



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

(21) **PI 0710942-3 A2**

(22) Data de Depósito: 26/04/2007
(43) Data da Publicação: 14/02/2012
(RPI 2145)



(51) *Int.Cl.:*
C08F 2/18
C08F 20/06
C08F 20/56

(54) Título: PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA E RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA

(30) Prioridade Unionista: 27/04/2006 JP 2006-124428

(73) Titular(es): Sumitomo Seika Chemical CO., Ltd

(72) Inventor(es): Hideki Yokoyama, Yasuhiro Nawata

(74) Procurador(es): Dannemann, Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT JP2007059066 de 26/04/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/126002de
08/11/2007

(57) Resumo: PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA E RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA. Constitui um objetivo da presente invenção reduzir o odor de uma resina absorvente de água durante a absorção de água. Assim, a invenção é obtida por um processo para produção de uma resina absorvente de água submetendo-se um monômero etilenicamente insaturado solúvel em água à polimerização em suspensão de fase reversa. O processo compreende as seguintes etapas (A) a (C): (A) adicionar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água a um meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo para dispersar a solução aquosa no meio de dispersão; (B) adicionar um tensoativo à emulsão para dispersar ainda mais a emulsão; e (C) efetuar uma polimerização em suspensão de fase reversa usando um iniciador de polimerização por radicais solúvel em água, opcionalmente na presença de um agente de reticulação interna.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA E RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA"**.

Campo Técnico

5 A presente invenção refere-se a um processo para a produção de uma resina absorvente de água, e refere-se a uma resina absorvente de água preparada pelo mesmo. Mais particularmente, a presente invenção refere-se a um método para obtenção de uma resina absorvente de água com odor reduzido em um processo para a produção de uma resina absor-

10 vente de água por polimerização em suspensão de fase reversa, e à resina absorvente de água preparada pelo mesmo.

Antecedentes Técnicos

 Resinas absorventes de água são amplamente usadas para materiais higiênicos tais como fraldas descartáveis e toalhas sanitárias, conveniências diárias tais como folhas PET, e materiais industriais tais como mate-

15 riais bloqueadores de água para cabos.

 Os materiais higiênicos tais como fraldas descartáveis e toalhas sanitárias geralmente compreendem uma folha superior, uma folha posterior, um adesivo de fusão a quente, um material elástico, uma resina absorvente de água, fibra de polpa, e similares, e inúmeras resinas sintéticas e agentes de condicionamento são usados nos mesmos. Assim sendo, os materiais higiênicos apresentam um certo odor proveniente das matérias-primas componentes. Como esses materiais higiênicos são usados no corpo humano, o odor torna seu uso desconfortável mesmo sendo sutil, e portanto é desejável

20 o desenvolvimento de um material sem odor.

 Entre os constituintes dos materiais higiênicos, a resina absorvente de água tem um odor sutil proveniente das substâncias usadas no processo de produção, e como o odor tende a se espalhar quando absorve água, considera-se desejável reduzir o odor.

30 As resinas absorventes de água conhecidas usadas para materiais higiênicos incluem, por exemplo, um produto parcialmente neutralizado de ácido poliacrílico, um produto neutralizado de um polímero de enxerto de amido-ácido acrílico, um hidrolisado de um copolímero de enxerto de amido-

acrilonitrila, um produto saponificado de um copolímero de vinil acetato-éster de ácido acrílico, e similares.

Como o processo de produção de tal resina absorvente de água, são conhecidos um método de polimerização aquosa, um método de polimerização em suspensão de fase reversa, e similares, mas no caso da resina absorvente de água preparada pelo método de polimerização em suspensão de fase reversa, no qual a polimerização é realizada suspendendo-se um monômero solúvel em água em um meio de dispersão, considera-se que uma grande causa do odor é proveniente do meio de dispersão.

Técnicas convencionais conhecidas para produção da resina absorvente de água pelo método de polimerização em suspensão de fase reversa incluem um método de polimerização de um ácido carboxílico α,β -insaturado e da solução aquosa de sal de metal alcalino do mesmo em um solvente do tipo hidrocarboneto de petróleo usando um iniciador de polimerização por radicais na presença/ausência de um agente de reticulação, onde um éster de ácido graxo de sacarose é usado como um agente colóide protetor (vide Documento de Patente 1), e um método de polimerização de um ácido α,β -carboxílico e uma solução aquosa a 25% em peso ou mais de metal alcalino do mesmo em um solvente do tipo hidrocarboneto de petróleo usando um iniciador de polimerização por radicais na presença/ausência de um agente de reticulação, onde um éster de ácido graxo de poliglicerol com um HLB de 2-16 é usado como tensoativo (vide Documento de Patente 2), mas estas tecnologias de produção não se concentraram na redução do odor, e por conseguinte as resinas absorventes de água resultantes não eram resinas com suficientemente pouco odor.

Documento de Patente 1:

Publicação de Patente Japonesa Não Examinada (Kokai) N° 61-87702

Documento de Patente 2:

Publicação de Patente Japonesa Não Examinada (Kokai) N° 62-172006

Descrição da Invenção

Constitui um objetivo da presente invenção fornecer um processo para a produção de uma resina absorvente de água no qual o odor resultante da absorção de água é reduzido, e a resina absorvente de água preparada pelo mesmo.

5 A polimerização em suspensão de fase reversa convencional é efetuada pela adição de uma solução aquosa de monômero a um meio de dispersão no qual um tensoativo é dissolvido, seguida da dispersão de gotículas da solução aquosa de monômero com agitação. No entanto, a resina absorvente de água preparada por tal método de polimerização apresentava
10 odor proveniente do meio de dispersão quando absorvia água.

Como um hidrocarboneto de petróleo com um ponto de ebulição de 80 a 130°C geralmente é usado como o meio de dispersão na produção da resina absorvente de água por um método de polimerização em suspensão de fase reversa, considerou-se que o odor poderia ser reduzido por secagem da resina a uma temperatura elevada mais alta que o ponto de ebulição do meio de dispersão. No entanto, descobriu-se que o odor não poderia
15 ser reduzido o bastante por meio de um tratamento térmico.

Os presentes inventores estudaram a causa pela qual a resina absorvente de água preparada pelo método de polimerização em suspensão
20 de fase reversa não conseguiu reduzir o odor por meio de aquecimento, e descobriram que uma pequena quantidade do meio de dispersão fica confinada nas partículas da resina absorvente de água.

Os presentes inventores estudaram intensamente como impedir que o meio de dispersão ficasse confinado nas partículas da resina absorvente de água, e descobriram que a resina absorvente de água com odor
25 extremamente fraco proveniente do meio de dispersão, quando absorve água, é obtida por um método de polimerização em suspensão de fase reversa compreendendo dispersão de uma solução aquosa de monômero em um meio de dispersão ao qual não foram adicionados tensoativos, adição de um
30 tensoativo à emulsão resultante para dispersar ainda mais o monômero, e polimerização, o que levou à conclusão da presente invenção.

Isto é, a presente invenção refere-se a

um processo para a produção de uma resina absorvente de água submetendo-se a monômero etilenicamente insaturado solúvel em água à polimerização em suspensão de fase reversa, compreendendo as seguintes etapas de:

5 (A) adicionar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água a um meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo para dispersar a solução aquosa no meio de dispersão,

 (B) adicionar um tensoativo à emulsão para dispersar ainda mais o monômero na emulsão, e

10 (C) efetuar uma polimerização em suspensão de fase reversa usando um iniciador de polimerização por radicais solúvel em água, opcionalmente na presença de um agente de reticulação interna.

 O processo de produção da presente invenção permite a produção de uma resina absorvente de água com odor extremamente fraco quando ela absorve água.

Melhor Modo de Realizar a Invenção

 No processo de produção da presente invenção, a primeira etapa é adicionar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água a um meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo para dispersar a solução aquosa no meio de dispersão (etapa (A)).

 Exemplos de monômeros etilenicamente insaturados solúveis em água usados na presente invenção incluem monômeros tendo um grupo ácido, tais como ácido (met)acrílico ["(met)acrílico" significa "acrílico" e "metacrílico", e o mesmo se aplica daqui em diante], ácido 2-(met)acrilamida-2-metilpropanossulfônico e ácido maléico e sais dos mesmos; monômeros insaturados não-iônicos tais como (met)acrilamida, N,N-dimetil (met)acrilamida, 2-hidroxietil (met)acrilato e N-metilol (met)acrilamida; e monômeros insaturados contendo um grupo amino tais como dietilaminoetil (met)acrilato e dietilaminopropil (met)acrilato, e os compostos quaternizados dos mesmos. Estes compostos podem ser usados isolados ou em combinação por

25

30

mistura de 2 ou mais deles.

 Exemplos do composto alcalino a ser usado no momento em

que o monômero contendo um grupo ácido é neutralizado para formar um sal incluem compostos de lítio, sódio, potássio, amônio, e similares.

Monômeros etilenicamente insaturados solúveis em água preferidos incluem ácido (met)acrílico e os sais do mesmo, e (met)acrilamida, tendo em vista sua disponibilidade industrial.

A concentração de monômero de uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água varia de 20% em massa à concentração de saturação.

Quando o monômero com um grupo ácido é neutralizado, o grau de neutralização preferido varia de 30 a 90% em mol do grupo ácido no monômero etilenicamente insaturado solúvel em água. Não é preferido que o grau de neutralização seja inferior a 30% em mol, porque o grupo ácido tende a não ser ionizado abaixo do grau de neutralização, e assim a capacidade de absorção de água fica baixa. Não é preferido que o grau de ionização exceda 90% em mol, porque quando o monômero é usado para materiais higiênicos, existe a possibilidade de ocorrerem problemas em sua segurança e similares.

A solução aquosa de um monômero etilenicamente insaturado solúvel em água pode conter um agente de transferência de cadeia, um espessante e similares, se necessário.

Exemplos do agente de transferência de cadeia incluem compostos tais como tióis, ácidos de tiol, álcoois secundários, ácido hipofosforoso, ácido fosforoso, e similares. Estes compostos podem ser usados isolados, ou em combinação de 2 ou mais deles.

Exemplos do espessante incluem carboximetil celulose, hidroxietil celulose, hidroxipropil celulose, metilcelulose, polietileno glicol, ácido poliacrílico, um produto neutralizado de ácido poliacrílico, poliacrilamida, e similares.

Exemplos do hidrocarboneto de petróleo usado na presente invenção como o meio de dispersão para polimerização em suspensão de fase reversa incluem hidrocarbonetos alifáticos tendo 6 a 8 átomos de carbono, tais como *n*-hexano, *n*-heptano, 2-metilhexano, 3-metilhexano e *n*-

octano; hidrocarbonetos alicíclicos tendo 6 a 8 átomos de carbono, tais como ciclohexano, metil ciclopentano e metil ciclohexano; e hidrocarbonetos aromáticos tais como benzeno, tolueno e xileno.

Entre estes, é preferível usar um meio de dispersão selecionado de pelo menos um dos hidrocarbonetos alifáticos ou hidrocarbonetos alicíclicos tendo 6 ou 7 átomos de carbono, ou uma mistura dos mesmos, tendo em vista sua disponibilidade industrial e custo.

A quantidade do meio de dispersão a ser usado varia de preferência de 50 a 600 partes por massa, mais preferivelmente de 50 a 400 partes por massa, e ainda mais preferivelmente de 50 a 200 partes por massa, com base em 100 partes por massa da solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água, uma vez que a quantidade possibilita a dispersão uniforme da solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água, e facilita o controle da temperatura de polimerização.

No processo de produção da presente invenção, um outro resultado preferido é obtido quando a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água é adicionada e dispersada no meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo na presença de um agente de dispersão polimérico.

É preferível selecionar um agente de dispersão polimérico que pode ser dissolvido ou dispersado no meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo acima como o agente de dispersão polimérico usado na presente invenção, e que com um peso molecular médio de 20.000 ou menos, de preferência 10.000 ou menos, e mais preferivelmente de 5.000 ou menos, é exemplificado. Exemplos específicos do agente de dispersão polimérico incluem polietileno modificado com anidrido maléico, polipropileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno-propileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno-anidrido maléico, copolímero de propileno-anidrido maléico, copolímero de etileno-propileno-anidrido maléico, polietileno, polipropileno, copolímero de etileno-propileno, polietileno oxidado, polipropileno oxidado, copolímero de etileno-ácido acrílico, etil celulo-

se,etilhidroxietil celulose, polibutadieno maleinado anidro, EPDM (terpolímero de etileno/propileno/dieno) maleinado anidro, e similares.

Entre estes, é preferível usar pelo menos um selecionado do grupo que consiste em polietileno modificado com anidrido maléico, polipropileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno-propileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno-anidrido maléico, copolímero de propileno-anidrido maléico, copolímero de etileno-propileno-anidrido maléico, polietileno, polipropileno, copolímero de etileno-propileno, polietileno oxidado e polipropileno oxidado.

A quantidade do agente de dispersão polimérico a ser usado varia de preferência de 0 a 5 partes por massa, mais preferivelmente de 0,01 a 3 partes por massa, e ainda mais preferivelmente de 0,05 a 2 partes por massa, com base em 100 partes por massa da solução aquosa de solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água. Não é preferido que a quantidade do agente de dispersão polimérico a ser adicionado exceda 5 partes por massa, visto que isto é menos econômico.

No processo de produção da presente invenção, um tensoativo é adicionado à emulsão preparada na etapa (A) acima para dispersar ainda mais a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água no meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo (etapa (B)).

Exemplos do tensoativo usando na etapa (B) incluem tensoativos não-iônicos tais como éster de ácido graxo de sorbitano, éster de ácido graxo de polioxietileno sorbitano, éster de ácido graxo de poliglicerina, éster de ácido graxo de polioxietileno glicerina, éster de ácido graxo de sacarose, éster de ácido graxo de sorbitol, éster de ácido graxo de polioxietileno sorbitol, éter alquílico de polioxietileno, éter alquilfenílico de polioxietileno, óleo de rícino de polioxietileno, óleo de rícino endurecido de polioxietileno, éter de polioxietileno condensado com alquilalil formaldeído, éter alquílico de polioxietileno polioxipropileno, éster de ácido graxo de polietileno glicol, alquil glicosídeo, N-alquil gluconamida, amida de ácido graxo de polioxietileno e alquilamina de polioxietileno; e tensoativos aniônicos tais como sais de ácidos graxos, sulfonato de alquilbenzeno, taurato de alquilmetila, sulfato de éter

alquilfenílico de polioxietileno, sulfato de éter alquílico de polioxietileno, ácido sulfônico de éter alquílico de polioxietileno e os sais do mesmo, ácido fosfórico de éter alquilfenílico de polioxietileno e os sais do mesmo, e ácido fosfórico de éter alquílico de polioxietileno e os sais do mesmo. Os tensoativos podem ser usados isolados ou em combinação de dois ou mais deles.

Entre estes tensoativos, pelo menos um tensoativo selecionado do grupo que consiste em éster de ácido graxo de poliglicerina, éster de ácido graxo de sacarose e éster de ácido graxo de sorbitano é preferido, tendo em vista a estabilidade em dispersão da solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água.

A quantidade do tensoativo a ser usado na etapa (B) varia de preferência de 0,01 a 5 partes por massa, e mais preferivelmente de 0,05 a 3 partes por massa, com base em 100 partes por massa da solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água. Não é preferido que a quantidade de tensoativo a ser adicionado seja inferior a 0,05 parte por massa, uma vez que a estabilidade em dispersão da solução aquosa de monômero fica baixa, e também não é preferido que a quantidade exceda 5 partes por massa uma vez que isto é menos econômico.

A forma do tensoativo a ser adicionado na etapa (B) não é particularmente limitada, mas é preferível usá-lo depois de diluição ou dissolução do tensoativo em uma pequena quantidade do meio de dispersão produzindo assim a estabilidade em dispersão em um curto período de tempo.

Também, o agente de dispersão polimérico mencionado acima pode ser adicionado na etapa (B), além do tensoativo.

Quando o agente de dispersão polimérico é adicionado junto ao tensoativo, a quantidade a ser adicionada varia de preferência de 0 a 5 partes por massa, mais preferivelmente de 0,01 a 3 partes por massa, e ainda mais preferivelmente de 0,05 a 2 partes por massa, com base em 100 partes por massa da solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água. Não é preferido que a quantidade do agente de dispersão polimérico a ser adicionado exceda 5 partes por massa porque isto é menos econômico. Também é preferível usar o agente de dispersão polimérico em

um estado em que o agente de dispersão tenha sido previamente dissolvido ou dispersado em pequena quantidade do meio de dispersão com calor produzindo assim a estabilidade em dispersão em um curto período de tempo.

5 No processo de produção da presente invenção, a polimerização em suspensão de fase reversa é efetuada na emulsão preparada na etapa (B) acima opcionalmente na presença de um agente de reticulação interna, usando um iniciador de polimerização por radicais solúvel em água para obter uma resina absorvente de água (etapa (C)).

10 Exemplos de iniciador de polimerização por radicais solúvel em água incluem persulfatos tais como persulfato de potássio, persulfato de amônio e persulfato de sódio; peróxidos tais como peróxido de hidrogênio; e compostos azóicos tais como dicloridrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano), tetrahidrato de 2,2'-azobis[N-(2-carboxietil)-2-metilpropionadamina], dicloridrato de 2,2'-azobis(1-imino-1-pirrolidino-2-metilpropano) e 2,2'-azobis[2-
15 metil-N-(2-hidroxietil)-propionamida].

Entre estes, persulfato de potássio, persulfato de amônio, persulfato de sódio e dicloridrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) são preferidos, tendo em vista sua disponibilidade e manipulação.

20 O iniciador de polimerização por radicais solúvel em água pode ser usado como um iniciador de polimerização redox junto com um agente redutor tal como sulfito e ácido ascórbico.

A quantidade do iniciador de polimerização por radicais solúvel em água a ser usado geralmente varia de 0,01 parte a 1 parte por massa, com base em 100 partes por massa do monômero etilenicamente insaturado solúvel em água. Não é preferido que a quantidade seja inferior a 0,01 parte
25 por massa, uma vez que o grau de polimerização fica baixo, e também não é preferido que ela exceda 1 parte por massa, uma vez que ocorre uma reação de polimerização abrupta.

30 O momento em que o iniciador de polimerização por radicais solúvel em água é adicionado não é particularmente limitado, mas é preferível adicionar o iniciador antes da solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água.

Exemplos do agente de reticulação interna a ser usado, se necessário, incluem polióis tais como (poli)etileno glicol [(poli) indica ambos os casos com e sem o prefixo de "poli", e o mesmo se aplica daqui em diante], 1,4-butanodiol, glicerina e trimetilol propano; ésteres poliinsaturados tendo 2 ou mais grupos vinila, preparados pela reação de polióis com ácidos insaturados tais como ácido acrílico e ácido metacrílico; bissacrilamidas tais como *N,N'*-metilenobisacrilamida; compostos poliglicidílicos tendo 2 ou mais grupos glicidil tais como éter diglicidílico de (poli)etileno glicol, éter triglicidílico de (poli)etileno glicol, éter diglicidílico de (poli)glicerina, éter triglicidílico de (poli)glicerina, éter poliglicidílico de (poli)propileno e éter poliglicidílico de (poli)glicerol, e similares. Estes agentes de reticulação interna podem ser usados isolados ou em combinação de dois ou mais deles.

A quantidade do agente de reticulação interna a ser usado varia de preferência de 0 a 3 partes por massa, mais preferivelmente de 0 a 1 parte por massa, e ainda mais preferivelmente de 0,001 a 0,1 parte por massa, com base em 100 partes por massa do monômero etilenicamente insaturado solúvel em água. Não é preferido que a quantidade a ser adicionada exceda 3 partes por massa, uma vez que forma-se uma reticulação excessiva e a capacidade de absorção de água cai demais.

É preferível usar o agente de reticulação interna de maneira que ele havia sido previamente adicionado à solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água.

A temperatura reacional para efetuar uma polimerização em suspensão de fase reversa não pode ser determinada genericamente na presente invenção, uma vez que ela varia dependendo do tipo e da quantidade do iniciador de polimerização a ser usado, mas a temperatura varia de preferência de 20 a 100°C, e mais preferivelmente de 40 a 90°C. Não é preferido que a temperatura de reação seja inferior a 20°C, uma vez que o grau de polimerização pode decair, e também não é preferido que ela exceda 100°C, uma vez que ocorre uma reação de polimerização abrupta.

Na presente invenção, a polimerização em suspensão de fase reversa pode ser efetuada no segundo estágio, depois da adição do monô-

mero etilenicamente insaturado solúvel em água à suspensão da reação de polimerização que completa a etapa (C). No caso em que a polimerização em suspensão de fase reversa é efetuada em 2 estágios, a suspensão da reação de polimerização é resfriada até o tensoativo atingir um estado de precipitação depois de terminado o primeiro estágio, e em seguida o monômero etilenicamente insaturado solúvel em água é adicionado no segundo estágio para obter partículas em uma forma em que as partículas polimerizadas no primeiro estágio são aglomeradas. Isto é preferido porque este método permite que sejam obtidas partículas com um tamanho adequado para aplicação em materiais higiênicos.

A quantidade do monômero etilenicamente insaturado solúvel em água a ser adicionado no segundo estágio varia de preferência de 50 a 300 partes por massa, e mais preferivelmente de 100 a 200 partes por massa, com base em 100 partes por massa do monômero etilenicamente insaturado solúvel em água no primeiro estágio, tendo vista a obtenção de partículas aglomeradas próprias.

Eventualmente, quando a polimerização em suspensão de fase reversa é efetuada em 2 estágios, a etapa (A) e a etapa (B) mencionadas acima são efetuadas durante a polimerização no primeiro estágio.

Na presente invenção, uma reação de pós-reticulação em uma camada superficial das partículas da resina absorvente de água pode ser efetuada pela adição de um agente de pós-reticulação tendo 2 ou mais grupos funcionais, que possuem reatividade com os grupos funcionais provenientes do monômero etilenicamente insaturado solúvel em água, à resina absorvente de água preparada nas etapas (A) a (C) pelo método acima mencionado. A pós-reticulação na camada superficial das partículas da resina absorvente de água melhora vários desempenhos tais como capacidade de absorção de água sob pressão, taxa de absorção de água e resistência à gelificação, e proporciona desempenhos adequados para aplicação a materiais higiênicos.

O agente de pós-reticulação usado para a reação de pós-reticulação não é particularmente limitado, contanto que ele seja capaz de

reagir com os grupos funcionais provenientes do monômero etilenicamente insaturado solúvel em água usado para a polimerização.

Exemplos do agente de pós-reticulação a ser usado incluem polióis tais como etileno glicol, propileno glicol, 1,4-butanodiol, trimetilol propano, glicerina, polioxietileno glicol, polioxipropileno glicol e poliglicerina; compostos poliglicídílicos tais como éter diglicídílico de (poli)etileno glicol, éter triglicídílico de (poli)etileno glicol, éter diglicídílico de (poli)glicerina, éter triglicídílico de (poli)glicerina, éter poliglicídílico de (poli)propileno e éter poliglicídílico de (poli)glicerol; compostos de haloepóxi tais como epicloroidrina, epibromoidina e α -metilepicloroidrina; compostos tendo 2 ou mais grupos funcionais reativos tais como compostos de isocianato incluindo diisocianato de 2,4-tolileno e diisocianato de hexametileno; compostos de oxetano tais como 3-metil-3-oxetano metanol, 3-etil-3-oxetano metanol, 3-butil-3-oxetano metanol, 3-metil-3-oxetano etanol, 3-etil-3-oxetano etanol e 3-butil-3-oxetano etanol; compostos de oxazolina tais como 1,2-etilenobisoxazolina; compostos de carbonato tais como carbonato de etileno. Estes agentes de pós-reticulação podem ser usados isolados ou em combinação de 2 ou mais deles.

Entre estes, compostos diglicídílicos tais como éter diglicídílico de (poli)etileno glicol, éter triglicídílico de (poli)etileno glicol, éter diglicídílico de (poli)glicerina, éter triglicídílico de (poli)glicerina, éter poliglicídílico de (poli)propileno e éter poliglicídílico de (poli)glicerol são preferidos, tendo em vista sua excelente reatividade.

A quantidade do agente de pós-reticulação a ser usado varia de preferência de 0,01 a 5 parte por massa, e mais preferivelmente de 0,02 a 3 partes por massa, com base em 100 partes por massa de uma quantidade total do monômero etilenicamente insaturado solúvel em água usado para a polimerização.

Não é preferido que a quantidade do agente de pós-reticulação a ser adicionado seja inferior a 0,01 parte por massa, uma vez que isto deixa de melhorar várias qualidades tais como a capacidade de absorção de água sob pressão, a taxa de absorção de água e a resistência à gelificação da

resina resultante, e também não é preferido que ela exceda 5 partes por massa, uma vez que isto em capacidade de absorção de água excessivamente baixa.

Quando o agente de pós-reticulação é adicionado, ele pode ser
5 adicionado como tal ou na forma de uma solução aquosa, ou na forma de uma solução dissolvida em um solvente orgânico hidrofílico, se necessário. Exemplos do solvente orgânico hidrofílico incluem álcoois inferiores tais como álcool metílico, álcool etílico, álcool n-propílico, álcool isopropílico e propileno glicol; cetonas tais como acetona e metil etil cetona; éteres tais como
10 éter dietílico, dioxano e tetrahidrofurano; amidas tais como *N,N*-dimetilformamida; sulfóxidos tais como dimetil sulfóxido, e similares. Estes solventes orgânicos hidrofílicos podem ser usados isolados ou em combinação de 2 ou mais deles.

O momento da adição do agente de pós-reticulação não é particularmente limitado contanto que ele seja adicionado depois de terminada a
15 polimerização. É preferível que a reação de pós-reticulação seja efetuada em um processo de secagem depois da polimerização na presença de água em uma faixa de 1 parte a 200 partes por massa, mais preferivelmente de 5 a 100 partes por massa, e ainda mais preferivelmente de 10 a 50 partes por
20 massa, com base em 100 partes por massa da resina absorvente de água. Portanto, ajustando-se o teor de água no momento da adição do agente de pós-reticulação, a pós-reticulação é formada de maneira mais apropriada na camada superficial de partículas da resina absorvente de água, e é possível obter uma capacidade de absorção de água excelente.

25 A temperatura da reação de pós-reticulação varia de preferência de 50 a 250°C, mais preferivelmente de 60 a 180°C, e ainda mais preferivelmente de 60 a 140°C, e mais preferivelmente ainda de 70 a 120°C.

Na presente invenção, o processo de secagem pode ser efetuado sob pressão ambiente ou sob pressão reduzida, ou ainda em uma atmosfera de nitrogênio com a finalidade de melhorar a eficiência do processo de
30 secagem. Quando o processo de secagem é efetuado sob pressão ambiente, a temperatura de secagem varia de preferência de 70 a 250°C, mais pre-

ferivelmente de 80 a 180°C, ainda mais preferivelmente de 80 a 140°C, e mais preferivelmente ainda de 90 a 130°C. No caso de pressão reduzida, a temperatura de secagem varia de preferência de 60 a 100°C, e mais preferivelmente de 70 a 90°C.

- 5 O teor de água da resina absorvente de água depois da secagem é de 20% ou menos, tendo em vista proporcionar fluidez, e de preferência 10% ou menos de modo geral.

- O tamanho de partícula médio da resina absorvente de água preparada dessa maneira varia de preferência de 10 a 300 µm, mais preferi-
10 velmente de 30 a 200 µm, e ainda mais preferivelmente de 50 a 150 µm, quando a polimerização em suspensão de fase reversa é efetuada em um estágio. Não é preferido que o tamanho de partícula médio da resina absor-
 vente de água seja 10 µm ou menor, uma vez que isto gera poeira quando a resina absorvente de água é manipulada, e também não é preferido que o
15 tamanho de partícula médio seja superior a 300 µm ou mais, uma vez que a estabilidade em suspensão na reação de polimerização pode ficar baixa.

- O formato da resina absorvente de água preparada dessa ma-
 neira varia dependendo do tipo de tensoativo ou do meio de dispersão a ser
 usado, mas geralmente ele é esférico ou amorfo com porções de irregulari-
20 dades. É preferível aplicar o método descrito no presente pedido a partícu-
 las esféricas, uma vez que ele reduz de forma eficaz o odor proveniente do
 meio de dispersão.

Exemplos

- Em seguida, a presente invenção será descrita detalhadamente
25 abaixo por meio de Exemplos, mas a presente invenção não está limitada
 aos Exemplos que se seguem.

Exemplo 1

- 92,0 g de ácido acrílico a 80% em peso foram colocados em um
 balão de Erlenmeyer de 500 ml, e 102,2 g de hidróxido de sódio a 30% em
30 peso foram adicionados em gotas ao balão enquanto o balão era resfriado
 por fora efetuando assim neutralização. 0,11 g de persulfato de potássio,
 8,3 mg de éter diglicidílico de etileno glicol e 43,6 g de água com íons troca-

dos foram adicionados ao balão para preparar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água.

334 g de *n*-heptano como um meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo foram colocados em um balão de 2 l, cilíndrico, de fundo redondo e com cinco gargalos equipado com um agitador, um condensador de refluxo e um tubo de entrada de nitrogênio gasoso e aquecidos, ao qual toda a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água foi adicionada usando um funil, e a mistura foi agitada a uma temperatura interna de 40°C por 10 minutos (etapa (A)).

Em seguida, 0,92 g de éster de ácido graxo de sacarose (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nome comercial: S-370) como tensoativo foi dissolvido em 8,28 g de *n*-heptano com calor, que foi colocado no balão de fundo redondo acima usando um funil dessa forma dispersando a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água (etapa (B)).

Em seguida, depois de a atmosfera no interior do sistema ter sido totalmente substituída por nitrogênio gasoso enquanto a temperatura interna do balão de fundo redondo contendo a emulsão acima era mantida a 40°C, o balão de fundo redondo foi então aquecido em um banho de água a 70°C por 1 hora efetuando assim uma reação de polimerização (etapa (C)).

Depois da reação de polimerização, o produto reacional foi aquecido em um banho de óleo a 120°C, e submetido à destilação azeotrópica dessa forma removendo 114 g de água do sistema enquanto refluxando *n*-heptano para obter um polímero desidratado.

Depois disso, o polímero foi aquecido no banho de óleo a 120°C para remover *n*-heptano e água do sistema por destilação, e seco em uma atmosfera de nitrogênio para obter 93 g de uma resina absorvente de água. O tamanho de partícula médio foi 127 µm, a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 60 g/g, e o teor de água foi 2% na resina absorvente de água resultante.

Exemplo 2

Uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado

solúvel em água foi preparada da mesma maneira que no Exemplo 1.

334 g de *n*-heptano como um meio de dispersão de hidrocarbureto de petróleo foram colocados em um balão de 2 l, cilíndrico, de fundo redondo e com cinco gargalos equipado com um agitador, um condensador de refluxo e um tubo de entrada de nitrogênio gasoso e aquecidos, ao qual
5 toda a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água acima foi adicionada usando um funil, e a mistura foi agitada a uma temperatura interna de 40°C por 10 minutos (etapa (A)).

Em seguida, 0,92 g de éster de ácido graxo de sacarose (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nome comercial: S-370) como tensoativo foi dissolvido em 8,28 g de *n*-heptano com calor, 0,92 g de polietileno modificado com anidrido maléico (Mitsui Chemicals Inc., nome comercial: Hiwax 1105A) como agente de dispersão polimérico foi dissolvido em 8,28 g de *n*-heptano com calor, e ambas as soluções foram adicionadas ao balão de fundo redondo acima usando um funil dessa forma dispersando a solução aquosa
15 de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água (etapa (B)).

Em seguida, depois de a atmosfera no interior do sistema ter sido totalmente substituída por nitrogênio gasoso enquanto a temperatura interna do balão de fundo redondo contendo a emulsão acima era mantida a
20 40°C, o balão de fundo redondo foi então aquecido em um banho de água a 70°C por 1 hora efetuando assim uma reação de polimerização (etapa (C)).

Depois da reação de polimerização, o produto reacional foi aquecido em um banho de óleo a 120°C, e submetido à destilação azeotrópica dessa forma removendo 114 g de água do sistema enquanto refluxando
25 *n*-heptano para obter um polímero desidratado. 4,6 g de uma solução aquosa a 2% de éter diglicídico de etileno glicol foram adicionados ao polímero desidratado resultante como um agente de pós-reticulação, e uma reação de pós-reticulação foi efetuada a 80°C por 2 horas.

Depois disso, o polímero foi aquecido no banho de óleo a 120°C
30 para remover *n*-heptano e água do sistema por destilação, e seco em uma atmosfera de nitrogênio para obter 94 g de uma resina absorvente de água. O tamanho de partícula médio foi 96 µm, a capacidade de absorção de so-

lução salina fisiológica foi 54 g/g, e o teor de água foi 3% na resina absorvente de água resultante.

Exemplo 3

92,0 g de ácido acrílico a 80% em peso foram colocados em um
5 balão de Erlenmeyer de 500 ml, e 102,2 g de hidróxido de sódio a 30% em peso foram adicionados em gotas ao balão com agitação enquanto o balão era resfriado por fora efetuando assim neutralização. 0,11 g de persulfato de potássio, 8,3 mg de éter diglicidílico de etileno glicol e 43,6 g de água com íons trocados foram adicionados ao balão para preparar uma solução
10 aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água.

334 g de n-heptano como meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo foram colocados em um balão de 2 l, cilíndrico, de fundo redondo e com cinco gargalos equipado com um agitador, um condensador de refluxo e um tubo de entrada de nitrogênio gasoso, ao qual 0,92 g de polietileno modificado com anidrido maléico (Mitsui Chemicals Inc., nome comercial: Hiwax 1105A) como um agente de dispersão de polímero foi adicionado e dissolvido com calor, seguido da adição de toda a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água usando um funil, e a mistura foi agitada a uma temperatura interna de 40°C por 10 minutos (etapa
15 (A)).
20

Em seguida, 0,92 g de éster de ácido graxo de sacarose (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nome comercial: S-370) como tensoativo foi dissolvido em 8,28 g de n-heptano com calor, que foi adicionado ao balão de fundo redondo acima usando um funil dessa forma dispersando a solução
25 aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água (etapa (B)).

Em seguida, depois de a atmosfera no interior do sistema ter sido totalmente substituída por nitrogênio gasoso enquanto a temperatura interna do balão de fundo redondo contendo a emulsão acima era mantida a
30 40°C, o balão de fundo redondo foi então aquecido em um banho de água a 70°C por 1 hora efetuando assim uma reação de polimerização (etapa (C)).

Depois da reação de polimerização, 95 g de uma resina absor-

vente de água foram obtidos da mesma maneira que no Exemplo 2. O tamanho de partícula médio foi 56 μm , a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 55 g/g, e o teor de água foi 3% na resina absorvente de água resultante.

5 Exemplo 4

94 g de uma resina absorvente de água foram obtidos da mesma maneira que no Exemplo 3, exceto pelo uso de 0,92 g de polietileno oxidado (Mitsui Chemicals Inc., nome comercial: Hiwax 4052E) no lugar de 0,92 g de polietileno modificado com anidrido maléico como agente de dispersão polimérico. O tamanho de partícula médio foi 60 μm , a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 56 g/g, e o teor de água foi 2% na resina absorvente de água resultante.

Exemplo 5

96 g de uma resina absorvente de água foram obtidos da mesma maneira que no Exemplo 3, exceto pelo uso de 0,92 g de polietileno oxidado (Mitsui Chemicals Inc., nome comercial: Hiwax 4052E) no lugar de 0,92 g de polietileno modificado com anidrido maléico como agente de dispersão polimérico na etapa (A), e adição de uma solução de 0,92 g de polietileno modificado com anidrido maléico (Mitsui Chemicals Inc., nome comercial: Hiwax 1105A) dissolvido em 8,28 g de n-heptano com calor, junto com o tensoativo, como o agente de dispersão polimérico na etapa (B). O tamanho de partícula médio foi 63 μm , a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 56 g/g, e o teor de água foi 2% na resina absorvente de água resultante.

25 Exemplo 6

95 g de uma resina absorvente de água foram obtidos da mesma maneira que no Exemplo 2, exceto pelo uso de uma solução de 1,84 g de pentaestearato de decaglicerila (Nikko Chemical Co. Ltd., nome comercial: Decaglyn 5-S) dissolvido em 8,28 g de n-heptano com calor como tensoativo no lugar de 0,92 g de éster de ácido graxo de sacarose no Exemplo 3. O tamanho de partícula médio foi 86 μm , a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 55 g/g, e o teor de água foi 2% na resina absor-

vente de água resultante.

Exemplo 7

92,0 g de ácido acrílico a 80% em peso foram colocados em um balão de Erlenmeyer de 500 ml, e 102,2 g de hidróxido de sódio a 30% em peso foram adicionados em gotas ao balão com agitação enquanto o balão era resfriado por fora efetuando assim neutralização. 0,11 g de persulfato de potássio, 8,3 mg de N,N'-metilenobisacrilamida e 43,6 g de água com íons trocados foram adicionados ao balão para preparar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água.

352 g de ciclohexano como um meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo foram colocados em um balão de 2 l, cilíndrico, de fundo redondo e com cinco gargalos equipado com um agitador, um condensador de refluxo e um tubo de entrada de nitrogênio gasoso, ao qual 0,92 g de polietileno modificado com anidrido maléico (Mitsui Chemicals Inc., nome comercial: Hiwax 1105A) como agente de dispersão polimérico foi adicionado e dissolvido com calor, seguido da adição de toda a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água usando um funil, e a mistura foi agitada a uma temperatura interna de 40°C por 10 minutos (etapa (A)).

Em seguida, 0,92 g de éster de ácido graxo de sacarose (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nome comercial: S-370) como tensoativo foi dissolvido em 8,28 g de ciclohexano com calor, que foi adicionado ao balão de fundo redondo acima usando um funil dessa forma dispersando a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água (etapa (B)).

Em seguida, depois de a atmosfera no interior do sistema ter sido totalmente substituída por nitrogênio gasoso enquanto a temperatura interna do balão de fundo redondo contendo a emulsão acima era mantida a 40°C, o balão de fundo redondo foi então aquecido em um banho de água a 70°C por 1 hora efetuando assim uma reação de polimerização (etapa (C)).

Depois da reação de polimerização, o produto reacional foi aquecido em um banho de óleo a 120°C, e submetido à destilação azeotrópica dessa forma removendo 114 g de água do sistema enquanto refluxando

ciclohexano para obter um polímero desidratado. 4,6 g de uma solução aquosa a 2% de éter diglicídico de etileno glicol como agente de reticulação foram adicionados ao polímero desidratado resultante, e uma reação de reticulação foi efetuada a 75°C por 2 horas.

5 Depois disso, o polímero foi aquecido no banho de óleo a 120°C para remover ciclohexano e água do sistema por destilação, e seco em uma atmosfera de nitrogênio para obter 97 g de uma resina absorvente de água. O tamanho de partícula médio foi 103 µm, a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 49 g/g, e o teor de água foi 6% na resina absor-

10 vente de água resultante.

Exemplo 8

 Uma suspensão de reação de polimerização que completou a reação de polimerização até a etapa (C) da mesma maneira que no Exemplo 3 foi definida como a suspensão de reação de polimerização no primeiro

15 estágio, e a temperatura foi resfriada a 25°C.

 Separadamente, 128,8 g de ácido acrílico a 80% em peso foram colocados em um balão de Erlenmeyer de 500 ml, e 142,9 g de hidróxido de sódio a 30% em peso foram adicionados em gotas ao balão com agitação enquanto o balão era resfriado por fora efetuando assim neutralização. 0,15

20 g de persulfato de potássio, 11,6 mg de éter diglicídico de etileno glicol e 16,7 g de água destilada foram adicionados ao balão para preparar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água no segundo estágio.

 Depois de a solução aquosa de monômero no segundo estágio ter sido adicionada à suspensão de reação de polimerização acima no primeiro estágio e a atmosfera no interior do sistema ter sido substituída por nitrogênio gasoso, o sistema foi aquecido em um banho de água a 70°C por 1 hora dessa forma efetuando a polimerização da suspensão de fase reversa no segundo estágio.

25

30 Depois da reação de polimerização, o produto reacional foi aquecido em um banho de óleo a 120°C, e submetido à destilação azeotrópica dessa forma removendo 255 g de água do sistema enquanto refluxando

n-heptano no balão de fundo redondo para obter um polímero desidratado. 8,2 g de uma solução aquosa a 2% de éter diglicídico de etileno glicol como agente de reticulação foram adicionados ao polímero desidratado resultante, e a reação de reticulação foi efetuada a 80°C por 2 horas.

- 5 Em seguida, a mistura reacional foi aquecida no banho de óleo a 120°C para remover *n*-heptano e água do sistema por destilação, e seca em uma atmosfera de nitrogênio para obter 232 g de uma resina absorvente de água na forma de partículas esféricas aglomeradas. O tamanho de partícula médio foi 335 µm, a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 10 53 g/g, e o teor de água foi 3% na resina absorvente de água resultante.

Exemplo Comparativo 1

- 92,0 g de ácido acrílico a 80% em peso foram colocados em um balão de Erlenmeyer de 500 ml, e 102,2 g de hidróxido de sódio a 30% em peso foram adicionados em gotas ao balão com agitação enquanto o balão 15 era resfriado por fora efetuando assim neutralização. 0,11 g de persulfato de potássio, 8,3 mg de éter diglicídico de etileno glicol e 43,6 g de água com íons trocados foram adicionados ao balão para preparar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água.

- 342 g de *n*-heptano como um meio de dispersão de hidrocarboreto de petróleo foram colocados em um balão de 2 l, cilíndrico, de fundo 20 redondo e com cinco gargalos equipado com um agitador, um condensador de refluxo e um tubo de entrada de nitrogênio gasoso, ao qual 0,92 g de éster de ácido graxo de sacarose (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nome comercial: S-370) como tensoativo e 0,92 g de polietileno modificado com anidrido maléico (Mitsui Chemicals Inc., nome comercial: Hiwax 1105A) como 25 agente de dispersão polimérico foram adicionados e dissolvidos com calor a uma temperatura interna de 80°C, e em seguida toda a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água acima foi adicionada ao meio de dispersão na presença do tensoativo usando um funil, a atmosfera no sistema foi totalmente substituída por nitrogênio gasoso enquanto a 30 temperatura interna do balão de fundo redondo contendo a emulsão acima era mantida a 40°C, e a emulsão foi aquecida em um banho de água a 70°C

por 1 hora para efetuar uma reação de polimerização.

Depois da reação de polimerização, 95 g de uma resina absorvente de água foram obtidos da mesma maneira que no Exemplo 2. O tamanho de partícula médio foi 59 μm , a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 52 g/g, e o teor de água foi 2% na resina absorvente de água resultante.

Exemplo Comparativo 2

97 g de uma resina absorvente de água foram obtidos da mesma maneira que no Exemplo Comparativo 1, exceto pelo uso de 1,84 g de pentaestearato de decaglicerila (Nikko Chemical Co. Ltd., nome comercial: Decaglyn 5-S) como tensoativo no lugar de 0,92 g de éster de ácido graxo de sacarose. O tamanho de partícula médio foi 90 μm , a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 52 g/g, e o teor de água foi 3% na resina absorvente de água resultante.

Exemplo Comparativo 3

A resina absorvente de água preparada da mesma maneira que no Exemplo Comparativo 2 foi uniformemente espalhada em uma placa de aço inoxidável, e aquecida por uma secadora de ar quente a 180°C por 3 horas. O tamanho de partícula médio foi 89 μm , a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 55 g/g, e o teor de água foi 0% na resina absorvente de água resultante.

Exemplo Comparativo 4

92,0 g de ácido acrílico a 80% em peso foram colocados em um balão de Erlenmeyer de 500 ml, e 102,2 g de hidróxido de sódio a 30% em peso foram adicionados em gotas ao balão com agitação enquanto o balão era resfriado por fora efetuando assim neutralização. 0,11 g de persulfato de potássio, 8,3 mg de N,N'-metilenobisacrilamida e 43,6 g de água com íons trocados foram adicionados ao balão para preparar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água.

360 g de ciclohexano como um meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo foram colocados em um balão de 2 l, cilíndrico, de fundo redondo e com cinco gargalos equipado com um agitador, um condensador

de refluxo e um tubo de entrada de nitrogênio gasoso, ao qual 0,92 g de éster de ácido graxo de sacarose (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nome comercial: S-370) como tensoativo e 0,92 g de polietileno modificado com anidrido maléico (Mitsui Chemicals Inc., nome comercial: Hiwax 1105A) como agente de dispersão polimérico foram adicionados e dissolvidos com calor, e em seguida toda a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água acima foi adicionada ao meio de dispersão na presença do tensoativo usando um funil, a atmosfera no sistema foi totalmente substituída por nitrogênio gasoso enquanto a temperatura interna era mantida a 40°C, e em seguida a emulsão foi aquecida em um banho de água a 70°C por 1 hora dessa forma efetuando uma reação de polimerização.

Depois da reação de polimerização, 96 g de uma resina absorvente de água foram obtidos da mesma maneira que no Exemplo 7. O tamanho de partícula médio foi 110 μm , a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi 48 g/g, e o teor de água foi 7% na resina absorvente de água resultante.

O tamanho de partícula médio, o teor de água e o teste de sensação de odor das resinas absorventes de água preparadas nos respectivos Exemplos e Exemplos Comparativos foram avaliados pelos métodos ilustrados abaixo.

(Tamanho de partícula médio)

50 g da resina absorvente de água foram peneirados com uma peneira-padrão JIS com uma abertura de peneira de 250 μm . O tamanho de partícula médio foi medido usando uma combinação de peneiras (A) quando 50% em peso ou mais da resina passavam pela abertura de peneira, ao passo que se usava uma combinação de peneiras (B) quando 50% em peso ou mais da resina ficavam retidos na peneira.

(A) peneiras-padrão JIS foram empilhadas de cima para baixo da seguinte maneira: começando com uma peneira com uma abertura de peneira de 425 μm no topo, seguida de uma peneira com uma abertura de peneira de 250 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 180 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 150 μm , uma peneira com

uma abertura de peneira de 106 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 75 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 45 μm e uma bandeja em ordem.

- (B) peneiras-padrão JIS foram empilhadas de cima para baixo da seguinte maneira: começando com uma peneira com uma abertura de peneira de 850 μm no topo, seguida de uma peneira com uma abertura de peneira de 600 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 500 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 425 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 300 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 250 μm , uma peneira com uma abertura de peneira de 150 μm e uma bandeja em ordem.

Cerca de 50 g da resina absorvente de água foram colocados na peneira de cima, e classificados por 20 minutos usando uma máquina de agitação do tipo torneira baixa.

- Depois da classificação em peneira, o peso da resina absorvente de água remanescente nas respectivas peneiras foi calculado em termos de percentagem em peso com base no peso total da resina, os valores foram integrados em ordem a partir das resinas com tamanho de partícula menor, e assim as relações entre as aberturas de peneira e os valores de integração da percentagem em peso da resina absorvente de água remanescente na peneira foram plotados em um papel de probabilidade logarítmica. Os gráficos no papel de probabilidade foram ligados com uma linha reta, e o tamanho de partícula correspondente à percentagem em peso integrada de 50% em peso foi definido como o tamanho de partícula médio.

25 (Teor de água)

Cerca de 2,5 g da resina absorvente de água foram pesados com exatidão (Xg), e depois de secar a 105°C com uma secadora de ar quente por 2 horas, o peso da resina absorvente de água seca foi medido (Yg), e em seguida o teor de água foi calculado pela seguinte equação.

30
$$\text{Teor de água (\%)} = [(X - Y)/X] \times 100$$

(Capacidade de absorção de solução salina fisiológica)

500 g de uma solução aquosa a 0,9% de cloreto de sódio foram

colocados em um béquer de 500 ml com uma barra de 3 cm de comprimento enquanto eram agitados com um agitador magnético, 2,0 g da resina absorvente de água foram pesados com exatidão (Ag) e adicionados ao béquer de modo que não fosse deixado nenhum bloco não-intumescido, e em seguida a mistura foi agitada a uma velocidade de 600 rpm por 1 hora.

O gel foi filtrado por uma peneira-padrão JIS que tem 2 cm de diâmetro com uma abertura de peneira de 38 µm, o excesso de água contido no gel remanescente na peneira foi grosseiramente drenado com uma placa de resina de flúor, e em seguida a peneira foi inclinada e deixada por 30 minutos para acabar a drenagem. O peso do gel remanescente na peneira (Bg) foi pesado, e a capacidade de absorção de solução salina fisiológica foi calculado pela seguinte equação.

Capacidade de absorção de solução salina fisiológica (g/g) = B/A

(Teste de sensação de odor)

O odor da resina absorvente de água proveniente do meio de dispersão depois de intumescimento foi comparado pelo seguinte método. 20,0 g de solução salina a 0,9% em massa a 25°C foram colocados em uma garrafa de vidro de 140 ml com uma tampa (vidro de maionese), e agitados com uma barra de 3 cm de comprimento. 4,0 g da resina absorvente de água foram adicionados à garrafa de vidro e fechados hermeticamente. O odor proveniente do meio de dispersão na garrafa de vidro foi determinado por cinco peritos de acordo com o método de indicação de intensidade de odor de seis níveis mostrado abaixo, e avaliado pelo valor médio.

Tabela 1

Avaliação de seis níveis	Critérios de avaliação
5	Odor muito forte
4	Odor forte
3	Odor reconhecido com facilidade
2	Odor leve, "oder" daquilo que é reconhecido
1	Odor muito leve que é detectado com dificuldade
0	Sem odor

Os resultados do teste de sensação de odor da resina absorvente de água preparada nos Exemplos 1 a 8 e nos Exemplos Comparativos 1 a 4 estão mostrados na Tabela 2.

Tabela 2

5

Amostra	Meio de dispersão	Tamanho de partícula médio [µm]	Capacidade de absorção de solução salina fisiológica [g/g]	Teste de sensação de odor (Avaliação por peritos)					
				A	B	C	D	E	Média
Exemplo 1	Heptano	127	60	2	2	2	2	1	1,8
Exemplo 2	Heptano	96	54	1	1	1	1	1	1,0
Exemplo 3	Heptano	56	55	1	1	0	0	0	0,4
Exemplo 4	Heptano	60	56	1	0	0	0	0	0,2
Exemplo 5	Heptano	63	56	1	0	0	0	0	0,2
Exemplo 6	Heptano	86	55	1	1	1	1	0	0,8
Exemplo 7	Ciclohexano	103	49	2	2	2	2	1	1,8
Exemplo 8	Heptano	335	53	0	0	0	0	0	0,0
Exemplo Comparativo 1	Heptano	59	52	3	3	3	3	3	3,0
Exemplo Comparativo 2	Heptano	90	52	3	3	3	3	3	3,0
Exemplo Comparativo 3	Heptano	89	55	3	3	3	3	3	3,0
Exemplo Comparativo 4	Ciclohexano	110	48	4	4	4	4	4	4,0

Como mostrado na Tabela 2, é óbvio que o odor proveniente do meio de dispersão da resina absorvente de água preparada pelo processo de produção da presente invenção é menor, nas comparações entre o mesmo tipo de meio de dispersão.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produção de uma resina absorvente de água submetendo-se um monômero etilenicamente insaturado solúvel em água à polimerização em suspensão de fase reversa, caracterizado pelo fato de que
5 compreende as seguintes etapas de:

(A) adicionar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água a um meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo para dispersar a solução aquosa no meio de dispersão,

(B) adicionar um tensoativo à emulsão para dispersar ainda mais
10 o monômero na emulsão, e

(C) efetuar uma polimerização em suspensão de fase reversa usando um iniciador de polimerização por radicais solúvel em água opcionalmente na presença de um agente de reticulação interna.

2. Processo para produção de uma resina absorvente de água
15 de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado é adicionada ao meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo e dispersada no mesmo na presença de um agente de dispersão polimérico na etapa (A).

3. Processo para produção de uma resina absorvente de água
20 de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que um agente de dispersão polimérico é ainda adicionado junto com o tensoativo na etapa (B).

4. Processo para produção de uma resina absorvente de água de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo
25 fato de que a resina absorvente de água preparada pelas etapas (A) a (C) é submetida à pós-reticulação usando um agente de pós-reticulação.

5. Processo para produção de uma resina absorvente de água de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o tensoativo é pelo menos um tensoativo selecionado do grupo
30 que consiste em éster de ácido graxo de poliglicerina, éster de ácido graxo de sacarose e éster de ácido graxo de sorbitano.

6. Processo para produção de uma resina absorvente de água

de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 5, caracterizado pelo fato de que o agente de dispersão polimérico é pelo menos um agente selecionado do grupo que consiste em polietileno modificado com anidrido maléico, polipropileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno-propileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno-anidrido maléico, copolímero de propileno-anidrido maléico, copolímero de etileno-propileno-anidrido maléico, polietileno, polipropileno, copolímero de etileno-propileno, polietileno oxidado e polipropileno oxidado.

7. Processo para produção de uma resina absorvente de água de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o monômero etilenicamente insaturado solúvel em água é pelo menos monômero selecionado do grupo que consiste em ácido acrílico e sais do mesmo, ácido metacrílico e sais do mesmo, e acrilamida.

8. Processo para produção de uma resina absorvente de água de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo é pelo menos um meio selecionado do grupo que consiste em hidrocarbonetos alifáticos e hidrocarbonetos alicíclicos tendo 6 a 7 átomos de carbono.

9. Resina absorvente de água, caracterizada pelo fato de que é preparada pelo processo de produção como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 8.

RESUMO

Patente de Invenção: **"PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA E RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA"**.

Constitui um objetivo da presente invenção reduzir o odor de uma resina absorvente de água durante a absorção de água. Assim, a invenção é obtida por um processo para produção de uma resina absorvente de água submetendo-se um monômero etilenicamente insaturado solúvel em água à polimerização em suspensão de fase reversa. O processo compreende as seguintes etapas (A) a (C): (A) adicionar uma solução aquosa de monômero etilenicamente insaturado solúvel em água a um meio de dispersão de hidrocarboneto de petróleo para dispersar a solução aquosa no meio de dispersão; (B) adicionar um tensoativo à emulsão para dispersar ainda mais a emulsão; e (C) efetuar uma polimerização em suspensão de fase reversa usando um iniciador de polimerização por radicais solúvel em água, opcionalmente na presença de um agente de reticulação interna.