



SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

NUMERO DE PUBLICATION : 1016025A3
NUMERO DE DEPOT : 2004/0274
Classif. Internat. : C08J C08L
Date de délivrance le : 10 Janvier 2006

Le Ministre de l'Economie,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété intellectuelle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 02 Juin 2004 à 15H10 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : NIPPON SHOKUBAI CO.,LTD.
1-1 Koraibashi 4-chome Chuo-ku Osaka-shi, OSAKA 541-0043(JAPON)

représenté(e)(s) par : OVERATH Philippe, CABINET BEDE, Boulevard Général Wahis 15 - B 1030 BRUXELLES.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE PREPARATION D'UN MATERIAU ABSORBANT L'EAU.

INVENTEUR(S) : Nagasawa Makoto, D-107,931-11, Hamada, Aboshi-ku, Himeji-shi, Hyogo 671-1242 (JP);Fujino Shinichi, 550-4, Hamada, Aboshi-ku, Himeji-shi, Hyogo 671-1242 (JP);Dairoku Yorimichi, 25, Nakahamacho 2-chome, Shikama-ku, Himeji-shi, Hyogo 672-8085 (JP)

PRIORITE(S) 03.06.03 JP JPA03158044

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

PETIT M.
Attaché

Bruxelles, le 10 Janvier 2006
PAR DELEGATION SPECIALE :

M. PETIT
Attaché

DESCRIPTION**PROCEDE DE PREPARATION D'UN MATERIAU ABSORBANT L'EAU****A. DOMAINE DE L'INVENTION**

5

La présente invention concerne une résine absorbant l'eau qui, par exemple, est avantageusement utilisée pour les produits hygiéniques (p. ex., langes jetables, serviettes hygiéniques, protections pour incontinents). Plus spécifiquement, l'invention concerne un procédé dans lequel une résine absorbant l'eau sous forme de poudre fine, qui est difficile à utiliser si elle est
10 laissée telle quelle, est mise en œuvre pour produire efficacement un agglomérat de particules ou un matériau absorbant l'eau sous forme de particules qui convient à l'usage auquel elle est destinée.

15

B. ETAT DE LA TECHNIQUE

La résine absorbant l'eau en poudre fine est générée dans un procédé de production d'une résine absorbant l'eau. Par exemple, lorsqu'une résine absorbant l'eau sous forme de feuille ou en bloc est pulvérisée pour produire
20 un produit de résine absorbant l'eau, des particules plus fines que la gamme souhaitée de diamètres des particules sont obtenues. En outre, dans un procédé de production d'un produit de résine absorbant l'eau, il arrive qu'une

poudre fine, qui ne convient pas en tant que produit, soit générée à la suite de la collision des particules entre elles ou avec l'appareillage. En outre, dans le cas d'une polymérisation par suspension en phase inversée, une poudre fine ne dépassant pas un diamètre déterminé des particules est
5 formée comme sous-produit pendant la polymérisation.

Des procédés par agglomération sont proposés comme moyen de récupérer une telle poudre fine d'une résine absorbant l'eau afin de la recycler. L'eau ou un liquide aqueux sont en général avantageux comme liant pour la résine
10 absorbant l'eau pendant l'agglomération du point de vue de l'efficacité, de la sécurité et des coûts de production. Donc, dans pratiquement tous les procédés précités, un liquide aqueux qui joue un rôle de liant est ajouté à la poudre fine.

15 Toutefois, une résine absorbant l'eau, en particulier une poudre fine, présente une grande superficie et, par conséquent, possède une vitesse d'absorption si rapide qu'il est difficile d'y ajouter uniformément le liquide aqueux. En outre, l'utilisation d'une telle poudre inorganique insoluble comme adjuvant de mélange pour le liquide aqueux n'entraîne pas seulement, en
20 général, des problèmes de coûts mais aussi des problèmes de production de poussière et de détérioration de la force d'agglomération et d'autres propriétés physiques.

Le document 1 ci-dessous propose un procédé comprenant les étapes de
25 pulvérisation d'une poudre fine d'une résine absorbant l'eau avec l'eau ou une solution aqueuse d'un polymère hydrosoluble pour mouiller ainsi les surfaces de la poudre fine de résine absorbant l'eau; puis de moulage par compression sous forme de feuille et enfin la pulvérisation du corps moulé obtenu pour obtenir ainsi un matériau aggloméré.

30 Le document 2 ci-dessous propose un procédé comprenant les étapes suivantes: mélange d'une poudre fine de résine absorbant l'eau avec de l'eau

(eau désionisée) pour mouiller ainsi la poudre fine de la résine absorbant l'eau afin d'obtenir ainsi un gel amorphe ou homogène présentant une teneur en eau (taux d'eau par rapport au poids total de la résine absorbant l'eau et de l'eau) de 62 à 80%; puis découpage et séchage du gel afin d'obtenir ainsi un matériau aggloméré. En outre, les documents 3 et 4 ci-dessous proposent un procédé comprenant les étapes suivantes: agitation et mélange d'une poudre fine d'une résine absorbant l'eau avec de l'eau ou une solution saline physiologique pour former ainsi des agglomérats visqueux présentant une teneur en eau de 67%; puis moulage de ceux-ci en une feuille par revêtement ou étalement par extrusion à basse température. En outre, le document 5 ci-dessous propose un procédé comprenant les étapes suivantes: utilisation d'un Turbilizer de petite taille pour ajouter des fines particules inorganiques à une poudre fine de résine absorbant l'eau et, ensuite, une solution aqueuse d'un agent réticulant à cette poudre fine afin d'obtenir un matériau hydraté d'une résine absorbant l'eau présentant une teneur en eau de 17%; puis, application d'une compression mécanique sur ce matériau hydraté pour le traiter sous forme de feuille; ensuite, séchage et pulvérisation de la feuille obtenue pour obtenir un matériau aggloméré.

[Document 1]
JP-A-113557/1998 (Kokai)

[Document 2]
USP 4.950.692

[Document 3]
USP 4.826.880

[Document 4]
EP 0309187

[Document 5]

EP 0844270 (Kokai)

Toutefois, même si les procédés de l'état de la technique sont utilisés pour procéder à l'agglomération des poudres fines, il subsiste des problèmes liés
5 au fait que l'opération visant à découper finement le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau ou à le pulvériser est difficile et, dans le cas où le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau est obtenu avec une teneur élevée en eau, son séchage entraîne des coûts énergétiques élevés et d'autres problèmes sont liés à la détérioration thermique de la résine
10 absorbant l'eau pendant le séchage. En d'autres termes, dans le cas où la puissance d'agglomération de la poudre fine est renforcée, l'eau doit être utilisée en grandes quantités, entraînant une augmentation des coûts et la détérioration thermique en plus de la détérioration de l'aptitude au façonnage. D'autres problèmes sont décrits ci-après.

15

Une résine absorbant l'eau a comme propriété que les surfaces de ses particules deviennent collantes si elles absorbent l'eau. Cette adhérence dépend de la teneur en eau des surfaces de la poudre de résine absorbant l'eau et une forte adhérence se produit pour une certaine gamme de teneur
20 en eau. La teneur en eau (rapport de l'eau au poids total de la résine absorbant l'eau et de l'eau) dans cette gamme de forte adhérence est de l'ordre de 20 à 50% en poids. L'adhérence est particulièrement forte aux environs de 30% en poids. Cette adhérence permet l'agglomération des particules de la poudre fine.

25

Comme les procédés de l'état de la technique, dans presque tous les cas, afin d'uniformiser la teneur en eau du matériau hydraté de la poudre fine de la résine absorbant l'eau, du temps est consacré à mélanger la poudre fine de la résine absorbant l'eau avec l'eau ou le matériau hydraté obtenu de la
30 résine absorbant l'eau reste statique pendant une période déterminée, uniformisant ainsi la teneur en eau. Des exemples de la forme du matériau

hydraté précité de la résine absorbant l'eau comprennent une forme de feuille et une forme de particules.

Cependant, dans le cas où les surfaces du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau qui a été formé à la suite de l'agglomération et de l'intégration de la poudre fine et dont la teneur en eau est uniformisée ont une teneur en eau dans la plage d'une forte adhérence, ces surfaces présentent une forte adhérence. Par conséquent, dans un procédé dans lequel un matériau absorbant l'eau aggloméré en particules est produit en soumettant le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau aux étapes telles que le transport, le découpage fin et la pulvérisation, une partie du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau adhère aux surfaces internes du dispositif de traitement et peut, dès lors, provoquer un fonctionnement médiocre du dispositif de traitement (p. ex., augmentation de la charge en fonctionnement du dispositif, arrêt du dispositif en raison d'une surcharge). En particulier, à mesure que le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau adhère davantage à ces surfaces internes et lames de mélange des mixers, aux lames de découpage des découpeurs fins et aux perforations d'extrusion des extrudeuses et conduit ainsi à l'accumulation du matériau collé, l'efficacité du découpage fin diminue et la résistance pendant l'extrusion augmente, de telle sorte que l'efficacité du traitement est très affectée.

Par ailleurs, dans le cas où la teneur en eau du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau est préalablement portée à au moins 50% en poids, de préférence au moins 60% en poids, afin d'augmenter l'efficacité du traitement, l'adhérence de surface de ce matériau hydraté peut diminuer. Cependant, la diminution de l'adhérence de la surface implique que la liaison entre les particules en poudre fine s'affaiblit. En d'autres termes, cela entraîne la détérioration de la stabilité de forme et de la résistance du matériau hydraté moulé en résine absorbant l'eau et la manipulation devient plutôt difficile.

En outre, étant donné que le produit final de résine absorbant l'eau est souvent fourni à l'état sec, l'eau contenue doit être éliminée. Par conséquent, le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau obtenu dans un état à forte teneur en eau demande beaucoup de travail et de temps pour en
5 extraire l'eau. En d'autres termes, étant donné que les coûts énergétiques nécessaires pour le séchage à chaud augmentent défavorablement, le procédé précité est difficile à envisager comme procédé de production efficace, comme c'est initialement le but recherché. En outre, on a également constaté que le séchage prolongé provoquait la détérioration thermique de la
10 résine absorbant l'eau. Aussi, on a également proposé un procédé dans lequel, afin de simplifier surtout le séchage, la quantité d'eau utilisée est réduite pour agglomérer ainsi la poudre fine dans des conditions dans lesquelles la teneur en eau est de l'ordre de plusieurs % en poids à 10 % en poids et plus. Cependant, dans le cas où la teneur en eau est faible, ce
15 procédé a également présenté le problème que la force d'agglomération est très faible.

En outre, il est possible aussi d'envisager de réaliser les opérations telles que le découpage fin et la pulvérisation après avoir suffisamment
20 séché le produit obtenu par le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau afin d'éliminer ainsi l'adhérence de surface. Cependant, en fonction de la force d'agglomération de la poudre fine (force de cohésion entre les particules de la poudre fine), si les opérations précédentes sont réalisées une fois que le séchage a été effectué complètement, un inconvénient est
25 qu'une poudre fine a tendance à se reformer lorsque le découpage fin ou la pulvérisation sont effectués.

RESUME DE L'INVENTION

30 A. OBJET DE L'INVENTION

Un objet de la présente invention consiste à permettre, afin de former une poudre fine de résine absorbant l'eau dans un matériau absorbant l'eau ayant des diamètres des particules avantageux pour un usage pratique, qu'un matériau absorbant l'eau qui présente une force d'agglomération
5 élevée et est excellent dans les performances de qualité soit obtenu à moindres frais avec une bonne efficacité sans provoquer les problèmes de l'adhérence à un tel dispositif de traitement.

B. DESCRIPTION DE L'INVENTION

10

Les présents inventeurs ont mené une étude approfondie en tenant compte des problèmes antérieurs exposés précédemment. Par conséquent, les présents inventeurs sont parvenus à la présente invention (procédés 1 et 2 ci-dessous) en découvrant des procédés d'agglomération qui résolvent les
15 divers problèmes précités provoqués par la poudre fine de la résine absorbant l'eau, possèdent un pouvoir d'agglomération élevé et donnent par ailleurs un taux de composants solides d'un ordre qui a difficilement été atteint jusqu'à présent.

20

En fait, un procédé (procédé 1) selon la présente invention pour la production d'un matériau absorbant l'eau est un procédé de production d'un matériau absorbant l'eau à partir d'une poudre fine d'une résine absorbant l'eau dans laquelle le matériau absorbant l'eau est un matériau absorbant l'eau sous forme de particules présentant des diamètres des particules
25 supérieurs à la poudre fine, le procédé comprenant une étape (a) d'addition d'un liquide aqueux à une poudre fine de la résine absorbant l'eau de telle sorte que le taux moyen total d'eau soit de l'ordre de 20 à 60% en poids, les particules de la poudre fine étant agglomérées pour obtenir ainsi un matériau hydraté en particules de la résine absorbant l'eau; et une étape (b)
30 d'application d'une force de compression mécanique au matériau hydraté en particules et, en même temps, de pulvérisation de celui-ci, pour obtenir ainsi des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau.

En outre, un autre procédé (procédé 2) selon la présente invention pour la production d'un matériau absorbant l'eau est un procédé de production d'un matériau absorbant l'eau à partir d'une poudre fine d'une résine absorbant l'eau dans lequel le matériau absorbant l'eau est un

5 matériau absorbant l'eau sous forme de particules présentant des diamètres des particules supérieurs à la poudre fine, le procédé comprenant une étape (a) d'addition d'un liquide aqueux à une poudre fine de la résine absorbant l'eau de telle sorte que le taux moyen total d'eau soit de l'ordre de 20 à 60% en poids, les particules de la poudre fine étant agglomérées pour obtenir

10 ainsi un matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau constitué d'au moins deux couches ayant des teneurs en eau différentes; et une étape (b) d'application d'une force de compression mécanique au matériau hydraté en particules et, en même temps, de pulvérisation de celui-ci, pour obtenir ainsi des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau.

15

[Poudre fine de résine absorbant l'eau]

La résine absorbant l'eau qui est utilisée comme matière de départ désigne un polymère réticulé gonflable et insoluble dans l'eau. Des exemples

20 spécifiques comprennent les résines polyacryliques, les copolymères greffés d'amidon-acide acrylique, les copolymères d'isobutylène-anhydride maléique et les poly(alkylèneoxydes) réticulés. En outre, dans la présente invention, le matériau absorbant l'eau désigne un gel pour l'absorption de liquides aqueux qui contient la résine absorbant l'eau comme composant principal, de

25 préférence dans une quantité de 80 à 100 % en poids des composants solides. Dans la présente invention, le matériau absorbant l'eau désigne en particulier un produit moulé ou aggloméré à partir de la poudre fine de la résine absorbant l'eau utilisée comme matière de départ.

30 Au demeurant, le liquide aqueux ne fait l'objet d'aucune restriction s'il contient de l'eau. Le liquide aqueux peut également contenir un solvant organique ou peut être exempt de solvant, ou encore contenir une matière

dissoute. Cependant, le liquide aqueux est de préférence l'urine, en particulier de l'urine humaine.

La résine absorbant l'eau précitée peut être soit une résine absorbant l'eau comme nouveau produit de la polymérisation d'un monomère, soit une poudre fine produite lorsque le produit de résine absorbant l'eau déjà utilisé est recyclé. Une poudre fine avec des diamètres prédéterminés des particules peut être obtenue en classant la résine absorbant l'eau avec un dispositif classique de criblage après avoir pulvérisé la résine absorbant l'eau pour la transformer en une poudre. Comme résine absorbant l'eau classée par criblage, on peut utiliser soit la résine précitée réticulée en surface, soit une résine absorbant l'eau qui n'a pas encore été réticulée en surface.

Le diamètre des particules de la poudre fine peut être modifié selon l'objectif auquel le matériau absorbant l'eau est destiné ou les performances qui sont exigées du matériau absorbant l'eau. Généralement, une poudre fine présentant des diamètres des particules inférieurs à 300 μm est utilisée et le diamètre des particules de poids moyen est avantageusement de l'ordre de 150 à 10 μm , de préférence de 130 à 20 μm , particulièrement de 120 à 40 μm . La forme de la poudre fine est différente selon, par exemple, son procédé de production ou l'hystérésis après la production. Citons par exemple: une forme sphérique commune et, en outre, une forme présentant des aspérités ou plus partiellement dans la forme sphérique; une forme pulvérisée irrégulièrement; une forme écailleuse et une forme fibreuse.

25

[Matériau hydraté de la résine absorbant l'eau (procédé 1, procédé 2)]

Le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau est un matériau formé en intégrant la poudre fine de la résine absorbant l'eau dans un état contenant de l'eau pour ainsi l'agréger en une forme prédéterminée. Dans la présente invention, le teneur en eau du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau doit être de l'ordre de 20 à 60% en poids et la forme de ce matériau hydraté est en particules (procédé 1) ou en feuille (procédé 2).

30

Dans le cas où le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau est le matériau hydraté en feuille (procédé 2), la teneur en eau peut être moins élevée dans le côté central que dans les côtés de surface ou peut être plus élevée dans le côté central que dans les côtés de surface. La teneur en eau peut diminuer des côtés de surface vers le côté central, soit en continu, soit par étapes. Le teneur en eau peut augmenter des côtés de surface vers le côté central, soit en continu, soit par étapes. En outre dans le cas de matériaux hydratés en particules, la teneur en eau peut être uniforme.

Cependant, comme le matériau hydraté en feuille précité, le matériau hydraté en particules présente avantageusement un gradient de la teneur en eau. Spécifiquement, surtout dans le cas d'un matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau, ce matériau hydraté doit avoir des teneurs en eau telles que les teneurs en eau dans les surfaces sont différentes de celles à l'intérieur. En outre, il est avantageux que le matériau hydraté en particules (procédé 1) possède également des teneurs en eau différentes dans une particule identique.

Si la poudre fine de la résine absorbant l'eau est simplement intégrée sans addition d'eau ou avec l'addition d'une petite quantité d'eau seulement, cette poudre fine ne peut être agglomérée et ne peut présenter une stabilité de forme suffisante. Si la quantité spécifique d'eau est contenue, les particules de la poudre fine se lient pour ainsi s'agglomérer. Par conséquent, il est souhaitable que même la partie centrale présentant le teneur en eau la plus faible soit autorisée à contenir pas moins d'un minimum d'eau nécessaire pour l'agglomération. A mesure que la teneur en eau augmente et dépasse finalement 50% en poids, de préférence 60% en poids, l'adhérence des surfaces diminue. Toutefois, si la teneur en eau devient trop élevée, l'opération consistant à éliminer finalement l'eau contenue demande du travail et, par ailleurs, les forces de cohésion entre les particules de la poudre fine s'affaiblissent de telle sorte que la stabilité de forme du matériau hydraté et son unité sont également détériorées.

Dans le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau, la teneur en eau de la partie à teneur plus élevée en eau peut être réglée dans la plage de 50 à 99% en poids, de préférence de 60 à 99% en poids et la teneur en eau de la partie à la teneur plus faible en eau peut être réglée dans la plage de 1 à 50% en poids (sans inclure 50% en poids), de préférence 1 à 40% en poids.

Le rapport pondéral à la totalité du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau représenté par chacune des parties précitées à teneur plus élevée en eau et à teneur plus faible en eau n'est pas particulièrement limité. Cependant, il est convenu que, entre la partie à teneur plus élevée en eau et la partie à plus faible teneur en eau, celle qui représente le rapport pondéral inférieur doit représenter au moins 2% en poids. Entre la partie à teneur plus élevée en eau et la partie à teneur plus faible en eau, on peut interposer une partie à teneur intermédiaire en eau ayant une teneur intermédiaire en eau. Ou alors la teneur en eau peut varier en continu de la partie à teneur plus élevée en eau à la partie à teneur plus faible en eau. La teneur moyenne totale en eau du matériau hydraté peut être réglée dans une plage de 20 à 60 % en poids, de préférence de 30 à 50% en poids. Comme nous l'avons mentionné précédemment, lorsque le matériau hydraté a une teneur moyenne totale en eau proche de 30% en poids, il se produit la force adhésive la plus importante. Par conséquent, la teneur moyenne totale en eau du matériau hydraté est réglée plus avantageusement dans une plage de l'ordre de 30 à 45% en poids, de préférence de 30 à 40% en poids.

L'eau (liquide aqueux) à fournir au matériau hydraté peut préalablement être mélangée avec un liant pour augmenter la force d'adhésion entre les particules de poudre fine. Des exemples du liant comprennent les agents réticulants et les particules fines inorganiques.

Les agents réticulants utilisés sont des agents réticulants qui possèdent au moins deux radicaux fonctionnels réagissant avec un radical fonctionnel (p. ex., un radical carboxyle) de la résine absorbant l'eau. Des exemples sont notamment: les alcools polyhydriques (p. ex., glycérol, 5 propylèneglycol, éthylèneglycol, 1,4-butanediol); les composés polyglycidyliques (p. ex., polyéthylèneglycoldiglycidyléther, glycéroidiglycidyléther, éthylèneglycoldiglycidyléther); les alkylènegcarbonates (p. ex., éthylènegcarbonate); les composés polyaminés (p. ex., éthylènediamine), les composés de polyisocyanate et les composés de 10 polyaziridine.

Des exemples des particules fines inorganiques utilisées comprennent: le mica, la pyrophyllite, la kaolinite, l'hulsite et d'autres minéraux argileux analogues et des silices en fines particules comme 15 l'Aerosil 200 (produite par Nippon Aerosil Co. Ltd) et CARPLEX (marque déposée)* n° 80 (produit par Shionogi K.K.) (celles-ci comprennent principalement les particules de dioxyde de silicium présentant un diamètre des particules de poids moyen n'excédant pas 50 µm).

20 Comme d'autres liquides aqueux hormis l'eau (eau pure), on peut utiliser un solvant organique hydrophile et une solution aqueuse dans laquelle un composé polymère hydrosoluble est dissous. Des exemples de solvant organique hydrophile comprennent le méthanol, l'éthanol, l'éthylèneglycol, le propylèneglycol et le glycérol. Des exemples du composé 25 polymère hydrosoluble comprennent les polymères naturels tels que les amidons (p. ex., amidons extractibles, amidons alpha-convertis), des dérivés de cellulose (p. ex., carboxyméthylcellulose sodique, hydroxyéthylcellulose), de l'alginate de sodium, de la gomme de guar, de la gomme de xanthane, de la gomme arabique, de la carraghénane, de la mannane, du gluten et du 30 chitosan; et des polymères synthétiques tels que l'alcool (poly)vinylique, le poly(éthylèneoxyde), le polyéthylèneglycol, le poly(sodium acrylate) et les polyéthérates.

En outre, en ce qui concerne le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau dans la présente invention, sa température est réglée dans la plage de 10 à 100°C, de préférence de 40 à 100°C, particulièrement de 50 à 100°C, tout particulièrement de 60 à 100°C. Si le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau se trouve à l'état chauffé, son aptitude au façonnage (par exemple dans l'étape de pulvérisation ci-dessous) est renforcée et la durée de séchage dans l'étape de séchage précitée est également réduite.

Des exemples de moyens pour amener le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau à l'état chauffé (p. ex., 40 à 100°C) comprennent un procédé dans lequel la fine résine absorbant l'eau et/ou le liquide aqueux sont préchauffés avant leur mélange. Par exemple, il est avantageux que la poudre fine de résine absorbant l'eau et/ou le liquide aqueux soient préchauffés dans la plage de 40 à 100°C, de préférence de 50 à 100°C, particulièrement de 60 à 100°C, avant leur mélange.

[Matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau (procédé 2)]

Dans ce cas, une variation de la teneur en eau doit être assurée dans les directions de l'épaisseur. Plus spécifiquement, on peut adopter une forme composée de trois couches de telle sorte que la plage centrale du matériau hydraté en feuille obtenu de la résine absorbant l'eau soit une couche à faible teneur en eau et que la surface et le dos soient des couches à plus forte teneur en eau. En outre, on peut également adopter une forme telle que ces matériaux hydratés en feuille soient appliqués l'un sur l'autre. Il peut exister une ou plusieurs couches à teneur intermédiaire en eau entre la couche à teneur plus élevée en eau et la couche à teneur plus faible en eau. Ou la teneur en eau peut varier en continu de la couche à teneur plus élevée en eau à la couche à teneur plus faible en eau. En bref, au moins deux couches (plages) différentes par leur teneur en eau existent dans le matériau

hydraté obtenu de la résine absorbant l'eau pour composer ainsi ce matériau hydraté de la résine absorbant l'eau.

La largeur du matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau peut être réglée correctement pour la valeur du traitement. Cependant, par exemple, cette largeur peut être réglée dans une plage de 1 à 250 cm, de préférence de 1 à 100 cm, particulièrement de 5 à 20 cm. L'épaisseur d'une couche dans le matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau peut être réglée dans une plage de l'ordre de 0,5 à 5 mm, de préférence de 1 à 2 mm.

La longueur du matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau n'est pas particulièrement limitée. Le matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau peut être soit sous la forme d'une bande continue longitudinalement, soit sous la forme d'un rectangle de longueur définie.

[Production du matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau (procédé 2)]

Le procédé suivant peut être adopté comme un procédé de production du matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau sous la forme d'un ruban continu.

Le liquide aqueux est amené sur le dessus d'un transporteur à courroie qui tourne sans fin et présente une courroie dont l'adhérence de la surface a été réduite avec, par exemple, une résine fluorée. Ensuite, la poudre fine de la résine absorbant l'eau est fournie et puis accumulée en couches sur le dessus du transporteur à courroie sur lequel le liquide aqueux a été amené. En outre, le liquide aqueux est ensuite réacheminé sur la poudre fine de la résine absorbant l'eau qui a été accumulée en couches.

Le transporteur à courroie présente une largeur correspondant à celle du matériau hydraté en feuille et tourne à une vitesse préalablement déterminée. La vitesse de rotation peut être réglée correctement pour le volume du traitement. Cependant, cette vitesse peut être réglée dans une
5 plage de l'ordre de 0,1 à 10 m/min.

La quantité de liquide aqueux à fournir dans l'étape initiale peut être réglée correctement pour la quantité de traitement. Par exemple, cette quantité peut être réglée dans une plage de l'ordre de 20 à 8.700 g/min. La
10 quantité de poudre fine à fournir peut également être réglée correctement pour la quantité de traitement. Par exemple, cette quantité peut être réglée à une valeur de l'ordre de 30 à 13.000 g/min. La quantité de liquide aqueux à fournir dans l'étape ultérieure peut également être réglée correctement pour la quantité du traitement. Par exemple cette quantité peut être réglée dans
15 une plage de 20 à 8.700 g/min.

Si une période déterminée est maintenue après que l'alimentation en liquide aqueux est terminée dans l'étape ultérieure, les particules hydratées obtenues de poudre fine se lient l'une à l'autre pour s'agglomérer et puis la
20 structure précitée est constituée de telle sorte que la couche à teneur plus élevée en eau et la couche à teneur plus faible en eau soient superposées. La période de maintien est de l'ordre de 0,001 à 5 minutes, de préférence de 0,001 à 1 minute, particulièrement de 0,001 à 0,5 minute. Dans le cas où le temps de maintien est trop long, la différence dans la teneur en eau entre le
25 côté de surface et le côté central devient malheureusement si minime qu'une forte adhérence se produit du côté surface.

Si le matériau hydraté obtenu en forme de ruban est coupé à chaque longueur préalablement déterminée, un matériau hydraté rectangulaire peut
30 être obtenu.

Il est possible également d'obtenir le matériau hydraté rectangulaire en procédant à l'apport de liquide aqueux, l'apport de poudre fine et l'apport de liquide aqueux en séquence sur un stand cloisonné avec un cadre rectangulaire.

5

[Matériau hydraté en particules (de préférence, matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé de résine absorbant l'eau) (procédé 1)]

Le matériau hydraté en forme de particules présentant une teneur en eau de 20 à 60% en poids qui est utilisé dans la présente invention peut présenter une teneur en eau uniforme. Cependant, comme le matériau hydraté en feuille précité, le matériau hydraté en forme de particules est composé pour présenter une variation de la teneur en eau dans une particule identique dans laquelle la variation de la teneur en eau se présente sous la forme d'un œil de poisson inversé.

15

L'œil de poisson inversé, auquel il est fait référence ici, est un état comme un "phénomène d'œil de poisson". Généralement, lorsqu'une poudre de résine absorbant l'eau est gonflée avec de l'eau par exemple, il arrive que le gel bloqué par le gel gonflé de la résine gonflée absorbant l'eau provoque un état dans lequel il existe une résine absorbant l'eau non gonflée (p. ex. poudreuse) dans le gel gonflé. Cet état est appelé "œil de poisson". L'"œil de poisson inversé" est un état inverse dans lequel la partie centrale d'un agrégat des particules agglomérée de poudre fine de la résine absorbant l'eau est dans un état de gel gonflé et la poudre fine de la résine absorbant l'eau adhère à la surface de cet aggloméré.

25

Dans ce cas, une variation de la teneur en eau est conférée à la particule agglomérée obtenue vers son centre. Plus précisément, on peut adopter une forme d'une particule agglomérée formée par une couche à teneur plus élevée en eau dans la plage centrale de la particule agglomérée et une couche à teneur plus faible en eau dans la surface de la particule

30

agglomérée. Il peut exister une couche à teneur intermédiaire en eau entre la couche à teneur plus faible en eau et la couche à teneur plus élevée en eau. Ou la teneur en eau peut varier en continu de la couche à teneur plus faible en eau à la couche à teneur plus élevée en eau.

5

Les diamètres des particules du matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau peuvent être réglés dans une plage de l'ordre de 0,2 à 100 mm, de préférence de 0,5 à 20 mm.

10

[Production d'un matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau (procédé 1)]

15

Le procédé suivant peut être adopté comme un procédé de production du matériau hydraté en forme de d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau sous la forme des particules agglomérées.

20

Pour la production du matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau, il est nécessaire d'agiter et mélanger la poudre fine de résine absorbant l'eau et le liquide aqueux amené à une vitesse élevée pendant une courte période. Cette période pendant laquelle le mélange est effectué est de l'ordre de 1 minute, de préférence de 30 secondes.

25

Dans le cas où le temps de mélange est long, la teneur en eau du matériau hydraté obtenu de la résine absorbant l'eau est malheureusement uniforme sur tout l'intérieur des particules agglomérées après l'absorption du liquide aqueux par la poudre fine et, ensuite, ce matériau hydraté de la résine absorbant l'eau adhère à l'intérieur du mélangeur pour devenir ainsi de grosses masses de telle sorte que le mélange devienne impossible.

30

Le mélangeur est exempt de limite spéciale si c'est un dispositif avec lequel le mélange temporaire précité peut être effectué. Cependant, les

mélangeurs de type à récipient fixe et, surtout, les mélangeurs de type à agitation mécanique sont avantageux. Des exemples de tels mélangeurs comprennent les Super Turbo (produit par Nisshin K.K.), Turbilizer (produit par Hosokawa Mikron Co. Ltd.) et Lödige Mixer (produit par Gebrüder Lödige Maschinenbau GmbH). Le mélangeur peut être soit un mélangeur de type par lots, soit un mélangeur de type continu. Il peut arriver que le mélangeur de type par lots soit avantageux en ce sens que des performances stables peuvent être atteintes.

En outre, en ce qui concerne l'addition de liquide aqueux, il est plus souhaitable d'ajouter le liquide aqueux à la poudre fine de résine absorbant l'eau en une fois. Dans le cas où le liquide aqueux est progressivement ajouté par des méthodes telles que la pulvérisation, l'addition ne prend pas seulement longtemps mais la poudre fine de résine absorbant l'eau et le liquide aqueux finissent malheureusement par se mélanger de telle sorte que le matériau hydraté obtenu de la résine absorbant l'eau adhère à l'intérieur du mélangeur en raison de l'adhérence du matériau hydraté. Le temps pendant lequel l'addition de liquide aqueux est effectué est de l'ordre de 1 minute, de préférence de l'ordre de 30 secondes.

Une fois le mélange terminé, il est nécessaire de procéder rapidement à l'étape suivante. Dans le cas où le temps jusqu'au traitement de l'étape suivante est trop long, le liquide aqueux absorbé se diffuse uniformément dans tout l'intérieur des particules, avec le résultat que la différence dans la teneur en eau entre le côté surface et le côté central de chaque particule agglomérée devient malheureusement si minime qu'une solide adhérence est observée sur le côté surface de chaque particule agglomérée. En conséquence, il est préférable de passer à l'étape suivante dans les 0,001 à 5 minutes, plus particulièrement 0,001 à 1 minute, tout particulièrement 0,001 à 0,5 minute après que la poudre fine de la résine absorbant l'eau est entrée en contact avec le liquide aqueux.

[Production d'agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau (procédé 1, procédé 2)] ... étape (b)

Dans la présente invention, les agglomérats de particules du matériau
5 absorbant l'eau désignent des particules finement granulées du matériau
hydraté de la résine absorbant l'eau (particules hydratées agglomérées de la
résine absorbant l'eau) comprenant la poudre fine et le liquide aqueux.

La force de compression mécanique est appliquée sur le matériau
10 hydraté et, en même temps, le matériau hydraté est pulvérisé, obtenant ainsi
les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau. Du reste, la
compression mécanique agira si le matériau hydraté est compressé à cette
occasion. La compression mécanique peut être confirmée par exemple, par
la déformation du matériau hydraté ou l'augmentation de la densité en vrac
15 du matériau hydraté pendant la compression. En ce qui concerne le matériau
hydraté en feuille ou en particules précité, la force de compression
mécanique est par ailleurs appliquée sur celui-ci dans un état dans lequel il a
un gradient de teneur en eau entre son côté surface et son côté central (il
existe une différence suffisante dans la teneur en eau entre les deux) et, en
20 même temps, le matériau hydraté est pulvérisé, procédant ainsi à une
granulation (granulation fine). Pour la pulvérisation uniforme, le matériau
hydraté à pulvériser se trouve avantageusement dans l'état chauffé précité
(avantageusement 50 à 100°C).

25 Ci-dessus, la granulation fait référence à l'opération d'appliquer la
force de compression mécanique à un matériau hydraté en ruban (feuille) en
forme de particules agglomérées (de préférence, en forme d'œil de poisson
inversé, ou en une autre forme de la résine absorbant l'eau et, en même
temps, à le malaxer pour le pulvériser immédiatement, rendant ainsi le
30 gradient de teneur en eau essentiellement uniforme et en moulant finalement
tout d'un coup (en granulant finement), le matériau hydraté en agglomérats
de particules présentant la taille souhaitée. Au demeurant, "rendre le

gradient de la teneur en eau essentiellement uniforme et homogène en une fois" signifie porter le matériau hydraté dans un état dans lequel les couches formées présentant différentes teneurs en eau ont disparu en étant uniformément mélangées ou malaxées. Cependant, il peut y avoir une
5 différence d'une particule à l'autre dans la teneur en eau entre de fines particules microscopiques.

En conséquence, la granulation est une conception technique comprenant des moyens classiques de granulation tels qu'une opération de
10 pulvérisation, de découpage fin, de découpage et de rasage et de moulage par extrusion.

Fondamentalement, les techniques classiques de production de matériaux absorbant l'eau en agglomérats de particules sont applicables, par
15 lots ou en continu, aux dispositifs ou moyens de granulation (dispositifs ou moyens d'application de la force de compression mécanique). Des exemples pratiques spécifiques sont notamment au moins un dispositif choisi parmi le groupe d'appareils tels que les hachoirs pour viande, les extrudeuses monovis (p. ex. Dome Gran); les extrudeuses-malaxeurs à double vis; les
20 malaxeurs, les refendeuses, les appareils de découpage par des ciseaux ou cutters et les pulvérisateurs. Ces pulvérisateurs-malaxeurs par extrusion sont généralement fournis avec un ou plusieurs axes rotatifs et plusieurs éléments d'agitation autour d'un ou plusieurs axes rotation de manière à extruder ainsi le matériau hydraté. En outre, ces pulvérisateurs – malaxeurs peuvent être
25 dotés d'un dispositif pour procéder au chauffage ou à la retenue de la chaleur (p. ex., chemise). En outre; du point de vue des propriétés physiques, les exemples avantageux sont les pulvérisateurs-malaxeurs par extrusion tels que les malaxeurs continus et les hachoirs à viande et, en particulier, les pulvérisateurs par extrusion (continue) à partir de fines
30 perforations tels que les hachoirs pour viande. Le diamètre fin des perforations de tels hachoirs pour viande utilisés est de l'ordre de 1 à 30 mm de préférence, de 3 à 25 mm tout particulièrement (en cas de formes non-

circulaires, elles sont converties en cercles en fonction de leurs surfaces). Du reste, la forme des perforations peut être circulaire, ovale, quadrangulaire ou triangulaire. Cependant, les perforations circulaires sont préférées..

5 Au cours de l'opération de granulation et durant les procédures suivantes, la teneur en eau est uniformisée dans la totalité du matériau hydraté ou la totalité des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau. La différence dans la teneur en eau (gradient de teneur en eau) entre la surface et le centre est aplanie.

10

 En ce qui concerne les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau obtenus par granulation du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau, leur forme n'est pas particulièrement limitée. Des exemples sont notamment: une forme sphérique; une forme sphérique ovale; une
15 forme présentant des angles arrondis d'un polygone; une forme de rosace et d'autres formes. Les diamètres des particules des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau sont réglés dans une plage de l'ordre de 1 à 20 mm, de préférence de 1 à 10 mm. Dans le cas d'une forme de rosace, les diamètres des particules précitées correspondent à son diamètre.

20

 En l'occurrence, il arrive que les diamètres des particules des agglomérats de particules excèdent ceux du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau. Cela s'explique par le fait que le dispositif de granulation est utilisé dans l'étape de formation du matériau hydraté obtenu de la résine
25 absorbant l'eau dans les agglomérats de particules, puis le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau est malaxé dans l'appareil de granulation pour être ainsi à nouveau aggloméré de telle sorte que les diamètres des particules augmentent. Par conséquent, dans la présente invention, la pulvérisation ne désigne pas toujours une opération par laquelle les
30 diamètres des particules sont réduits. Il peut arriver que les particules s'agglomèrent par la force de compression agissant lors de la pulvérisation du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau et soient alors déchargées

sous la forme d'un cordon ou d'une rosace du pulvérisateur. Dans ce cas aussi, les agglomérats de particules obtenus ont un diamètre de particules supérieur au matériau hydraté de la résine absorbant l'eau.

5 Il est possible que l'opération de granulation puisse faire varier la teneur en eau du matériau hydraté. Bien que cela dépende de la teneur en eau du matériau hydraté produit de la résine absorbant l'eau, il est avantageux que la teneur en eau des agglomérats de particules finalement obtenus du matériau absorbant l'eau soit de l'ordre de 20 à 50% en poids, de
10 préférence de 25 à 45% en poids, tout particulièrement de 30 à 40% en poids. A mesure que la teneur en eau des agglomérats de particules obtenus du matériau absorbant l'eau diminue, non seulement la puissance d'agglomération (c'est-à-dire l'adhérence entre les particules) augmente mais l'énergie pendant le séchage peut également être réduite davantage. Du
15 reste, la teneur en eau est déterminée par calcul de l'eau ajoutée ou de la teneur en eau de la résine absorbant l'eau ou par la mesure effective de la perte due au séchage (perte de séchage à 180°C en 3 heures) du matériau hydraté.

20 [Etapes suivantes (procédé 1, procédé 2)]

Les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau sont utilisables tels quels pour les applications souhaitées. En outre, tout comme les résines absorbant l'eau classiques, il est possible également que les
25 agglomérats de particules de la résine absorbant l'eau soient soumis à différentes étapes de transformation et de traitement et ainsi moulés en un produit de matériau absorbant l'eau.

Par exemple, il est possible que les agglomérats de particules du
30 matériau absorbant l'eau soient par ailleurs séchés (étape c) pour obtenir ainsi des agglomérats de particules à l'état sec du matériau absorbant l'eau. Plus particulièrement, il est possible que le séchage soit effectué dans une

plage de température de 80 à 250°C pendant 5 minutes à 10 heures pour ajuster ainsi la teneur en eau dans une plage de 0 à 10% en poids.

Autrement dit, le matériau absorbant l'eau selon la présente invention
5 peut être utilisé en restant sous la forme du matériau hydraté et ne génère pas de poussière et est excellent dans sa capacité de se fixer aux matériaux de base (p. ex., langes, pulpe). Un tel matériau absorbant l'eau n'est pas limité à une utilisation tel quel. Dans la présente invention, il est permis qu'une étape de séchage (c) soit de préférence effectuée comme une étape
10 suivante et, ensuite, la pulvérisation et la classification sont effectuées si nécessaire, obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau en poudre. Dans la présente invention, en effectuant le séchage, la puissance d'agglomération peut être renforcée.

15 Le procédé de séchage n'est pas particulièrement limité. Les séchoirs ou fours de chauffage classiques sont largement répandus. Cependant, si le séchage est avantageusement mis en œuvre à une température relativement élevée, particulièrement de l'ordre de 80 à 250°C, de préférence de l'ordre de 120 à 200°C, tout particulièrement de l'ordre de 150 à 190°C, les avantages
20 sont que les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau se rétractent pendant le séchage et, par conséquent, donnent un matériau séché solide des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau.

En ce qui concerne la durée du séchage, ce dernier est effectué
25 pendant au moins une durée déterminée avantageuse du point de vue des propriétés physiques et la durée du séchage est de l'ordre de 5 minutes à 10 heures. La teneur en composants solides, après le séchage (définie par la perte due au séchage à 180°C en 3 heures), n'est pas inférieure à 90% en poids. Au demeurant, en ce qui concerne le chauffage, les agglomérats de
30 particules du matériau absorbant l'eau, obtenus dans la présente invention, peuvent être séchés soit seul, soit avec un gel polymère non séché.

Le matériau séché des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau, obtenu de la manière précédente, se présente sous la forme de solides agglomérats résultant du retrait dû au séchage. Cependant, ce matériau séché peut être ajusté quant à sa taille des particules si nécessaire

5 en étant pulvérisé et, si nécessaire, trié. Dans la présente invention, en ce qui concerne le matériau absorbant l'eau en effectuant si nécessaire la réticulation de surface précitée après la pulvérisation (étape (d)), le diamètre des particules de poids moyen du matériau séché des agglomérats de

10 particules du matériau absorbant l'eau (diamètre des particules de poids moyen du matériau absorbant l'eau) est avantageusement de l'ordre de 200 à 800 μm , de préférence de 300 à 600 μm , tout particulièrement de 350 à 450 μm . En outre, la quantité de poudre fine de maximum 150 μm de diamètre des particules est de l'ordre de 0 à 20% en poids, de préférence de 0 à 15% en poids, tout particulièrement de 0 à 10 % en poids par rapport au

15 matériau absorbant l'eau.

Dans la présente invention, il est avantageux qu'une poudre fine de résine absorbant l'eau de 300 μm de diamètre des particules maximum (c'est-à-dire pas plus de 150 μm de diamètre des particules de poids moyen)

20 soit formée en agglomérats (présentant un diamètre des particules de poids moyen de 200 à 800 μm) à combiner ainsi. En conséquence, le matériau séché des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau, obtenu par le procédé précédent comprenant les étapes d'agglomération précitées, est soumis à un traitement de surface tel qu'un traitement de réticulation de

25 surface qui permet d'obtenir un matériau absorbant l'eau qui excelle davantage dans la capacité d'absorption élevée d'eau sous charge, la puissance d'agglomération élevée et le taux d'absorption élevé d'eau.

La réticulation de surface dans l'étape de réticulation de surface (e)

30 désigne la poursuite du traitement de réticulation de la ou des surfaces des portions voisines (couches de surface de plusieurs μm à dix μm de profondeur) des particules. Considérant les aspects des propriétés

physiques, la quantité d'agent de réticulation de surface à utiliser est de préférence de l'ordre de 0,001 à 10 parts en poids, particulièrement de 0,05 à 5 parts en poids par 100 parts en poids de résine absorbant l'eau. Si la résine absorbant l'eau est mélangée avec l'agent de réticulation de surface,
5 l'eau et/ou un solvant organique hydrophile peut être utilisé. La quantité d'eau à utiliser est de préférence de l'ordre de 0,1 à 10 parts en poids, particulièrement de 0,5 à 8 parts en poids, tout particulièrement de 1 à 5 parts en poids par 100 parts en poids de la résine absorbant l'eau.

10 En tant que tel agent de réticulation de surface, un agent de réticulation réagissant à la déshydratation est utilisé de préférence pour la force d'agglomération. Au cas où la résine absorbant l'eau contient le radical carboxyle, des exemples spécifiques d'un tel agent réticulant réagissant à la déshydratation comprennent: des agents réticulants contenant un radical
15 hydroxyle (p. ex. alcools polyhydriques); les agents réticulants contenant un radical amino (p. ex., polyamines); et les agents réticulants cycliques (p. ex., composés alkylèneglycolcarbonates, mono-, di- ou polyoxazolidinones, composés oxétane tels que le 3-méthyl-3-oxétaneméthanol) dans lesquels les agents réticulants cycliques produisent le radical hydroxyle ou le radical amino à
20 mesure que progressent les réactions d'ouverture de cycle des agents réticulants cycliques et puis ce radical hydroxyle ou ce radical amino procèdent à la réaction de réticulation. La réaction de réticulation sera mise en œuvre en mélangeant la résine absorbant l'eau avec ces agents réticulants (de préférence l'agent de réticulation réagissant à la
25 déshydratation, plus particulièrement les alcools polyhydriques), puis en traitant thermiquement le mélange obtenu dans une plage de l'ordre de 80 à 300°C. Du reste, un agent de réticulation de surface autre que l'agent de réticulation réagissant à la déshydratation peut être utilisé seul ou conjointement avec l'agent de réticulation réagissant à la déshydratation.
30 Des exemples de cet autre agent de réticulation de surface qui peut être utilisé comprennent: des composés polyépoxydes tels que l'éthylèneglycoldiglycidyléther et des métaux polyvalents tels que l'aluminium.

En ce qui concerne le matériau absorbant l'eau, sa capacité d'absorption de l'eau sans charge est de préférence d'au moins 20 g/g, particulièrement d'au moins 25 g/g et tout particulièrement d'au moins 30 g/g.

5 En outre, en ce qui concerne le matériau absorbant l'eau, sa capacité d'absorption d'eau sous charge de 4,8 kPa (0,7 psi) n'est de préférence pas inférieure à 15 g/g, tout particulièrement à 18 g/g, tout particulièrement à 20 g/g. En ce qui concerne les limites supérieures de ces capacités d'absorption d'eau, au plus elles sont élevées, au mieux c'est. Cependant, le cas échéant,
10 les capacités élevées impliquent des coûts élevés. Par conséquent, du point de vue de la performance des coûts, les limites supérieures peuvent par exemple être d'environ 60 g/g.

En bref, le procédé selon la présente invention de production d'un
15 matériau absorbant l'eau comprend de préférence les étapes suivantes: addition de 20 à 50 parts en poids du liquide aqueux pour atteindre 100 parts en poids de la résine absorbant l'eau, mélange de celles-ci pour obtenir ainsi le matériau hydraté en forme de feuille ou d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau; puis application immédiate d'une force de
20 compression mécanique à ce matériau hydraté et, en même temps, pulvérisation par extrusion ou pulvérisation par malaxage de celui-ci, pour uniformiser ainsi le gradient de teneur en eau et même obtenir ainsi en une fois les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau dans une plage de 1 à 20 mm en diamètre des particules; puis séchage à air chaud à
25 une température de l'ordre de 80 à 250°C et pulvérisation du matériau séché obtenu des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau de telle sorte que ce matériau séché ait un diamètre des particules de poids moyen de 200 à 800 µm.

30 En outre, dans la présente invention, le procédé précité d'agglomération est applicable aussi au cas où une quantité relativement petite de la poudre fine contenue dans le matériau absorbant l'eau réticulé en

surface est agglomérée et à la combinaison avec d'autres composés hydrosolubles.

5 Avant ou après avoir été séché, le matériau absorbant l'eau selon la présente invention peut être utilisé tel quel ou peut encore être combiné avec, par exemple, des fibres ou modifié avec des additifs du commerce pour les résines absorbant l'eau ou mélangé avec des particules primaires (particules pas encore agglomérées) de résines absorbant l'eau.

10 Avant ou après avoir été séché, le matériau absorbant l'eau selon la présente invention obtenu de la manière précitée est un produit moulé ou aggloméré à partir de la poudre fine de la résine absorbant l'eau. En ce qui concerne les applications de ce matériau absorbant l'eau, il est utilisable dans une large mesure pour les applications connues de l'homme de métier
15 des résines absorbant l'eau, telles que les langes à jeter, les serviettes hygiéniques, les matières retenant l'eau pour l'agriculture et l'horticulture et dans le domaine des travaux d'ingénierie. Le matériau absorbant l'eau sous la forme du matériau hydraté est excellent dans sa capacité de se fixer aux matériaux de base et peut être moulé en d'excellents articles absorbants (p.
20 ex., langes) en étant mélangé avec cette pulpe, puis compressé ou chauffé (ou séchés).

Ces objets ainsi que d'autres et les avantages de la présente invention apparaîtront plus clairement de la publication détaillée suivante.

25

BREVE DESCRIPTION DES FIGURES

La Fig. 1 est un schéma structurel complet d'un dispositif de production, illustrant un procédé de mise en œuvre de la présente invention.

30

La Fig. 2 est un schéma structurel complet d'un dispositif de production illustrant une variante du procédé de mise en œuvre de la présente invention.

5 La Fig. 3 est un plan du même dispositif de production que ci-dessus.

[Explication des références]

	10	Transporteur à courroie
10	12	Trémie d'alimentation d'une poudre fine
	14	Gicleur d'alimentation de liquide aqueux
	20	Poudre fine
	22	Liquide aqueux
	24	Matériau hydraté en feuille
15	26	Couche à teneur plus élevée en eau
	28	Couche à teneur plus faible en eau
	30	Hachoir
	40	Matériau absorbant l'eau en agglomérats de particules
	50	Mélangeur à extrusion continue
20	51	Moteur d'entraînement
	52	Carter
	53	Axe de rotation
	54	Admission d'alimentation d'un liquide aqueux
	55	Lame d'agitation
25	56	Admission d'alimentation en air
	58	Sortie d'évacuation
	60	Chargeur pour l'alimentation de poudre
	62	Admission d'alimentation en poudre fine
	70	Matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé
30	72	Couche à teneur plus élevée en eau
	74	Couche à teneur plus faible en eau

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Des descriptions détaillées sont données ci-dessous à propos de la présente invention. Cependant, la portée de la présente invention n'est pas limitée à ces descriptions. Et d'autres illustrations que les suivantes peuvent également être mises en œuvre sous la forme de variantes adéquates des illustrations suivantes dans la portée et sans s'écarter de l'esprit de la présente invention.

La Fig. 1 illustre schématiquement une structure complète d'un dispositif de production d'agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau par l'intermédiaire d'un matériau hydraté en forme de ruban.

Les Fig. 2 et 3 illustrent schématiquement une structure complète d'un dispositif de production d'agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau par l'intermédiaire d'un matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé.

[Procédé de production d'une résine absorbant l'eau]

La résine absorbant l'eau, utilisable dans la présente invention, désigne une résine absorbant l'eau connue à ce jour, par exemple un polymère réticulé publié qui absorbe de l'eau en grandes quantités d'au moins 5 fois, de préférence 50 à 1.000 fois son propre poids dans de l'eau à échange d'ions pour former ainsi un hydrogel insoluble dans l'eau anionique, non-ionique ou cationique.

C'est généralement une résine absorbant l'eau présentant une structure réticulée obtenue par un procédé comprenant une étape de polymérisation d'un composant monomère insaturé (de préférence, un monomère insaturé contenant un radical acide (en particulier contenant un radical carboxyle)) dans laquelle la résine absorbant l'eau est obtenue par un

procédé comprenant les étapes de mise en œuvre de ladite polymérisation dans un état d'une solution de monomères (de préférence, une solution aqueuse de monomères), puis, si nécessaire, séchage du polymère obtenu et ensuite, en général, pulvérisation du polymère avant et/ou après l'étape de séchage. Des exemples d'une telle résine absorbant l'eau comprennent un, 5 deux ou plus des composés suivants: polymères partiellement neutralisés d'acides poly(acryliques); polymères greffés hydrolysés d'amino-acrylonitrile; polymères greffés d'amidon-acide acrylique; copolymères saponifiés d'acétate vinylique-ester d'acide acrylique; copolymères hydrolysés 10 d'acrylonitrile ou d'acrylamide ou polymères réticulés de ces copolymères hydrolysés; polymères modifiés d'alcools polyvinyliques réticulés contenant un radical carboxyle et copolymères réticulés d'isobutylène-anhydride maléique.

15 En ce qui concerne la résine absorbant l'eau, un type de résine absorbant l'eau ou même un mélange de résines absorbant l'eau est utilisé. Une résine absorbant l'eau contenant un radical acide est préférée et un type de résine absorbant l'eau contenant un radical carboxyle (qui est un acide carboxylique et/ou son sel) ou un mélange de telles résines est plus 20 avantageux. En général, on utilise de préférence un polymère qui est obtenu par un procédé comprenant l'étape de polymérisation par réticulation d'un monomère comprenant l'acide acrylique et/ou son sel (matériau neutralisé) comme composant principal, c'est-à-dire un polymère de (sel d')acide poly(acrylique) réticulé qui contient un composant greffé si nécessaire.

25

En outre, la résine absorbant l'eau précitée doit être gonflable et insoluble dans l'eau. La teneur en composant extractible dans l'eau (polymère hydrosoluble) de la résine absorbant l'eau telle qu'elle est utilisée n'excède de préférence pas 30 % en poids, particulièrement 25 % en poids, 30 plus particulièrement 20 % en poids et n'excède tout particulièrement pas 15 % en poids.

Des exemples des sels précités d'acide acrylique sont notamment les sels de métaux alcalins (p. ex., sodium, potassium, lithium), les sels d'ammonium, et les sels aminés d'acide acrylique. La résine absorbant l'eau précitée contient de préférence, comme unités constitutionnelles, de l'acide acrylique dans une plage de 0 à 50 % en mole et un sel d'acide acrylique de l'ordre de 100 à 50% en mole (le total des deux ne dépassant pas 100% en mole), en particulier de l'acide acrylique dans une plage de 10 à 40 % en mole et un sel d'acide acrylique de l'ordre de 90 à 60% en mole (le total des deux ne dépassant pas 100% en mole). Du reste, le rapport molaire entre cet acide et ce sel est désigné par degré de neutralisation. La neutralisation de la résine absorbant l'eau pour mouler le sel précité peut être effectuée dans un état monomère avant la polymérisation ou peut être effectuée dans un état polymère au cours de la polymérisation ou après celle-ci ou peut être effectuée dans ces deux états.

15

En général, dans le cas où un monomère non neutralisé ou faiblement neutralisé est polymérisé et que la neutralisation est effectuée ensuite dans l'état polymère obtenu (procédé de polymérisation de type acide), une résine absorbant l'eau qui présente une capacité d'absorption élevée et possède une faible teneur en composants extractibles peut être obtenue mais un travail, des équipements et un temps considérables sont nécessaires pour la neutralisation uniforme de particules individuelles de la résine absorbant l'eau (cfr le document JP-A-0101735/1998 (Kokai)),

20

Le monomère pour obtenir la résine absorbant l'eau utilisée dans la présente invention peut par ailleurs comprendre des monomères autres que l'acide acrylique précité (sel) lorsque les circonstances l'exigent. Il n'existe aucune restriction particulière pour les monomères autres que l'acide acrylique (ou son sel). Cependant, des exemples spécifiques comprennent notamment: monomères insaturés anioniquement (p. ex., acide méthacrylique, acide maléique, acide vinylsulfonique, acide styrènesulfonique, acide 2-(méth)acrylamido-2-méthylpropanesulfonique,

30

l'acide 2-(méth)acryloyléthanesulfonique, l'acide
2-(méth)acryloylpropanesulfonique et leurs sels; des monomères insaturés
contenant un radical hydrophile non-ionique (p. ex., acrylamide,
méthacrylamide, N-éthyl(méth)acrylamide, N-n-propyl(méth)acrylamide, N-
5 isopropyl(méth)acrylamide, N,N-diméthyl(méth)acrylamide, 2-
hydroxyéthyl(méth)acrylate, 2-hydroxypropyl(méth)acrylate,
méthoxypolyéthylèneglycol(méth)acrylate,
polyéthylèneglycolmono(méth)acrylate, vinylpyridine, N-vinylpyrrolidone, N-
acryloylpipéridine, N-acryloylpyrrolidine, N-vinylacétamide; et des
10 monomères insaturés cationiquement (p. ex., N,N-
diméthylaminoéthyl(méth)acrylate, N,N-diéthylaminoéthyl(méth)acrylate,
N,N-diméthylaminopropyl(méth)acrylate, N,N-
diméthylaminopropyl(méth)acrylamide et leurs sels quaternaires). Ces
monomères peuvent être respectivement utilisés seuls ou en combinaisons
15 appropriées l'un avec l'autre.

Dans la présente invention, lorsque des monomères autres que l'acide
acrylique (sel) sont utilisés, le rapport de ces monomères autres que l'acide
acrylique (sel) est de préférence de l'ordre de 0 à 30% en mole,
20 particulièrement de 0 à 10% en mole, par rapport au total de l'acide acrylique
et/ou de son sel utilisé comme composant principal. Si lesdits monomères
autres que l'acide acrylique (ou son sel) sont utilisés dans ledit rapport, les
propriétés d'absorption de la résine absorbant l'eau (matériau absorbant
l'eau) finalement obtenues sont encore renforcées et, par ailleurs, la résine
25 absorbant l'eau (matériau absorbant l'eau) peut être obtenue à des coûts
toujours inférieurs.

Si ledit monomère est polymérisé afin d'obtenir la résine absorbant
l'eau utilisée dans la présente invention, il est possible de procéder à une
30 polymérisation en vrac ou à une polymérisation par précipitation. Cependant,
du point de vue des performances, de la facilité de gestion de la
polymérisation et des propriétés d'absorption d'un gel gonflé, il est

avantageux de procéder à une polymérisation en solution aqueuse ou à une polymérisation en suspension à phase inversée dans laquelle ledit monomère est utilisé sous la forme d'une solution aqueuse. Du reste, dans le cas où ledit monomère est utilisé sous la forme d'une solution aqueuse, la concentration du monomère dans cette solution aqueuse (désignée ci-après comme une solution aqueuse de monomères) dépend de la température de la solution aqueuse ou du type de monomère et n'est par conséquent pas particulièrement limitée. Cependant, cette concentration est avantageusement de l'ordre de 10 à 70% en poids, de préférence de 20 à 60% en poids. En outre, lorsque ladite polymérisation en solution aqueuse est effectuée, un solvant autre que l'eau peut être utilisé conjointement si nécessaire. Le type de ce solvant utilisé conjointement n'est pas particulièrement limité.

Des exemples du procédé pour la polymérisation en solution aqueuse comprennent un procédé dans lequel la solution aqueuse de monomères est polymérisée tandis que l'hydrogel obtenu est broyé dans un malaxeur du type à deux bras et un procédé dans lequel la solution aqueuse de monomères est amenée dans un récipient déterminé ou sur une courroie de transport pour effectuer la polymérisation et le gel obtenu est ensuite pulvérisé avec, par exemple, un hachoir.

Pour initier ladite polymérisation, on peut utiliser par exemple: des initiateurs de polymérisation radicale tels que le persulfate de potassium, le persulfate d'ammonium, le persulfate de sodium, l'hydroperoxyde t-butylique, le peroxyde d'hydrogène et le 2,2'-azobis(2-alidinopropane) dihydrochlorure et les photoinitiateurs tels que la 2-hydroxy-2-méthyl-1-phénylpropan-1-one.

En outre, un initiateur d'oxydoréduction est disponible également en utilisant ledit initiateur de polymérisation conjointement avec un agent réducteur qui favorise la décomposition dudit initiateur de polymérisation et en combinant les deux. Des exemples dudit agent réducteur comprennent:

l'acide (bi)sulfureux (ou ses sels) tels que le sulfite de sodium et l'hydrogénosulfite de sodium; l'acide L-ascorbique (ou ses sels); des métaux réductibles (ou leurs sels) tels que les sels ferreux et les amines. Cependant, il n'existe aucune restriction particulière à ce sujet.

5

La quantité dudit initiateur de polymérisation utilisé est généralement de l'ordre de 0,001 à 2% en mole, de préférence de 0,01 à 0,1 % en mole, Dans le cas où la quantité dudit initiateur de polymérisation utilisé est inférieure à 0,001 % en mole, les inconvénients résident dans le fait que la
10 quantité de monomères qui n'ont pas réagi augmente et, par conséquent, la quantité de monomères résiduels augmente dans la résine absorbant l'eau obtenue (matériau absorbant l'eau). Par ailleurs, dans le cas où la quantité dudit initiateur de polymérisation utilisé excède 2% en mole, des inconvénients peuvent résider dans le fait que la teneur en composant
15 extractible dans l'eau dans la résine absorbant l'eau obtenue (matériau absorbant l'eau) augmente.

En outre, l'initiation de la réaction de polymérisation peut être mise en œuvre en irradiant le système réactif avec des rayons d'énergie active tels
20 que les radiations, les rayons électroniques et les rayons ultraviolets. En outre, ledit initiateur de polymérisation peut être utilisé conjointement avec lui. Du reste, la température de réaction dans ladite réaction de polymérisation n'est pas particulièrement limitée. Cependant, la température de réaction se situe de préférence dans la plage de 15 à 130°C; de
25 préférence de 20 à 120°C. En outre, la durée de la réaction ou la pression de polymérisation ne sont pas particulièrement limitées mais peuvent être réglées correctement en fonction du type de monomère ou du type de polymérisation et de la température de réaction.

30 Ladite résine absorbant l'eau peut être une résine absorbant l'eau du type autoréticulé obtenue sans aucun agent de réticulation mais est de préférence une résine absorbant l'eau obtenue par copolymérisation ou

réaction avec un agent réticulant possédant au moins deux radicaux insaturés polymérisables et/ou au moins deux radicaux réactifs par molécule (agent à réticulation interne pour les résines absorbant l'eau) ou avec un agent réticulant qui est un composé cyclique et aura au moins deux radicaux réactifs par molécule par sa réaction d'ouverture de cycle.

Des exemples spécifiques de ces agents à réticulation interne comprennent le N,N'-méthylènebis(méth)acrylamide, le (poly)éthylèneglycoldi(méth)acrylate, le (poly)propylèneglycoldi(méth)acrylate, le triméthylolpropanetri(méth)acrylate, le glycérotri(méth)acrylate, le glycérolacrylateméthacrylate, le triméthylolpropanetri(méth)acrylate modifié à l'éthylèneoxyde, le pentaérythritolhexa(méth)acrylate, le trillalylcyanurate, le triallylisocyanurate, le triallylphosphate, la triallylamine, les poly(méth)allyloxyalcanes, le (poly)éthylèneglycoldiglycidyléther, le glycéroldiglycidyléther; les alcools polyhydriques tels que l'éthylèneglycol, le polyéthylèneglycol, le propylèneglycol, le 1,3-butanediol, le 1,4-butanediol, le glycérol et le pentaérythritol; et l'éthylènediamine, l'éthylènegcarbonate, le propylènegcarbonate, la polyéthylènimine, et le glycidyl(méth)acrylate.

Ces agents de réticulation interne peuvent respectivement être utilisés soit seuls, soit dans des combinaisons appropriées entre eux. En outre, ces agents de réticulation internes peuvent être ajoutés au système réactif soit en masse, soit par fractions. Dans le cas où au moins un ou deux types ou plus d'agents de réticulation interne sont utilisés, il est avantageux, considérant, notamment, les propriétés d'absorption de la résine absorbant l'eau finalement obtenue (matériau absorbant l'eau) qu'un composé présentant au moins deux radicaux insaturés polymérisables soit essentiellement utilisé pendant la polymérisation.

La quantité dudit agent de réticulation interne utilisé est avantageusement de l'ordre de 0,001 à 2% en mole, de préférence 0,005 à

0,5 % en mole et tout particulièrement 0,01 à 0,2 % en mol par rapport audit monomère (hormis les agents de réticulation interne). Dans le cas où la quantité dudit agent de réticulation interne utilisé est inférieure à 0,001 % en mole ou supérieure à 2 % en mole, il est possible que des propriétés d'absorption suffisantes ne puissent pas être obtenues.

Dans le cas où ledit agent de réticulation interne est utilisé pour introduire une structure réticulée à l'intérieur du polymère, il suffit que ledit agent de réticulation interne soit ajouté au système réactif avant, pendant ou après la polymérisation dudit monomère ou après la neutralisation. Toutefois, il est avantageux de procéder à cette addition avant la polymérisation.

Du reste, si ladite polymérisation est mise en œuvre, on peut ajouter au système réactif notamment: des polymères hydrophiles (p. ex., amidon, cellulose, dérivés d'amidon, dérivés de cellulose, alcool polyvinylique, acide poly(acrylique) (ou ses sels) et acide polyacrylique réticulé (ou ses sels) dans une quantité de 0 à 50 % en poids (par rapport au monomère); et d'autres (p.ex., divers agents moussants tels que des (hydrogène)carbonates, du dioxyde de carbone, des composés azoïques, et des solvants organiques inertes; divers surfactants, des agents chélatants, des agents de transfert de chaîne tels que de l'acide hypophosphoreux (ou ses sels); des particules fines inorganiques telles que le kaolin, le talc et le dioxyde de silicium; des sels métalliques polyvalents tels que le poly(chlorure) d'aluminium, le sulfate d'aluminium et le sulfate de magnésium) dans une quantité de 0 à 10% en poids (par rapport au monomère).

Si ledit polymère réticulé est un gel obtenu par la polymérisation en solution aqueuse, à savoir un polymère d'hydrogel réticulé, le polymère réticulé est séché, si nécessaire, et généralement pulvérisé avant et/ou après ce séchage, formant ainsi la résine absorbant l'eau. En outre, le séchage est effectué dans une plage de température située généralement entre 80 et 250°C, de préférence 100 à 220°C, tout particulièrement 120 à 200°C. La

durée du séchage dépend de la superficie et de la teneur en eau du polymère et du type de séchoir et est choisie en fonction de la teneur en eau à atteindre.

5 La teneur en eau de la résine absorbant l'eau utilisable dans la présente invention (définie comme la quantité d'eau contenue dans la résine absorbant l'eau et mesurée par la perte due au séchage à 180°C pendant 2 heures) n'est pas particulièrement limitée. Cependant, du point de vue des propriétés physiques du matériau absorbant l'eau obtenu, la teneur en eau
10 est avantageusement telle que la résine absorbant l'eau peut être à l'état de poudre présentant une teneur en eau de 0,1 à 50 % en poids, de préférence de 0,2 à 30 % en poids, particulièrement de 0,3 à 15% en poids et, tout particulièrement de 0,5 à 10 % en poids.

15 En outre, des exemples de la résine absorbant l'eau utilisée dans le procédé de production selon la présente invention comprennent des résines en particules. Les particules de la résine absorbant l'eau peuvent être également des particules non séchées, non pulvérisées et gélifiées supérieures à 1.000 µm en diamètre des particules de poids moyen obtenu
20 par la réaction de polymérisation. Cependant, les particules de la résine absorbant l'eau sont généralement ajustées (réglées) aux diamètres des particules de la poudre selon l'objet recherché en étant séchées, pulvérisées et triées.

25 En outre, en ce qui concerne les diamètres des particules de la poudre fine de résine absorbant l'eau utilisable dans le procédé de production selon la présente invention, on utilise de préférence la poudre fine de résine absorbant l'eau qui a un diamètre des particules de poids moyen de l'ordre de 150 à 10 µm.

30

Des exemples de la forme des particules de résine absorbant l'eau obtenues de la manière précédente comprennent une forme sphérique, une

forme pulvérisée, et une forme irrégulière sans aucun caractère limitatif. Cependant, la forme pulvérisée irrégulièrement obtenue par l'étape de pulvérisation est utilisable avantageusement.

5 La résine absorbant l'eau utilisable par le procédé précédent présentent généralement une capacité d'absorption saturée d'environ 10 à environ 100 g/g pour une solution saline physiologique sans charge et les propriétés physiques telles que cette capacité d'absorption sont ajustées adéquatément pour l'objet poursuivi.

10

[Production de matériau hydraté de résine absorbant l'eau]

<1. Production de matériau hydraté en feuille de résine absorbant l'eau (procédé 2)>

15

Comme l'illustre la Fig. 1, un matériau hydraté 24 en forme de ruban est produit en continu sur la face supérieure d'un transporteur à courroie sans fin 10. La vitesse de déplacement du transporteur à courroie 10 est par exemple de 0,56 m/min.

20

Un gicleur 14 pour l'alimentation de liquide aqueux 22 est disposé au-dessus du côté en amont du transporteur à courroie 10. Le liquide aqueux 22 amené sous forme de fines gouttelettes du gicleur d'alimentation 14 forme une fine couche de liquide aqueux 22 sur la face supérieure du transporteur à courroie 10. La quantité de liquide aqueux 22 amenée est par exemple de 75,6 g/min.

25

Une trémie 12 d'alimentation de poudre fine est disposée au-dessus du côté en aval adjacent au gicleur d'alimentation de liquide aqueux 14 du transporteur à courroie 10. La trémie 12, par exemple, contient une poudre fine 20 composée d'une résine absorbant l'eau et présentant un diamètre des particules de taille moyenne qui n'excède pas 150 μm . La poudre fine 20 est

30

amenée sur la face supérieure du transporteur à courroie 10, par exemple à 113,4 g/min.

En outre, un gicleur 14 pour l'alimentation de liquide aqueux 22 est
5 disposé au-dessus du côté en aval, adjacent à la trémie d'alimentation de
poudre fine 12 du transporteur à courroie 10. Le liquide aqueux 22 ayant été
amené sous la forme de fines gouttelettes à partir du gicleur d'alimentation
14 est amené sur la poudre fine de résine absorbant l'eau disposée sur la
face supérieure du transporteur à courroie 10. La quantité de liquide aqueux
10 22 amenée est par exemple de 75,6 g/min.

Le liquide aqueux amené 22 est bien absorbé par la poudre fine 20
dans une partie proche de la partie de l'extrémité supérieure des couches de
la poudre fine 20. Cependant, seule une petite quantité de liquide aqueux 22
15 parvient à une partie de la couche intermédiaire séparée de la face
supérieure.

Le matériau hydraté en forme de ruban 24, tel qu'il est obtenu de la
manière précédente, est tel que les couches de surface supérieure et
20 inférieure 26 sont des couches à teneur plus élevée en eau contenant une
quantité relativement importante de liquide aqueux 22 et une couche
intermédiaire 28 est une couche à teneur plus faible en eau contenant
seulement une quantité de liquide aqueux 22 relativement minime. Par
exemple, les couches à teneur plus élevée en eau 26 ont particulièrement 1
25 mm d'épaisseur et 80 % en poids de teneur en eau. La couche à teneur plus
faible en eau 28 a 0,5 mm d'épaisseur et 10% en poids de teneur en eau.
Par conséquent, la teneur totale en eau du matériau hydraté en feuille 24 est
de 40% en poids. Cependant, la teneur en eau du matériau hydraté en feuille
24 varie en permanence dans le sens de l'épaisseur et il n'y pas de ligne
30 claire de démarcation.

Le matériau hydraté en feuille 24 est évacué du transporteur à courroie 10, puis amené à l'étape de production d'un matériau absorbant l'eau à agglomérat de particules 40.

5 La face en contact avec le transporteur à courroie 10 du matériau hydraté en feuille 24 est une couche à teneur plus élevée en eau 26 et présente une faible adhérence au transporteur à courroie 10. Par conséquent, l'opération d'élimination du matériau hydraté en feuille 24 du transporteur à courroie 10 peut être effectuée facilement. Les couches à
10 teneur plus élevée en eau 26 existent dans les deux surfaces du matériau hydraté en feuille 24 enlevé du transporteur à courroie 10. Par conséquent, on évite que le matériau hydraté en feuille 24 n'adhère au dispositif de traitement ou à l'organe de transport.

15 <2. Production d'un matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé d'une résine absorbant l'eau (procédé 1)>

Comme l'illustrent les Fig. 2 et 3, un mélangeur par extrusion continue du type à agitation à grande vitesse 50 présente un carter 52 comme cylindre
20 fixe qui est par exemple fixé horizontalement. Un moteur d'entraînement 51 est prévu à une extrémité du carter 52.

Comme l'illustrent ces mêmes figures, une face latérale du carter 52 possède une ouverture à laquelle est reliée une admission d'alimentation 62
25 d'un dispositif d'alimentation 60 pour la projection et la fourniture d'une poudre fine de résine absorbant l'eau. Le carter 52 est équipé d'un gicleur d'alimentation en liquide aqueux 54 et d'une admission d'alimentation en air 56. Sur les faces d'extrémité droites des mêmes figures, une sortie d'évacuation 58 est formée.

30

Par ailleurs, à l'intérieur dudit carter 52, est installé un axe de rotation 53 entraîné à rotation par le moteur d'entraînement 51. Autour de cet axe de

rotation 53 sont prévues plusieurs lames d'agitation 55 comme organes d'agitation.

5 Dans le cas où la poudre fine de résine absorbant l'eau et le liquide aqueux sont mélangés par le mélangeur d'extrusion continue 50 doté de ladite structure, l'axe de rotation 53 est tourné par exemple à une vitesse élevée d'environ 100 à environ 10.000, de préférence d'environ 500 à environ 3.000 tr/min par le moteur d'entraînement 51.

10 Ensuite, dans cet état, la poudre fine de résine absorbant l'eau est amenée de l'admission de fourniture de poudre fine 62, par exemple, à 834 g/min. Ensuite, la poudre fine de résine absorbant l'eau est acheminée dans le mélangeur à extrusion continue 50 par la poussée d'extrusion des lames d'agitation 55 formées en spirale.

15 Ensuite, le liquide aqueux est injecté de l'admission d'alimentation de liquide aqueux 54, par exemple, à une vitesse de 555,6 g/min. A cette occasion, le mélange (mise en contact) entre la poudre fine à résine absorbant l'eau et le liquide aqueux est assuré en un moment et, 20 immédiatement ensuite, le mélange obtenu est déchargé automatiquement de la sortie de décharge 58 et le liquide aqueux est absorbé par la poudre fine de telle sorte que le matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau puisse être obtenu.

25 En ce qui concerne le matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau, sa partie centrale 72 se trouve dans un état de gel gonflé à teneur plus élevée en eau. Sur la périphérie externe de cette couche 72 à teneur plus élevée en eau, est disposée une couche à teneur plus faible en eau 74. Cette couche à teneur plus faible en eau 74 est 30 dans un état tel que la poudre fine de résine absorbant l'eau adhère à la surface de la couche à teneur plus élevée en eau 72.

[Production d'agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau
(procédés 1 et 2)]

Le matériau hydraté en feuille 24 de la résine absorbant l'eau et le
5 matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé 70 de la résine
absorbant l'eau sont amenés tous deux vers un hachoir 30 afin de les
soumettre à l'étape d'obtention des agglomérats de particules du matériau
absorbant l'eau.

10 Dans la Fig. 1, le matériau hydraté en feuille 24 de la résine absorbant
l'eau est transporté en continu du transporteur à courroie 10 au hachoir 30.
En réalité, il est cependant possible aussi d'assurer le transport et
l'alimentation vers le hachoir 30 dans un état formé en fragments de feuille
en découpant le matériau hydraté en feuille 24 (enlevé du transporteur à
15 courroie 10) dans toute longueur préalablement déterminée. Le temps de la
fin de la production du matériau hydraté en feuille 24 de la résine absorbant
l'eau sur le transporteur à courroie 10 jusqu'à la fourniture de ce matériau
hydraté au hachoir 30 peut être réglé dans une plage de 0,001 à 5 minutes.

20 Dans la Fig. 2, le matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson
inversé de la résine absorbant l'eau est transporté en continu du mélangeur
à extrusion continue 50 vers le hachoir 30 afin de soumettre le matériau
hydraté à l'étape de pulvérisation. Cependant, il est possible également
d'assurer l'alimentation du hachoir sous la forme du matériau hydraté en
25 feuille de la résine absorbant l'eau formé en soumettant le matériau hydraté
70 en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau (enlevée
du mélangeur à extrusion continue 50) à l'étape de compression. Le temps
de la fin de la production du matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson
inversé de la résine absorbant l'eau dans le mélangeur à extrusion continue
30 50 jusqu'à la fourniture de ce matériau hydraté au hachoir 30 peut être réglé
dans une marge de 0,001 à 5 minutes.

Le hachoir 30 est équipé de lames de coupe entraînées par un moteur; d'une plaque perforée qui est fixée et réglée devant les lames de coupe et possède de petites perforations et un mécanisme d'extrusion du matériau de traitement vers les lames de coupe et la plaque perforée. Des
5 lames de coupe pour poursuivre le découpage du matériau de traitement peuvent par ailleurs être prévues devant la plaque perforée; tout en étant finement découpé, le matériau hydraté en feuille 24 de la résine absorbant l'eau ou le matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau est malaxé et ensuite extrudé de la plaque perforée.
10 Dans cette étape, le matériau hydraté en feuille 24 de la résine absorbant l'eau ou le matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau (ci-après abrégés matériau hydraté de la résine absorbant l'eau) est découpé en petits fragments et, ensuite, la migration de l'eau de la ou les couches à teneur plus élevée en eau 26 vers la couche à
15 teneur plus faible en eau 28 intervient en raison d'actions telles que la collision et le malaxage entre les fragments du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau et leur collision avec la surface interne du dispositif.

En ce qui concerne les agglomérats de particules 40 du matériau
20 absorbant l'eau qui ont été extraits du hachoir 30, ils se trouvent sous la forme d'agglomérats de particules et, par ailleurs, l'ensemble des agglomérats de particules 40 du matériau absorbant l'eau présente une variation minime de la teneur en eau et possède une teneur en eau quasi constante. Les agglomérats de particules 40 du matériau absorbant l'eau,
25 par exemple, ont un diamètre moyen des particules de 1 à 20 mm et une teneur en eau de 40 % en poids.

Les agglomérats de particules 40 du matériau absorbant l'eau sous la forme d'agglomérats de particules qui sont obtenus de la manière
30 précédente peuvent toujours être utilisés à l'état hydraté mais sont généralement soumis à une étape de séchage.

Dans l'étape de séchage, un appareil de séchage à air chaud est utilisé pour sécher le matériau absorbant l'eau 40, par exemple, à une température de 170°C pendant 1 heure. Après avoir été séchés, les agglomérats de particules 40 du matériau absorbant l'eau présentent une teneur en eau de, par exemple, 5 % en poids.

(Effets et avantages de l'invention)

Dans le procédé selon la présente invention de production d'un matériau absorbant l'eau, la poudre fine de la résine absorbant l'eau est intégrée et hydratée pour l'agglomérer en un matériau hydraté, obtenant ainsi le matériau hydraté dans un état dans lequel la teneur en eau du côté surface diffère de la plage de teneur en eau dans laquelle une forte adhérence ou pouvoir collant est présenté.

Ensuite, le matériau hydraté est granulé pour obtenir ainsi le matériau absorbant l'eau en agglomérat de particules. Par conséquent, lorsque le matériau hydraté est produit et manipulé, sa surface ne présente pas un fort pouvoir collant ou adhérence. Par conséquent, le matériau hydraté est facile à manipuler. En particulier, l'opération de granulation du matériau hydraté est facile à effectuer.

En outre, la teneur totale en eau du matériau hydraté est réglée dans une plage dans laquelle les forces conjointes nécessaires pour la formation des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau peuvent être exercées. En outre, cette teneur totale en eau du matériau hydraté ne doit pas être excessivement élevée ou faible. Par conséquent, la force de cohésion entre les particules de poudre fine est suffisamment élevée de telle sorte qu'il n'y ait aucun obstacle à la manipulation du matériau hydraté. Il est facile également de sécher et enlever l'eau contenue dans les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau.

Par conséquent, un matériau absorbant l'eau qui présente des performances d'excellente qualité peut être produit avec une bonne productivité.

5 DESCRIPTION DETAILLEE DES EXECUTIONS PREFEREES

La présente invention est illustrée plus spécifiquement ci-dessous par les exemples suivants de certaines exécutions préférées. Cependant, la présente invention n'est pas limitée à ceux-ci.

10

Les méthodes de mesure et d'évaluation dans les exemples et les exemples comparatifs sont expliquées ci-dessous.

<Diamètre des particules de poids moyen (D50)>

15

En ce qui concerne le diamètre des particules de poids moyen (D50), la poudre de résine absorbant l'eau ou le matériau pulvérisé des agglomérats de particules séchés du matériau absorbant l'eau (ou du matériau absorbant l'eau) a été trié avec des cribles standard JIS (diamètres des mailles: 850 μm , 600 μm , 500 μm , 300 μm , 150 μm , 106 μm , 75 μm et 45 μm). Ensuite, les pourcentages R des résidus sur ces cribles ont été tracés sur un papier de probabilité logarithmique. A partir de là, un diamètre des particules correspondant à R = 50% en poids a été pris comme diamètre des particules de poids moyen (D50).

25

<Teneur en eau>

Cela indique quel rapport de la poudre de résine absorbant l'eau ou son matériau hydraté (désigné ci-après comme un échantillon) est représenté par l'eau. Sa relation avec la teneur en matières solides est la suivante.

30

La teneur en eau (% poids) = 100 – teneur en composants solides (% en poids).

5 Le procédé de mesure de la teneur en eau est mis en œuvre de la manière suivante.

Une quantité de 1 à 3 g (poids W1) de l'échantillon est pesée dans une coupelle en aluminium (poids W0) d'environ 5 cm de diamètre de son fond. Cet échantillon disposé dans la coupelle en aluminium est placé
10 statistiquement dans un séchoir sans vent de 180°C et ensuite séché. La durée de séchage est de 3 heures dans le cas où l'échantillon est la poudre de résine absorbant l'eau et 16 heures dans le cas où l'échantillon est le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau. Après le séchage, le poids total (W2) de la coupelle en aluminium et l'échantillon est mesuré. La teneur
15 en eau est déterminée à partir de l'équation suivante.

$$\text{Teneur en eau (\% en poids)} = (1 - (W2 - W0) / W1) \times 100$$

<Teneur réglée en composants solides>

20 Cela indique le rapport pondéral entre la poudre de résine absorbant l'eau fournie par unité de temps et l'eau à ajouter par unité de temps lorsque la présente invention est mise en œuvre en continu. Cela correspond à la teneur en composants solides du matériau hydraté finalement obtenu de la résine absorbant l'eau. Dans le cas où la présente invention est mise en
25 œuvre par lots, il s'agit du rapport pondéral de chaque charge. La teneur réglée en composants solides est déterminée à partir de l'équation suivante.

$$\begin{aligned} &\text{Teneur réglée en composants solides (\% en poids)} = \\ &\text{poids de la poudre de résine absorbant l'eau} / (\text{poids de la poudre de résine} \\ &\text{30 absorbant l'eau} + \text{poids de l'eau ajouté}) \times 100 \end{aligned}$$

<Rapport de la poudre fine régénérée>

C'est le rapport de la poudre fine d'un diamètre des particules inférieur à 150 µm (générée lorsque les agglomérats de particules séchés du matériau absorbant l'eau sont pulvérisés avec un lamineur) par rapport à la totalité des particules pulvérisées et est déterminé à partir de l'équation suivante.

Rapport (% en poids) de poudre fine régénérée = poids des particules passant 150 µm/poids des particules passant 850 µm x 100

10 <Capacité d'absorption d'eau sans charge (GVs30)>

Environ 0,2 g d'une poudre de résine absorbant l'eau ou d'un matériau absorbant l'eau (ayant été trié dans une plage de l'ordre de 600 à 300 µm avec des cribles standard JIS) a été uniformément placé dans un sac en tissu non-tissé (60 mm x 60 mm) et immergé dans une solution aqueuse de chlorure de sodium à 0,9 % en poids (solution saline physiologique) de 23° C +/- 2°C. Après 30 minutes, la sac a été extrait et ensuite rincé à l'eau à 250 G avec un séparateur centrifuge pendant 3 minutes, puis le poids W1 (g) du sac a été mesuré. La même procédure que ci-dessus a été mise en œuvre sans la résine absorbant l'eau et le poids obtenu W0 (g) a été mesuré. Ensuite, la GVs30 (g/g) a été calculée à partir de ces paramètres W1 et W0 conformément à l'équation suivante:

25
$$GVs30 \text{ (g/g)} = (\text{poids } W1 \text{ (g)} - \text{poids } W0 \text{ (g)}) / \text{poids (g) de la poudre de résine absorbant l'eau ou du matériau absorbant l'eau} - 1$$

Capacité d'absorption d'eau sous charge de 4,8 kPa (0,7 psi) (AAP 0,7 psi)>

Sur une toile métallique inoxydable de 38 μm de maille au fond d'un cylindre de support en plastique de 60 mm de diamètre interne (dans lequel la toile métallique avait été fondue sur un bord (fond) d'une section cylindrique du cylindre de support), on a réparti uniformément 0,90 g de résine absorbant l'eau (ou de matériau absorbant l'eau) et, ensuite, un piston (plaque de couverture) a été monté, le piston présentait un diamètre extérieur légèrement inférieur à 60 mm et ne formait pas d'écartement avec la surface de la paroi interne du cylindre de support mais n'était pas empêché de monter et descendre. Ensuite, le poids total W_3 (g) du cylindre de support, la résine absorbant l'eau (ou le matériau absorbant l'eau) et le piston ont été mesurés. Sur ce piston a été montée une charge ajustée de telle sorte qu'une charge de 4,8 kPa (0,7 psi) comprenant le piston puisse être uniformément appliquée sur la résine absorbant l'eau (ou le matériau absorbant l'eau). Ensuite, un dispositif de mesure a été constitué. Une plaque de filtre en verre de 90 mm de diamètre et 5 mm d'épaisseur a été montée à l'intérieur d'une boîte de Petri de 150 mm de diamètre et, ensuite, une solution aqueuse de chlorure de sodium à 0,90 % en poids (solution saline physiologique (dont la température avait été ajustée à $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$) a été ajoutée pour atteindre le même niveau que la face supérieure de la plaque de filtrage en verre sur laquelle un morceau de papier filtre de 9 cm de diamètre (n° 2 produit par Toyo Filter Paper co. Ltd) a ensuite été monté de telle sorte que toute sa surface soit mouillée, puis un excès de liquide a été éliminé.

Ledit ensemble du dispositif de mesure a été monté sur ledit papier filtre mouillé permettant ainsi à la résine absorbant l'eau (ou au matériau absorbant l'eau) d'absorber le liquide sous charge. Si la surface du liquide descendait par rapport à la face supérieure de la plaque de filtre en verre, du liquide était ajouté pour maintenir le niveau de surface du liquide à un niveau constant. Ensuite, 60 minutes plus tard, un ensemble du dispositif de mesure a été enlevé en le soulevant pour remesurer le poids W_g (g) hormis la charge (poids total du cylindre de support, résine absorbant l'eau gonflée (ou

matériau absorbant l'eau) et piston). Ensuite, l'AAP 0,7 psi (g/g) a été calculé à partir de ces poids W3 et W4 conformément à l'équation suivante:

AAP 0,7 psi (g/g) = (poids W4 (g) – poids W3 (g))/poids (g) de la résine absorbant l'eau (ou du matériau absorbant l'eau)

5

<Teneur en composant extractible (extractible dans l'eau)>

Dans un récipient en plastique de 250 ml de capacité doté d'un couvercle, 184,3 g d'une solution aqueuse de chlorure de sodium à 0,9 % en poids
10 (solution saline physiologique) ont été pesés. Ensuite, 1,00 g de poudre de résine absorbant l'eau ou de matériau absorbant l'eau (ayant été classé dans une plage de 600 à 300 µm avec des cribles standard JIS) a été ajouté à cette solution aqueuse et ils ont été agités pendant 16 heures, les composants extractibles ayant été extraits de la résine. Le liquide extrait
15 obtenu a été filtré avec un papier filtre, puis 50,0 g du filtrat obtenu ont été pesés et utilisés comme solution de mesure.

Pour commencer, seule la solution saline physiologique a d'abord été titrée avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium 0,1 N jusqu'à ce que le
20 pH ait atteint 10; puis la solution obtenue a été titrée avec un acide chlorhydrique à 0,1 N jusqu'à ce que le pH ait atteint 2,7 pour obtenir ainsi des quantités de titrage à blanc ([bNaOH] ml et [bHCl] ml).

Un procédé de titrage identique a été appliqué pour la solution de mesure, obtenant ainsi des quantités de titrage ((NaOH) ml et (HCl) ml).

25 Par exemple, si la résine absorbant l'eau se compose d'acide acrylique et de son sel sodique en quantités connues, la teneur en composants extractibles de la résine absorbant l'eau peut être calculée à partir du poids moléculaire moyen des monomères et des quantités de titrage, obtenues à partir des procédures précédentes, conformément à l'équation suivante. En cas de
30 quantités inconnues, le poids moléculaire moyen des monomères est calculé à partir du degré de neutralisation déterminé par le titrage.

Teneur en composants extractibles (% en poids)=
 $0,1 \times (\text{poids moléculaire moyen}) \times 184,3 \times 100$
 $\times ([\text{HCl}] - [\text{bHCl}]) / 1.000 / 1,0 / 50,0$

- 5 Degré de neutralisation (% en mole) =
 $(1 - [\text{NaOH}] - [\text{bNaOH}] / [\text{HCl}] - [\text{bHCl}]) \times 100$
 <Superficie spécifique>

Celle-ci a été déterminée par le procédé à point unique B.E.T. (méthode
 10 d'adsorption de Brunauer-Emmett-Teller). L'"Analyte full automatic specific
 surface area measurement apparatus 4-Sorb U1" (produit par Yuasa Ionics
 Co. Ltd) a été utilisé comme dispositif de mesure. Avant tout, environ 5 g de
 la poudre de résine absorbant l'eau ou du matériau absorbant l'eau (ayant
 préalablement été classé dans une plage de 600 à 300 µm avec des cribles
 15 standard JIS) (désigné par échantillon) ont été placés dans une microcellule
 (TYPE: QS-400) d'une capacité d'environ 13 cm³ et la microcellule contenant
 l'échantillon a ensuite été chauffée à 150°C sous un courant de gaz d'azote
 pour dégazer et déshydrater suffisamment l'échantillon. Ensuite, la
 microcellule contenant l'échantillon a été refroidie à -200°C sous un courant
 20 de gaz mixte comprenant de l'hélium et 0,1% de crypton pour ainsi amener
 l'échantillon à adsorber le gaz mixte jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint.
 Ensuite, la température de la microcellule contenant l'échantillon a été
 ramenée à température ambiante pour ainsi éliminer le gaz mixte de
 l'échantillon afin de déterminer la superficie spécifique de la poudre de résine
 25 absorbant l'eau ou du matériau absorbant l'eau de la quantité de gaz
 mélangé à du crypton éliminé. Au demeurant, l'étape d'élimination par
 adsorption de la microcellule contenant l'échantillon a été effectuée 3 fois et,
 à partir de leur valeur moyenne, la superficie spécifique (m²/g) de la poudre
 de résine absorbant l'eau ou du matériau absorbant l'eau a été déterminée.

Le dispositif précité pour un mode de mise en œuvre de la présente invention a été utilisé pour produire les agglomérats de particules 40 du matériau absorbant l'eau et les performances ont ensuite été évaluées.

- 5 En ce qui concerne la pulvérisation du matériau séché des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau, les conditions de pulvérisation ont été réglées de telle sorte que le diamètre des particules de poids moyen soit de l'ordre de 450 à 500 μm après la pulvérisation.

- 10 [Exemple de référence ... production de la poudre de résine absorbant l'eau (α)]

Dans un réacteur tel que formé par pose d'un couvercle sur un malaxeur à deux bras inoxydable à chemise d'une capacité de 10 litres possédant deux
15 lames de type sigma, un liquide de réaction a été préparé en dissolvant 7,40 g de diacrylate de polyéthylèneglycol (degré moyen du nombre molaire "n" de la polymérisation par addition de l'éthylèneoxyde = 9) en 5.500 g d'une solution aqueuse d'acrylate de sodium en ayant un degré de neutralisation de 75 % en mole (concentration en monomères: 38 % en poids, poids
20 moléculaire moyen des monomères: 88,5). Ensuite, de l'oxygène dissous a été extrait de ce liquide réactif sous une atmosphère de gaz d'azote pendant 30 minutes. Puis, 28,3 g de 10 % en poids de solution aqueuse de persulfate de sodium et 2,1 g de 1 % en poids de solution aqueuse d'acide L-ascorbique y ont été ajoutés dans des conditions d'agitation. Par
25 conséquent, la polymérisation a commencé après environ 1 minute. Ensuite, la polymérisation s'est déroulée dans la plage de 20 à 95°C tandis que le gel formé était pulvérisé. Puis, le polymère d'hydrogel réticulé obtenu (1) a été extrait après 30 minutes à compter du début de la polymérisation.

- 30 Le polymère d'hydrogel réticulé (1) tel qu'il a été obtenu ci-dessous se présentait sous la forme de petits fragments divisés présentant des diamètres d'environ 5 mm maximum. Ce polymère d'hydrogel réticulé (1)

sous la forme des petits fragments divisés a été réparti sur une toile métallique de 50 mailles (diamètre d'ouverture des mailles 300 μm) et puis séché à l'air chaud à 150°C pendant 90 minutes, puis pulvérisé sous un jeu de 0,4 mm avec un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken) et

5 ensuite classé avec un crible standard JIS ayant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm , obtenant ainsi une poudre de résine absorbant l'eau (α) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui avait un diamètre des particules de poids moyen de 430 μm et comprenait une résine présentant des diamètres des particules de 150 μm maximum dans une quantité de 12 % en

10 poids par rapport à la poudre de résine absorbant l'eau et avait une teneur en eau de 6 % en poids.

Ensuite, cette poudre de résine absorbant l'eau (α) a été classée en une poudre de résine absorbant l'eau (α_1) (présentant des diamètres des

15 particules de l'ordre de 850 à 150 μm) et une poudre de résine absorbant l'eau (α_2) (ayant des diamètres des particules de 150 μm maximum) avec un crible standard JIS ayant un diamètre d'ouverture des mailles de 150 μm . La poudre de résine absorbant l'eau (α) présentait une capacité d'absorption d'eau de 35,1 (g/g) sans charge et une teneur en composants extractibles de

20 10,1 % en poids.

[Exemple 1] ... par le biais d'un matériau hydraté en particules d'une résine absorbant l'eau (procédé 1):

25 Une quantité de 500 g de la poudre de résine absorbant l'eau (α_2) (présentant des diamètres des particules de moins de 150 μm) qui avait été obtenue à partir de l'exemple de référence a été placée dans un mélangeur Lödige de 5 litres (type M5RE produit par Gebrüder Lödige Maschinenbau GmbH). Ensuite, pendant que l'axe principal (lames en forme de racloir) du

30 mélangeur Lödige tournait à la vitesse élevée de 330 tr/min, 330 g d'eau y ont été ajoutés en une fois.

Immédiatement après l'addition d'eau, l'agitation a été interrompue et le matériau hydraté obtenu de la résine absorbant l'eau a été rapidement extrait.

5

Le matériau hydraté obtenu de la résine absorbant l'eau était le matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé 70 de la résine absorbant l'eau d'environ 10 µm de diamètre moyen des particules présentent une teneur plus faible en eau à la surface et une teneur plus élevée en eau dans la partie centrale.

10

Les teneurs en eau intérieures et extérieures du matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé obtenu 70 de la résine absorbant l'eau ont été mesurées.

15

La teneur en eau extérieure était de 39% en poids et la teneur en eau intérieure était de 70% en poids. En outre, les rapports des couches ayant cette teneur plus élevée en eau et cette teneur plus faible en eau sont les suivants: par rapport aux particules entières, la couche à teneur plus élevée en eau (couche intérieure du matériau hydraté en particules) était de 81% en poids et la couche à teneur plus faible en eau (couche de surface du matériau hydraté en particules) était de 19% en poids.

20

En outre, le matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé 70 de la résine absorbant l'eau, ayant été obtenu de la même manière que l'opération précédente en parallèle avec l'opération précédente a été placé rapidement dans un hachoir (12 VR-400K, produit par ROYAL) présentant une plaque métallique perforée de 6,2 mm de diamètre des perforations. Le matériau hydraté 70 de la résine absorbant l'eau qui avait été placé dans le hachoir et ensuite pulvérisé par malaxage a été déchargé du hachoir alors qu'il se trouvait à une température d'environ 70°C. Par conséquent, les agglomérats de particules (40) d'un matériau absorbant l'eau présentant une teneur

30

uniforme en eau (de 65 % en poids) ont été obtenus. A ce moment, ils avaient un diamètre des particules d'environ 5 mm et leur température était si élevée que la cohésion des particules était évitée.

5 Les agglomérats de particules obtenus (40) du matériau absorbant l'eau ont été étalés sur une toile métallique de 850 μm d'un diamètre d'ouverture des mailles (20 meshes) et ensuite placés dans un séchoir de type à circulation d'air chaud, puis séchés à 170°C pendant 20 minutes. Puis, le matériau séché obtenu des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau a
10 été pulvérisé sous un écartement de 0,4 mm avec un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken) et ensuite classé avec un crible standard JIS présentant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm , obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (1)) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui avait un diamètre des particules de poids moyen de 430 μm et comprenait une
15 résine présentant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm dans une quantité de 10,7 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et avait une teneur en eau de 6,0 % en poids. Ledit matériau absorbant l'eau (1) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée et par la superficie spécifique. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

20

[Exemple 2] ... par l'intermédiaire d'un matériau hydraté en feuille de résine absorbant l'eau composé de trois couches présentant des teneurs en eau différentes (procédé 2)

25 L'appareil de la Fig. 1 a été utilisé. Une fine couche d'eau a été formée sur le dessus du transporteur à courroie de 50 cm de large (qui tournait à une vitesse réglée de 0,58 m/min (10 Hz) et dont la surface avait été enduite de résine fluorée) en lui apportant de l'eau à 17,79 g/min à partir d'un gicleur à pulvérisation (KB80063 produit par Ikeuchi) disposé au-dessus du
30 transporteur à courroie. La poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) (ayant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm) qui avait été obtenue à partir de l'exemple de référence a été placée dans un chargeur de précision

(produit par Kuma Seisakusho) à et la quantité de poudre fine à fournir par ce chargeur a été réglée à 90 g/min. Au demeurant, la poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) avait préalablement été chauffée à 70°C. Cette poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) a été fournie par ledit chargeur sur le

5 transporteur à courroie sur lequel la fine couche d'eau avait été formée. En outre, l'eau a été réalimentée à 17,79 g/min par un gicleur à pulvérisation (KB80063 produit par Ikeuchi) par le dessus la poudre de résine absorbant l'eau en couches ($\alpha 2$) sur celle-ci, obtenant ainsi un matériau hydraté en

10 feuille de 2 mm d'épaisseur (24) de la résine absorbant l'eau dont la surface extérieure et l'arrière présentaient tous deux des teneurs plus élevées en eau et dont la partie centrale présentait une teneur plus faible en eau.

Le matériau hydraté en feuille obtenu (24) de la résine absorbant l'eau a été placé rapidement dans un hachoir (type TB32, produit par Hiraga) présentant

15 une plaque métallique perforée de 6,2 mm de diamètre des perforations.

Le matériau hydraté (24) de la résine absorbant l'eau qui avait été placé dans le hachoir et pulvérisé par malaxage à cette occasion a été déchargé du hachoir tout en ayant une température d'environ 70°C. Par conséquent,

20 des agglomérats de particules (40) d'un matériau absorbant l'eau présentant une teneur en eau uniforme ont été obtenus. A ce moment, ils avaient un diamètre des particules d'environ 5 mm et leur température était si élevée que la cohésion des particules était évitée.

25 Les agglomérats de particules obtenus (40) du matériau absorbant l'eau ont été étalés sur une toile métallique de 850 μ m d'un diamètre d'ouverture des mailles (20 meshes) et ensuite placés dans un séchoir de type à circulation d'air chaud, puis séchés à 170°C pendant 20 minutes. Puis, le matériau séché obtenu des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau a

30 été pulvérisé sous un écartement de 0,4 mm avec un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken) et ensuite classé avec un crible standard JIS

présentant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm , obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (2) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui avait un diamètre des particules de poids moyen de 400 μm et comprenait une résine présentant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm dans une
5 quantité de 12,5 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et avait une teneur en eau de 6,8 % en poids. Ledit matériau absorbant l'eau (2) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée et par la superficie spécifique. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

10 [Exemple 3] ... par l'intermédiaire d'un matériau hydraté en particules d'une résine absorbant l'eau (procédé 1)

L'appareil des Fig. 2 et 3 a été utilisé. La poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) (présentant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm) a été
15 fournie à 835 g/min par un chargeur précis (produit par Kuma Seisakusho) de l'admission fournissant une poudre fine du mélangeur par extrusion continue (dont le nombre de tours de l'axe principal avait été réglé à 1.500 tr/min) et le liquide aqueux a été amené à 450 g/min de l'admission d'alimentation du liquide aqueux et, ensuite, de l'air comprimé a été amené à
20 150 litres/min de l'admission d'alimentation en air, obtenant ainsi un matériau hydraté en forme d'œil de poisson inversé 70 de la résine absorbant l'eau dont la surface présentait une teneur inférieure en eau et dont la partie centrale présentait une teneur plus élevée en eau.

25 Le matériau hydraté 70 en œil de poisson inversé obtenu de la résine absorbant l'eau a été placé rapidement dans un hachoir (type TB32, produit par Hiraga) présentant une plaque métallique perforée de 9,5 mm de diamètre des perforations.

30 Le matériau hydraté 70 de la résine absorbant l'eau qui avait été placé dans le hachoir et pulvérisé par malaxage à cette occasion a été déchargé du hachoir tout en ayant une température d'environ 70°C. Par conséquent, les

agglomérats de particules (40) d'un matériau absorbant l'eau présentant une teneur en eau uniforme ont été obtenus. A ce moment, ils avaient un diamètre des particules d'environ 5 mm et leur température était si élevée que la cohésion des particules a été évitée.

5

Les agglomérats de particules obtenus (40) du matériau absorbant l'eau ont été étalés sur une toile métallique de 850 μm de diamètre d'ouverture des mailles (20 meshes) et ensuite placés dans un séchoir de type à circulation d'air chaud, puis séchés à 170°C pendant 20 minutes. Puis, le matériau
10 séché obtenu des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau a été pulvérisé dans un écartement de 0,35 mm avec un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken) et ensuite classé avec un crible standard JIS présentant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm , obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (3) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui avait
15 un diamètre des particules de poids moyen de 435 μm et comprenait une résine présentant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm dans une quantité de 15 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et avait une teneur en eau de 7 % en poids. Ledit matériau absorbant l'eau (3) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée et la superficie spécifique.
20 Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

[Exemple 4] ... par l'intermédiaire d'un matériau hydraté en particules de résine absorbant l'eau (procédé 1):

25

Un matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson inversé de résine absorbant l'eau qui s'est dissocié plus que celui de l'exemple 3 a été obtenu en effectuant la même opération que l'exemple 3 sauf que la quantité d'eau ajoutée est passée à 290 g/min. Ensuite, la même procédure que celle de l'exemple 2, y compris la classification avec le crible standard JUS
30 présentant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm , a été mise en œuvre, obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (4) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui présentait un diamètre des particules de poids moyen de

456 μm et comprenait une résine présentant des diamètres des particules de moins de 150 μm dans une quantité de 13 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et une teneur en eau de 7 % en poids. Ledit matériau absorbant l'eau (4) a été mesuré par le rapport de la poudre fine
5 régénérée et la superficie spécifique. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

[Exemple 5] .. par l'intermédiaire de matériau hydraté en particules de résine absorbant l'eau (procédé 1):

10

Un matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau a été obtenu en effectuant la même opération que dans l'exemple 3 sauf que la quantité d'eau à ajouter est passée à 210 g/min. Ensuite, la même procédure que celle de l'exemple 3, y compris la
15 classification avec le crible standard JIS présentant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm , a été mise en œuvre, obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (5) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui présentait un diamètre des particules de poids moyen de 477 μm et comprenait une résine présentant des diamètres des particules de moins de 150 μm dans une
20 quantité de 14,2 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et une teneur en eau de 7,0 % en poids. Ledit matériau absorbant l'eau (5) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

25 [Exemple 6] .. par l'intermédiaire de matériau hydraté en particules de résine absorbant l'eau (procédé 1):

Un matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson inversé de la résine absorbant l'eau a été obtenu en effectuant la même opération que dans
30 l'exemple 3 sauf que la quantité d'eau à ajouter est passée à 1.250 g/min. Ensuite, la même procédure que celle de l'exemple 3, y compris la classification avec le crible standard JIS présentant un diamètre d'ouverture

des mailles de 850 µm, a été mise en œuvre, obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (6) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui présentait un diamètre des particules de poids moyen de 464 µm et comprenait une résine présentant des diamètres des particules de moins de 150 µm dans une
5 quantité de 11,3 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et une teneur en eau de 7,0 % en poids. Ledit matériau absorbant l'eau (6) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

10 [Exemple 7] ... implique un traitement de réticulation de surface

Des surfaces de particules du matériau absorbant l'eau (2) qui avaient été obtenues dans l'exemple 2 ont été traitées par réticulation comme suit. Une quantité de 100 g du matériau absorbant l'eau (2) qui avait été obtenu dans
15 l'exemple 2 a été placée dans un mélangeur Lödige de 5 litres (type MR5, produit par Gebrüder Lödige Maschinenbau GmbH). Ensuite, tandis que l'axe principal (lames en forme de racloir) du mélangeur Lödige tournait à la vitesse élevée de 330 tr/min, un agent traitant répondant à la composition de 1,4-butanediol/propylèneglycol/eau = 0,32/0,5/2,73 % en poids (par rapport
20 au matériau absorbant l'eau) a été ajouté par pulvérisation au matériau absorbant l'eau pour les mélanger pendant 1 minute.

Immédiatement après le mélange, le matériau absorbant l'eau auquel l'agent traitant avait été ajouté a été placé dans un mélangeur à mortier (qui
25 avait été immergé dans un bain d'huile chauffé à 197°C) et ensuite traité thermiquement pendant 40 minutes.

Immédiatement ensuite, le matériau absorbant l'eau a été extrait et puis classé avec un crible standard JIS ayant une ouverture de maille de 850 µm, obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau réticulé en surface.
30

Ce matériau absorbant l'eau réticulé en surface a été mesuré par la capacité d'absorption d'eau sans charge (GVs30) et la capacité d'absorption de l'eau sous la charge de 4,8 kPa (0,7 psi) (AAP 0,7 psi). Par conséquent, GVs30 = 20,5 (g/g) AAP 0,7 psi = 19,8 (g/g).

5

[Exemple comparatif 1] ... sans pulvérisation par une force de compression mécanique:

Une quantité de 2.000 g de poudre de résine absorbant l'eau $\alpha 2$) (ayant
10 des diamètres des particules inférieurs à 150 μm) qui avait été obtenue dans l'exemple de référence a été placée dans un mélangeur Lödige de 20 litres (type M20, produit par Gebrüder Lödige Maschinenbau GmbH, avec une chemise chauffée à environ 100°C par la vapeur). Ensuite, tandis que l'axe principal (lames en forme de racloir) du mélangeur Lödige et son hachoir
15 tournaient respectivement à des vitesses élevées de 230 tr/min et 6.000 tr/min, 1.200 g d'eau chauffée à 90°C y ont été ajoutés en une fois.

La poudre de résine absorbant l'eau $\alpha 2$) et l'eau se sont immédiatement mélangées de telle sorte que le contenu complet est devenu un matériau
20 hydraté en gel de la résine absorbant l'eau présentant des diamètres des particules de l'ordre d'environ 3 à environ 10 mm. Cependant, ce matériau hydraté de la résine absorbant l'eau présentait une force adhésive si élevée que l'axe principal s'est arrêté en raison de la surcharge après 2 minutes à compter du début du mélange. En ce qui concerne le matériau hydraté
25 obtenu de la résine absorbant l'eau, ses agglomérats de particules se sont collés pour former de gros agglomérats. Ils ont été désintégrés par la force et ensuite étalés sur une toile métallique de 850 μm de diamètre d'ouverture des mailles (20 meshes) et ensuite placés dans un séchoir de type à circulation d'air chaud et séchés à 170°C pendant 20 minutes.

30

Ensuite, le matériau séché obtenu des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau a été pulvérisé sous un écartement de 0,4 mm avec un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken) et ensuite classé avec un crible standard JIS présentant un diamètre d'ouverture des mailles de 850
5 μm , obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (7) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui présentait un diamètre des particules de poids moyen de 368 μm et comprenait une résine présentant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm dans une quantité de 21,7 % en poids par rapport au
10 matériau absorbant l'eau (7) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée et la superficie spécifique. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

[Exemple comparatif 2] ... sans pulvérisation par une force de
15 compression mécanique:

Une quantité de 300 g de poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) (ayant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm) qui avait été obtenue dans l'exemple de référence a été placée dans un mélangeur à mortier de 5 l
20 (produit par Nishi Nihon Shikenki Seisakusho K.K. avec le récipient de 5 l maintenu thermiquement par un bain de 80°C). Ensuite, tandis que les lames d'agitation du mélangeur à mortier tournaient à une vitesse élevée de 60 Hz/100 V, 330 g d'eau chauffés à 90°C y ont été ajoutés en une fois.

25 La poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) et l'eau se sont mélangées dans les 10 secondes telle sorte que le contenu complet est devenu un matériau hydraté en gel de la résine absorbant l'eau présentant des diamètres des particules de l'ordre d'environ 3 à environ 10 mm. Dans le mélangeur à mortier, Cependant, ce matériau hydraté de la résine absorbant l'eau était
30 dans un état à ce point dissocié qu'il n'apparaissait pas malaxé en raison du mélange par les lames d'agitation. L'agitation à grande vitesse dans le

mélangeur à mortier a été effectuée pendant 1 minute. Ensuite, le matériau hydraté obtenu de la résine absorbant l'eau a été extrait, puis étalé sur une toile métallique de 850 μm de diamètre d'ouverture des mailles (20 meshes) et placé dans un séchoir de type à circulation d'air chaud et séché à 170°C pendant 20 minutes.

Ensuite, le matériau séché obtenu des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau a été pulvérisé sous un écartement de 0,4 mm avec un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken) et ensuite classé avec un crible standard JIS présentant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm , obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (8) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui présentait un diamètre des particules de poids moyen de 420 μm et comprenait une résine présentant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm dans une quantité de 20,0 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et une teneur en eau de 5,0 % en poids. Ledit matériau absorbant l'eau (8) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée et la superficie spécifique. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

[Exemple comparatif 3] ... par matériau hydraté de résine absorbant l'eau de 15% en poids de teneur en eau

La poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) (présentant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm) qui avait été obtenue dans l'exemple de référence a été utilisée pour effectuer la même opération que dans l'exemple 3 sauf que la quantité d'eau ajoutée a été portée à 148 g/min. Le matériau hydraté 70 en forme d'œil de poisson inversé obtenu de la résine absorbant l'eau, ayant été déchargé du mélangeur par extrusion continu, a été rapidement placé dans un hachoir (type TB32, produit par Hiraga) présentant une plaque métallique perforée de 9,5 mm de diamètre des perforations. Par conséquent, le hachoir s'est arrêté en raison d'une surcharge 2 minutes après le début de la désintégration. A l'intérieur du hachoir, le matériau

hydraté de la résine absorbant l'eau est devenu très solide et a collé à la surface interne et les lames internes ont été cassées.

[Exemple comparatif 4] ... sans pulvérisation par force de compression
5 mécanique:

La poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) (ayant des diamètres des
particules inférieurs à 150 μm) qui avait été obtenue dans l'exemple de
référence a été utilisée pour effectuer la même opération que dans l'exemple
10 3. Cependant, immédiatement, sans être passé par le hachoir, après avoir
été évacué du mélangeur par extrusion en continu, le matériau hydraté 70
obtenu de la résine absorbant l'eau a été étalé sur une toile métallique de
850 μm de diamètre d'ouverture des mailles (20 meshes) et ensuite placé
dans un séchoir de type à circulation d'air chaud puis séché à 170°C pendant
15 20 minutes. Ensuite, le matériau séché obtenu des agglomérats de particules
du matériau absorbant l'eau a été pulvérisé sous un écartement de 0,4 mm
avec un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken), puis classé avec
un crible standard JIS ayant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm ,
obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (9) d'une forme pulvérisée
20 irrégulièrement qui présentait un diamètre des particules de taille moyenne
de 332 μm et comprenait une résine possédant des diamètres des particule
inférieurs à 150 μm dans une quantité de 19,4 % en poids par rapport au
matériau absorbant l'eau et avait une teneur en eau de 2,3 % en poids. Ledit
matériau absorbant l'eau (9) a été mesuré par le rapport de la poudre fine
25 régénérée. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

[Exemple comparatif 5] ... sans pulvérisation par force de compression
mécanique

30 La poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) (ayant des diamètres des
particules inférieurs à 150 μm) qui avait été obtenue dans l'exemple de

référence a été utilisée pour effectuer la même opération que dans l'exemple 3 sauf que la quantité d'eau ajoutée a été portée à 358 g/min. Cependant, immédiatement, sans être passé par le hachoir, après avoir été évacué du mélangeur par extrusion en continu, le matériau hydraté 70 obtenu de la
5 résine absorbant l'eau a été étalé sur une toile métallique de 850 μm de diamètre d'ouverture des mailles (20 meshes) et ensuite placé dans un séchoir de type à circulation d'air chaud puis séché à 170°C pendant 20 minutes. Ensuite, le matériau séché obtenu des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau a été pulvérisé sous un écartement de 0,4 mm avec
10 un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken), puis classé avec un crible standard JIS ayant un diamètre d'ouverture des mailles de 850 μm , obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (10) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui présentait un diamètre des particules de taille moyenne de 306 μm et comprenait une résine possédant des diamètres des particules
15 inférieurs à 150 μm dans une quantité de 24,4 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et avait une teneur en eau de 2,8 % en poids. Ledit matériau absorbant l'eau (10) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans le tableau 1.

20 [Exemple comparatif 6] ... par l'intermédiaire d'un matériau hydraté en feuille de résine absorbant l'eau composé d'une couche ayant une teneur uniforme en eau.

La poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) (ayant des diamètres des
25 particules inférieurs à 150 μm) qui avait été obtenue de l'exemple de référence a été utilisée pour effectuer la même opération que dans l'exemple 2. Cependant, le matériau hydraté en feuille 24 obtenu de la résine absorbant l'eau est resté sous forme de feuille pendant 20 minutes, la teneur en eau à l'intérieur de ce matériau hydraté en feuille de la résine absorbant
30 l'eau étant alors uniformisée. Le matériau hydratant en feuille obtenu de la résine absorbant l'eau dont la teneur en eau était devenue uniforme était un agglomérat étroitement soudé, impossible à pulvériser avec le hachoir.

[Exemple comparatif 7] ... par l'intermédiaire d'un matériau hydraté de résine absorbant l'eau de 65 % en poids de teneur en eau

- 5 La poudre de résine absorbant l'eau ($\alpha 2$) (ayant des diamètres des particules inférieurs à 150 μm) qui avait été obtenue dans l'exemple de référence a été utilisée pour effectuer la même opération que dans l'exemple 3 sauf que la quantité d'eau ajoutée a été portée à 1.550 g/min.
- 10 Les agglomérats de particules (40) obtenus du matériau absorbant l'eau ont été étalés sur une toile métallique de 850 μm de diamètre d'ouverture des mailles (20 meshes) et ensuite placés dans un séchoir de type à circulation d'air chaud, puis séchés à 170°C pendant 20 minutes. Cependant, les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau n'avaient pas
- 15 assez séché. Par conséquent, ils devaient encore être séchés à 170°C pendant 20 minutes. Ensuite, le matériau séché obtenu des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau a été pulvérisé sous un écartement de 0,4 mm avec un laminoir de type WML (produit par Inokuchi Giken) et ensuite classé avec un crible standard JIS ayant un diamètre d'ouverture des
- 20 mailles de 850 μm , obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau (11) d'une forme pulvérisée irrégulièrement qui avait un diamètre des particules de poids moyen de 483 μm et comprenait une résine présentant des diamètres de particules de moins de 150 μm dans une quantité de 12,1 % en poids par rapport au matériau absorbant l'eau et une teneur en eau de 5,0 % en poids.
- 25 Ledit matériau absorbant l'eau (11) a été mesuré par le rapport de la poudre fine régénérée. Les résultats de ladite mesure sont illustrés dans tableau 1.

Tableau 1 : <Résultats de la mesure des performances>

		Teneur régée en composants solides %	% rapport du poids de poudre fine régénérée	Température de séchage °C	Durée de séchage minutes	D50 µm	Variation de D50 (de l'exemple de référence)	Superficie spécifique m ³ /g
Exemple de référence	Résine absorbant l'eau (α)	-	12,0	150	90	430	-	0,016
Exemple 1	Matériau absorbant l'eau (1)	65,0	10,7	170	90	430	0	0,042
Exemple 2	Matériau absorbant l'eau (2)	65,0	12,5	170	20	400	-30	0,041
Exemple 3	Matériau absorbant l'eau (3)	65,0	15,0	170	20	435	5	0,038
Exemple 4	Matériau absorbant l'eau (4)	74,0	13,0	170	20	456	26	0,052
Exemple 5	Matériau absorbant l'eau (5)	80,0	14,2	170	20	477	47	-
Exemple 6	Matériau absorbant l'eau (6)	40,0	11,3	170	20	464	34	-
Exemple comparatif 1	Matériau absorbant l'eau (7)	62,5	21,7	170	20	368	-62	0,036
Exemple comparatif 2	Matériau absorbant l'eau (8)	47,6	20,0	170	20	420	-10	0,038
Exemple comparatif 3	-	85,0	-	-	Une désintégration par M/C a été impossible	-	-	-
Exemple comparatif 4	Matériau absorbant l'eau (9)	65,0	19,4	170	20	332	-98	-
Exemple comparatif 5	Matériau absorbant l'eau (10)	70,0	24,4	170	20	306	-124	-
Exemple comparatif 6	-	65,0	-	-	Une désintégration par M/C a été impossible	-	-	-
Exemple comparatif 7	Matériau absorbant l'eau (11)	35,0	12,1	170	40	483	53	-

Les résultats illustrés dans le tableau I précédent sont expliqués ci-dessous.

5 L'exemple comparatif 1 est comparé à l'exemple 1 et diffère de celui-ci en ce que le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau a été séché et pulvérisé sans être pulvérisé par malaxage avec le hachoir.

Par comparaison au rapport de la poudre fine régénérée, il faut entendre que, dans l'exemple 1, le diamètre des particules de poids moyen est aussi pratiquement la valeur objective (430 μm) et, par ailleurs, le rapport
10 de la poudre fine régénérée est le $\frac{1}{2}$ de celle de l'exemple comparatif 1 de telle sorte que la régénération de la poudre fine est empêchée.

L'exemple comparatif 2 est tel que la teneur réglée en composants solides est proche de celle de l'exemple 6 et que, tout comme dans
15 l'exemple comparatif 1, la pulvérisation par malaxage du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau avec le hachoir est omise. En ce qui concerne le rapport de la poudre fine régénérée, l'exemple 6 est inférieur et, par conséquent, meilleur.

20 L'exemple comparatif 3 est comparé à l'exemple 5 et un cas est effectué dans des conditions dans lesquelles la teneur réglée en composants solides est une valeur élevée de 85 % en poids. Le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau est devenu malheureusement des agglomérés très solides à l'intérieur du hachoir de telle sorte que le hachoir s'est
25 arrêté en raison de la surcharge.

L'exemple comparatif 4 est comparé à l'exemple 3 et est tel que la teneur réglée en composants solides est la même mais que la pulvérisation par malaxage du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau avec le
30 hachoir est omise. Par rapport à cet exemple comparatif, l'exemple 3 n'est pas seulement plus excellent en ce qui concerne le pourcentage de poudre fine régénérée mais aussi plus proche de l'exemple de référence

en ce qui concerne le diamètre des particules de poids moyen (D50) après la pulvérisation (inférieur à la variation de D50) et, par conséquent, peut être réputé meilleur sur le plan de la force d'agglomération.

5 L'exemple comparatif 5 est comparé à l'exemple 4 et est tel que la teneur réglée en composants solides est la même mais que la pulvérisation par malaxage du matériau hydraté de la résine absorbant l'eau avec le hachoir est omise. En outre, dans la comparaison entre cet exemple comparatif 5 et l'exemple 4, l'exemple 4 n'est pas seulement plus
10 excellent en ce qui concerne le pourcentage de poudre fine régénérée mais aussi plus proche de l'exemple de référence en ce qui concerne le diamètre des particules de poids moyen (D50) après la pulvérisation (inférieur à la variation de D50) et, par conséquent, peut être réputé plus fort en ce qui concerne la force d'agglomération.

15 L'exemple comparatif 6 est comparé à l'exemple 2 et est tel que la pulvérisation par malaxage du matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau avec le hachoir a été tentée après que ce matériau hydraté de la résine absorbant l'eau est resté à température ambiante afin de réduire son gradient de teneur en eau à zéro. Cependant, le
20 matériau hydraté de la résine absorbant l'eau dont le gradient de teneur en eau a été réduit à zéro était un agglomérat à étroite cohésion. Par conséquent, le hachoir s'est arrêté en raison de la surcharge lorsque la pulvérisation par malaxage du matériau hydraté de la résine absorbant
25 l'eau avec le hachoir a été tentée. A partir de ce résultat, on peut dire qu'il est important que le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau soit pulvérisé par malaxage immédiatement après avoir été produit.

L'exemple comparatif 7 est tel que la teneur réglée en composants
30 solides a été réduite par rapport à celle de l'exemple 6. Les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau, ayant été pulvérisés par malaxage avec le hachoir, présentaient une telle teneur élevée en eau

(65 % en poids) qu'ils ne pouvaient suffisamment être séchés dans des conditions de séchage classiques (à 170°C pendant 20 minutes). Par conséquent, si lesdits agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau restaient tels quels, leur pulvérisation était impossible. Aussi, une
5 nouvelle durée de séchage de 20 minutes était nécessaire; autrement dit, la durée de séchage était doublée. Le séchage de longue durée est défavorable car il provoque une détérioration thermique.

[Exemple 8]

10 Une quantité de 10 g des agglomérats de particules (40) du matériau absorbant l'eau qui avaient été obtenus dans l'exemple 1 a été mélangée avec 15 g de pulpe sans être séchée. Après le mélange, le mélange obtenu a été moulé en forme de feuille et ensuite pressé (comprimé sous 2 kg/cm² pendant 1 minute), les agglomérats de particules du matériau
15 absorbant l'eau ayant été facilement fixés à la pulpe.

[Exemple comparatif 8]

De la même manière que dans l'exemple 8, la poudre fine qui avait été obtenue dans l'exemple de référence a été mélangée avec la pulpe et
20 ensuite moulée en forme de feuille. Cependant, la fine poudre avait tendance à se détacher de la pulpe en feuille obtenue. Aussi la poudre fine n'a-t-elle pas pu être fixée à la pulpe.

Divers détails de l'invention peuvent être modifiés sans s'écarter de son
25 esprit ni de sa portée. En outre, la description précédente des réalisations préférées selon la présente invention est fournie à titre purement illustratif et non aux fins de limiter l'invention, telle qu'elle définie par les revendications ci-jointes et leurs équivalents.

REVENDICATIONS

1. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau qui est un
procédé de production d'un matériau absorbant l'eau à partir d'une
5 poudre fine d'une résine absorbant l'eau dans lequel le matériau
absorbant l'eau est un matériau absorbant l'eau en particules
présentant des diamètres des particules supérieurs à la poudre
fine, le procédé comprenant:
une étape (a) d'addition d'un liquide aqueux à la poudre fine de la
10 résine absorbant l'eau de telle sorte que la teneur moyenne totale
en eau soit de l'ordre de 20 à 60 % en poids, les particules de la
poudre fine étant agglomérées pour obtenir ainsi un matériau
hydraté en particules de la résine absorbant l'eau; et
une étape (b) d'application d'une force de compression mécanique
15 au matériau hydraté en particules et, en même temps, de
pulvérisation de celui-ci, obtenant ainsi des agglomérats de
particules du matériau absorbant l'eau.
2. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau qui est un
20 procédé de production d'un matériau absorbant l'eau à partir d'une
poudre fine d'une résine absorbant l'eau dans lequel le matériau
absorbant l'eau est un matériau absorbant l'eau en particules ayant
des diamètres des particules supérieurs à la poudre fine,
comprenant:
25 une étape (a) d'addition d'un liquide aqueux à la poudre fine de la
résine absorbant l'eau de telle sorte que la teneur moyenne totale
en eau soit de l'ordre de 20 à 60% en poids, les particules de la
poudre fine étant agglomérées pour obtenir ainsi un matériau
hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau; et
30 une étape (b) d'application d'une force de compression mécanique
au matériau hydraté et, en même temps, de pulvérisation de celui-
ci, obtenant ainsi des agglomérations de particules du matériau

absorbant l'eau.

- 5 3. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon l'une des revendications 1 ou 2, dans lequel le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau est un matériau hydraté de la résine absorbant l'eau qui comprend au moins deux couches, à savoir une couche à teneur plus élevée en eau présentant une teneur en eau de 50 à 99 % en poids et une couche à teneur plus faible en eau présentant une teneur en eau de 1 à 50% en poids (hormis 50 % en poids) et possède un gradient de teneur en eau dans le matériau hydraté.
- 10 4. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon la revendication 3, dans lequel, dans le matériau hydraté de la résine absorbant l'eau ayant le gradient de teneur en eau, la partie à teneur plus élevée en eau représente 2 à 98% en poids de la totalité et la partie à teneur plus faible en eau représente 98 à 2% en poids de la totalité.
- 15 5. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon l'une des revendications 1, 3 et 4, dans lequel, dans l'étape (a), la poudre fine de la résine absorbant l'eau est mise en contact avec le liquide aqueux en agitant pour obtenir ainsi, comme matériau hydraté, un matériau hydraté en particules de la résine absorbant l'eau composé par une couche de surface à teneur plus faible en eau et une couche à teneur plus élevée en eau.
- 20 25 6. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon l'une des revendications 2 à 4, dans lequel, dans l'étape (a), la poudre fine de la résine absorbant l'eau est accumulée en couches pour obtenir ainsi, comme matériau hydraté, un matériau hydraté en feuille de la résine absorbant l'eau composé d'une couche centrale
- 30

à teneur plus faible en eau et des couches de surface à teneur plus élevée en eau de part et d'autre de la couche à teneur plus faible en eau.

- 5 7. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel les agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau sont obtenus en appliquant la force de compression mécanique au matériau hydraté et, en même temps, en les pulvérisant dans les 0,001 à 5 minutes après
- 10 que la poudre fine de la résine absorbant l'eau et le liquide aqueux sont entrés en contact l'un avec l'autre.
8. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel le matériau hydraté de la
- 15 résine absorbant l'eau a une température de 40 à 100°C avant d'être pulvérisé après que le liquide aqueux y a été ajouté.
9. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon l'une des revendications 1 à 8, qui comprend par ailleurs une étape de
- 20 séchage (c) pour le séchage ultérieur des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau après l'étape (b).
10. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon la
- 25 revendication 9, qui comprend par ailleurs une étape de pulvérisation (d) pour la pulvérisation ultérieure des agglomérats de particules du matériau absorbant l'eau après l'étape de séchage (c), obtenant ainsi un matériau absorbant l'eau composé d'une poudre fine de 150 µm maximum de diamètre des particules dans une quantité de 0 à 20% en poids en par rapport au matériau
- 30 absorbant l'eau.

5 11. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon la revendication 10, qui comprend par ailleurs une étape de réticulation en surface (e) de traitement réticulant ultérieur des surfaces ou des parties voisines des surfaces des particules du matériau absorbant l'eau après l'étape de pulvérisation (d).

10 12. Procédé de production d'un matériau absorbant l'eau selon la revendication 11, dans lequel le matériau absorbant l'eau ayant été réticulé en surface dans l'étape de réticulation en surface (e) présente une capacité d'absorption d'eau d'au moins 20 g/g sous une charge de 4,8 kPa (0,7 psi).

Fig. 1

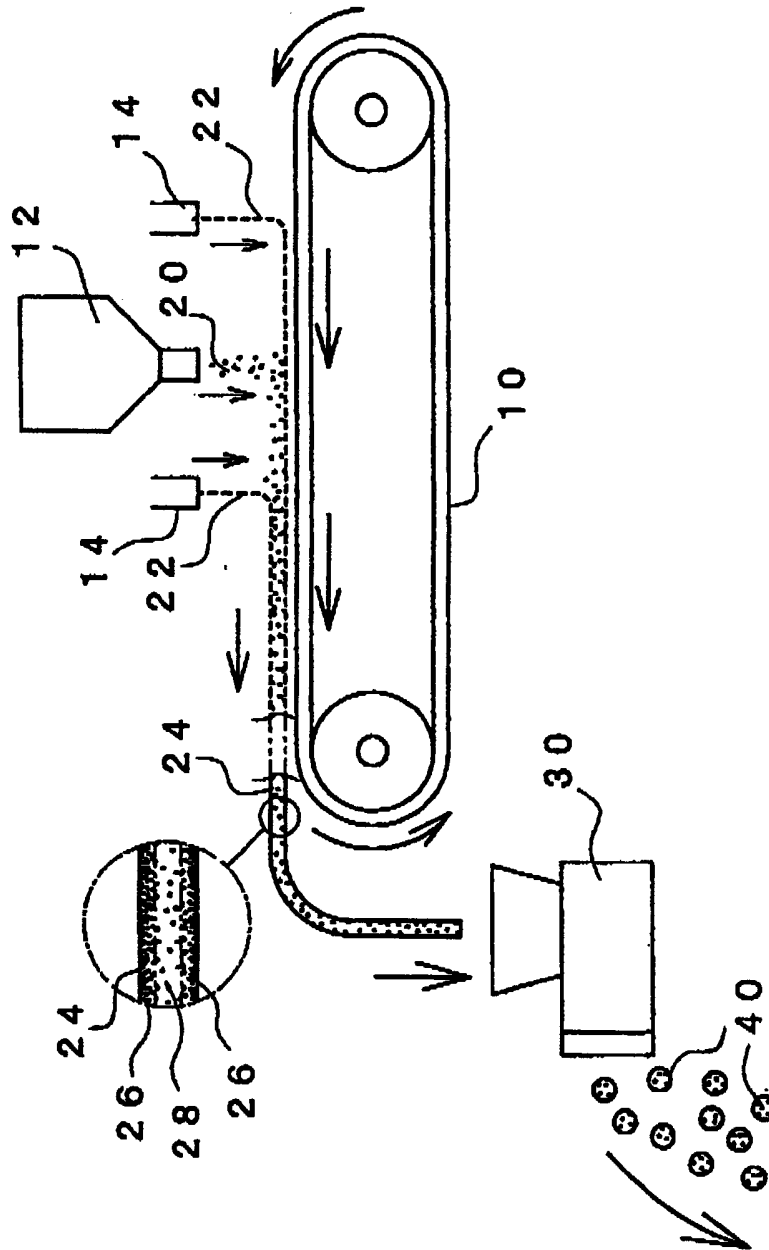


Fig. 2

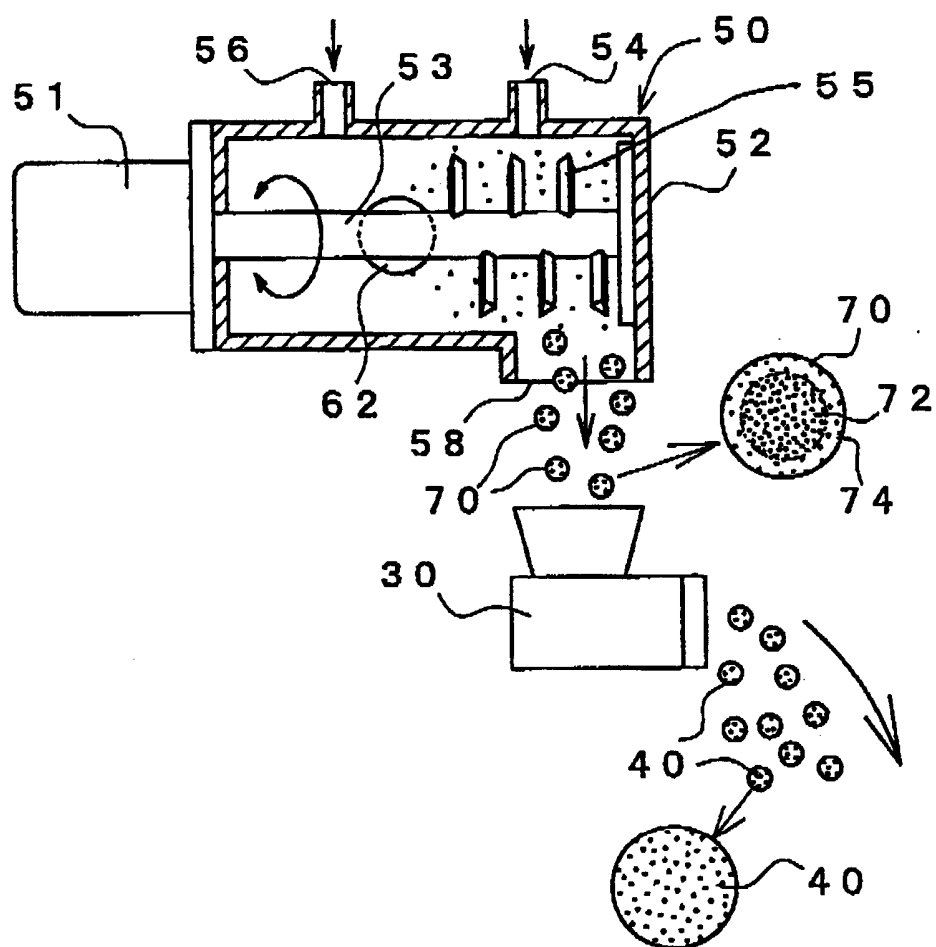
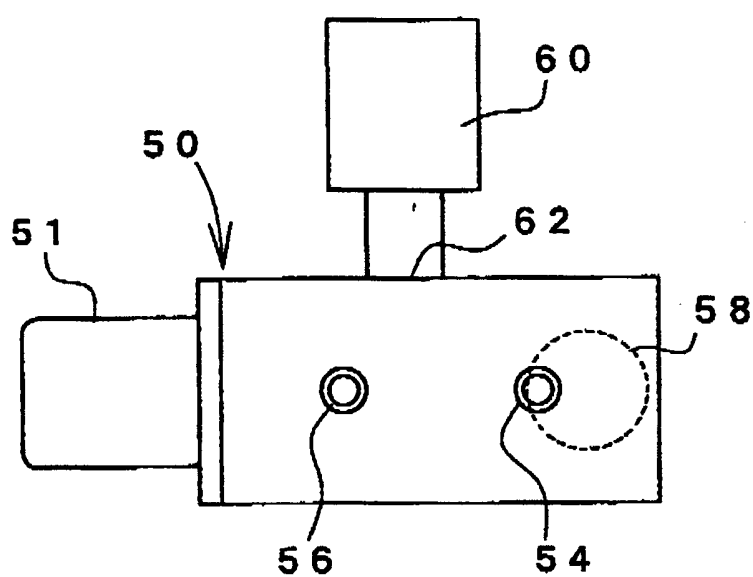


Fig. 3



ABREGE**PROCEDE DE PREPARATION D'UN MATERIAU ABSORBANT L'EAU.**

Un objet de la présente invention consiste à permettre, afin de former une poudre fine de la résine absorbant l'eau en un matériau absorbant l'eau

5 présentant des diamètres des particules favorables à un usage pratique, qu'un matériau absorbant l'eau qui présente une force d'agglomération élevée et excelle dans les performances de qualité soit obtenu à moindres coûts avec une bonne efficacité sans provoquer des problèmes d'adhérence à un tel dispositif de traitement. Comme moyen d'atteindre cet objectif, un

10 procédé selon la présente invention pour la production d'un matériau absorbant l'eau est un procédé de production d'un matériau absorbant l'eau à partir d'une poudre fine d'une résine absorbant l'eau dans laquelle le matériau absorbant l'eau est un matériau absorbant l'eau en particules possédant des diamètres des particules supérieurs à la poudre fine, le

15 procédé comprenant : une étape (a) d'addition d'un liquide aqueux à la poudre fine de la résine absorbant l'eau avec un mélangeur d'extrusion continue de type à agitation à grande vitesse 50 de telle sorte que la teneur moyenne totale en eau soit de l'ordre de 20 à 60% en poids, les particules de la poudre fine étant agglomérées pour obtenir ainsi un matériau hydraté en

20 particules 70 de la résine absorbant l'eau; et une étape (b) d'application d'une force de compression mécanique au matériau hydraté en particules 70 et, en même, la pulvérisation par malaxage de celui-ci avec, par exemple, un hachoir 30, obtenant ainsi des agglomérats de particules 40 du matériau absorbant l'eau.

25

Figure 2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

B0 8952
BE 200400274

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
X,D	EP 0 844 270 A (SANYO CHEMICAL INDUSTRIES, LTD) 27 mai 1998 (1998-05-27) * revendication 12 * * page 3, ligne 21 - ligne 27 * * page 4, ligne 19 - ligne 25 * * page 4, ligne 45 - ligne 47 * * page 4, ligne 58 - page 5, ligne 28 * * exemples 1,8 * -----	1,2,7-11	C08J3/12 C08L101/14
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			C08J
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
4 juillet 2005		Hallemesch, A	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

B0 8952
BE 200400274

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

04-07-2005

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0844270	A	27-05-1998	DE 69731597 D1	23-12-2004
			EP 0844270 A1	27-05-1998
			JP 3135878 B2	19-02-2001
			JP 10204184 A	04-08-1998