compreende tipicamente um procedimento de acidificação. Os grupos carboxilato foram convertidos em grupos carboxílicos. Os polissacarídeos carboxialquilados acidificados apresentarão tipicamente um pH na faixa entre 4,5 e 6,5. O produto carboxialquilado acidificado foi então aquecido, pois o produto aquecido fica substancialmente insolúvel em água. Ao invés disso, o produto intumescerá e formará um hidrogel ou partículas de hidrogel. As partículas de gel foram subsequentemente lavadas com água, ou soluções ácidas, para remover quaisquer sais residuais. O processo de purificação foi continuado até que nenhuma precipitação de sais pudesse ser observada a partir das lavagens, quando misturado com $AgNO_3$. A condutividade das lavagens representa outra indicação da pureza do produto carboxialquilado. A condutividade deve ser de no máximo 1.500 μS/cm.

Ajuste do pH e Umidade

[0078] Para obter um teor de carboxilato apropriado, o pH do polissacarídeo carboxialquilado purificado pode ser ajustado dentro da faixa de 6,0 a 10,0. Em uma modalidade da presente invenção, o pH pode ser ajustado em solventes orgânicos miscíveis com água.

[0079] A extrusão reativa também pode ser usada para ajustar o pH do polissacarídeo carboxialquilado. Em uma modalidade da presente invenção, o pH é ajustado depois da reação de carboxialquilação, mas antes da descarga da extrusor. O pH pode ser ajustado injetando uma solução ácida dentro da pasta de polissacarídeo carboxialquilado. Em uma modalidade da presente invenção, a pasta compreende um amido carboxialquilado. A mistura da pasta acidificada foi subsequentemente transportada e bombeada para dentro de uma seção da extrusora que compreende outra série de elementos amassadores, realizando o ajuste do pH do produto de polissacarídeo. Depois do ajuste do pH, o produto foi transportado, bombeado e descarregado da extrusora. A extrusora de rosca dupla pode ser equipada opcionalmente com um ventilador que proporciona a evacuação da umidade. O ventilador pode ser colocado sob vácuo, caso uma maior evacuação de umidade seja desejada. O produto pode ser opcionalmente bombeado para dentro de uma matriz a fim de produzir filamentos de extrudado.

[0080] O teor de umidade do produto carboxialquilado pode ser ajustado ainda mais. Em uma modalidade da presente invenção, o teor de umidade do produto carboxialquilado é de no máximo 7%. Os exemplos não-limitativos de técnicas de abaixamento da umidade compreendem aquecimento com indução, evaporação a vácuo, aquecimento com convecção e aquecimento por infravermelho. Acredita-se que esteja dentro da capacidade dos versados nessas técnicas selecionar outras técnicas apropriadas de abaixamento da umidade.

Formação de Partículas

[0081] Em uma modalidade da presente invenção, os polissacarídeos carboxialquilados compreendem uma matéria particulada. Em outra modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados compreendem uma matéria particulada. Em ainda outra modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados são "vítreos". Em ainda outra modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados compreendem uma estrutura "porosa". A estrutura particulada do produto carboxialquilado é influenciada pelo ajuste do pH, o procedimento de purificação e o teor de umidade. A estrutura particulada do produto carboxialquilado influenciará também a densidade aparente, frangibilidade e abrasividade. Em uma modalidade, o produto de amido carboxialquilado da presente invenção compreende uma densidade aparente na faixa entre 0,5 g/cm3 e 0,7 g/cm3.

[0082] Em uma modalidade da presente invenção, o tamanho das partículas do polissacarídeo carboxialquilado é reduzido. Peneiração compreende uma técnica conveniente para controlar o tamanho de partícula. O desempenho de absorção das partículas de polissacarídeo carboxialquilado está ligado ao seu tamanho de partícula. As partículas que têm um tamanho de pelo menos cerca de 150 μm (100 mesh) limitarão a formação de bloco do gel. As partículas que têm um tamanho de no máximo cerca de 850 μm (20 mesh) limitarão a formação de pequenos orifícios em produtos de higiene, e intumescerão mais eficientemente.

Revestimento da Superfície

[0083] Sob altas pressões, tal como 0,005 MPa (0,7 psi), as partículas de gel terão uma tendência de colapsar e formar partículas de gel "discóides". Estas partículas "discóides" impedem severamente o processo de absorção e podem eventualmente levar à formação de

blocos de gel. Partículas de gel mais rígidas proporcionarão maior resistência à deformação e manterão uma taxa de intumescimento adequada. As partículas de polissacarídeo carboxialquilado com superfície tratada apresentam partículas absorventes similares (FSC, CRC) a polissacarídeos carboxialquilados ligeiramente reticulados, e ao mesmo tempo, têm rigidez estrutural suficiente para intumescer sob pressão (AUL).

[0084] Os agentes para tratamento de superfície diminuirão a solubilidade em água da superfície das partículas de polissacarídeo carboxialquilado. Além disso, os agentes para tratamento de superfície conferirão aos polissacarídeos carboxialquilados, depois de intumescidos, a aparência de partículas de gel distintas. O tratamento da superfície aumentará também a AUL a 0,005 MPa (0,7 psi). Os tratamentos de superfície são efetuados tipicamente depois de aquecer. Os exemplos não-limitativos de agentes para tratamento de superfície incluem reticulantes, ácidos não-reticulantes, e combinações deles. Os exemplos de ácidos não-reticulantes incluem ácidos monovalentes. Estes ácidos podem ser derivados a partir de fontes minerais, a partir de fontes sem base biológica, ou a partir de fontes com base biológica. Em uma modalidade da presente invenção, os ácidos não-reticulantes são selecionados no grupo que consiste em ácido clorídrico, ácido acético, ácido glicólico, e ácido esteárico.

[0085] Valores mais altos de AUL (a 0,005 MPa (0,7 psi)) são obtidos tipicamente com maior tratamento de superfície. Entretanto, deve-se tomar cuidado para não afetar adversamente outras características SAP importantes, tais como FSC e CRC. Em uma modalidade da presente invenção, a quantidade de reagente ácido não-reticulante fica na faixa entre cerca de 0,01 miliequivalente e cerca de 20,0 miliequivalentes por grama de polissacarídeo carboxialquilado (meq/g). Em outra modalidade da presente invenção, o pH do

polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície fica na faixa entre cerca de 4,5 e 6,5.

[0086] Em uma modalidade da presente invenção, a superfície dos polissacarídeos carboxialquilados é tratada com um agente reticulante. Os exemplos não-limitativos de agentes reticulantes incluem ácido cítrico, íons de alumínio (Al3+) e epicloridrina. O tratamento com ácido cítrico resultará na formação de ligações éster; o tratamento com epicloridrina resultará na formação de ligações éter; e o tratamento com íons de alumínio. Em outra modalidade da presente invenção, o pH de um polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície com ácido cítrico fica na faixa entre cerca de 4,5 e 6,5.

[0087] Em uma modalidade da presente invenção, o tratamento da superfície é realizado tratando a superfície dos polissacarídeos carboxialquilados com uma solução que compreende o agente e tratamento de superfície. Para conseguir um tratamento adequado da superfície das partículas, a profundidade de penetração do agente para tratamento da superfície deve ser cuidadosamente controlada. Tal controle pode ser realizado pela seleção cuidadosa de um sistema de solvente apropriado. Os exemplos não-limitativos de tais sistemas de solventes incluem solventes orgânicos hidrofílicos, e misturas de solventes orgânicos hidrofílicos/água. O uso de um solvente orgânico hidrofílico limitará a difusão do agente de tratamento da superfície e intumescimento da superfície das partículas de polissacarídeo carboxialquilina. Os solventes orgânicos hidrofílicos típicos compreendem álcoois de C1-C5. Em uma modalidade da presente invenção, o solvente orgânico hidrofílico compreende isopropanol. Em uma modalidade da presente invenção, são usadas misturas de solvente orgânico hidrofílico/água. Em outra modalidade da presente invenção, a mistura compreende uma razão de solvente/água na faixa entre 50:50 e 95:5. A água nestas misturas proporciona maior

penetração da superfície.

[0088] Em uma modalidade da presente invenção, as partículas de polissacarídeo carboxialquilado são misturadas com o solvente que tem dissolvido dentro dele o agente para tratamento de superfície. Um pó úmido ou uma pasta é tipicamente obtida. A pasta ou pó úmido pode ser opcionalmente cominuído antes do aquecimento. Antes do tratamento térmico, o solvente pode ser opcionalmente evaporado. A etapa de evaporação do solvente é realizada tipicamente em temperaturas de não mais do que 100°C.

[0089] Em uma modalidade da presente invenção, o tratamento da superfície foi realizado aplicando gotículas de uma solução que compreende o agente para tratamento de superfície sobre a superfície das partículas de polissacarídeo carboxialquilado. Os exemplos não-limitativos de sistemas de solventes incluem solventes orgânicos hidrofílicos e misturas de solventes orgânicos hidrofílicos/água. Descobriu-se surpreendentemente que as soluções aquosas são apropriadas sob tais condições. Para evitar o intumescimento das partículas, a solução aquosa deve ser evaporada rapidamente depois da aplicação de gotículas. Em uma modalidade da presente invenção, a evaporação foi realizada por meio de circulação de gás ao redor das partículas. Em outra modalidade da presente invenção, o gás tem uma temperatura de pelo menos 40°C. O intumescimento das partículas é substancialmente evitado quando o fluxo de aplicação de gotículas é pelo menos equivalente à razão de evaporação do solvente. Este ambiente pode ser conseguido em um aglomerador ou em um secador de leito fluidizado com bicos de aspersão.

Tratamento Térmico

[0090] A maioria dos agentes para tratamento de superfície requer uma etapa de aquecimento. O tratamento da superfície resulta em um produto que apresenta bons valores de AUL (a 0,005 MPa ou 0,7 psi).

[0091] O tratamento térmico pode ser realizado usando uma fonte de radiação eletromagnética, um gás quente ou uma superfície aquecida. Em uma modalidade da presente invenção, usa-se aquecimento por convecção (gás quente) ou infravermelho (radiação eletromagnética). Tipicamente, as fontes de IV identificadas como infravermelho médio ou infravermelho de carvão são bem apropriadas. Em uma modalidade da presente invenção, os polissacarídeos carboxialquilados com superfície tratada são aquecidos até temperaturas de pelo menos 140°C. Em outra modalidade da presente invenção, os polissacarídeos carboxialquilados com superfície tratada são aquecidos até temperaturas de pelo menos 160°C. Em ainda outra modalidade da presente invenção, o teor de umidade das partículas de polissacarídeo carboxialquilado com superfície tratada depois do tratamento térmico é menor do que 5%. Deve-se tomar cuidado para não superaquecer as partículas. O superaquecimento distingue-se tipicamente pelo acastanhamento das partículas.

[0092] Em uma modalidade da presente invenção, o tratamento térmico foi realizado em um ambiente estático. Os exemplos não-limitativos de ambientes estáticos incluem ambientes imóveis, ambientes transportados por correia, ambientes deslizantes ou qualquer ambiente que evita substancialmente a indução de interação indevida (isto é, cisalhamento) entre as partículas em si ou entre as partículas e outros objetos. Em uma modalidade da presente invenção, o ambiente estático compreende uma superfície sobre a qual as partículas são espalhadas uniformemente. Tal superfície é tipicamente uma superfície transmissora de IV, tal como vidro ou Pyrex®.

[0093] Os polissacarídeos carboxialquilados da presente invenção podem receber tratamento da superfície com muitos tipos de ácidos. Quando ácidos não-reticulantes são usados, ligações éster não são tipicamente observadas por espectroscopia ATR-IR. A ausência de

uma banda de éster (entre 1.750 cm-1 e 1.715 cm-1) foi notada no caso de amidos carboxialquilados com tratamento de superfície com ácido clorídrico (figura 6). A presença de um ressalto foi observada para amidos carboxialquilados com tratamento de superfície com ácido esteárico (figura 7).

[0094] Em uma modalidade, a presente invenção refere-se a polissacarídeos carboxialquilados reticulados internamente. Estes polissacarídeos podem ser tratados também pela exposição a agentes para tratamento de superfície.

[0095] Em uma modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados com tratamento de superfície têm uma AUL de 0,05 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g. Em uma modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados com tratamento de superfície têm uma AUL de 0,05 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g e uma CRC de pelo menos 18 g/g. Em uma modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados com tratamento de superfície têm uma AUL de 0,05 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g, uma CRC de pelo menos 18 g/g e uma FSC de pelo menos 25 g/g. Em uma modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados com tratamento de superfície se distinguem por uma densidade aparente na faixa entre 0,5 g/cm3 e 0,7 g/cm3.

[0096] Os polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície formam partículas de gel distintas depois de intumescidos. A propensão para formar partículas de gel distintas torna estes materiais especialmente apropriados para uso em artigos higiênicos. Na realidade, quando incorporados em membros absorventes, as partículas de gel distintas depois de intumescimento até sua extensão máxima proporcionam maior fluxo de água. Esta característica aumenta significativamente a porosidade úmida dos artigos absorventes, e assim sendo, melhor absorção e difusão de líquidos.

[0097] Em uma modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados com tratamento de superfície têm uma AUL de 0,05 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g e um teor de base biológica, de acordo com ASTM D6866-06 A, de pelo menos 82%. Em uma modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados com tratamento de superfície têm uma AUL de 0,05 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g e um teor de base biológica, de acordo com ASTM D6866-06 A, de pelo menos 87%. Em uma modalidade da presente invenção, os amidos carboxialquilados com tratamento de superfície têm uma AUL de 0,05 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g e um teor de base biológica, de acordo com ASTM D6866-06 A, de pelo menos 95%. Os amidos caróxi-alquilados com tratamento de superfície são apropriados para uso em artigos higiênicos e membros absorventes.

[0098] Os polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície da presente invenção podem ser misturados com outros materiais coabsorventes pata fornecer composições absorventes. Em uma modalidade, as composições absorventes compreendem entre cerca de 1 e cerca de 99% em peso de polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície e entre cerca de 99 e cerca de 1% em peso de material coabsorvente. Os exemplos não-limitativos de materiais coabsorventes incluem polímeros sintéticos absorventes, absorventes baseados em amidos, polissacarídeos que contêm manose, fibras e misturas deles.

[0099] Os exemplos não-limitativos de absorventes baseados em amidos incluem amidos vítreos tais como aqueles descritos por Huppé et al. (documento n° CA 2.308.537); aglomerados de polissacarídeos tais como aqueles descritos por Chevigny et al. (documento n° CA 2.534.026); amido hidroxietila; amido hidroxipropila; nanocompósitos de amidos tais como aqueles descritos por Berrada et al. (documento n° CA 2.483.049); e misturas deles.

[00100] Os exemplos não-limitativos de polisacarídeos que contêm manose incluem goma guar, goma tara, goma de alfarroba, konjac, goma de mesquita, extratos de psílio, extratos de feno-grego, e misturas deles. Os polissacarídeos que contêm manose podem ser quimicamente ou enzimaticamente modificados (isto é, derivados de manose), reticulados ou na forma de materiais nanocompósitos.

[00101] Os exemplos não-limitativos de fibras incluem celulose, viscose, rayon, acetato de celulose, poliamidas (isto é, Nylon®), polialquilenos, polietileno, polipropileno, fibras bicomponentes, poliésteres, polilactídeos, polipropanodióis, polihidroxialcanoatos, Lyocell®, esfagno, e misturas deles.

[00102] Os polímeros sintéticos absorventes a serem usados como materiais coabsorventes nas composições absorventes da presente invenção são obtidos geralmente a partir de polimerização, tipicamente polimerização com radicais ou enxerto de radicais, de monômeros, cujos exemplos não-limitativos incluem ácido acrílico, sais acrilato, ésteres acrílicos, anidrido acrílico, ácido metacrílico, sais metacrilato, ésteres metacrílicos, anidrido metacrílico, anidrido maléico, sais maléicos, ésteres maleato, acrilamida, acrilonitrila, álcool vinílico, vinil-pirrolidona, acetato de vinila, vinil-guanidina, ácido aspártico, sais aspárticos e misturas deles.

[00103] As partículas de polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície da presente invenção, ou as composições que compreendem tais partículas, são apropriadas para uso em métodos para absorver líquidos. Em uma modalidade da presente invenção, um ou mais polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície são colocados em contato com um líquido a ser absorvido. Os exemplos não-limitativos de líquidos incluem água, soluções aquosas, fluidos fisiológicos, e soluções salinas. Os polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície da

presente invenção, após contatar o(s) líquido(s) a ser absorvido, formarão um gel que detém o(s) líquido(s) dentro dele.

[00104] As partículas de amido carboxialquilado com tratamento de superfície da presente invenção, ou as composições que compreendem tais partículas, são apropriadas para uso em métodos para absorver líquidos. Em uma modalidade da presente invenção, um ou mais amidos carboxialquilados com tratamento de superfície são colocados em contato com um líquido a ser absorvido. Os exemplos não-limitativos de líquidos incluem água, soluções aquosas, fluidos fisiológicos, e soluções salinas. Os amidos carboxialquilados com tratamento de superfície da presente invenção, após contatar o(s) líquido(s) a ser absorvido, formarão um gel que detém o(s) líquido(s) dentro dele.

[00105] Os polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície da presente invenção são apropriados para uso em artigos higiênicos, incluindo fraldas, produtos para incontinência e absorventes higiênicos. Em uma modalidade da presente invenção, o polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície da presente invenção é um amido carboxialquilado com tratamento de superfície. Um artigo higiênico típico está ilustrado na figura 1. O artigo compreende uma folha de fundo A, uma folha de topo B e um núcleo absorvente C. O núcleo absorvente fica tipicamente colocado entre as folhas de topo e de fundo. As folhas do topo e do fundo podem proporcionar um envelope vedante para o núcleo absorvente. A folha do fundo é tipicamente um filme impermeável constituído de um material plástico. A folha do topo é tipicamente um filme poroso insolúvel em água e permeável à água, ou um material não-tecido. Uma camada de distribuição da captação (não-ilustrada) pode ficar opcionalmente disposta entre a folha do topo e o núcleo absorvente. A camada de distribuição da captação proporciona a difusão de líquidos

para dentro do núcleo absorvente, aumentando a área de mancha e a velocidade de absorção.

[00106] O membro absorvente constitui o componente do núcleo absorvente que é responsável por absorver urina e fluidos fisiológicos, quando usado no contexto de artigos higiênicos. Em uma modalidade da presente invenção, os membros absorventes compreendem fibras de polpa de celulose em felpas e polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície. Os componentes podem ser misturados uniformemente em uma dispersão de ar. Os membros absorventes podem compreender ainda opcionalmente aditivos tais como fragrâncias, agentes para controle de odores, aglutinantes, fibras termoplásticas, reticulantes e cargas. Em uma modalidade da presente invenção, os membros absorventes são comprimidos para reduzir seu volume. Em outra modalidade da presente invenção, os membros absorventes têm um peso específico de pelo menos 0,10 g/cm3. Em uma modalidade, os membros absorventes da presente invenção compreendem um teor de polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície na faixa entre 15% e 80%. Em outra modalidade, os membros absorventes da presente invenção os membros absorventes da presente invenção compreendem um teor de polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície na faixa entre 30% e 60%.

[00107] Os artigos higiênicos que compreendem os membros absorventes da presente invenção apresentam características absorventes surpreendentemente boas. Os polissacarídeos carboxialquilados CPM tratamento de superfície, como contidos dentro dos membros absorventes, se distinguem por um teor de base biológica, de acordo com ASTM D-6866-06 A, de pelo menos 82%. As taxas de captação média e terceira são amplamente aceitas como indicadores quando se avalia as características de absorvância de um

artigo higiênico. Em uma modalidade da presente invenção, os artigos higiênicos compreendem uma terceira taxa de captação de pelo menos 0,22 mL/segundo, e uma taxa de captação média de pelo menos 0,12 mL/segundo. A terceira taxa de re-humidificação e a total compreendem indicadores para avaliar a qualidade de um artigo higiênico. Em uma modalidade da presente invenção, os artigos higiênicos compreendem um terceiro valor de re-humidificação de no máximo 4,0 g. Em outra modalidade da presente invenção, os artigos higiênicos compreendem um terceiro valor de re-humidificação de no máximo 1,5 g. Em uma modalidade da presente invenção, os artigos higiênicos compreendem um valor total de re-humidificação de no máximo 6,0 g. Em outra modalidade da presente invenção, os artigos higiênicos compreendem um valor total de re-humidificação de no máximo 2,5 g.

[00108] Os polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície da presente invenção podem ser usados também em outras aplicações tais como em protetores de alimentos; em aplicações agrícolas, em horticultura e silvicultura, para reter água no solo e para liberar água para as raízes de plantas e árvores; na indústria têxtil; em aplicações de impressão; em produtos de papel absorventes; em tratamentos de minérios; em aditivos para concreto; em caixas sanitárias para animais de estimação ("pet litter"); no tratamento de água; no controle de nuvens; em fluidos de perfuração (por exemplo, materiais contra perda de circulação, fluidos de fraturamento); em protetores de alimentos (por exemplo, aplicações relacionadas ao transporte de alimentos frescos e embalagem de alimentos); em detergentes; revestimentos contra condensação; em géis para combate de incêndios; em materiais vedantes; em bandagens e coxins cirúrgicos (por exemplo, curativos de feridas); como absorventes químicos para a limpeza de derramamentos aquosos ácidos e/ou

básicos, incluindo derramamentos químicos solúveis em água; como géis poliméricos para a liberação lenta e controlada de cosméticos e produtos farmacêuticos (também conhecidos como sistemas de distribuição de fármacos); e finalmente na produção de neve artificial.

EXPERIMENTAL

Materiais

[00109] O amido de batata foi obtido na Penford Food Ingredients (Centennial, CO). O amido de trigo grau A (Whetstar®) foi obtido na Archer Daniels Midland (Decatur, IL). A epicloridrina, monocloroacetato de sódio, ácido cítrico monoidratado, ácido esteárico, ácido acético, isopropanol grau pesquisa e hidróxido de sódio foram obtidos na Sigma-Aldrich (St. Louis, MO). O ácido clorídrico e o metanol foram obtidos na Labmat (Cidade de Quebec, Canadá).

Termômetro Infravermelho

[00110] Foi usado um termômetro infravermelho TES 1326S.

Forno de Convecção

[00111] Foi usada um secador de bandeja de laboratório TY 2, da National Drying Machinery Company (Filadélfia, EUA).

Forno Infravermelho

[00112] Foi usado um forno infravermelho NB-G100P da Panasonic.

Moedor

[00113] Foi usado o moedor Braun® modelo KSM para moer as amostras.

Extrusora

[00114] Foi usada uma extrusora de rosca dupla Baker-Perkins MPF-50D (50 mm) para produzir os hidrogéis de CMC. A extrusora era equipada com um Alimentador de Potência ME-II Accurate. Um bico de injeção foi posicionado 381 mm a jusante da extrusora. Nenhuma matriz foi usada. A extrusora tinha o seguinte desenho de rosca:

Tabela 1

Desenho da Rosca TSE

Tipo de Elemento	Comprimento do Elemento (mm)
Início	
Espaçador	6,35
Espaçador	101,6
Transporte	76,2
Bombeamento	50,8
Amassamento	12,7
Bombeamento	50,8
Transporte	76,2
Bombeamento	50,8
Bombeamento	25,4
Orifício de Saída	

Extrusora (CMS)

[00115] Em uma modalidade da presente invenção, foi usada uma extrusor de rosca dupla ZSE 40 HP (40 mm) para produzir os polissacarídeos carboxialquilados. A relação L/D da extrusora foi ajustada em 40. O polissacarídeo (por exemplo, amido) foi alimentado para dentro da TSE usando um alimentador gravimétrico agitado Acrison (405-170-OE). O monocloroacetato de sódio foi alimentado para dentro da TSE usando um alimentador gravimétrico agitado Acrison (405-1015-C). O amido e o monocloroacetato de sódio foram alimentados para dentro da TSE em posições localizadas entre 30 mm e 180 mm a jusante da extrusora. Um bico de injeção de hidróxido de sódio, equipado com uma bomba peristáltica Cole-Parmer, foi posicionado 560 mm a jusante da extrusora. Os cilindros de enchimento laterais fechados foram posicionados entre 640 mm e 800 mm a jusante da extrusora. Um suspiro foi posicionado em um local entre 1.120 mm e 1.280 mm a jusante do cilindro. Nenhuma matriz foi usada. A extrusora tinha o seguinte desenho de rosca:

Tabela 2

Desenho da Rosca TSE

Comprimento do Passo (mm)	Comprimento do Elemento (mm)	Ângulo de Bloqueio da Amassadeira
Início da Extrusora		
20 mm	30 mm	
60 mm	150 mm	
30 mm	60 mm	
45 mm	150 mm	
45 mm	50 mm	
45 mm	50 mm	
45 mm	60 mm	
30 mm	60 mm	
6 Elementos de Bloqueio da Amassadeira (avanço)	60 mm	60°
6 Elementos de Bloqueio da Amassadeira (avanço)	60 mm	60°
45 mm	30 mm	
45 mm	60 mm	
6 Elementos de Bloqueio da Amassadeira (avanço)	60 mm	90°
Disco de Amassamento	10 mm	
Disco de	10 mm	

Comprimento do Passo (mm)	Comprimento do Elemento (mm)	Ângulo de Bloqueio da Amassadeira
Amassamento		
60 mm	150 mm	
45 mm	150 mm	
45 mm	60 mm	
45 mm	60 mm	
Descarga da Extrusora		

Todos elementos da extrusora eram de curso duplo. A espessura do elemento de amassamento era de 2 mm.

Aglomerador

[00116] Uma unidade de leito fluidizado de laboratório da Niro Pharma Systemas modelo STREA-1, equipada com um bico revestidor de filme, foi usada. O modelo STREA-1 era configurado com o bico de injeção localizado lateralmente; o bico voltado de cabeça para baixo.

Aparelho Usado para Fabricar o Membro Absorvente

[00117] A figura 2a ilustra um aparelho para a produção de um membro absorvente. Fibras de polpa em felpas e o polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície foram transportados para dentro do aparelho e depositados sobre um filtro não-tecido usando uma corrente de ar de alta velocidade. A corrente de ar foi alimentada usando um compressor (790 kPa) conectado ao aparelho através de uma mangueira flexível (1). Um regulador de ar pressurizado foi conectado ao compressor. As fibras de polpa em felpas e os polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície (por exemplo, amido carboxialquilado com tratamento de superfície) são introduzidos em uma primeira câmara de misturação (2) do aparelho formador de núcleo absorvente usando um funil (3). As fibras de polpa em felpas e o polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície (por exemplo, amido carboxialquilado com

tratamento de superfície) foram misturados intensamente na câmara de mistura usando uma hélice com 6 lâminas (4) conectada a um motor elétrico (5). A hélice ficava localizada acima de uma peneira de 4,699 mm (4 mesh) (6). Em uma modalidade da presente invenção, a hélice ficava localizada 59 mm acima da peneira de 4,699 mm (4 mesh). Uma escova (10) ficou posicionada acima da peneira; a escova roçando contra a peneira. As partículas pequenas o suficiente para atravessar a peneira foram transportadas para uma segunda câmara de misturação (7) usando um fluxo de ar, de onde elas foram transportadas para dentro de uma célula formadora de membro absorvente (8) (ilustrada mais detalhadamente na figura 3). Uma câmara de vácuo a ar (9) foi posicionada embaixo da célula formadora de membro absorvente (8). A câmara de vácuo (9) foi conectada a um aspirador (não ilustrado). O processo formador de membros absorventes pode ser observado através de uma janela de visualização (11).

[00118] A figura 3 ilustra uma vista ampliada da células formadora de membros absorventes. Um funil (36) foi posicionado sobre uma célula de moldagem (37) na qual o membro absorvente (4) foi produzido. Uma peneira de 0,833 mm (20 mesh) foi posicionada no fundo da célula de moldagem (37). Um filtro não-tecido de 20 g/m2 da Maquin S.A. (39) foi posicionado entre a célula de moldagem (37) e a peneira (38) para reter as felpas finas e as partículas finas de polissacarídeo. O ar que atravessa a célula de moldagem (37) foi transportado para uma câmara de vácuo (9). Depois de completado o processo, a célula de moldagem (37) foi removida usando uma placa com cabo (41).

Cilindro de Reumectação

[00119] A figura 4 ilustra um cilindro de re-humidificação (50) para testar as características de re-humidificação dos membros

absorventes ou artigos higiênicos da presente invenção. As extremidades opostas (10 cm de diâmetro) (51) do cilindro eram constituídas de Plexiglas® e continham um orifício central (52) medindo 2,5 cm de diâmetro. As extremidades opostas do cilindro tinham uma área superficial de 78,5 cm^2. Um cilindro coaxial interno (53) fica disposto dentro de cilindro de re-humidificação (50) definindo um espaço cilíndrico (54) entre eles. Um peso (55), sustentado por dois parafusos (56), foi colocado dentro do espaço cilíndrico (54). Em uma modalidade da presente invenção, o cilindro de re-humidificação (50) pesava 3,87 kg. Em operação, o cilindro interno (53) foi enchido com água (57).

Métodos de Teste

[00120] Como discutido em "Modern Superabsorbent Polymer Technology" (Bucholz, F.L. e Graham, A.T, editores, Wiley-VCH, New York, 1998, seção 4.6.1., "Swelling Capacity: Theory and Practice", página 147), vários métodos de medição são usados para caracterizar a capacidade de intumescimento de um polímero. Na campo de superabsorventes, a Capacidade de Intumescimento Gravimétrico (também denominada Capacidade de Intumescimento Livre (FSC)] e a Capacidade Centrífuga (também denominada Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC)] são métodos recomendados. A FSC e CRC foram usadas para caracterizar as capacidades de intumescimento dos produtos absorventes da presente invenção.

Saquinhos de Chá para Medições de FSC e CRC

[00121] Dez saquinhos (10 x 10 cm) foram fabricados a partir de papel de filtro Ahlstrom de selagem térmica (Chirnside Duns, Reino Unido) (16,5 ± 0,5 g/m^2) grau 07291.

Medições de FSC

[00122] A Capacidade de Intumescimento Livre (FSC) em uma solução de NaCl a 0,9% foi determinada de acordo com o método de

teste recomendado WSP 240.2 (05) da Worldwide Strategic Partners (EDANA-INDA).

Medições de CRC

[00123] A Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC) em uma solução de NaCl a 0,9% foi determinada de acordo com o método de teste recomendado WSP 240.2 (05) da Worldwide Strategic Partners (EDANA-INDA).

Teor de Base Biológica

[00124] O teor de base biológica dos polissacarídeos carboxialquilados com tratamento de superfície da presente invenção foi determinada por caracterização do teor de radiocarbono moderno. As concentrações de radiocarbono são obtidas como frações de padrão moderno de $d^{14}C$, depois das convenções de Stuiver e Polach (*Radiocarbon* 19:355 (1997)). Todos resultados foram corrigidos para levar em conta o fracionamento isotópico de acordo com as convenções de Stuiver e Polach (1997), com valores de $d^{13}C$ medidos em grafite preparado usando um espectrômetro AMS. Estes valores podem diferir dos valores de $d^{13}C$ obtidos para o material original, caso o fracionamento ocorreu durante a grafitização da amostra ou a medição de AMS. Devido ao fato de que o teor de base biológica é fornecido em "valores pré-bomba", todas proporções foram multiplicadas por 93 (100% x 0,93) para refletir as porcentagens de base biológica.

[00125] Uma quantidade precisa (entre 5 e 10 mg) de polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície foi coletada e transferida para dentro de um tubo de quartzo que compreende prata metálica e óxido cúprico. O tubo de quartzo foi colocado sob vácuo, selado e combustado a 850°C durante um período de 1 hora. O forno foi resfriado (1°C/min), até que a amostra estivesse a 400°C.

[00126] O produto de dióxido de carbono foi então purificado. Em uma modalidade da presente invenção, a purificação é realizada colocando o tubo de quartzo em um craqueador tubular (como ilustrado em ASTM D 6866-06 A) sob vácuo. O craqueador tubular foi então imergido em um Dewar que compreende nitrogênio líquido. O tubo foi craqueado de forma criogênica, permitindo que quaisquer gases não congelados escapem. Uma mistura de álcool/gelo seco foi então colocada ao redor do craqueador tubular, sublimando o teor de dióxido de carbono. O dióxido de carbono sublimado foi então transferido para dentro de um tubo de aço inoxidável (volume conhecido) possuindo uma tampa. Esta tampa foi fechada e outros gases foram deixados escapar do craqueador tubular. O tubo de aço inoxidável foi então conectado a um tubo de Pyrex® evacuado. O tubo de aço inoxidável foi deixado atingir a temperatura ambiente e a pressão foi observada. O dióxido de carbono foi deixado entrar no tubo de Pyrex®. A parte do fundo do tubo de Pyrex® foi imergida em nitrogênio líquido e a parte do topo foi vedada. Os tubos foram enviados para uma instalação de AMS para determinação das proporções de ^{14}C.

Micrografias Eletrônicas de Varredura

[00127] Micrografias eletrônicas de varredura foram registradas usando um microscópio eletrônico de varredura Hitachi® S 3000N. As amostras foram colocadas sobre papel adesivo com face dupla, coladas a uma placa de alumínio. Quaisquer partículas não coladas foram removidas usando um jato de ar. Uma camada fina (cerca de 10 nm) de ouro foi então aplicada à superfície da amostra colada usando um revestidor por crepitação. A superfície foi então escaneada e registrada.

Produção de Artigo Higiênico Prototípico

[00128] Os artigos higiênicos foram preparados por um processo

que usa o aparelho formador de membros absorventes (figuras 2 e 3). Polpa de sulfato branqueada em felpas (8,5 g, SoLoNo®, Weyerhaeuser, Federal Way, WA) foi umidificada em uma sal com umidade relativa na faixa entre 65% e 80%. A polpa em felpas foi dividida em quatro parcelas (1,425 g; 2,360 g; 2,360 g; e 2,360 g).

[00129] Um filtro não-tecido de polipropileno consolidado termicamente de 10 x 20 cm (17 g/m^2, Industrias Maquin S.A., Puebla, México) foi posicionado no fundo da célula de moldagem (10 x 20 cm). A célula de moldagem foi montada e posicionada no aparelho formador de membros absorventes. Depois da criação de um vácuo na câmara de vácuo, o motor foi ligado. O regulador de ar pressurizado foi ativado, permitindo que ar pressurizado entrasse no aparelho (0,41 MPa (60 psi), Bico de 6/14). A primeira parte de felpas (1,425 g) foi adicionada usando um funil, e em seguida, a adição do polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície (1,860 g) vinte segundos depois. Depois de um retardamento de 10 segundos, a segunda parte de felpas (2,360 g) foi adicionada, e em seguida, a adição de mais uma parte do polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície (1,860 g) vinte segundos depois. Novamente, depois de um retardamento de 10 segundos, a terceira parte de felpas (2,360 g), e em seguida, adição de uma outra parte de polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície (1,860 g) vinte segundos depois. Finalmente, depois de um retardamento de 10 segundos, a quarta parte de felpas (2,360 g) foi adicionada, e o aparelho foi desligado 20 segundos depois.

[00130] A célula de moldagem foi removida lentamente do aparelho formador de membros absorventes. A mistura de felpas não-tecidas/polissacarídeo carboxialquilado com tratamento de superfície foi colocada sob uma prensa hidráulica (10 x 20 cm) encaixada, e ao mesmo tempo, permanecendo na célula de moldagem. A mistura foi

comprimida usando uma força na faixa entre ½ e 1½ tonelada (4,9 kN a 14,7 kN) durante um período de dois minutos. Em uma modalidade da presente invenção, depois da compressão, um membro absorvente com uma espessura na faixa entre cerca de 6,71 m e cerca de 7,4 mm, um peso específico de cerca de 0,10 g/cm^3, e um teor de amido carboxialquilado com tratamento de superfície de cerca de 39,7% foi obtido. Para simular uma folha de topo de artigo absorvente, outro filtro não-tecido (17 g/m^2, Industrias Maquin S.A., Puebla, México) de polipropileno consolidado termicamente foi colocado sobre o membro absorvente. Um filme de polietileno laminado (20 g/m^2, Bonlam, San Luis-Potosi, México) foi colocado sobre o outro lado do membro absorvente para simular a folha de fundo absorvente. Os membros absorventes foram então empilhados em colunas com entre 4 e 6 itens e ensanduichados entre placas de Plexiglas aplicando uma pressão de 0,0044 MPa (0,7 psi) durante um período de 20 min.

Teste de Reumectação e Teste de Taxa de Captação

[00131] O tamanho dos artigos higiênicos prototípicos é pequeno em comparação com fraldas de bebê "tamanho 4" existentes no mercado (tamanho do usuário na faixa entre 7 e 18 kg). A quantidade de fluidos usada no teste foi adaptada ao tamanho menor dos artigos prototípicos (50 mL/30 mL/30 mL). Para teste em escala maior (tamanho 4), maiores volumes de fluidos são usados (100 mL/60 mL/60 mL).

[00132] Um artigo higiênico prototípico foi posicionado sobre uma superfície plana e o centro (7/12 do comprimento) foi marcado com um marcador permanente. Um cilindro de teste de Plexiglas® redondo (figura 4) foi então colocado sobre a marca de carregado com solução salina (50 mL). O cronômetro foi iniciado tão logo a solução salina entrou em contato com o artigo higiênico. O cronômetro foi parado tão logo toda a solução tivesse desaparecido da superfície do artigo

higiênico; o tempo decorrido foi denotado como T1. O artigo higiênico foi deixado equilibrar durante um período de 20 min. O cilindro foi subsequentemente removido e a superfície úmida foi coberta com papéis de filtro pesados (cerca de 15 g, VWR West-Chester, EUA, filtro n° 28320-041 n° 415). Uma pressão externa 0,0048 MPa (0,7 psi) foi então aplicada usando um peso de aço inoxidável circular (3,13 kg) tendo uma área superficial de 63,6 cm2. Alternativamente, qualquer peso que produz uma pressão de 4,83 kPa (0,7 psi) pode ser usado. A pressão foi mantida por 2 min. O aumento no peso dos papéis de filtro corresponde à quantidade de fluido liberada pelo artigo higiênico e foi denotada como a primeira re-humidificação.

[00133] O cilindro foi então recolocado e centrado sobre a marca. O cilindro foi carregado com uma quantidade adicional de solução salina (30 mL) e o cronômetro foi iniciado tão logo a solução salina entrou em contato com o artigo higiênico. O cronômetro foi parado tão logo toda a solução tivesse desaparecido da superfície do artigo higiênico; o tempo decorrido foi denotado como T2. O artigo higiênico foi deixado equilibrar durante um período de 20 min. O cilindro foi subsequentemente removido e a superfície úmida foi coberta com papéis de filtro pesados (cerca de 15 g, VWR West-Chester, EUA, filtro n° 28320-041 n° 415). Uma pressão externa 0,0048 MPa (0,7 psi) foi então aplicada usando um peso de aço inoxidável circular (3,13 kg) tendo uma área superficial de 63,6 cm^2. A pressão foi mantida por 2 min. O aumento no peso dos papéis de filtro corresponde à quantidade de fluido liberada pelo artigo higiênico e foi denotada como a segunda re-humidificação.

[00134] O cilindro foi então recolocado e centrado sobre a marca. O cilindro foi carregado com uma quantidade adicional de solução salina (30 mL) e o cronômetro foi iniciado tão logo a solução salina entrou em contato com o artigo higiênico. O cronômetro foi parado tão logo toda a

solução tivesse desaparecido da superfície do artigo higiênico; o tempo decorrido foi denotado como T_3. O artigo higiênico foi deixado equilibrar durante um período de 20 min. O cilindro foi subsequentemente removido e a superfície úmida foi coberta com papéis de filtro pesados (cerca de 15 g, VWR West-Chester, EUA, filtro n° 28320-041 n° 415). Uma pressão externa 0,0048 MPa (0,7 psi) foi então aplicada usando um peso de aço inoxidável circular (3,13 kg) tendo uma área superficial de 63,6 cm2. A pressão foi mantida por 2 min. O aumento no peso dos papéis de filtro corresponde à quantidade de fluido liberada pelo artigo higiênico e foi denotada como a terceira re-humidificação. A reumectção total corresponde à soma das medições de re-humidificação individuais.

[00135] A taxa de captação correspondeao número de mililitros de solução salina absorvidos pelo artigo higiênico, dividido pelo tempo decorrido para absorver o volume de solução salina. A terceira taxa de captação pode ser calculada da seguinte maneira: 30 mL/T3 = A3 (mL/s).

[00136] A taxa de captação média corresponde ao número total de mililitros de solução salina absorvidos pelo artigo higiênico (110 mL), dividido pelo tempo total decorrido para absorver o volume de solução salina. A taxa de captação média pode ser calculada da seguinte maneira: 110 mL/(T_1 + T_2 + T_3) = A_T (mL/s).

EXEMPLOS

Amido de Batata Carbóxialquilado com Tratamento de Superfície de Ácido Cítrico

[00137] Água (900 mL), amido de batata (297 g; 14% de teor de umidade) e hidróxido de sódio (5,6 g; solução a 50%) foram adicionados a um bécher de 2 litros. A mistura foi agitada durante um período de 35 min em uma temperatura de 40°C. Epicloridrina (1,1197 g) foi subsequentemente adicionada e a mistura foi deixada reagir por

mais 35 min, mantendo a agitação para produzir uma lama de amido reticulado. Mais hidróxido de sódio (192 g; solução a 50%) foi adicionado e a lama foi agitada por 5 min, produzindo um amido gelatinizado. O amido gelatinizado foi aquecido até 60°C e misturado com monocloroacetato de sódio (252 g; adicionado em parcelas durante um período de 15 min). O gel foi deixado reagir por um período de 1 hora, precipitado pela adição de metanol (~7,0 litros) e filtrado. O precipitado resultante foi transformado em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), o pH foi ajustado para 8,5-9,0, usando ácido clorídrico e aquecido. A lama foi filtrada, o resíduo foi transformado em lama novamente em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v) e filtrado. Uma alíquota (1 mL) do filtrado foi retirada e misturada com algumas gotas de nitrato de prata. A ausência de um precipitado de cloreto de prata é indicativa da pureza do produto. Quando um precipitado de cloreto de prata foi observado, o produto foi transformado em lama novamente usando uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), e filtrado. Este processo foi repetido até que nenhuma precipitação de cloreto de prata pudesse ser observada. O resíduo foi subsequentemente purificado lavando com metanol (2,0 litros), filtrado e secado em um forno de convecção a 65°C.

[00138] O produto seco (300 g) foi dispersado em água (2,7 litros) para formar um hidrogel. O produto seco foi moído e peneirado em 0,833 mm e 0,147 mm (20 e 100 mesh). O produto peneirado (40 g) foi misturado com uma solução de ácido cítrico (18 mL; 2,58 g de ácido cítrico em 12 mL de água e 105 mL de isopropanol). A torta foi espalhada uniformemente sobre uma travessa de torta Pyrex® (cerca de 23 cm de diâmetro), tendo uma profundidade uniforme de cerca de 1 mm. Esta torta foi subsequentemente aquecida em um modo de convecção a 100°C durante um período de 19 min. Um aquecimento

adicional foi realizado em um forno infravermelho a 140°C durante um período de 15 min. As características absorventes do produto resultante foram subsequentemente medidas e estão resumidas na Tabela 3 abaixo. O espectro de ATR-IR do produto está ilustrado na figura 5.

Tabela 3

Características Absorventes de CMS com Tratamento de Superfície de Ácido Cítrico

FSC	34,5 g/g
CRC	25,0 g/g
AUL (0,0048 MPa (0,7 psi))	15,9 g/g
Teor de base biológica	82,2%

[00139] Os artigos higiênicos que compreendem o produto (CMS com tratamento de superfície de ácido cítrico) foram subsequentemente preparados e testados (Tabela 4).

Tabela 4

Desempenho dos Produtos Higiênicos

Terceira re-humidificação	1,2 g
Reumectação total	1,7 g
Terceira taxa de captação	0,25 mL/segundo
Taxa de captação média	0,14 mL/segundo

Número de artigos higiênicos testados: 16; os resultados representam valores médios

Amido de Batata Carbóxi-metilado com Tratamento de superfície de Ácido

[00140] Água (900 mL), amido de batata (297 g; 14% de teor de umidade) e hidróxido de sódio (5,6 g; solução a 50%) foram adicionados a um bécher de 2 litros. A mistura foi agitada durante um período de 35 min em uma temperatura de 40°C. Epicloridrina (1,1197 g) foi subsequentemente adicionada e a mistura foi deixada reagir por

mais 35 min, mantendo a agitação para produzir uma lama de amido reticulado. Mais hidróxido de sódio (192 g; solução a 50%) foi adicionado e a lama foi agitada por 5 min, produzindo um amido gelatinizado. O amido gelatinizado foi aquecido até 60°C e misturado com monocloroacetato de sódio (252 g; adicionado em parcelas durante um período de 15 min). O gel foi deixado reagir por um período de 1 hora, precipitado pela adição de metanol (~7,0 litros) e filtrado. O precipitado resultante foi transformado em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), o pH foi ajustado para 8,5-9,0, usando ácido clorídrico e aquecido. A lama foi filtrada, o resíduo foi transformado em lama novamente em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v) e filtrado. Uma alíquota (1 mL) do filtrado foi retirada e misturada com algumas gotas de nitrato de prata. A ausência de um precipitado de cloreto de prata é indicativa da pureza do produto. Quando um precipitado de cloreto de prata foi observado, o produto foi transformado em lama novamente usando uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), e filtrado. Este processo foi repetido até que nenhuma precipitação de cloreto de prata pudesse ser observada. O resíduo foi subsequentemente purificado lavando com metanol (2,0 litros), filtrado e secado em um forno de convecção a 65°C.

[00141] O produto seco (300 g) foi dispersado em água (2,7 litros) para formar um hidrogel. O pH do hidrogel foi ajustado para 8,5-9,0. O hidrogel foi subsequentemente secado em um forno de convecção a 65°C. O produto seco foi moído e peneirado em 0,833 mm e 0,147 mm (20 e 100 mesh). O produto peneirado (15 g) foi misturado com uma solução ácida (18,0 mL; 2,58 g de ácido cítrico em 12 mL de água e 105 mL de isopropanol). Para a preparação da solução de ácido clorídrico, o ácido clorídrico (3.046 mL, 12 N) foi misturado com isopropanol (105 mL0 e água (12 mL). Para a preparação da solução

de ácido esteárico, o ácido esteárico foi dissolvido em isopropanol (105 mL) e água (12mL). Para a preparação da solução de ácido acético, o ácido acético glacial (2,21 g) foi dissolvido em isopropanol (105 mL) e água (12 mL). A torta foi espalhada uniformemente sobre uma placa de Petri (cerca de 9 cm de diâmetro), tendo uma profundidade uniforme de cerca de 1 mm. Esta torta foi subsequentemente aquecida em modo de convecção a 100°C durante um período de 15 min. Um aquecimento adiciona foi realizado em um forno infravermelho (IV) a 140°C durante um período de 12 min. As características absorventes do produto resultante foram subsequentemente medidas e estão resumidas abaixo na Tabela 5.

Tabela 5

Características Absorventes do CMS com Tratamento Superficial de Ácido

	Ácido Clorídrico	Ácido Esteárico	Ácido Acético
FSC	30,0 g/g	31,5 g/g	31,3 g/g
CRC	18,0 g/g	22,3 g/g	21,1 g/g
AUL (0,048 MPa ou0,005 MPa (0,7 psi))	18,0 g/g	11,9 g/g	12,3 g/g
ATR-IR da figura	figura 6	figura 7	

Comparação entre Ambientes de Tratamento Térmico Dinâmico e Estático

[00142] Água (900 mL), amido de milho ceroso (297 g; 14% de teor de umidade) e hidróxido de sódio (2,8 g; solução a 50%) foram adicionados a um bécher de 2 litros. A mistura foi agitada durante um período de 35 min em uma temperatura de 40°C. Epicloridrina (1,1197 g) foi subsequentemente adicionada e a mistura foi deixada reagir por mais 35 min, mantendo a agitação para produzir uma lama de amido

reticulado. Mais hidróxido de sódio (192 g; solução a 50%) foi adicionado e a lama foi agitada por 5 min, produzindo um amido gelatinizado. O amido gelatinizado foi aquecido até 60°C e misturado com monocloroacetato de sódio (252 g; adicionado em parcelas durante um período de 15 min). O gel foi deixado reagir por um período de 1 hora, precipitado pela adição de metanol (~7,0 litros) e filtrado. O precipitado resultante foi transformado em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), o pH foi ajustado para 8,5-9,0, usando ácido clorídrico e aquecido. A lama foi filtrada, o resíduo foi transformado em lama novamente em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v) e filtrado. Uma alíquota (1 mL) do filtrado foi retirada e misturada com algumas gotas de nitrato de prata. A ausência de um precipitado de cloreto de prata é indicativa da pureza do produto. Quando um precipitado de cloreto de prata foi observado, o produto foi transformado em lama novamente usando uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), e filtrado. Este processo foi repetido até que nenhuma precipitação de cloreto de prata pudesse ser observada. O resíduo foi subsequentemente purificado lavando com metanol (2,0 litros), filtrado e secado em um forno de convecção a 65°C.

[00143] O produto seco (100 g) foi dispersado em água (900 mL0 para formar um hidrogel. O pH do hidrogel foi ajustado para 8,5-9,0. O hidrogel foi subsequentemente secado em um forno de convecção a 65°C. O produto seco foi moído em 0,833 mm e 0,147 mm (20 e 100 mesh).

Ambiente Dinâmico

[00144] O produto peneirado (7,5 g) foi misturado com uma solução de ácido cítrico (18,0 mL; 2,58 g de ácido cítrico em 12 mL de água e 105 mL de isopropanol). A lama resultante foi colocada em um frasco com fundo redondo equipado com um agitador magnético e foi

aquecido durante um período de 2 horas em uma temperatura de 90°C. A lama resultante foi subsequentemente aquecida sob agitação durante um período de 30 min a 140°C. Finalmente, o produto foi deixado resfriar. As características absorventes do produto resultante foram subsequentemente medidas e estão resumidas na Tabela 6.

Ambiente Estático

[00145] O produto peneirado (5,0 g) do exemplo precedente foi misturado com uma solução de ácido cítrico (2,3 mL; 2,58 g de ácido cítrico em 12 mL de água e 105 mL de isopropanol). A lama resultante foi colocada sobre um vidro de relógio e transferida para dentro de um forno de convecção onde ela foi aquecida a 100°C durante um período de 10 min. O produto foi subsequentemente aquecido a 140°C. As características absorventes do produto resultante (depois de um período de resfriamento) foram medidas depois de um período de aquecimento a 140°C de 0,5, 1, 2 e 5 horas (figura 12).

IMPACTO DO AQUECIMENTO SOBRE CARBÓXI-METIL-CELULOSE COM TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE EM UM FORNO DE CONVECÇÃO

[00146] Carboximetilcelulose (Aqualon B315, 8% de teor de umidade) foi alimentada para dentro da extrusora em uma vazão de 3,8 kg/h. Uma solução alcalina (Ph 8,8) foi subsequentemente injetada em uma vazão de 37,6 kg/h. A extrusora tinha o seguinte perfil de temperatura no cilindro: Tb_1 = 27°C; Tb_2 = 27°C; Tb_3 = 27°C; Tb_4 = 25°C; Tb_5 = 28°C; Tb_6 = 27°C; Tb_7 = 28°C; Tb_8 = 30°C e Tb_9 = 24°C. O produto hidrogel foi produzido em uma vazão de 38 hg/h e um teor de umidade de 91%. O hidrogel foi subsequentemente secado em um forno de convecção a 65°C, moído e peneirado. A fração entre 850 μm e 150 μm (20-100 mesh) ficou retida.

[00147] O produto peneirado (5,0 g) foi misturado com uma solução de ácido cítrico (2,3 Ml; 2,58 g de ácido cítrico em 12 Ml de água e 105

Ml de isopropanol). A lama resultante foi colocada sobre um vidro de relógio e transferida para dentro de um forno de convecção onde ela foi aquecida a 100°C durante por 10 min. O produto foi subsequentemente aquecido a 140°C. As características absorventes do produto resultante (depois de um período de resfriamento) foram medidas depois de um período de aquecimento a 140°C de 10, 30 e 120 min (figura 13).

TRATAMENTO TÉRMICO INFRAVERMELHO DE CMS

[00148] Água (870 mL), amido de trigo (330 g) e hidróxido de sódio (5,5 g; solução a 50%) foram adicionados a um bécher de dois litros. A mistura foi agitada durante um período de 35 min em uma temperatura de 40°C. Epicloridrina (1,97 g) foi subsequentemente adicionada e a mistura foi deixada reagir por mais 35 min sob agitação para produzir uma lama de amido reticulado. Mais hidróxido de sódio (147 g; solução a 50%) foi adicionado e a lama foi agitada por 5 min, produzindo um amido gelatinizado. O amido gelatinizado foi aquecido a 60°C e misturado com monocloroacetato de sódio (213 g; adicionado em parcelas durante um período de 15 min). O gel foi deixado reagir por um período de 1 hora, precipitado pela adição de metanol (~7,0 litros) e filtrado. O precipitado resultante foi transformado em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), o pH foi ajustado para 8,5-9,0 usando ácido clorídrico, e aquecido. A lama foi filtrada, resíduo foi transformado novamente em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v),e filtrado. Uma alíquota (1 mL) do filtrado foi retirada e misturada com algumas gotas de nitrato de prata. A ausência de um precipitado de cloreto de prata é indicativa da pureza do produto. Quando um precipitado de cloreto de prata foi observado, o produto foi transformado em lama novamente usando uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), e filtrado. Este processo foi repetido até que nenhuma precipitação adicional de

cloreto de prata possa ser observada. O resíduo foi subsequentemente purificado lavando com metanol (2,0 litros), filtrado e secado em um forno de convecção a 65°C.

[00149] O produto seco (100 g) foi dispersado em água (900 mL) para formar um hidrogel. O pH do hidrogel foi ajustado para 8,5-9,0. O hidrogel foi subsequentemente secado em um forno de convecção a 65°C. O produto seco foi moído e peneirado em 0,833 mm e 0,147 mm (20 e 100 mesh). O produto peneirado (40 g) foi misturado com uma solução de ácido cítrico (18,0 mL; 5,16 g de ácido cítrico em 24 mL de água e 210 mL de isopropanol). A lama foi espalhada uniformemente sobre uma travessa de torta Pyrex® e subsequentemente aquecida em um forno de convecção a 100°C durante um período de 18 min. O processo foi repetido com outro lote de produto seco (40 g). As duas amostras foram subsequentemente colocadas em um forno infravermelho (IV) e aquecidas a 140°C e 160°C, respectivamente. As temperaturas das amostras, medidas com um termômetro IV foram, entretanto, diferentes das temperaturas programadas do forno (Tabela 7). As características absorventes das amostras (depois de um período de resfriamento) foram medidas depois de um período de aquecimento de 5, 10, 12, 15 e 20 min (figuras 14 e 15).

Tabela 7

Temperaturas Programadas e Medidas

Temperatura Programada	Tempo Programado	Temperatura Medida em Vários Tempos				
		2 min	5 min	10 min	15 min	20 min
140°C	5 min	121°C	141°C	-	-	-
	10 min	118°C	161°C	160°C	-	-
	15 min	123°C	166°C	159°C	162°C	-
	20 min	120°C	141°C	156°C	168°C	167°C

Temperatura Programada	Tempo Programado	Temperatura Medida em Vários Tempos				
		2 min	5 min	10 min	15 min	20 min
160°C	5 min	132°C	161°C	-	-	-
	10 min	123°C	177°C	186°C	-	-
	15 min	117°C	160°C	187°C	190°C	-
	20 min	124°C	157°C	184°C	194°C	196°C

CMS COM TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NO AGLOMERADOR

[00150] Água (870 mL), amido de trigo (330 g) e hidróxido de sódio (5,5 g; solução a 50%) foram adicionados a um bécher de dois litros. A mistura foi agitada durante um período de 35 min em uma temperatura de 40°C. Epicloridrina (1,97 g) foi subsequentemente adicionada e a mistura foi deixada reagir por mais 35 min sob agitação para produzir uma lama de amido reticulado. Mais hidróxido de sódio (147 g; solução a 50%) foi adicionado e a lama foi agitada por 5 min, produzindo um amido gelatinizado. O amido gelatinizado foi aquecido a 60°C e misturado com monocloroacetato de sódio (213 g; adicionado em parcelas durante um período de 15 min). O gel foi deixado reagir por um período de 1 hora, precipitado pela adição de metanol (~7,0 litros) e filtrado. O precipitado resultante foi transformado em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), o pH foi ajustado para 8,5-9,0 usando ácido clorídrico, e aquecido. A lama foi filtrada, resíduo foi transformado novamente em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v),e filtrado. Uma alíquota (1 mL) do filtrado foi retirada e misturada com algumas gotas de nitrato de prata. A ausência de um precipitado de cloreto de prata é indicativa da pureza do produto. Quando um precipitado de cloreto de prata foi observado, o produto foi transformado em lama novamente usando uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), e filtrado. Este

processo foi repetido até que nenhuma precipitação adicional de cloreto de prata possa ser observada. O resíduo foi subsequentemente purificado lavando com metanol (2,0 litros), filtrado e secado em um forno de convecção a 65°C.

[00151] O produto seco (100 g) foi dispersado em água (900 mL) para formar um hidrogel. O pH do hidrogel foi ajustado para 8,5-9,0. O hidrogel foi subsequentemente secado em um forno de convecção a 65°C. O produto seco foi moído e peneirado em 0,833 mm e 0,147 mm (20 e 100 mesh).

[00152] Os parâmetros do aglomerador foram ajustados da seguinte maneira: vazão de ar 20 L/min; pressão do fluxo de ar: 103 kPa (15 psig); e temperatura do ar: 70°C. Cerca de 50 g do produto seco foram colocados no aglomerador. Cerca de 5,0 g de uma solução de ácido cítrico (9,8 g de ácido cítrico em 100 mL de água) foram injetados através de um bico durante um período de cerca de 2 min. Partículas de CMS com um teor de umidade de 10% foram obtidas. As partículas foram colocados sobre uma travessa de torta Pyrex® e colocadas em um forno IV aquecido em uma temperatura programada de 140°C durante um período de 12 min (a temperatura medida depois de 12 min era cerca de 160°C). O produto foi deixado resfriar e as características absorventes foram medidas (Tabela 8).

Tabela 8

Características do CMS tratado no Aglomerador

FSC	29 g/g
CRC	16 g/g
AUL (0,048 MPa ou 0,7 psi)	17 g/g
Aparência física do gel intumescido	Partículas de gel distintas

CARBÓXI-METIL-AMIDO DE TRIGO COM TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DE ÁCIDO CÍTRICO

[00153] Água (9070 mL), amido de trigo (337 g; teor de umidade de 12%) e hidróxido de sódio (5,5 g; solução a 50%) foram adicionados a um bécher de dois litros. A mistura foi agitada durante um período de 35 min em uma temperatura de 40°C. Epicloridrina (1,204 g) foi subsequentemente adicionada e a mistura foi deixada reagir por mais 35 min sob agitação para produzir uma lama de amido reticulado. Mais hidróxido de sódio (192 g; solução a 50%) foi adicionado e a lama foi agitada por 5 min, produzindo um amido gelatinizado. O amido gelatinizado foi aquecido a 60°C e misturado com monocloroacetato de sódio (213 g; adicionado em parcelas durante um período de 15 min). O gel foi deixado reagir por um período de 1 hora, precipitado pela adição de metanol (~7,0 litros) e filtrado. O precipitado resultante foi transformado em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), o pH foi ajustado para 8,5-9,0 usando ácido clorídrico, e aquecido. A lama foi filtrada, resíduo foi transformado novamente em lama em uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v),e filtrado. Uma alíquota (1 mL) do filtrado foi retirada e misturada com algumas gotas de nitrato de prata. A ausência de um precipitado de cloreto de prata é indicativa da pureza do produto. Quando um precipitado de cloreto de prata foi observado, o produto foi transformado em lama novamente usando uma solução de metanol/água (2,0 litros; 9:1 v/v), e filtrado. Este processo foi repetido até que nenhuma precipitação adicional de cloreto de prata possa ser observada. O resíduo foi subsequentemente purificado lavando com metanol (2,0 litros), filtrado e secado em um forno de convecção a 65°C.

[00154] O produto seco (300 g) foi dispersado em água (2,7 L) para formar um hidrogel. O pH do hidrogel foi ajustado para 8,5-9,0. O hidrogel foi subsequentemente secado em um forno de convecção a 65°C. O produto seco foi moído e peneirado em 0,833 mm e 0,147 mm (20 e 100 mesh). O produto peneirado (40 g) foi misturado com uma

solução de ácido cítrico (18 mL; 2,58 g de ácido cítrico em 12 mL de água e 105 mL de isopropanol). A lama foi espalhada uniformemente sobre uma travessa de torta Pyrex® (cerca de 23 cm de diâmetro), tendo uma profundidade uniforme de cerca de 1 mm. Esta torta foi subsequentemente aquecida em um modo de convecção a 100°C durante um período de 19 min. Um aquecimento adicional foi realizado em um forno infravermelho a 140°C durante um período de 15 min. As características absorventes do produto resultante foram subsequentemente medidas e estão resumidas abaixo na Tabela 9.

Tabela 9

Características Absorventes do CMS (Trigo) Com Tratamento de Superfície de Ácido Cítrico

FSC	29,7 g/g
CRC	18,7 g/g
AUL (0,048 MPa ou 0,7 psi)	16,2 g/g

PRODUÇÃO DE AMIDOS CARBOXIALQUILADOS POR EXTRUSÃO REATIVA

[00155] Amido de trigo com um teor de umidade de 11% foi alimentado para dentro de uma TSE (ZSE de 40 mm), usando um alimentador gravimétrico agitado, em uma vazão de 9,25 kg/h (20,4 lb/h). Monocloro-acetato de sódio foi alimentado concomitantemente para dentro da extrusor (alimentador gravimétrico) em uma vazão de 4,2 kh/h. Uma solução de hidróxido de sódio (36%) foi injetada em uma vazão de 4,03 kg/h (8,9 lb/h). O teor de água do amido de trigo foi aumentado para cerca de 20,6%. A extrusora tinha o seguinte perfil de temperatura no cilindro: Tb_2 = 29°C; Tb_3 = 29°C; Tb_4 = 32°C; Tb_5 = 43°C; Tb_6 = 65°C; Tb_7 = 121°C; Tb_8 = 101°C e Tb_9 = 87°Ce Tb_{10} =85°C. A velocidade da rosca foi estabelecida em 200 rpm e a carga da rosca em 34%. A TSE era equipada com uma matriz que compreende 10 furos (3 mm de diâmetro). A pressão de descarga da

matriz foi de 144 kPa (21 psig). O extrudado tinha uma temperatura de 102°C. O extrudado foi subsequentemente secado em forno até um teor de umidade de 6,7%, moído e peneirado (1,19 mm (16 mesh) e 0,297 mm (50 mesh sendo a fração retida). O DS foi caracterizado de acordo com o método da Norma ASTM D1439-83a. Uma eficiência de reação de 80% foi obtida.

[00156] O produto seco (85 g) foi dispersado em uma solução de metanol/água (500 mL; 85:15 v/v) a 60°C por 90 min. A condutância foi medida como sendo de 8.300 μS/cm; o pH foi registrado como sendo 8,5. O produto foi filtrado e dispersado em uma solução de metanol/água (500 mL; 85:15 v/v) a 60°C por 90 min. A condutância foi medida como sendo de 3.030 μS/cm; o pH foi registrado como sendo 8,4. O produto foi filtrado e dispersado em uma solução de metanol/água (500 mL; 85:15 v/v) a 60°C por 90 min. A condutância foi medida como sendo de 2.250 μS/cm; o pH foi registrado como sendo 8,5. O produto foi filtrado e dispersado em uma solução de metanol/água (500 mL; 85:15 v/v) a 60°C por 90 min. A condutância foi medida como sendo de 900 μS/cm; o pH foi registrado como sendo 8,3. O produto foi filtrado e dispersado em uma solução de metanol/água (500 mL; 85:15 v/v) a 60°C por 90 min. A condutância foi medida como sendo de 670 μS/cm; o pH foi registrado como sendo 8,5. O produto foi filtrado e dispersado em uma solução de metanol/água (500 mL; 85:15 v/v) a 60°C por 90 min. A condutância foi medida como sendo de 450 μS/cm; o pH foi registrado como sendo 8,5. O produto foi filtrado e dispersado em uma solução de metanol/água (500 mL; 85:15 v/v) a 60°C por 90 min. A condutância foi medida como sendo de 485 μS/cm; o pH foi registrado como sendo 8,5. O produto foi finalmente filtrado e secado em um forno de convecção a 65°C.

[00157] O produto seco (5,0 g) foi misturado com uma solução de ácido cítrico (2,3 mL; 2,58 g de ácido cítrico em 12 mL de água e 105 mL de isopropanol). A lama resultante foi espalhada uniformemente

sobre um vidro de relógio e aquecida em um modo de convecção a 100°C durante um período de 10 min. Um aquecimento adicional foi realizado em um forno IV a 140°C durante um período de 12 min. As características absorventes do produto resultante foram subsequentemente medidas e estão resumidas na Tabela 10 abaixo.

Tabela 10

Características Absorventes do CMS (Trigo) com Tratamento de Superfície de Ácido Cítrico

FSC	33 g/g
CRC	20 g/g
AUL (0,048 MPa ou 0,7 psi)	16 g/g

[00158] Em uma modalidade da presente invenção, o amido foi alimentado para dentro de uma extrusor em uma vazão de 12,7 kg/h (28,0 lb/h). Monoloro-acetato de sódio foi adicionado concomitantemente para dentro de extrusor em uma vazão de 5,9 kg/h (13,0 lb/h). Água corrente foi injetada através de um primeiro bico posicionado 400 mm a jusante da extrusor, em uma vazão de 2,18 kg/h (4,8 lb/h). Uma solução de hidróxido de sódio (50%) foi injetada através do bico em uma vazão de 4,08 kg/h (9,0 lb/h). A purificação subsequente e o tratamento da superfície foram conduzidos de acordo com o protocolo descrito acima. O produto foi subsequentemente analisado por SEM (figuras 8 e 9).

[00159] Deve-se entender que a invenção não está limitada na sua aplicação aos detalhes de construção e peças descritas acima. A invenção é capaz de outras modalidades e podendo ser praticada de várias maneiras. Deve-se entender que a fraseologia ou terminologia aqui utilizada é com o propósito descritivo e não-limitativo. Assim sendo, embora a presente invenção tenha sido descrita acima a título de suas modalidades ilustrativas, ela pode ser modificada sem fugir do espírito, âmbito e natureza definidos nas reivindicações apensadas.

REIVINDICAÇÕES

1. Material superabsorvente, caracterizado pelo fato de que compreende: uma partícula compreendendo um polissacarídeo carboxialquilado, tendo a referida partícula um interior e uma superfície, apresentando cada qual uma funcionalidade diferenciada; o referido interior é absorvente; a referida superfície é tratada com um ácido não reticulante, que induz ligações éster entre cadeias de polissacarídeos na referida superfície da partícula, em que a referida partícula não apresenta ligações éster entre 1.750cm^{-1} e 1.715cm^{-1} quando observada por espectroscopia ATR-IR, a referida partícula mantendo uma forma de partícula discreta quando contatada com uma solução salina, e o referido material superabsorvente exibe uma Absorvância sob Carga (AUL) a 0,005 MPa (0,7 psi) de pelo menos 14 g/g e uma Capacidade de Retenção Centrífuga (CRC) de pelo menos 18 g/g, em que o referido ácido não reticulante é HCl ou um ácido monovalente inorgânico.

2. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a referida partícula de polissacarídeo carboxialquilado exibe uma forma de partícula de gel discreta quando encharcada até seu volume máximo em solução salina.

3. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a referida partícula de polissacarídeo carboxialquilado tem uma Absorvância sob Carga (AUL) da referida solução salina a 0,005 MPa (0,7 psi) maior do que uma partícula comparativa formada do polissacarídeo carboxialquilado possuindo uma superfície que não é tratada com o ácido não reticulante.

4. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a referida partícula de polissacarídeo carboxialquilado exibe uma Capacidade de Encharcamento Livre (FSC) de pelo menos 26 g/g.

5. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a referida partícula de polissacarídeo carboxialquilado tem um tamanho na faixa entre 150 μm e 850 μm.

6. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o referido polissacarídeo carboxialquilado tem um grau de substituição variando de 0,2 a 1,0.

7. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o referido polissacárido carboxialquilado possui um padrão de distribuição de carboxialquila homogêneo.

8. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a referida partícula de polissacárido carboxialquilado é semelhante a um vidro.

9. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o referido polissacárido carboxialquilado é um carboximetil amido.

10. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a referida solução salina é uma solução a 0,9% de NaCl.

11. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o referido membro absorvente tem um conteúdo de partícula de polissacarídeo carboxialquilado entre 30% e 60%.

12. Material superabsorvente de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que se encontra sob a forma de um artigo higiênico selecionado do grupo que consiste em fraldas, artigos de incontinência, lenços higiênicos, produtos de higiene feminina, e curativos absorventes.

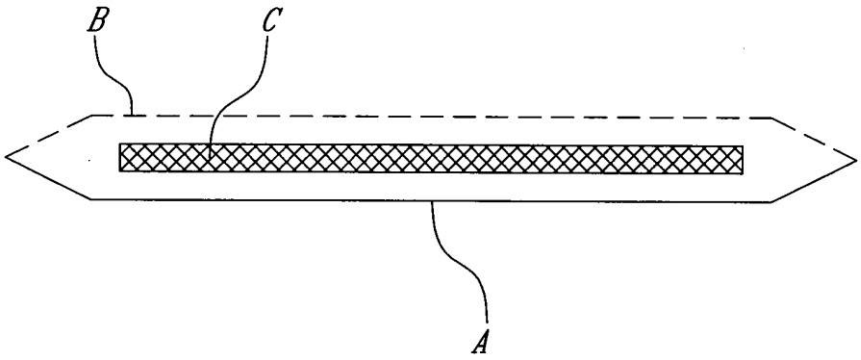


FIG. 1

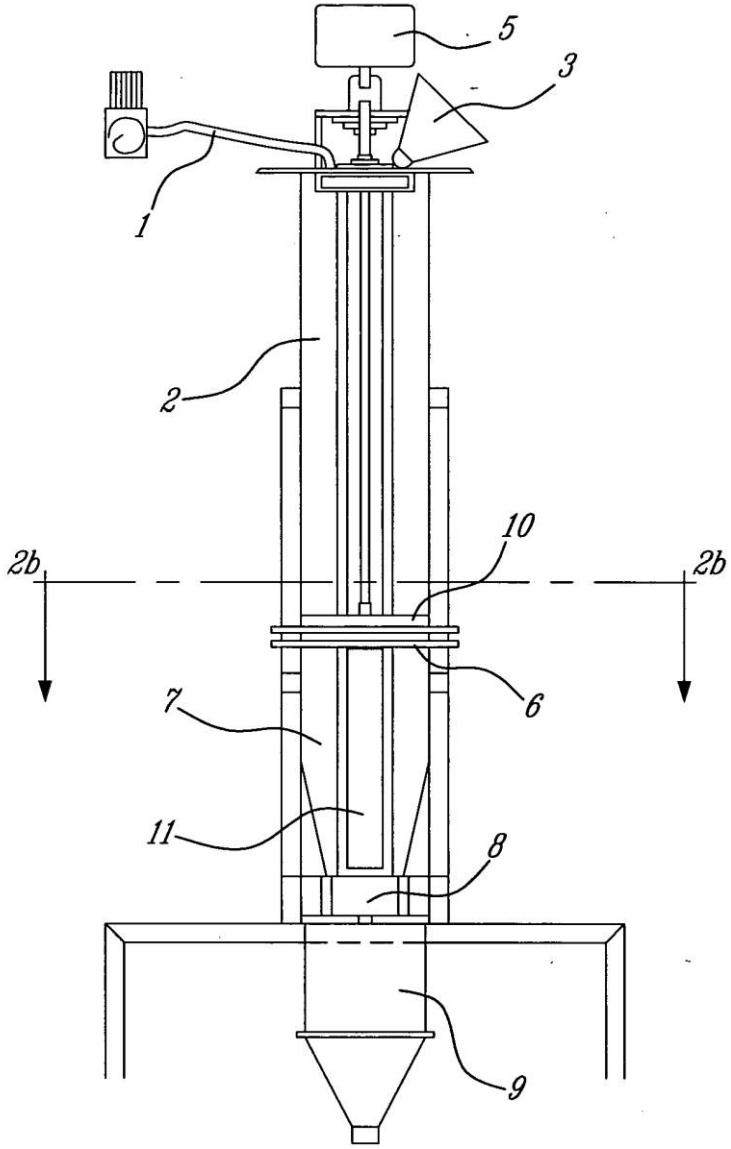


FIG. 2a

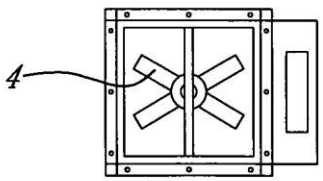


FIG. 2b

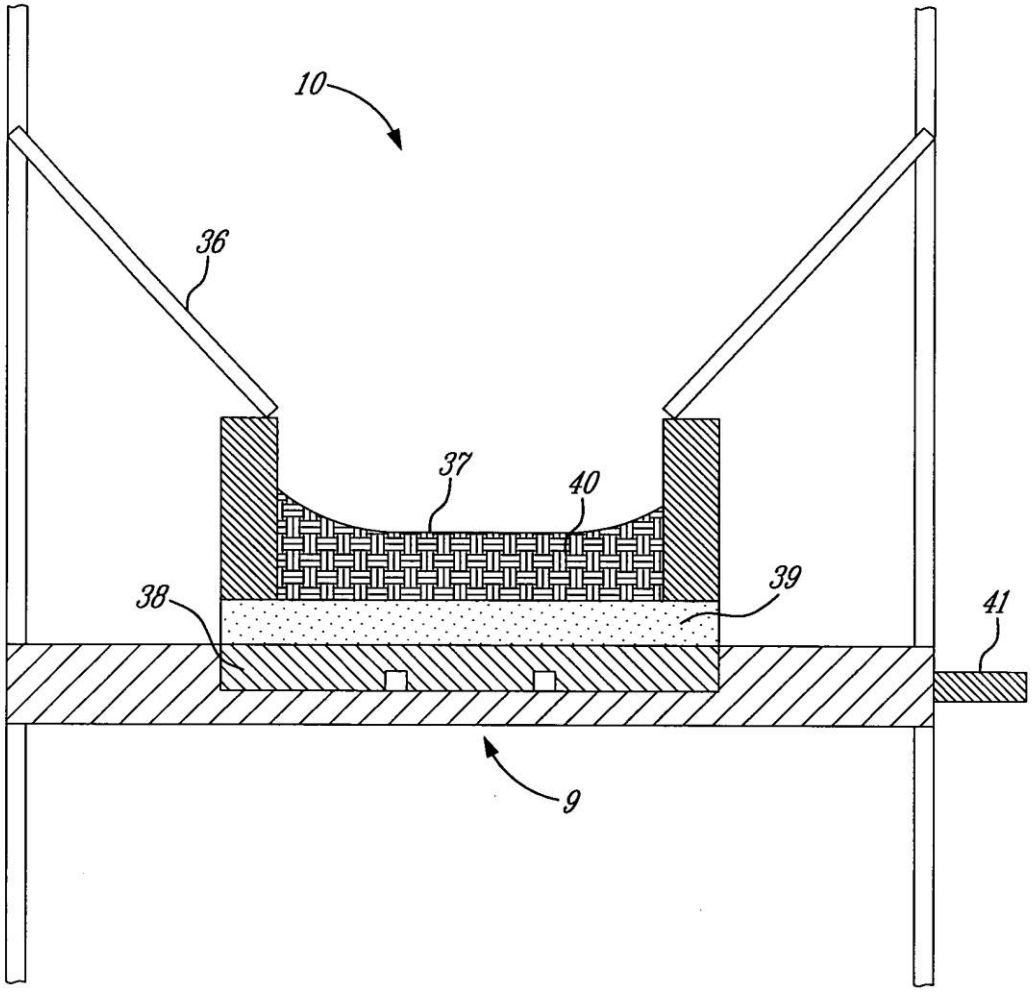


FIG. 3

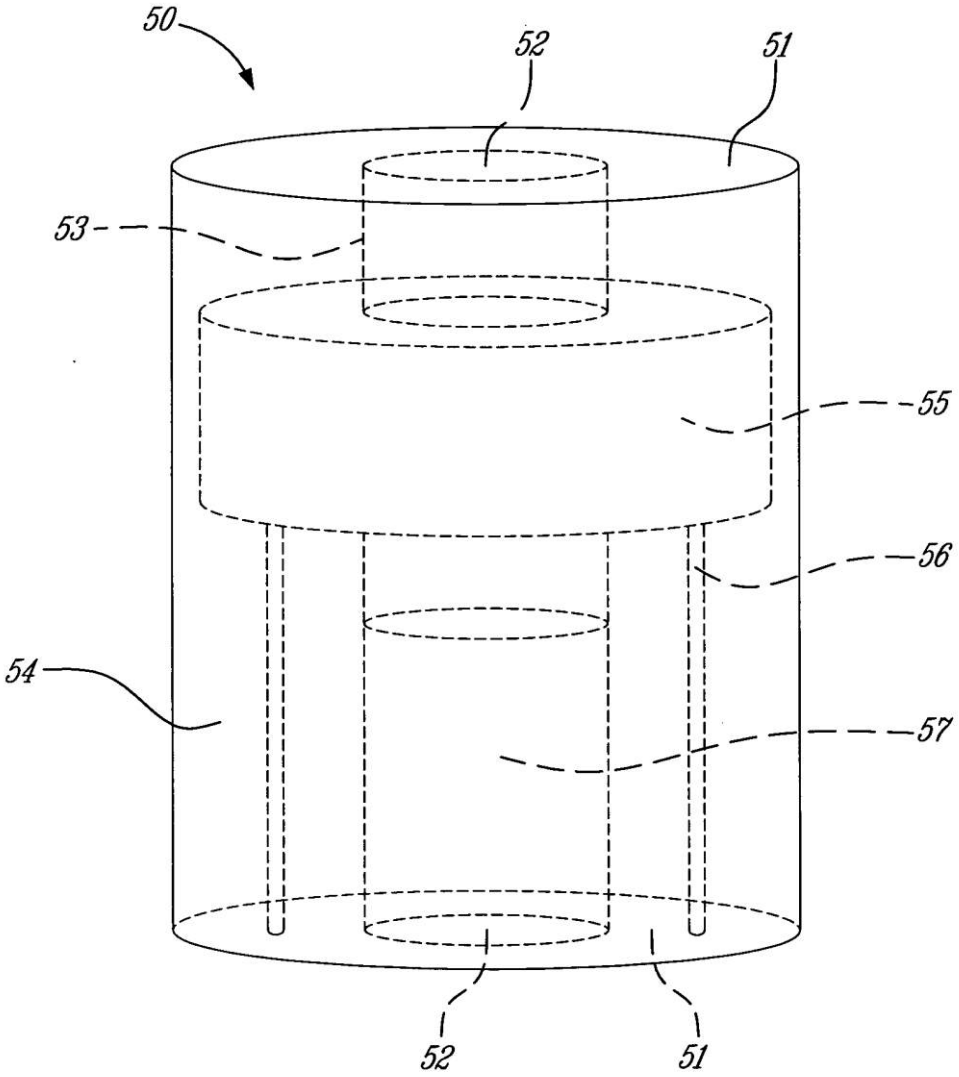


FIG. 4

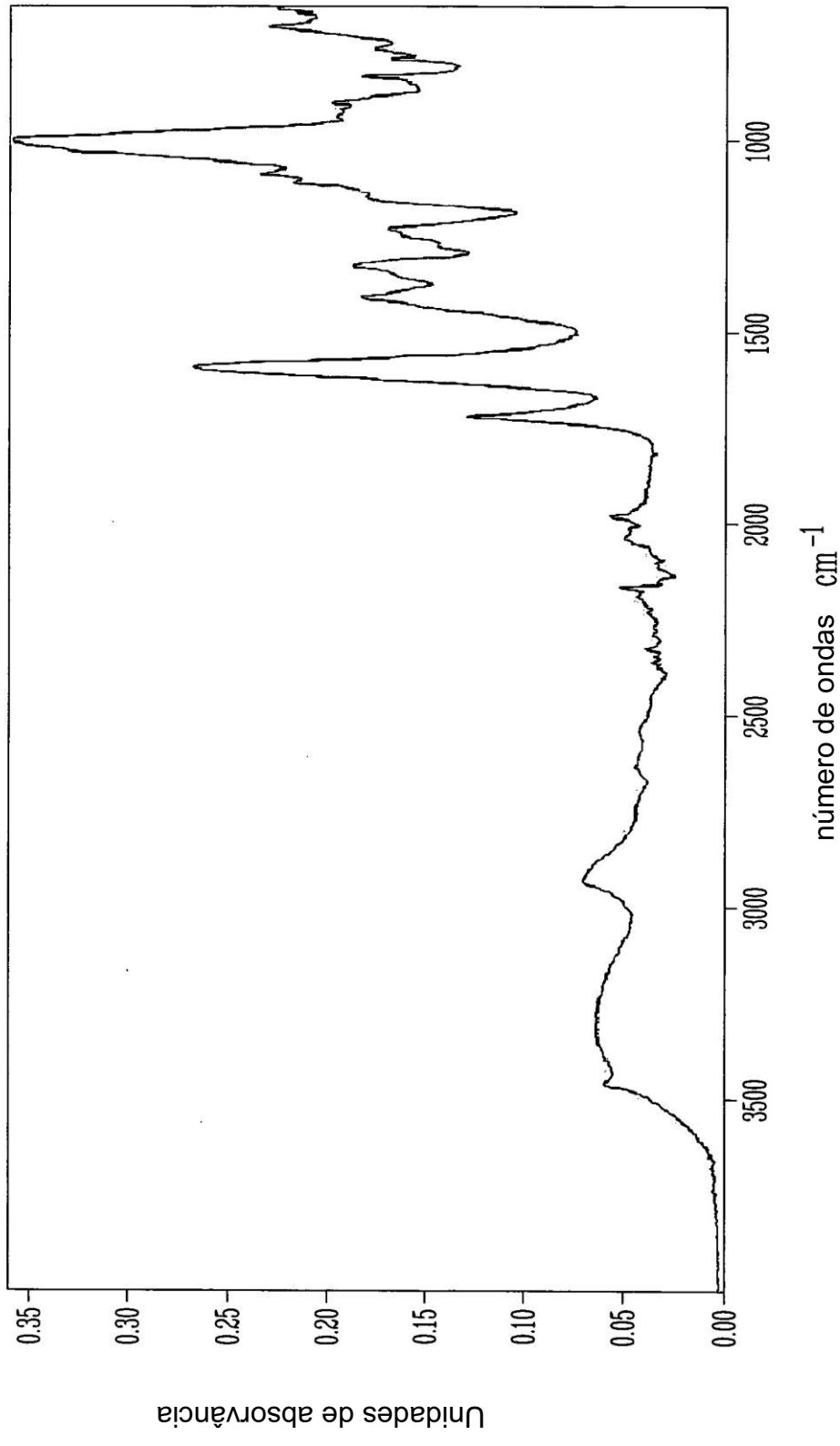

Unidades de absorvância
0.35
0.30
0.25
0.20
0.15
0.10
0.05
0.00
3500
3000
2500
2000
1500
1000
número de ondas cm-1

FIG. 5

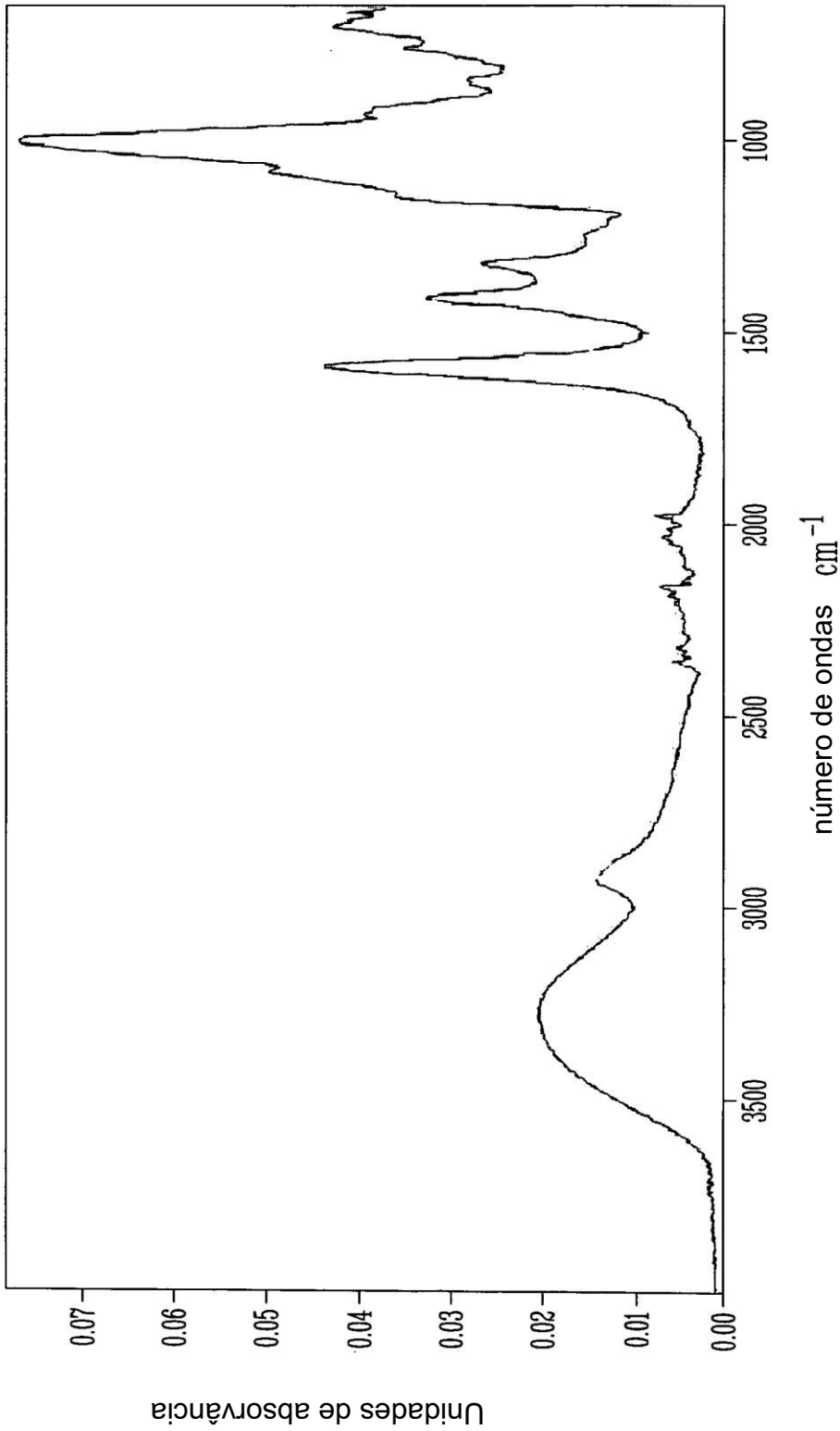

Unidades de absorvância
0.07
0.06
0.05
0.04
0.03
0.02
0.01
0.00
3500
3000
2500
2000
1500
1000
número de ondas cm-1

FIG. 6

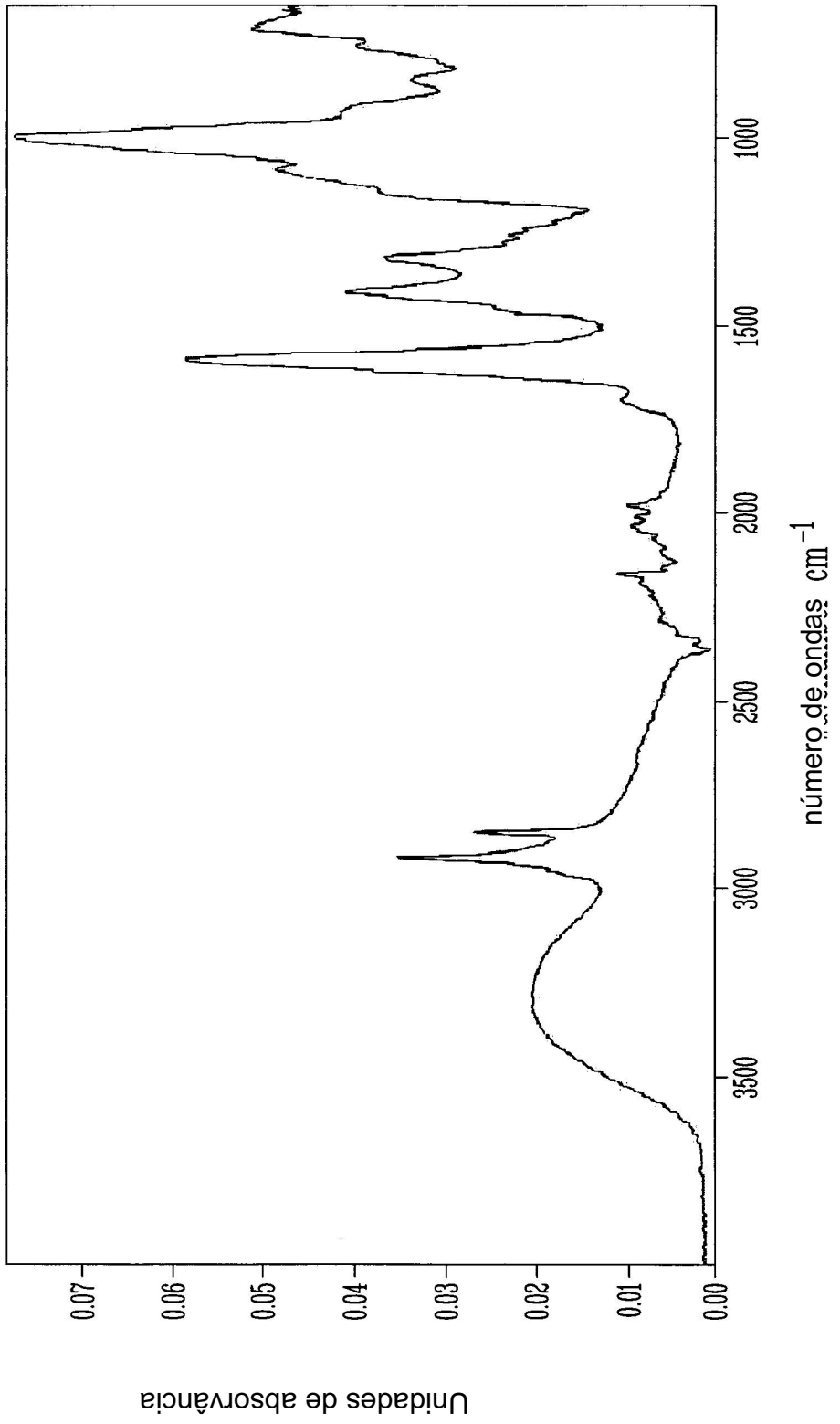

Unidades de absorvância
0.00
0.01
0.02
0.03
0.04
0.05
0.06
0.07
3500
3000
2500
2000
1500
1000
número de ondas cm^{-1}

FIG. 7

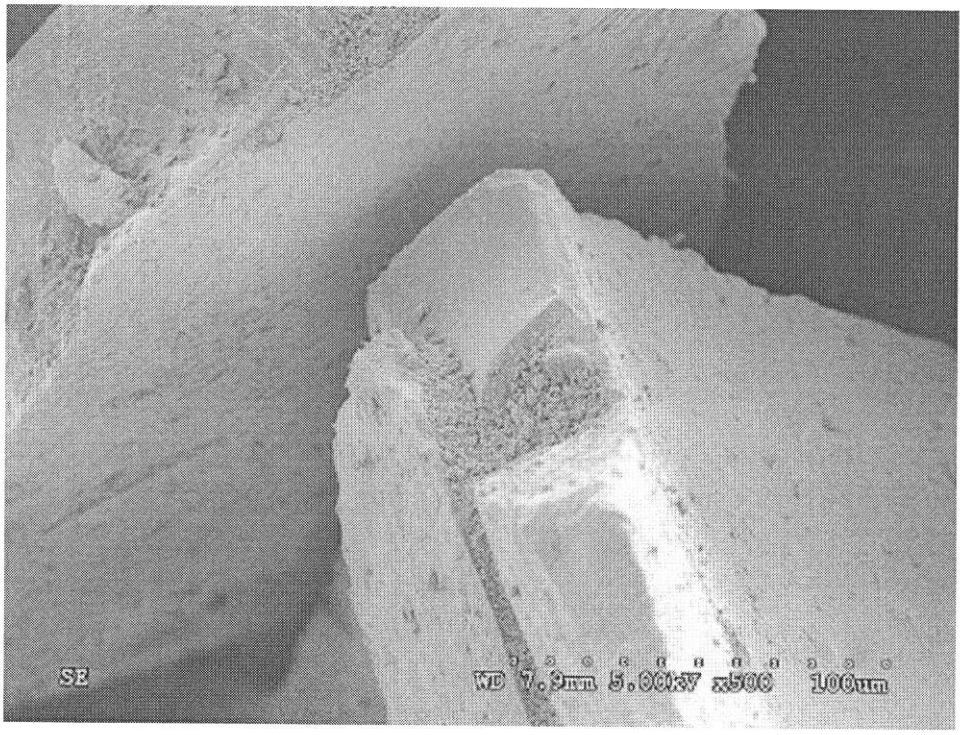


FIG. 8

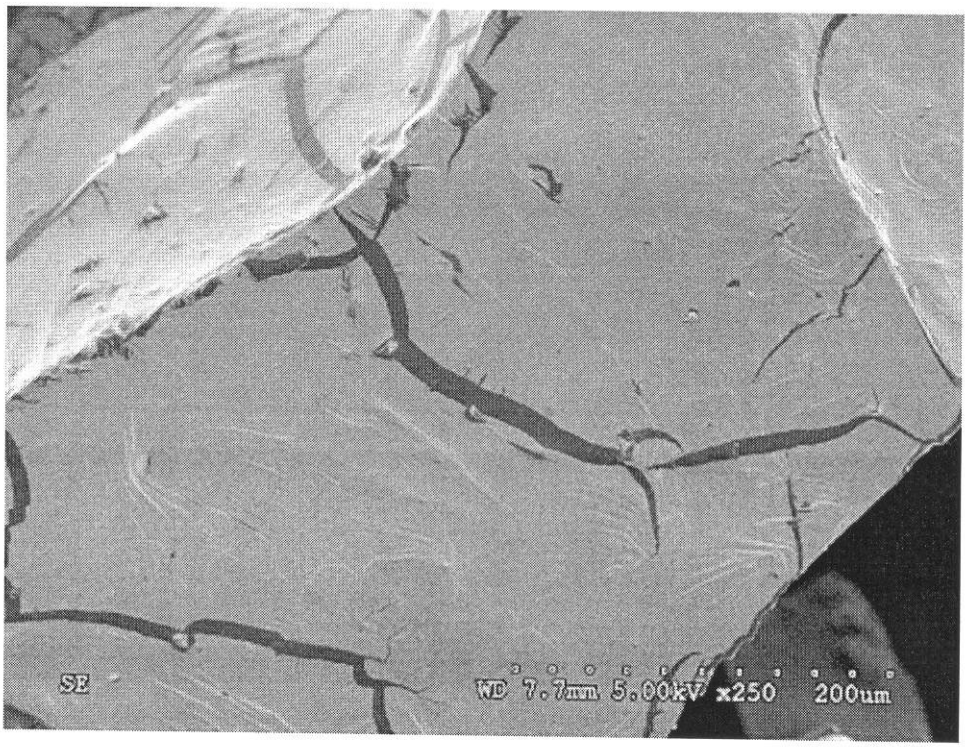


FIG. 9

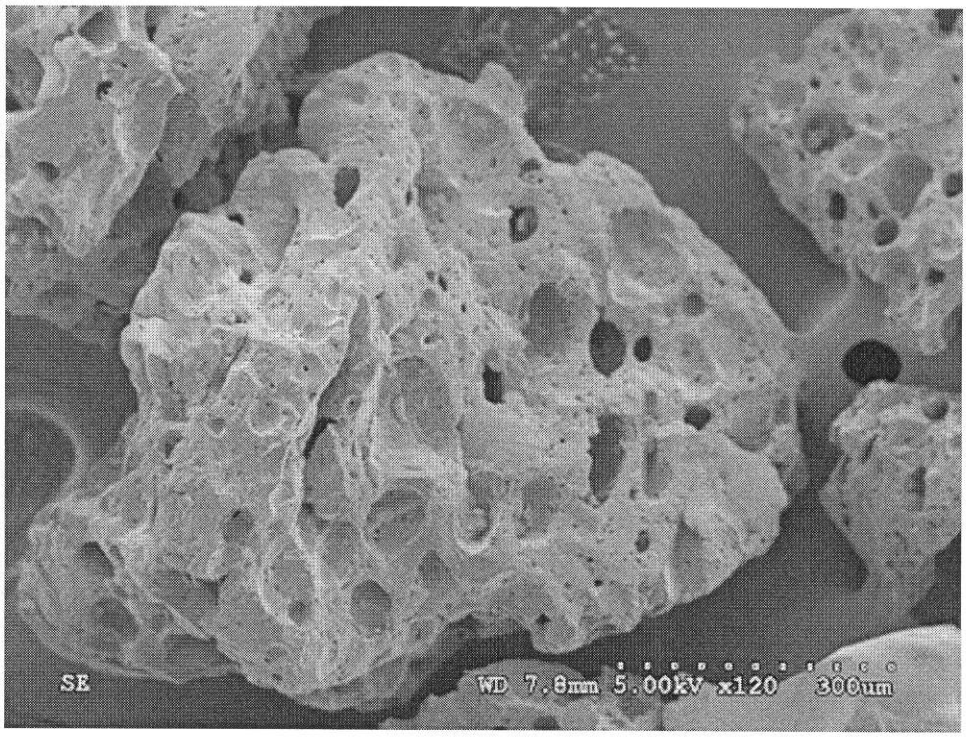


FIG. 10

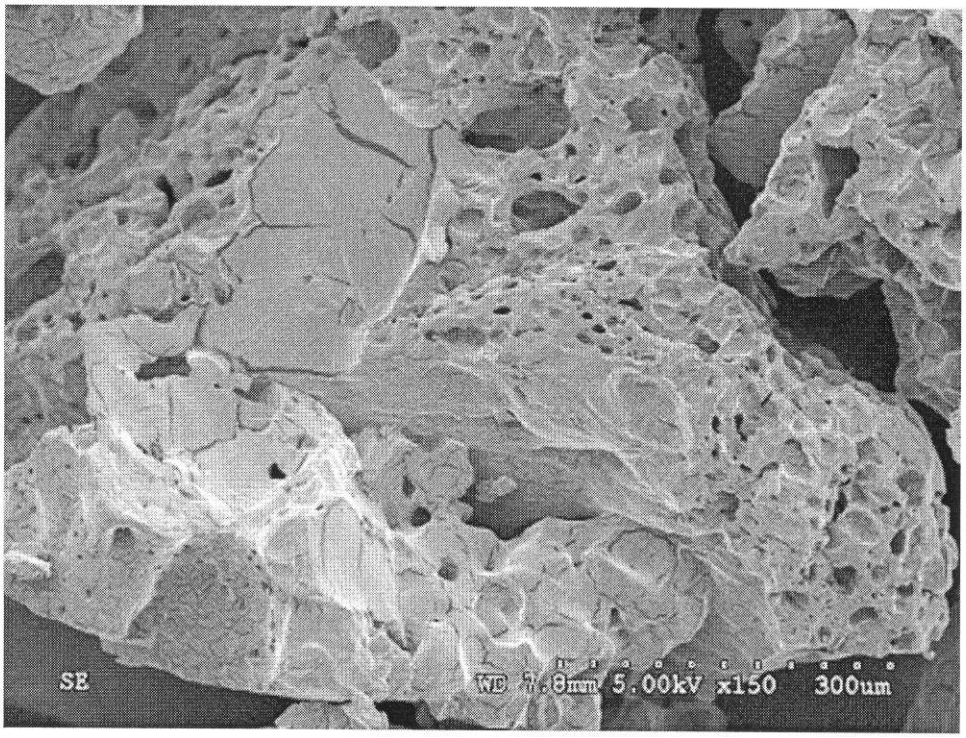


FIG. 11

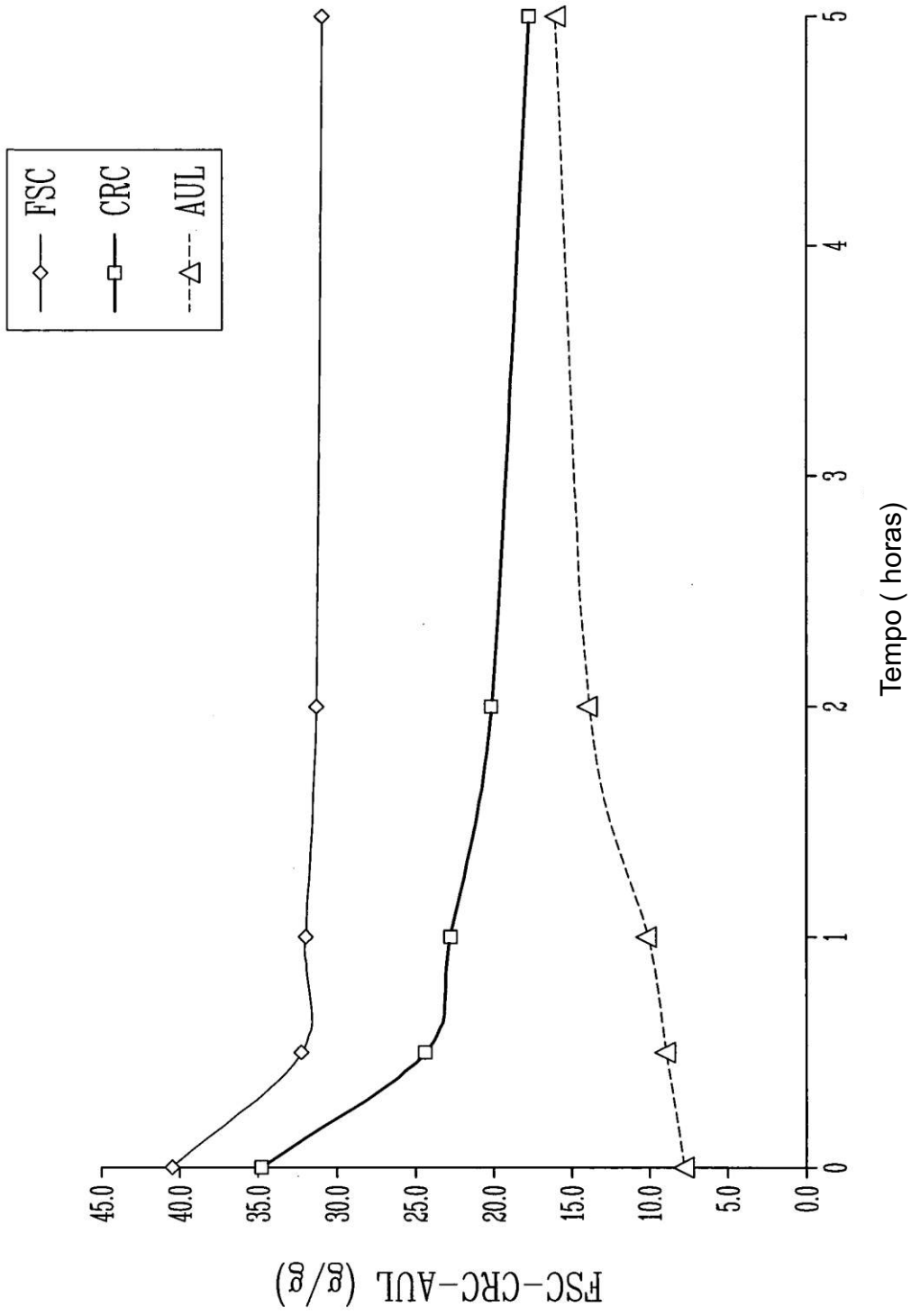

FSC
CRC
AUL
FSC-CRC-AUL (g/g)
45.0
40.0
35.0
30.0
25.0
20.0
15.0
10.0
5.0
0.0
0
1
2
3
4
5
Tempo (horas)

FIG. 12

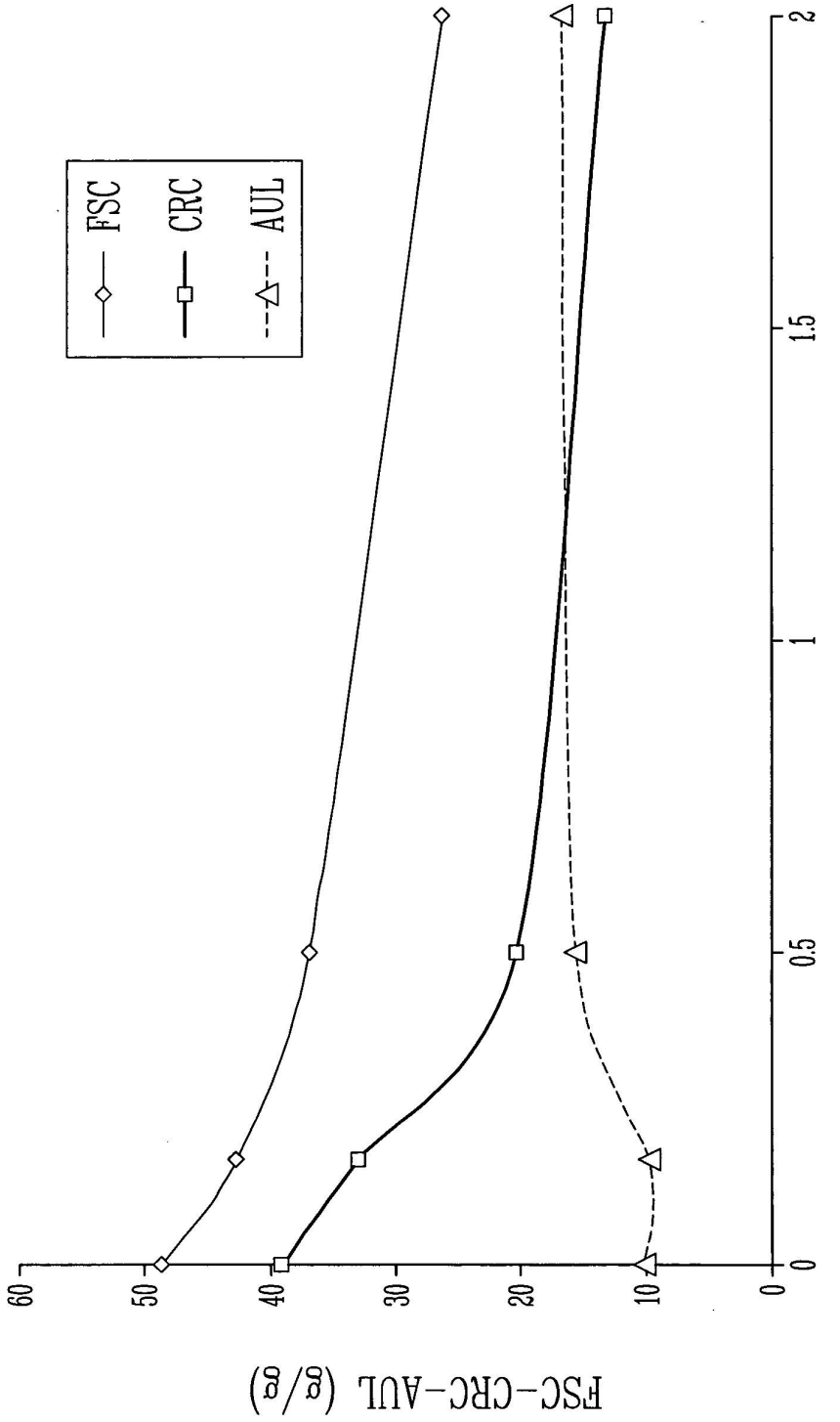

FSC
CRC
AUL
FSC-CRC-AUL (g/g)
60
50
40
30
20
10
0
0
0.5
1
1.5
2
Tempo (horas)

FIG. 13

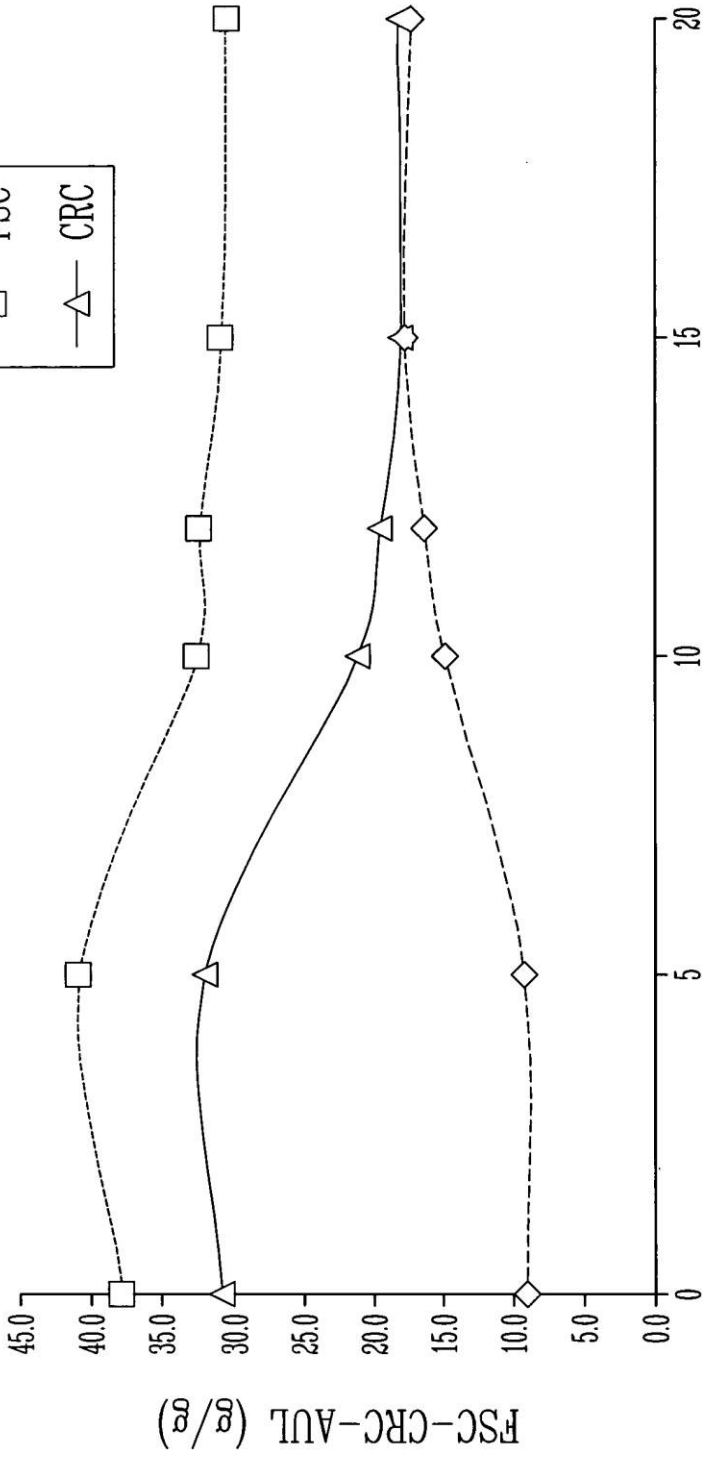

AUL
FSC
CRC
FSC-CRC-AUL (g/g)
45.0
40.0
35.0
30.0
25.0
20.0
15.0
10.0
5.0
0.0
0
5
10
15
20
Tempo (horas)

FIG. 14

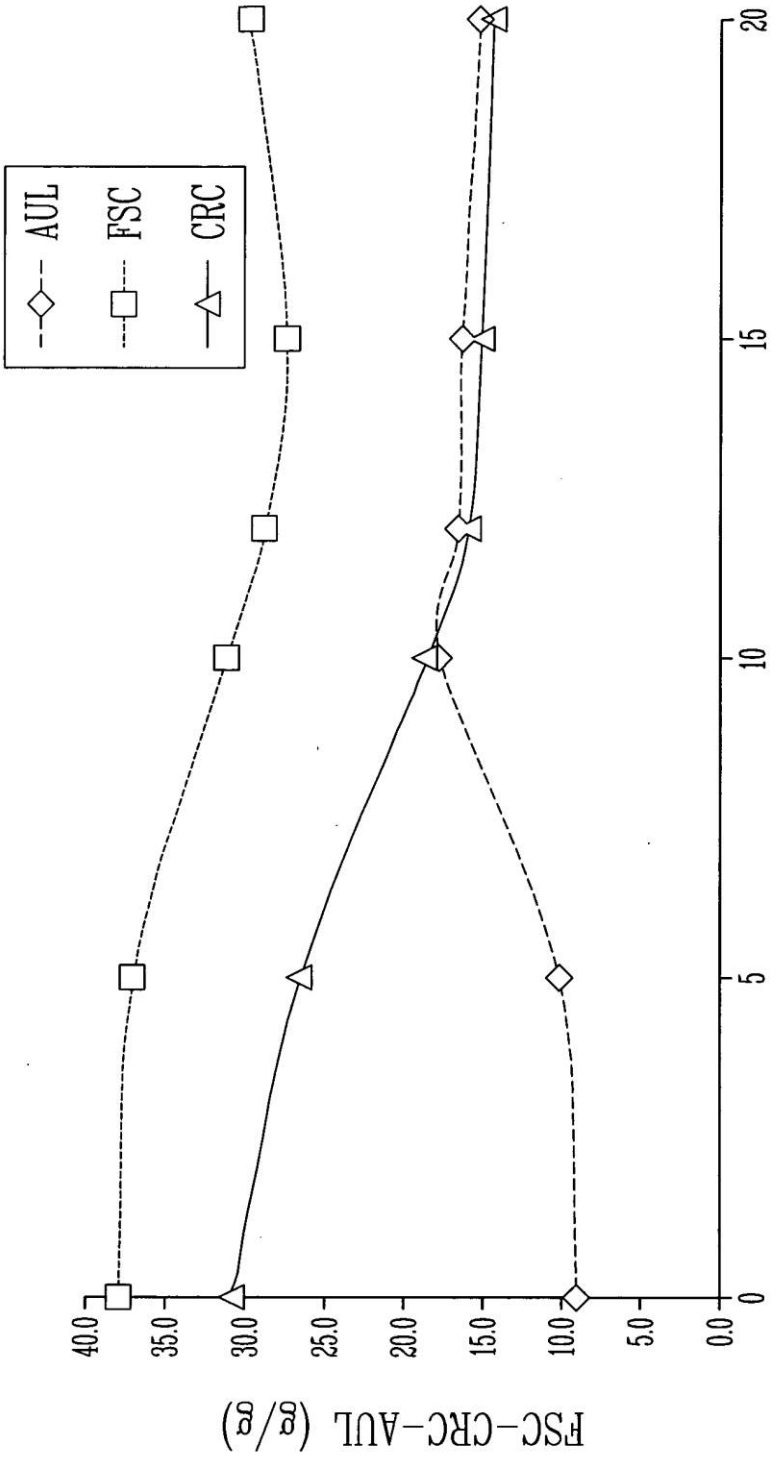

AUL
FSC
CRC
40.0
35.0
30.0
25.0
20.0
15.0
10.0
5.0
0.0
0
5
10
15
20
Tempo (horas)
FSC-CRC-AUL (g/g)

FIG. 15

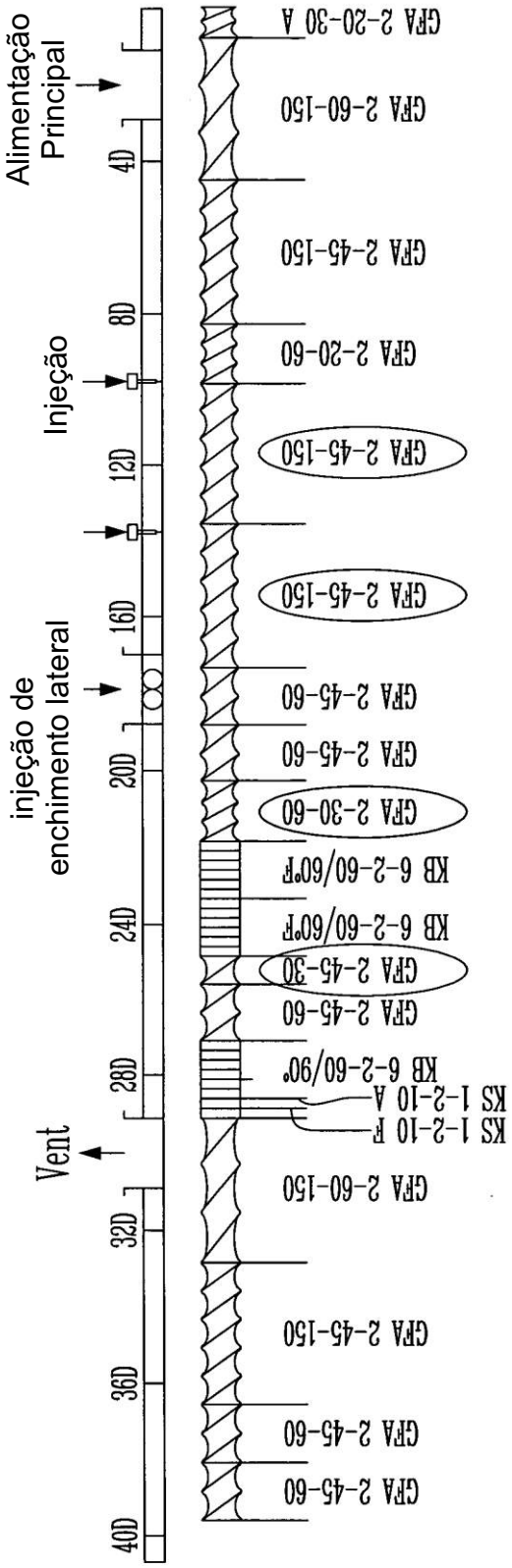

Alimentação Principal
Injeção
injeção de enchimento lateral
Vent
4D
8D
12D
16D
20D
24D
28D
32D
36D
40D
GFA 2-20-30 A
GFA 2-60-150
GFA 2-45-150
GFA 2-20-60
GFA 2-45-150
GFA 2-45-150
GFA 2-45-60
GFA 2-45-60
GFA 2-30-60
KB 6-2-60/60°F
KB 6-2-60/60°F
GFA 2-45-30
GFA 2-45-60
KB 6-2-60/90°
KS 1-2-10 A
KS 1-2-10 F
GFA 2-60-150
GFA 2-45-150
GFA 2-45-60
GFA 2-45-60

FIG.16