



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

(21) **PI 0714444-0 A2**

(22) Data de Depósito: 12/07/2007
(43) Data da Publicação: 19/03/2013
(RPI 2202)



(51) *Int.Cl.:*

A61L 15/22
A61L 15/60
C08F 2/10
C08F 2/34
C08F 20/04
C08K 3/00
C08J 3/24

(54) **Título:** PROCESSO PARA PREPARAR
PARTÍCULAS POLIMÉRICAS ABSORVEDORAS DE
ÁGUA, PARTÍCULAS POLIMÉRICAS
ABSORVEDORAS DE ÁGUA, USO DAS PARTÍCULAS
POLIMÉRICAS, E, ARTIGO DE HIGIENE

(30) **Prioridade Unionista:** 19/07/2006 EP 06117487.6

(73) **Titular(es):** Basf SE

(72) **Inventor(es):** Annemarie Hillebrecht, Dennis Lösch, Marco
Krüger, Matthias Weismantel, Rüdiger Funk, Stefan Blei, Uwe Stueven,
Volker Seidl, Wilfried Heide

(74) **Procurador(es):** Momsen, Leonardos & Cia

(86) **Pedido Internacional:** PCT EP2007057141 de
12/07/2007

(87) **Publicação Internacional:** WO 2008/009612 de
24/01/2008

(57) **Resumo:** PROCESSO PARA PREPARAR PARTÍCULAS
POLIMÉRICAS ABSORVEDORAS DE ÁGUA, PARTÍCULAS
POLIMÉRICAS ABSORVEDORAS DE ÁGUA, USO DAS
PARTÍCULAS POLIMÉRICAS, E, ARTIGO DE HIGIENE. Um processo
para preparar partículas poliméricas absorvedoras de água com
elevada permeabilidade por polimerização de gotículas a partir de uma
solução de monômeros em uma fase gasosa circundando as gotículas,
em que um sal inorgânico insolúvel em água é colocado em
suspensão na solução de monômeros e as partículas poliméricas têm
um diâmetro médio de pelo menos 150 µm.

“PROCESSO PARA PREPARAR PARTÍCULAS POLIMÉRICAS ABSORVEDORAS DE ÁGUA, PARTÍCULAS POLIMÉRICAS ABSORVEDORAS DE ÁGUA, USO DAS PARTÍCULAS POLIMÉRICAS, E, ARTIGO DE HIGIENE”

5 A presente invenção refere-se a um processo para preparar partículas poliméricas absorvedoras de água com elevada permeabilidade por polimerização de gotículas de uma solução de monômeros em uma fase gasosa circundando as gotículas, em que um sal inorgânico insolúvel em água é colocado em suspensão na solução de monômeros e as partículas
10 poliméricas têm um diâmetro médio de pelo menos 150 μm .

 A preparação de partículas poliméricas absorvedoras de água é como descrito na monografia "Modern Polímero superabsorvente Technology", F.L. Buchholz e A.T. Graham, Wiley-VCH, 1998, páginas 71 a 103.

15 Sendo produtos que absorvem soluções aquosas, polímeros absorvedores de água são usados para produzir fraldas, tampões, absorventes higiênicos e outros artigos de uso higiênico, mas também como agentes de retenção de água em jardinagem de mercado.

 As propriedades dos polímeros absorvedores de água podem
20 ser ajustadas via o grau de reticulação. Com crescente reticulação, a resistência do gel sobre e a capacidade de absorção cai. Isto significa que a capacidade de retenção da centrífuga (CRC) diminui com crescente absorbância sob carga (AUL) (em graus muito elevados de reticulação, a absorbância sob carga também diminui novamente).

25 Para melhorar as propriedades de uso, por exemplo condutividade de fluxo salino (SFC) no leito de gel intumescido na fralda e absorbância sob carga (AUL), partículas poliméricas absorvedoras de água são geralmente pós-reticulados. Isto aumenta apenas o grau de reticulação da superfície do glóbulo, que permite absorbância sob carga (AUL) e capacidade

de retenção na centrífuga (CRC) serem desacopladas pelo menos parcialmente. Esta pós-reticulação pode ser realizada em uma fase de gel aquoso. No entanto, preferência é dada ao revestimento de glóbulos de polímero triturados e peneirados (polímero de base) com um pós-reticulador sobre a superfície, termicamente pós-reticulando e secando os mesmos. Reticuladores apropriados para este fim são compostos que compreendem pelo menos dois grupos que podem formar ligações covalentes com os grupos carboxilato do polímero hidrofílico.

Polimerização com pulverização combina as etapas de processo de polimerização e secagem. Além disso, o tamanho da partícula é fixado dentro de certos limites por controle de processo apropriado.

A preparação de partículas poliméricas absorvedoras de água por polimerização de gotículas de uma solução de monômeros é como descrito, por exemplo, em EP-A 0 348 180, WO 96/40427, US 5.269.980, DE-A 103 14 466, DE-A 103 40 253 e DE-A 10 2004 024 437, e também os pedidos alemães anteriores 10 2005 002 412.2 e 10 2006 001 596.7.

DE-A 10 2004 042 946, DE-A 10 2004 042 948 e DE-A 10 2004 042 955, e também o pedido alemão anterior tendo o número de referência 10 2005 019 398.6, descrevem uma preparação de espessadores por polimerização de pulverização.

Foi um objeto da presente invenção prover um processo para preparar partículas poliméricas absorvedoras de água com elevada permeabilidade, isto é elevada condutividade de fluxo salino através do leito de gel intumescido.

O objeto é alcançado por um processo para preparar partículas poliméricas absorvedoras de água por polimerização de gotículas de uma solução de monômeros compreendendo

a) pelo menos um monômero etilenicamente insaturado solúvel em água,

- b) pelo menos um reticulador,
- c) pelo menos um iniciador,
- d) água,

em uma fase gasosa circundando as gotículas, em que um sal inorgânico insolúvel em água é colocado em suspensão na solução de monômeros e as partículas poliméricas têm um diâmetro médio de pelo menos 150 μm .

As partículas poliméricas absorvedoras de água obteníveis pelo processo de acordo com a invenção têm uma permeabilidade (SFC) de tipicamente pelo menos $5 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, preferivelmente pelo menos $15 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, preferivelmente pelo menos $35 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, mais preferivelmente pelo menos $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$, o mais preferivelmente pelo menos $120 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$. A permeabilidade (SFC) das partículas poliméricas absorvedoras de água é tipicamente menor do que $500 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{s/g}$.

As partículas poliméricas absorvedoras de água obteníveis pelo processo de acordo com a invenção têm um capacidade de retenção na centrífuga (CRC) de tipicamente pelo menos 10 g/g, preferivelmente pelo menos 15 g/g, preferivelmente pelo menos 20 g/g, mais preferivelmente pelo menos 25 g/g, o mais preferivelmente pelo menos 30 g/g. A capacidade de retenção na centrífuga (CRC) das partículas poliméricas absorvedoras de água é tipicamente menor do que 50 g/g.

Os sais inorgânicos insolúveis em água podem ser adicionados a uma solução de monômeros como um pó ou como uma dispersão em um meio de dispersão apropriado, por exemplo água.

Insolúvel em água significa um solubilidade menor que 2 g, preferivelmente menor que 0,1 g, mais preferivelmente menor que 0,01 g, em 100 ml de água a 25°C.

Os sais inorgânicos insolúveis em água têm um tamanho médio da partícula de tipicamente menor do que 400 μm , preferivelmente

menor do que 100 μm , preferivelmente menor do que 50 μm , mais preferivelmente menor que 10 μm ; preferência muito particular é dada à faixa de tamanho de partícula de 2 a 7 μm .

5 Sais inorgânicos apropriados insolúveis em água são, por exemplo, sulfato de cálcio e fosfato de cálcio.

Preferência é dada a usar fosfato de cálcio.

A quantidade de sal inorgânico insolúvel em água que é adicionada à solução de monômeros é tipicamente pelo menos 0,1% em peso, preferivelmente pelo menos 0,5% em peso, preferivelmente pelo menos 1% em peso, mais preferivelmente pelo menos 2% em peso, o mais preferivelmente pelo menos 5% em peso, com base em cada caso em monômero a). Quantidades excessivamente elevadas são difíceis de dispersar, isto é a teor de mais do que 25% em peso, baseado novamente no monômero a), é assim não apropriado.

15 O diâmetro médio das partículas poliméricas é preferivelmente pelo menos 200 μm , mais preferivelmente de 250 a 600 μm , muito particularmente de 300 a 500 μm , o diâmetro do glóbulo sendo determinável por dispersão de luz e significando o diâmetro médio de volume médio. 90% das partículas poliméricas têm um diâmetro de preferivelmente de 100 a 200 800 μm , mais preferivelmente de 150 a 700 μm , o mais preferivelmente de 200 a 600 μm .

O teor de oxigênio da fase gasosa é preferivelmente de 0,001 a 0,15% em volume, mais preferivelmente de 0,002 a 0,1% em volume, o mais preferivelmente de 0,005 a 0,05% em volume.

25 Além de oxigênio, a fase gasosa compreende preferivelmente somente gases inertes, isto é gases que não interferem na polimerização sob condições de reação, por exemplo nitrogênio e/ou vapor d'água.

Os monômeros a) são preferivelmente solúveis em água, isto é a solubilidade em água a 23°C é tipicamente pelo menos 1 g/100 g de água,

preferivelmente pelo menos 5 g/100 g de água, mais preferivelmente pelo menos 25 g/100 g de água, o mais preferivelmente pelo menos 50 g/100 g de água, e preferivelmente tem pelo menos um grupo ácido cada.

5 A concentração do monômeros a) em uma solução de monômeros é tipicamente de 2 a 80% em peso, preferivelmente de 5 a 70% em peso, mais preferivelmente de 10 a 60% em peso.

Monômeros apropriados a) são, por exemplo, ácidos carboxílicos etilenicamente insaturados como ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico e ácido itacônico. Particularmente
10 preferidos monômeros são ácido acrílico e ácido metacrílico. Preferência muito particular é dada a ácido acrílico.

Os monômeros a) preferidos têm pelo menos um grupo ácido, os grupos ácidos preferivelmente tendo sido pelo menos parcialmente neutralizados.

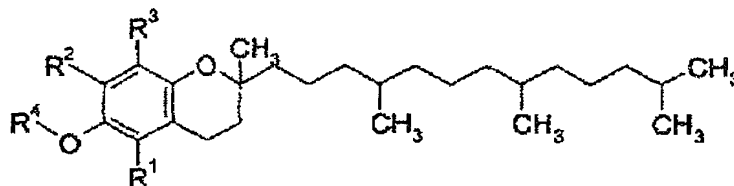
15 A proporção de ácido acrílico e/ou sais dos mesmos na quantidade total de monômeros a) é preferivelmente pelo menos 50 % em mol, mais preferivelmente pelo menos 90 % em mol e o mais preferivelmente pelo menos 95 % em mol.

Os grupos ácidos dos monômeros a) foram tipicamente
20 neutralizados parcialmente, preferivelmente em uma extensão de 25 a 85 % em mol, preferivelmente em uma extensão de 50 a 80 % em mol, mais preferivelmente em uma extensão de 60 a 75 % em mol, para que os agentes de neutralização comuns possam ser usados, preferivelmente hidróxidos de metal alcalino, óxidos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalino ou
25 hidrogenocarbonatos de metal alcalino, e misturas dos mesmos. Em vez de sais de metal alcalino, é também possível usar sais de amônio. De sódio e potássio são particularmente preferidos metais alcalinos, mas preferência muito particular é dada a hidróxido de sódio, carbonato de sódio ou hidrogenocarbonato de sódio e misturas dos mesmos. Tipicamente, a

neutralização é obtida por mistura no agente de neutralização como uma solução aquosa, como uma fusão ou também preferivelmente como um sólido. Por exemplo, de hidróxido de sódio pode estar presente com um teor de água significativamente abaixo de 50% em peso como uma massa cerosa com um ponto de fusão acima de 23°C. Neste caso, medição como um material de peça ou uma fusão em temperatura elevada é possível.

Os monômeros a), especialmente ácido acrílico, compreendem preferivelmente até 0,025% em peso de um monoéter de hidroquinona. Preferidos monoéter de hidroquinonas são éter monometílico de hidroquinona (MEHQ) e/ou tocoferóis.

Tocoferol é entendido para significar compostos da seguinte fórmula



em que R^1 é hidrogênio ou metila, R^2 é hidrogênio ou metila, R^3 é hidrogênio ou metila, e R^4 é hidrogênio ou um radical acila tendo de 1 a 20 átomos de carbono.

Radicais preferidos para R^4 são acetila, ascorbila, succinila, nicotinila e outros ácidos carboxílicos fisiologicamente compatíveis. Os ácidos carboxílicos podem ser mono-, di- ou triácidos carboxílicos.

Preferência é dada a alfa-tocoferol em que $R^1 = R^2 = R^3 =$ metila, em particular alfa-tocoferol racêmico. R^1 é mais preferivelmente hidrogênio ou acetila. RRR-alfa-tocoferol é especialmente preferido.

A solução de monômeros compreende preferivelmente no máximo 130 ppm em peso, mais preferivelmente no máximo 70 ppm em peso, preferivelmente pelo menos 10 ppm em peso, mais preferivelmente pelo menos 30 ppm em peso, em particular em torno de 50 ppm em peso, de monoéter de hidroquinona, com base em cada caso em ácido acrílico, sais de

ácido acrílico também sendo considerados como ácido acrílico. Por exemplo, a solução de monômeros podem ser preparada usando ácido acrílico tendo um teor apropriado de monoéter de hidroquinona.

Os reticuladores b) são compostos tendo pelo menos dois grupos de radical livre polimerizáveis que podem ser polimerizados por um mecanismo de radical livre na rede de polímero. Reticuladores b) apropriados são, por exemplo, dimetacrilato de etileno glicol, didiacrilato de etileno glicol, metacrilato de alila, triacrilato de trimetilolpropano, trialilamina, tetraaliloxietano, como descrito em EP-A-0 530 438, di- e triacrilatos, como descrito em EP-A-0 547 847, EP-A-0 559 476, EP-A-0 632 068, WO 93/21237, WO 03/104299, WO 03/1104300, WO 03/104301 e em DE-A-103 31 450, acrilatos mistos que, assim como grupos acrilato, compreendem outros grupos etilenicamente insaturados, como descrito em DE-A-103 314 56 e DE-A 103 55 401, ou misturas de reticulador, como descrito, por exemplo, em DE-A-195 43 368, DE-A-196 46 484, WO 90/15830 e WO 02/32962.

Reticuladores b) apropriados são em particular N,N'-metilenobisacrilamida e N,N'-metilenobismetacrilamida, ésteres de mono- ou poliácidos carboxílicos insaturados de polióis, como diacrilato ou triacrilato, por exemplo diacrilato de butanodiol, dimetacrilato de butanodiol, diacrilato de etileno glicol ou dimetacrilato de etileno glicol, e também trimetilolpropano triacrilato e compostos de alila como (met) acrilato de alila, cianurato de trialila, maleato de dialila, ésteres de polialila, tetraaliloxietano, trialilamina, tetraaliletilenodiamina, ésteres de alila de ácido fosfórico e derivados de ácido vinilfosfônico, como descrito, por exemplo, em EP-A-0 343 427. Outros reticuladores b) apropriados são éter dialílico de pentaeritritol, éter trialílico de pentaeritritol e éter tetraalílico de pentaeritritol, éter dialílico de polietileno glicol, éter dialílico de etileno glicol, éter dialílico de glicerol e éter alílico de glicerol éter, ésteres polialílicos com base em

sorbitol, e variantes etoxiladas dos mesmos. No processo de acordo com a invenção, é possível usar di(met)acrilatos de polietileno glicóis, o polietileno glicol usado tendo um peso molecular entre 300 e 1000.

No entanto, reticuladores b) particularmente vantajosos são di-
5 e triacrilatos de 3- a 15-vezes glicerol etoxilado, de 3- a 15-vezes trimetilolpropano etoxilado, de 3- a 15-vezes trimetiloletano etoxilado, em particular di- e triacrilatos de 2- a 6-vezes glicerol etoxilado ou de 2- a 6-vezes trimetilolpropano etoxilado, de 3-vezes glicerol propoxilado ou de 3-vezes propoxilado trimetilolpropano, e também de 3-vezes glicerol etoxilado
10 ou propoxilado misto ou de 3-vezes trimetilolpropano etoxilado ou propoxilado misto, de 15-vezes glicerol etoxilado ou de 15-vezes trimetilolpropano etoxilado, e também de 40-vezes glicerol etoxilado, de 40-vezes trimetiloletano etoxilado ou de 40-vezes trimetilolpropano etoxilado.

Reticulados b) muito particularmente preferidos são os
15 gliceróis polietoxilado e/ou propoxilados que foram esterificados com ácido acrílico ou ácido metacrílico para dar di- ou triacrilatos, como descrito, por exemplo em WO 03/104301. Di- e/ou triacrilatos de 3- a 10-vezes glicerol etoxilado são particularmente vantajosos. Preferência muito particular é dada a di- ou triacrilatos de 1- a 5-vezes glicerol etoxilado e/ou propoxilado. Mais
20 preferidos são os triacrilatos de 3- a 5-vezes glicerol etoxilado e/ou propoxilado. Estes apresentam particularmente teores de baixo teor residual (tipicamente abaixo de 10 ppm em peso) no polímero absorvedor de água, e os extratos aquosos dos polímeros absorvedores de água assim produzidos tem uma tensão superficial quase inalterada (tipicamente pelo menos
25 0,068 N/m) em comparação com água na mesma temperatura.

A solução de monômeros compreende tipicamente pelo menos 0,2% em peso, preferivelmente pelo menos 0,4% em peso, preferivelmente pelo menos 0,6% em peso, mais preferivelmente pelo menos 0,8% em peso e o mais preferivelmente pelo menos 1,5% em peso, de reticulador b), com base

em cada caso em monômero a).

Os iniciadores c) usados podem ser todos compostos que desintegram em radicais livres sob as condições de polimerização, por exemplo peróxidos, hidroperóxidos, peróxido de hidrogênio, persulfatos, compostos azo e iniciadores redox. Preferência é dada ao uso de iniciadores solúveis em água. Em alguns casos, é vantajoso usar misturas de vários iniciadores, por exemplo misturas de peróxido de hidrogênio e peroxodissulfato de sódio ou potássio. Misturas de peróxido de hidrogênio e peroxodissulfato de sódio podem ser usados em qualquer proporção.

Iniciadores c) particularmente preferidos são iniciadores azo como 2,2'-azobis[2-(2-imidazolina-2-il)propano]dihidrocloreto e 2,2'-azobis[2-(5-metil-2-imidazolina-2-il)propano]di-hidrocloreto, e fotoiniciadores como 2-hidroxi-2-metilpropiofenona e 1-[4-(2-hidroxietoxi) fenil]-2-hidroxi-2-metil-1-propan-1-ona, iniciadores redox como persulfato de sódio/ácido hidroximetilsulfínico, peroxodissulfato de amônio/ácido hidroximetilsulfínico, peróxido de hidrogênio/ácido hidroximetilsulfínico, persulfato de sódio/ácido ascórbico, peroxodissulfato de amônio/ácido ascórbico e peróxido de hidrogênio/ácido ascórbico, fotoiniciadores como 1-[4-(2-hidroxietoxi)fenil]-2-hidroxi-2-metil-1-propan-1-ona e misturas dos mesmos.

Os iniciadores são usados em quantidades comuns, por exemplo em quantidades a partir de 0,001 a 5% em peso, preferivelmente de 0,01 a 1% em peso, com base no monômeros a).

Para ação ótima, os inibidores de polimerização preferidos requerem oxigênio dissolvido. Assim, a solução de monômeros pode ser isentada de oxigênio dissolvido antes da polimerização por inertização, isto é fluindo através com um gás inerte, preferivelmente nitrogênio. O teor de oxigênio da solução de monômeros é preferivelmente diminuído antes da polimerização a menos do que 1 ppm em peso, mais preferivelmente a menos

do que 0,5 ppm em peso.

Os inibidores de polimerização também podem ser removidos por absorção, por exemplo em carbono ativado.

Para a polimerização na fase de gás, a solução de monômeros
5 pode ser formada em gotículas.

A polimerização nas gotículas de solução de monômero preferivelmente ocorre em fase homogênea, não levando em conta as faltas de homogeneidades causadas pelo sal inorgânico em suspensão. Isto significa que uma solução de monômeros é homogênea e que uma solução de
10 monômeros permanece homogênea mesmo durante a polimerização. O polímero pode intumescer durante a polimerização mas não precipitado fora e forma uma segunda fase na gotícula. De outra forma, vários núcleos de polímero podem ser formar em cada gotícula e formar aglomerados de partículas primárias muito pequenas durante a secagem. O objetivo do
15 processo de acordo com a invenção é a produção de uma partícula primária cada por gotícula. Os monômeros a) e os reticuladores b) são assim para serem selecionados de modo que o polímero resultante é intumescível na fase aquosa da gotícula.

O processo de acordo com a invenção é preferivelmente
20 realizado na ausência de solventes inertes hidrofóbicos. Solventes inertes hidrofóbicos são virtualmente todos os líquidos imiscíveis em água que não interferem na polimerização, isto é não compreendem grupos polimerizáveis. Imiscível em água significa que uma solubilidade dos solventes hidrofóbicos em água é menor do que 5 g/100 g, preferivelmente menor do que 1 g/100 g,
25 mais preferivelmente menor do que 0,5 g/100 g.

A formação de gotículas envolve medir a solução de monômeros em uma fase gasosa para formar gotículas. A formação de gotículas da solução de monômeros pode ser realizada, por exemplo, por meio de uma placa formadora de gotículas.

Uma placa formadora de gotículas é uma placa tendo pelo menos um furo, o líquido entrando no furo a partir do topo. A placa formadora de gotículas ou o líquido podem ser oscilados, que gera uma cadeia de gotículas nanodispersas de maneira ideal em cada furo da parte debaixo a placa formadora de gotículas.

O número e tamanho dos furos é selecionado de acordo com a capacidade e tamanho de gotícula desejados. O diâmetro de gotícula é tipicamente 1,9 vezes o diâmetro do furo. O que é importante aqui é que o líquido a ser formado em gotículas não passe através do furo muito rapidamente e a queda de pressão sobre o furo não seja muito grande. De outra forma, o líquido não é formado em gotículas, mas ao contrário o jato de líquido é rompido (pulverizado) devido à energia cinética elevada. O formador de gotículas é operado na faixa de fluxo de decomposição de jato laminar, isto é o número Reynolds com base na produção por furo e o diâmetro do furo é preferivelmente menor do que 2000, preferivelmente menor do que 1000, mais preferivelmente menor do que 500 e o mais preferivelmente menor do que 100. A queda de pressão sobre o furo é preferivelmente menor do que 2,5 bar, mais preferivelmente menor do que 1,5 bar e o mais preferivelmente menor do que 1 bar.

A placa formadora de gotículas tem tipicamente pelo menos um furo, preferivelmente pelo menos 10, mais preferivelmente pelo menos 50 e tipicamente até 10000 furos, preferivelmente até 5000, mais preferivelmente até 1000 furos, os furos tipicamente sendo distribuídos uniformemente sobre a placa formadora de gotículas, preferivelmente em assim chamado passo triangular, isto é três furos em cada caso formam os cantos de um triângulo equilátero.

O diâmetro dos furos é ajustado no desejado tamanho de gotícula.

Pode ser vantajoso colocar a placa formadora de gotículas

sobre uma placa de transporte, a placa de transporte do mesmo modo tendo furos. Neste caso, os furos da placa de transporte têm um maior diâmetro do que os furos da placa formadora de gotículas e são dispostos de modo que abaixo de cada furo da placa formadora de gotículas é dispostos um furo concêntrico da placa de transporte. Esta disposição permite uma rápida troca da placa formadora de gotículas, por exemplo a fim de gerar gotículas de outro tamanho.

No entanto, a formação de gotículas também pode ser realizada por meio de matrizes de estiramento pneumático, rotação, corte de matrizes de microválvulas a jato ou rapidamente acionáveis.

Em uma matriz de estiramento pneumático, um jato de líquido junto com uma corrente de gás é acelerado através de um diafragma de furo. A taxa de gás pode ser usada para influenciar o diâmetro do jato de líquido e assim o diâmetro da gotícula.

No caso de formação de gotículas por rotação, o líquido passa através dos orifícios de um disco rotatório. Como um resultado da força centrífuga atuando sobre o líquido, gotículas de tamanho definido são rasgadas.

Formação de gotículas por rotação é como descrito, por exemplo, em DE-A 4308842 e US 6338438.

O jato de líquido emergente também pode ser cortado em segmentos definidos por meio de uma lâmina giratória. Cada segmento então forma uma gotícula.

No caso de uso de matrizes de microválvulas, gotículas com volume de líquido definido são geradas diretamente.

A fase gasosa preferivelmente flui como um gás portador através da câmara de reação, O gás portador pode ser conduzido através da câmara de reação em co-corrente ou em contra-corrente às gotículas caindo livremente da solução de monômeros, preferivelmente em co-corrente. Após

uma passagem, o gás portador é preferivelmente reciclado pelo menos parcialmente, preferivelmente em uma extensão de pelo menos 50%, mais preferivelmente em uma extensão de pelo menos 75%, na câmara de reação como gás de ciclo. Tipicamente, a porção do gás portador é descarregada após
5 cada passe, preferivelmente até 10%, mais preferivelmente até 3% e o mais preferivelmente até 1%.

A polimerização é preferivelmente realizada em um fluxo de gás laminar. A fluxo de gás laminar é a fluxo de gás em que as camadas individuais do fluxo não se misturam mas ao contrário se movimentam em
10 paralelo. Uma medida das condições de fluxo é o número Reynolds (Re). Abaixo de um número crítico de Reynolds (Re_{crit}) de 2300, o fluxo de gás é laminar. O número Reynolds do fluxo de gás laminar é preferivelmente menor do que 2000, mais preferivelmente menor do que 1500 e o mais preferivelmente menor do que 1000. O caso limitativo menor do fluxo inerte
15 laminar de gás é uma atmosfera de gás inerte permanecendo ($Re = 0$), isto é o gás inerte não é alimentado continuamente.

A velocidade de gás é preferivelmente ajustada de modo que o fluxo no reator é dirigido, por exemplo não estão presentes correntes de convecção opostas à direção de fluxo geral, e é, por exemplo, de 0,1 a 2 m/s,
20 preferivelmente de 0,5 a 1,8 m/s, mais preferivelmente de 1 a 1,5 m/s.

O gás portador é apropriadamente pré-aquecido na temperatura de reação a montante do reator.

A temperatura de reação na polimerização termicamente induzida é preferivelmente de 70 a 250°C, mais preferivelmente de 100 a
25 220°C e o mais preferivelmente de 120 a 200°C.

A reação pode ser realizada sob pressão elevada ou sob pressão reduzida; preferência é dada para um pressão reduzida de até 100 mbar relativa à pressão ambiente.

A reação livre de gás, isto é o gás portador deixando a câmara

de reação, pode, por exemplo, ser resfriada em um trocador de calor. Isso condensa água e monômero a) não convertido. A reação livre de gás pode então ser reaquecida pelo menos parcialmente e reciclado no reator como gás de ciclo. Uma porção da reação livre de gás podem ser descarregada e substituída por gás portador fresco, em que caso água e monômeros a) não convertidos presentes na reação livre de gás podem ser removidos e reciclados.

Particular preferência é dada a sistema termicamente integrado, isto é uma porção do calor de refugo no resfriamento do livre de gás é usado para aquecer o gás de ciclo.

Os reatores podem ser aquecidos por traços. neste caso, o aquecimento por traços é ajustado de modo que a temperatura da parede é pelo menos 5°C acima da temperatura do reator interna e condensação sobre as paredes do reator é evitada de modo confiável.

O produto de reação pode ser retirado a partir do reator em um modo comum, por exemplo no fundo por meio de um parafuso transportador, e, se apropriado, secado até o teor de umidade residual desejado e no teor de monômero residual desejado.

As partículas poliméricas são subsequenteiramente pós-reticulados visando outras melhoras das propriedades.

Os pós-reticuladores apropriados são compostos que compreendem pelo menos dois grupos que podem formar ligações covalentes com os grupos carboxilato do hidrogel. Apropriados compostos são, por exemplo, alcoxissilila compostos, poliaziridinas, poliaminas, poliamidoaminas, compostos di- ou poliglicidila, como descrito em EP-A-0 083 022, EP-A-0 543 303 e EP-A-0 937 736, álcoois di- ou polifuncionais como descrito em DE-C-33 14 019, DE-C-35 23 617 e EP-A-0 450 922, ou β -hidroxialquilamidas, como descrito em DE-A-102 04 938 e US-6.239.230.

Além disso, DE-A-40 20 780 descreve carbonatos cíclicos,

DE-A-198 07 502 descreve 2-oxazolidona e seus derivados como 2-hidroxietil-2-oxazolidona, DE-A-198 07 992 descreve bis- e poli-2-oxazolidinonas, DE-A-198 54 573 descreve 2-oxotetrahydro-1,3-oxazina e seus derivados, DE-A-198 54 574 descreve N-acil- 2-oxazolidonas, DE-A-102 04 937 descreve uréias cíclicas, DE-A-103 34 584 descreve acetais de amida bicíclica, EP-A-1 199 327 descreve oxetanos e uréias cíclicas, e WO 03/031482 descreve morfolino-2,3-diona e seus derivados, como apropriados pós-reticuladores.

O processo de acordo com a invenção possibilita a preparação de partículas poliméricas absorvedoras de água tendo a elevada permeabilidade (SFC) e uma capacidade elevada de retenção na centrífuga (CRC). Para essa combinação de propriedades, uma etapa de pós-reticulação adicional tem sido até agora absolutamente necessária.

A presente invenção também provê partículas poliméricas absorvedoras de água que são obteníveis pelo processo de acordo com a invenção.

As partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água têm um teor de solvente hidrofóbico de tipicamente menor do que 0,005% em peso, preferivelmente menor do que 0,002% em peso, mais preferivelmente menor do que 0,001 % em peso e o mais preferivelmente menor do que 0,0005% em peso. O teor de solvente hidrofóbico podem ser determinado por cromatografia de gás, por exemplo por meio da técnica de espaço de topo.

Partículas poliméricas que foram obtidos por polimerização de suspensão reversa ainda compreendem tipicamente aproximadamente 0,01 % em peso do solvente hidrofóbico usado como o meio de reação.

As partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água têm um teor de tensoativo de tipicamente menor do que 1% em peso, preferivelmente menor do que 0,5% em peso, mais preferivelmente menor do que 0,1% em peso e o mais preferivelmente menor do que 0,05% em peso.

Partículas poliméricas que foram obtidos por polimerização de suspensão reversa ainda compreendem tipicamente pelo menos 1% em peso do tensoativo usado para estabilizar a suspensão.

5 As partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água são aproximadamente redondos, isto é as partículas poliméricas têm um esfericidade média de tipicamente pelo menos 0,84, preferivelmente pelo menos 0,86, mais preferivelmente pelo menos 0,88 e o mais preferivelmente pelo menos 0,9. A esfericidade (SPHT) é definida como

$$SPHT = \frac{4\pi A}{U^2}$$

10 em que A é a seção de área transversal e U é a circunferência em seção transversal das partículas poliméricas. A esfericidade média é a esfericidade média em volume.

A esfericidade média podem ser determinada, por exemplo, com o sistema de análise de imagem Carnsizer® (Retsch Technolgy GmbH; Alemanha):

15 Para a medida, o produto é introduzido através de um funil e transportado para o eixo caindo com um canal de medição. Enquanto as partículas caem além de uma parede transparente, eles são gravados seletivamente por uma câmera. As imagens gravadas são avaliadas pelo software de acordo com os parâmetros selecionados.

20 Para caracterizar a rotundidade, os parâmetros designados como esfericidade no programa são empregados. Os parâmetros relatados são as esfericidades em peso de volume médio, o volume das partículas sendo determinado através do diâmetro equivalente $x_{c_{min}}$. Para determinar o diâmetro equivalente $x_{c_{min}}$, o diâmetro da corda mais longa para um total de
25 32 diferentes direções espaciais é medido em cada caso. O diâmetro equivalente $x_{c_{min}}$, é o mais curto destes 32 diâmetros de cordas. O diâmetro equivalente $x_{c_{min}}$, corresponde ao tamanho de malha de uma peneira que a partícula pode apenas passar através. Para gravar as partículas, a assim

chamada câmera CCD-zoom (CAM-Z) é usada. Para controlar o canal de medição, a fração de cobertura de superfície de 0,5% é predefinida.

Partículas poliméricas com esfericidade relativamente baixa são obtidos por polimerização de suspensão reversa quando as partículas poliméricas são aglomerados durante ou após a polimerização.

As partículas poliméricas absorvedoras de água preparadas por polimerização em solução comum (polimerização de gel) são triturados e classificados após secagem para obter glóbulos de polímero irregulares. A esfericidade média destes glóbulos de polímero está entre aproximadamente 0,72 e aproximadamente 0,78.

A presente invenção ainda refere-se ao uso das partículas poliméricas absorvedoras de água reticulados mencionado acima em artigos de higiene. Por exemplo, o artigo de higiene pode ser construído como segue:

(A) uma cobertura permeável a líquido superior
 (B) uma camada impermeável a líquido inferior
 (C) um núcleo disposto entre (A) e (B), compreendendo de 10 a 100% em peso das partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água de 0 a 90% em peso de material de fibra hidrofílica preferivelmente de 30 a 100% em peso das partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água, de 0 a 70% em peso de material de fibra hidrofílica

mais preferivelmente de 50 a 100% em peso das partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água, de 0 a 60% em peso de material de fibra hidrofílica,

especialmente preferivelmente de 70 a 100% em peso das partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água, de 0 a 30% em peso de material de fibra hidrofílica,

e o mais preferivelmente de 90 a 100% em peso das partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água, de 0 a 10% em peso de material

de fibra hidrofílica,

(D) se apropriado, a camada de tecido imediatamente acima e abaixo do núcleo (C)

e

5 (E) se apropriado, uma camada de absorção disposta entre (A) e (C).

Artigos de higiene são entendidos para significar, por exemplo, chumaços para incontinência e cuecas para incontinência para adultos ou fraldas para bebês.

10 A cobertura permeável a líquido (A) é a camada que está em contato direto com a pele. O material para isso consiste de fibras sintéticas comuns ou semi-sintéticas ou filmes de poliéster, poliolefinas, rayon ou fibras naturais como algodão. No caso de materiais não tecidos, as fibras devem geralmente ser ligadas por ligadores como poliacrilatos. Preferidos materiais
15 são poliéster, rayon e misturas dos mesmos, polietileno e polipropileno. Exemplos de camadas permeáveis a líquido são como descritos em WO 99/57355, EP-A 1 023 883.

A camada permeável a líquido (B) consiste geralmente de um filme de polietileno ou polipropileno,

20 Além das partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água, o núcleo (C) compreende material de fibra hidrofílica é entendido para significar que líquidos aquosos espalham-se rapidamente sob as fibras. Geralmente, o material de fibra é celulose, celulose modificado, rayon, poliéster como tereftalato de polietileno. Particular preferência é dada a fibras
25 de celulose como pasta química. As fibras geralmente têm um diâmetro de 1 a 200 μm , preferivelmente de 10 a 100 μm . Além disso, as fibras têm um comprimento mínimo de 1 mm.

A estrutura e a forma das fraldas é de conhecimento comum sendo como descrito, por exemplo, em WO 95/26209 página 66 linha 34 a

página 69 linha 11, DE-A 196 04 601, EP-A 0 316 518 e EP-A 0 202 127. Fraldas e outros artigos de uso higiênico são também como descrito em termos gerais em WO 00/65084, especialmente nas páginas 6 a 15, WO 00/65348, especialmente nas páginas 4 a 17, WO 00/35502, especialmente páginas 3 a 9, DE-A 197 37 434 e WO 98/08439. Artigos de higiene para higiene feminina são como descritos em nas seguintes referências. As partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água podem ser usados nos mesmos. Referências sobre higiene feminina: WO 95/24173: Absorption Article for Controlling Odour, WO 91/11977: Body Fluid Odour Control, EP-A 0 389 023: Absorbent Sanitary Articles, WO 94/25077: Odour Control Material, WO 97/01317: Absorbent Hygienic Article, WO 99/118905, EP-A 0 834 297, US 5,762,644, US 5.895.381, WO 98/157609, WO 00/65083, WO 00/69485, WO 00/69484, WO 00/69481, US 6,123,693, EP-A 1 104 666, WO 01/24755, WO 01/00115, EP-A 0 105 373, WO 01/41692, EP-A 1 074 233. Tampões são como descritos nos seguintes documentos: WO 98/48753, WO 98/41179, WO 97/109022, WO 98/46182, WO 98/46181, WO 01/43679, WO 01/43680, WO 00/61052, EP-A 1 108 408, WO 01/33962, DE-A 100 20 662, WO 01/01910, WO 01/01908, WO 01/01909, WO 01/01906, WO 01/01905, WO 01/24729. Artigos para incontinência são como descritos nos seguintes documentos: Disposable Absorbent Article for Incontinent individuals: EP-A 0 311 344 descrição páginas 3 a 9, Disposable Absorbent Article: EP-A 0 850 623, Absorbent Article: WO 95/26207, Absorbent Article: EP-A 0 894 502, Dry Laid Fibrous Structure: EP-A 0 850 616, WO 98/22063, WO 97/49365, EP-A 0 903134, EP-A 0 887 060, EP-A 0 887 059, EP-A 0 887 058, EP-A 0 887 057, EP-A 0 887 056, EP-A 0 931 530, WO 99/25284, WO 98/48753. Artigos para higiene feminina e artigos para incontinência são como descritos nos seguintes documentos: Catamenial Device: WO 93/22998 descrição páginas 26 a 33, Absorbent Members for Body Fluids: WO 95/26209 descrição páginas 36 a

69, Disposable Absorbent Article: WO 98/20916 descrição páginas 13 a 24, Improved Composite Absorbent Structures: EP-A 0 306 262 descrição páginas 3 a 14, Body Waste Absorbent Article: WO 99/45973. Essas referências são aqui incorporadas explicitamente na descrição da invenção.

5 Além das partículas poliméricas absorvedoras de água inventivos descritos acima, construções que compreendem as partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água ou aos quais eles são fixados podem estar presentes na composição absorvente de acordo com a presente invenção. Uma construção apropriada é qualquer que pode acomodar as
10 partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água e que pode adicionalmente ser integrada na camada de absorção. Uma multitude de tais composições já é conhecida. Uma construção para a incorporação das partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água pode, por exemplo, ser uma matriz de fibras que consiste de uma mistura de fibra de celulose (tela
15 depositada a ar, tela depositada no estado úmido) ou de fibras de polímero sintéticas (tela soprada no estado fundido, tela ligada por fiação), ou mais de uma mistura de fibra composto de fibras de celulose e fibras sintéticas. Possíveis materiais de fibra são como descritos em detalhe no capítulo que segue. O processo de uma tela depositada a ar é esboço, por exemplo, no
20 pedido de patente WO 98/28478. Além disso, espumas de poros abertos ou semelhantes pode servir para a incorporação de partículas poliméricas absorvedoras de água .

 Alternativamente, tal construção pode ser formada unindo duas camadas individuais para formar uma câmara ou, melhor, uma multitude
25 de câmaras que compreendem as partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água. Tal sistema de câmara está delineado em detalhes no pedido de patente EP-A 0 615 736 página 7 linha 26 ff.

 Neste caso, pelo menos uma das duas camadas deve ser permeável a água. A segunda camada podem ser quer permeável a água ou

impermeável a água. A camada de material usado podem ser tecidos ou outro pano, espumas de célula fechada ou aberta, filmes perfurados, elastômeros ou tecidos feitos de material de fibra. Quando a composição absorvente consiste de uma construção de camadas, a camada de material deve ter uma estrutura

5 de poro das quais as dimensões de poro são pequenas o bastante para reterem as partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água. Os exemplos acima da construção da composição absorvente também incluem materiais laminados de pelo menos duas camadas, entre que as partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água são incorporados e fixados.

10 Geralmente, é possível para fixar partículas de hidrogel dentro do núcleo do absorvente para melhorar a assim chamada integridade seca e molhada. Integridade seca e molhada é entendido para significar a capacidade de incorporar partículas poliméricas absorvedoras de água na composição absorvente de modo que eles resistem a forças externas ambos em estado

15 molhado e em seco e não ocorrem deslocamentos ou vazamentos de polímero altamente intumescível. Forças são entendidas para significar em particular estresses mecânicos, como ocorre enquanto movendo em torno de quando vestindo, o artigo de higiene, ou mais o estresse de peso no artigo de higiene no caso de incontinência em particular. Para uma fixação, existem uma

20 multitude de possibilidades que são conhecidas para versado na técnica. Exemplos como fixação por tratamento térmico, adição de adesivos, termoplásticos, materiais ligadores são anotados no pedido de patente WO 95/26209 página 37 linha 36 a página 41 linha 14. Referida passagem é assim parte desta invenção. Métodos para aumentar a força úmida são

25 também encontrados no pedido de patente WO 00/36216.

Além disso, a composição absorvente pode também consistir de um material veículo, por exemplo um filme de polímero, em que as partículas poliméricas absorvedoras de água são fixados. A fixação pode ser empregada quer em um lado ou em ambos lados. O material veículo pode ser

permeável a água ou impermeável a água.

Nas construções acima da composição absorvente, as partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água são incorporados com uma proporção de peso de 10 a 100% em peso, preferivelmente de 30 a 100% em peso, mais preferivelmente de 50 a 100% em peso, especialmente preferivelmente de 70 a 100% em peso, e o mais preferivelmente de 90 a 100% em peso, com base no peso total da construção e das partículas poliméricas absorvedoras de água .

A estrutura da presente composição absorvente inventiva é com base em vários materiais de fibra, que são usados como uma rede de fibra ou matrizes. A presente invenção inclui ambas, fibras de origem natural (modificadas ou não modificadas) e fibras sintéticas.

Uma visão geral detalhada de exemplos de fibras que podem ser usadas na presente invenção é dada pelo pedido de patente WO 95/26209 página 28 linha 9 a página 36 linha 8. Referida passagem é assim parte desta invenção.

Exemplos de fibras de celulose incluem fibras de celulose que são comumente usadas nos produtos de absorção, como pasta de felpas e celulose do tipo de algodão. Os materiais (madeiras moles ou duras), processos de produção como pasta química, pasta semiquímica, pasta quimotermomecânica (CTMP) e processos de branqueamento não são particularmente restritos. Por exemplo, fibras de celulose naturais como algodão, linho, seda, lã, juta, etilcelulose e acetato de celulose são usadas.

Fibras sintéticas apropriadas são produzidas de cloreto de polivinila, fluoreto de polivinila, politetrafluoroetileno, cloreto de polivinilideno, compostos poliacrílicos como ORLON[®], acetato de polivinila, acetato de polietil vinila, álcool de polivinila solúvel ou insolúvel. Exemplos de fibras sintéticas incluem fibras de poliolefina termoplástico, como polietileno fibras (PULPEX[®]), fibras de polipropileno e fibras bicomponente

de polietileno-polipropileno, fibras de poliéster, como fibras de tereftalato de polietileno (DACRON[®] ou KODEL[®]), copoliésteres, acetato de polivinila, acetato de polietil vinila, cloreto de polivinila, cloreto de polivinilideno, poliacrílicos, poliamidas, copoliamidas, poliestireno e copolímeros dos
5 polímeros anteriormente mencionados e também fibras bicomponente compostas de copolímero de tereftalato de polietileno-polietileno-isoftalato, acetato de polietil vinila/polipropileno, polietileno/poliéster, polipropileno/poliéster, copoliesterpoliéster, fibras de poliamida (náilon), fibras de poliuretano, fibras de poliestireno e fibras de poliacrilonitrila. Preferência é
10 dada a fibras de poliolefina, fibras de poliéster e suas fibras bicomponente. Preferência é ainda dada a fibras bicomponente termicamente adesivas compostas de poliolefina do tipo núcleo - bainha e tipo lado a lado por conta de sua excelente estabilidade dimensional seguindo absorção de fluido.

As fibras sintéticas mencionadas são preferivelmente usadas
15 em combinação com fibras termoplásticas. No curso do tratamento térmico, o último migra para alguma extensão na matriz do material de fibra presente e deste modo constitui sítios de ligação e renovados elementos de endurecimento no resfriamento. Além disso, a adição de fibras termoplásticas significa que existe um aumento nas dimensões do poro presente após o
20 tratamento térmico ter ocorrido. Isso torna possível, por adição medida contínua de fibras termoplásticas durante a formação de camada absorvente, para continuamente aumentar a fração de fibras termoplásticas na direção da folha de topo, que resulta em um aumento similarmente contínuo nos tamanhos dos poros. Fibras termoplásticas podem ser formadas de uma
25 multitude de polímeros termoplásticos que têm ponto de fusão menor do que 190°C, preferivelmente na faixa de 75°C a 175°C. Essas temperaturas são muito baixas para dano às fibras de celulose ser provável.

Comprimentos e diâmetros das fibras sintéticas acima descritas não são particularmente restritos, e geralmente qualquer fibra de 1 a 200 mm

em comprimento e de 0,1 a 100 denier (grama por 9000 metros) em diâmetro pode preferivelmente ser usada. Fibras termoplásticas preferidas são de 3 a 50 mm em comprimento, fibras termoplásticas particularmente preferidas são de 6 a 12 mm em comprimento. O diâmetro preferido para as fibras termoplásticas está na faixa de 1,4 a 10 decitex, e a faixa de 1,7 a 3,3 decitex (grama por 10 000 metros) é particularmente preferido. A forma das fibras pode variar; exemplos incluem tipos de tecidos, tipos cilíndricos estreitos, tipos de fios cortados/divididos, tipos de fibra de lã e tipos de fibra de filamento contínuo.

As fibras na composição absorvente da presente invenção podem ser hidrofílicas, hidrofóbicas ou uma combinação das duas. De acordo com a definição de Robert F. Gould na publicação 1964 American Chemical Society "Contact angle, wettability and adhesion", uma fibra é referida como hidrofílica quando o ângulo de contato entre o líquido e a fibra(ou a superfície da fibra) é menor do que 90° ou quando o líquido tende a propagar espontaneamente na mesma superfície. Os dois processos são geralmente coexistentes, de modo inverso, uma fibra é denominada hidrofóbica quando o ângulo de contato maior do que 90° é formado e nenhum espalhamento é observado.

Preferência é dada a usar fibra hidrofílica. material. Particular preferência é dada a usar material de fibra que é fracamente hidrofílica no lado do corpo e que é no seu máximo hidrofílica na região circundando as partículas poliméricas absorvedoras de água. No processo de fabricação, o uso de camadas tendo hidrofílicidades diferentes criam um gradiente que canais impingindo fluido ao hidrogel, que é ultimamente absorvido.

Fibras hidrofílicas apropriadas para uso na composição absorvente da presente invenção incluem por exemplo fibras de celulose, fibras de celulose modificada, rayon, fibras de poliéster, por exemplo tereftalato de polietileno (DACRON[®]), e náilon hidrofílico (HIDROFIL[®]).

Fibras hidrofílicas apropriadas podem também ser obtidas hidrofalizando fibras hidrofóbicas, por exemplo o tratamento de fibras termoplásticas obtidas de poliolefinas (por exemplo polietileno ou polipropileno, poliamidas, poliestirenos, poliuretanos, etc.) com tensoativos ou sílica. No entanto, por
5 razões de custo e facilidade de disponibilidade, fibras de celulose são preferidas.

As partículas poliméricas inventivas absorvedoras de água são incrustados em material de fibra como descrito. Isso pode ser feito de várias formas, por exemplo usando o material de hidrogel e as fibras juntos para
10 criar uma camada absorvente na forma de uma matriz, ou incorporando partículas poliméricas absorvedoras de água em camadas misturadas de fibra, em que elas são enfim fixadas, quer por meio de adesivo ou laminação das camadas.

A matriz de fibra adquirindo fluido e distribuindo fluido pode
15 compreender fibra sintética ou fibra de celulose ou uma mistura de fibra sintética com fibra de celulose, em que caso a relação de mistura pode variar de (100 a 0) fibra sintética : (0 a 100) fibra de celulose. As fibras de celulose usadas podem adicionalmente ter sido quimicamente endurecidas para aumentar a estabilidade dimensional do artigo de higiene.

O endurecimento químico de fibras de celulose pode ser
20 provido de diferentes formas. Uma forma de realizar endurecimento de fibra é adicionando revestimentos apropriados ao material de fibra. Tais aditivos incluem, por exemplo, revestimento de poliamida- epicloroidrina (Kymene[®] 557 H, Hercules, Inc. Wilmington, Delaware, USA), revestimentos de
25 poliacrilamida (como descrito em US-A-3,556,932 ou como o Perez[®] 631 NC produto comercial de American Cyanamid Co., Stamford, CT, USA), revestimentos de melamina-formaldeído e revestimentos de polietilenoimina.

Fibras de celulose podem também ser quimicamente endurecidas por reação química. Por exemplo, substâncias de reticulador

apropriadas podem ser adicionadas para conseguir reticulação que ocorre dentro da fibra. Substância de reticulador apropriados são substâncias típicas que são usadas para ligar cruzado monômeros. Eles incluem, mas não são limitados, C₂-C₈-dialdeídos, C₂-C₈-monoaldeídos tendo funcionalidade de ácido e em particular C₂-C₉-poliácidos carboxílicos. Substâncias específicas desse grupo são, por exemplo, glutaraldeído, glioxal, ácido glioxílico, formaldeído e ácido cítrico. Essas substâncias reagem com pelo menos dois grupos hidroxila além de qualquer cadeia de celulose ou entre duas cadeias de celulose adjacentes dentro de qualquer fibra de celulose. A reticulação endurece as fibras, para que maior estabilidade dimensional seja concedida como um resultado desse tratamento. Além disso devido a seu caráter hidrofílico, essas fibras exibem combinações uniformes de endurecimento e elasticidade. Esta propriedade física torna possível reter a estrutura capilar mesmo sob contato simultâneo com fluido e forças compressoras e prevenir colapso prematuro.

Fibras de celulose quimicamente reticuladas são conhecidas e como descrito em WO 91/11162, US 3.224.926, US 3.440.135, US 3.932.209, US 4.035.147, US 4.822.453, US 4.888.093, US 4.898.642 e US 5.137.537. A reticulação química consegue endurecimento do material de fibra, que é enfim refletido na estabilidade dimensional melhorada para o artigo de higiene como um todo. As camadas individuais são unidas por métodos conhecidos para versado na técnica, por exemplo fundindo por tratamento térmico, adição de adesivos de fusão quente, ligadores de látex, etc.

Exemplos de processos para obter uma composição absorvente que compreende, por exemplo, um material veículo para que partículas poliméricas absorvedoras de água são fixados em um ou ambos lados são conhecidos e incluídos pela invenção mas não são limitados pela mesma.

Exemplos de processos para obter uma composição absorvente

compreendendo partículas poliméricas absorvedoras de água (c) incrustados em uma mistura de material de fibra de fibras sintéticas (a) e fibras de celulose (b), a relação de mistura variando de (100 a 0) fibra sintética : (0 a 100) fibra de celulose, incluem (1) um processo em que (a), (b) e (c) são
5 misturados juntos em um e ao mesmo tempo, (2) um processo em que a mistura de (a) e (b) é misturada em (c), (3) um processo em que a mistura de (b) e (c) é misturada com (a), (4) um processo em que a mistura de (a) e (c) é misturada em (b), (5) um processo em que (b) e (c) são misturados e (a) é continuamente medido em, (6) um processo em que (a) e (c) são misturados e
10 (b) é continuamente medido em, e (7) um processo em que (b) e (c) são misturados separadamente em (a). Desses exemplos, processos (1) e (5) são preferidos. O aparelho usado nesse processo não é particularmente restrito e qualquer aparelho comum conhecido do versado na técnica pode ser usado. A composição absorvente obtida dessa forma pode opcionalmente ser submetida
15 a um tratamento térmico, de modo a resultar em uma camada de absorção tendo excelente estabilidade dimensional no estado úmido. O tratamento térmico processo não é particularmente restrito. Exemplos incluem tratamento térmico alimentando ar quente ou irradiação infravermelho. A temperatura do tratamento térmico está na faixa de 60°C a 230°C, preferivelmente de 100°C
20 a 200°C, particularmente preferivelmente de 100°C a 180°C.

A duração do tratamento térmico depende do tipo de fibra sintética, sua quantidade e a taxa de produção de artigo de higiene. Geralmente a duração do tratamento térmico está na faixa de 0,5 segundo a 3 minutos, preferivelmente de 1 segundo a 1 minuto.

25 A composição absorvente é geralmente provida por exemplo com um folha de topo permeável a líquido e uma folha de fundo impermeável a líquido. Ademais, as bainhas das pernas e etiquetas adesivas são presas para finalizar o artigo de higiene. Os materiais e tipos de folha de topo permeável e folha de fundo impermeável das bainhas da perna e etiquetas adesivas são

conhecidos do versado na técnica e não são particularmente restritos. Exemplos disto podem ser encontrados em WO 95/26209.

As partículas poliméricas absorvedoras de água são testados por meio dos métodos de teste como descrito abaixo.

5 Métodos:

As medidas devem, salvo afirmado em contrário, ser realizadas em temperatura ambiente de $23 \pm 2^\circ\text{C}$ e uma umidade atmosférica relativa de $50 \pm 10\%$. Os polímeros absorvedores de água são misturados completamente antes da medida.

10 Condutividade de fluxo salino (SFC)

A condutividade de fluxo salino de uma camada de gel intumescida sob carga de pressão de 0,3 psi (2070 Pa) é, como descrito em EP-A-0 640 330, determinado como a permeabilidade da camada de gel de uma camada de gel intumescida de polímero superabsorvente, apesar do
15 aparelho como descrito na página 19 e em figura 8 no pedido de patente acima mencionado ser modificado com o efeito de que a frita de vidro (40) não ser mais usada, o êmbolo (39) consiste do mesmo material de polímero como o cilindro (37) e agora compreende 21 furos de tamanho igual distribuídos uniformemente sobre toda a superfície de contato. O
20 procedimento e a avaliação da medida permanece inalteradas de EP-A-0 640 330. A taxa de fluxo é registrada automaticamente.

A condutividade de fluxo salino (SFC) é calculada como a seguir:

$$\text{SFC} [\text{cm}^3/\text{s/g}] = (\text{Fg}(t=0) \times L_0) / (d \times A \times \text{WP}),$$

em que $\text{Fg}(t = 0)$ é a taxa de fluxo de solução de NaCl em g/s,
25 que é obtida por meio de uma análise de regressão linear dos dados de $\text{Fg}(t)$ das determinações de fluxo por extrapolação para $t = 0$, L_0 é a espessura da camada de gel em cm, d é a densidade da solução de NaCl em g/cm^3 , A é a área de superfície da camada de gel em cm^2 e WP é a pressão hidroestática

sobre a camada de gel em dyn/cm^2 .

Capacidade de retenção na centrífuga (CRC)

A capacidade de retenção na centrífuga das partículas poliméricas absorvedoras de água é determinado pelo método de teste
5 recomendado pelo EDANA (European Disposables and Nonwovens Association) No. 441.2-02 "Capacidade de retenção na centrífuga".

Os valores relatados para a capacidade de retenção na centrífuga são com base nas partículas poliméricas absorvedoras de água anidros, isto é os valores obtidos foram corrigidos de acordo com o teor de
10 água das partículas poliméricas absorvedoras de água antes da medida. O teor de água das partículas poliméricas absorvedoras de água é determinado pelo método de teste recomendado pelo EDANA (European Disposables and Nonwovens Association) No. 430,2-02 "Teor de umidade".

Os métodos de teste da EDANA são obteníveis, por exemplo,
15 a partir de European Disposables e Nonwovens Association, Avenue Eugene Plasky 167, B-1030 Brussels, Bélgica .

Exemplos:

14,6 kg de acrilato de sódio (37,5% em peso solução em água) e 1,4 kg de ácido acrílico foram misturados com 22,4 g de triacrilato de 15-
20 vezes etoxilado trimetilolpropano. A solução foi formada em gotículas em uma torre de formação de gotículas aquecida carregada com atmosfera de nitrogênio (180°C , altura 12 m, largura 2 m, velocidade de gás 0,1 m/s em co-corrente). A taxa de medição foi 16 kg/h. A placa formadora de gotículas tinha 37 furos de $170\ \mu\text{m}$. O diâmetro da placa formadora de gotículas foi
25 65 mm. O iniciador e fosfato de cálcio foram medidos individualmente em uma solução de monômeros através de um misturador Venturi logo a montante do formador de gotículas, O iniciador usado foi a 15% em peso solução de 2,2'-azobis[2-(2-imidazolin-2-il)propano] di-hidrocloreto em água. Fosfato de cálcio foi usado na forma de uma solução aquosa de 30% em

peso (dispersão de fosfato de cálcio tipo TCP 130 de Rhodia). A taxa de medição da solução de iniciador foi 0,224 kg/h. A temperatura de saída de gás de uma torre de formação de gotículas foi 130°C. O diâmetro médio de partícula de as partículas poliméricas resultantes foi 270 μm .

- 5 As partículas poliméricas resultantes absorvedores de água foram então analisados. Os resultados são resumidos na tabela 1:

Tabela 1: Influência do sal inorgânico

Exemplo	Teor de fosfato de cálcio*)	CRC [g/g]	SFC [10 ⁻⁷ cm ³ s/g]
1	nenhum	41,6	1
2	0,5% em peso	40,6	7
3	3% em peso	39,0	19
4	5% em peso	37,9	35

*) com base em ácido acrílico

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparar partículas poliméricas absorvedoras de água por polimerização de gotículas de uma solução de monômeros compreendendo

- 5 a) pelo menos um monômero etilenicamente insaturado,
 b) pelo menos um reticulador,
 c) pelo menos um iniciador,
 d) água,

10 em uma fase gasosa circundando as gotículas, caracterizado
pelo fato de que um sal inorgânico insolúvel em água é colocado em suspensão na solução de monômeros e as partículas poliméricas têm um diâmetro médio de pelo menos 150 μm .

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato que o monômero a) tem pelo menos um grupo ácido.

15 3. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que os grupos ácidos do monômero a) foram pelo menos parcialmente neutralizados.

20 4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que monômero a) é ácido acrílico em uma extensão de pelo menos 50 % em mol.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que as partículas poliméricas têm um diâmetro médio de pelo menos 200 μm .

25 6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que pelo menos 90% em peso das partículas poliméricas têm um diâmetro de 100 a 800 μm .

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que um gás portador flui através da câmara de reação.

8. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o gás portador deixando a câmara de reação é reciclado pelo menos parcialmente após uma passagem.

5 9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o teor de oxigênio do gás portador é de 0,001 a 0,15% em volume.

10 10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que as partículas poliméricas resultantes são secadas e/ou pós-reticuladas em pelo menos uma outra etapa de processo.

11. Partículas poliméricas absorvedoras de água, caracterizadas pelo fato de serem preparáveis de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10.

15 12. Partículas poliméricas absorvedoras de água, caracterizadas pelo fato de terem uma esfericidade média de pelo menos 0,84, um teor de solventes hidrofóbicos de menos do que 0,005% em peso e uma permeabilidade de pelo menos $5 \times 10^{-7} \text{ cm}^3\text{s/g}$.

13. Partículas poliméricas de acordo com a reivindicação 12, caracterizadas pelo fato de terem uma capacidade de retenção na centrífuga de pelo menos 10 g/g.

20 14. Partículas poliméricas de acordo com a reivindicação 12 ou 13, caracterizadas pelo fato de terem um diâmetro médio de pelo menos 200 μm .

25 15. Partículas poliméricas de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 14, caracterizadas pelo fato de que pelo menos 90% em peso das partículas poliméricas têm um diâmetro de 100 a 800 μm .

16. Partículas poliméricas de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 15, caracterizadas pelo fato de que consistem pelo menos parcialmente de monômeros contendo ácido polimerizados a).

17. Partículas poliméricas de acordo com a reivindicação 16,

caracterizadas pelo fato de que os grupos ácidos do monômero polimerizado a) foram pelo menos parcialmente neutralizados.

5 18. Partículas poliméricas de acordo com a reivindicação 16 ou 17, caracterizadas pelo fato de que monômero a) é ácido acrílico em uma extensão de pelo menos 50 % em mol.

19. Partículas poliméricas de acordo com qualquer uma das reivindicações 11 a 18, caracterizadas pelo fato de que compreendem sais inorgânicos insolúveis em água.

10 20. Uso das partículas poliméricas como definidas em qualquer uma das reivindicações 11 a 19, caracterizado pelo fato de ser para produzir artigos de higiene.

21. Artigo de higiene, caracterizado pelo fato de compreender partículas poliméricas como definidas em qualquer uma das reivindicações 11 a 19.

RESUMO

“PROCESSO PARA PREPARAR PARTÍCULAS POLIMÉRICAS
ABSORVEDORAS DE ÁGUA, PARTÍCULAS POLIMÉRICAS
ABSORVEDORAS DE ÁGUA, USO DAS PARTÍCULAS POLIMÉRICAS,
5 E, ARTIGO DE HIGIENE”

Um processo para preparar partículas poliméricas
absorvedoras de água com elevada permeabilidade por polimerização de
gotículas a partir de uma solução de monômeros em uma fase gasosa
circundando as gotículas, em que um sal inorgânico insolúvel em água é
10 colocado em suspensão na solução de monômeros e as partículas poliméricas
têm um diâmetro médio de pelo menos 150 μm .