



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

(21) **PI 0712831-2 A2**

(22) Data de Depósito: 20/04/2007  
(43) Data da Publicação: 24/07/2012  
(RPI 2168)



(51) *Int.Cl.:*  
C08F 2/18  
B01J 20/26  
C08F 20/06

**(54) Título:** PROCESSO PARA PRODUÇÃO DA PARTÍCULA DE RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA E PARTÍCULA DE RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA PRODUZIDA PELO PROCESSO

**(30) Prioridade Unionista:** 24/04/2006 JP 2006-119891

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

**(72) Inventor(es):** Masayoshi Handa, Yasuhiro Nawata

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

**(86) Pedido Internacional:** PCT JP2007058579 de 20/04/2007

**(87) Publicação Internacional:** WO 2007/123188de  
01/11/2007

**(57) Resumo:** PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE PARTÍCULA DE RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA E PARTÍCULA DE RESINA ABSORVENTE DE ÁGUA PRODUZIDA PELO PROCESSO. A presente invenção refere-se a um método para produzir partículas de resina absorvente de água, no qual o tamanho médio de partícula das partículas primárias (d) e um tamanho médio de partícula das partículas secundárias (D) satisfazem à relação da fórmula  $5d/3+150 < D < 5d+150$ , compreendendo as etapas de: (1) submeter um monômero com insaturação etilênica solúvel em água a uma primeira etapa de reação de polimerização em suspensão em fase reversa, em um solvente hidrocarbônico de petróleo, na presença de um estabilizador de dispersão, para dar partículas primárias esféricas com um tamanho médio de partícula (d) entre 30 e 130  $\mu\text{m}$ ; (2) resfriar a solução da reação de polimerização, para precipitar o estabilizador de dispersão; e (3) realizar uma segunda etapa de reação de polimerização em suspensão em fase reversa adicionando o monômero com insaturação etilênica solúvel em água para a segunda etapa à solução da reação de polimerização para aglomerar as partículas primárias, para dar partículas secundárias com um tamanho médio de partícula (D) entre 200 e 500  $\mu\text{m}$ .

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

5 CAMPO TÉCNICO

A presente invenção refere-se a um método para produzir partículas de resina absorventes de água. Mais especificamente, a presente invenção refere-se a um método para produzir partículas de resina absorventes de água, tendo um tamanho de partícula apropriado, uma distribuição estreita dos tamanhos de partícula, uma alta resistência das partículas, e uma excelente capacidade de absorção de água, como propriedades apropriadas para um agente absorvente de água em um material para higiene pessoal; e partículas absorventes de água obteníveis pelo método.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

15 Nos últimos anos, uma resina absorvente de água tem sido usada amplamente em vários campos tais como artigos higiênicos, tais como fraldas descartáveis e artigos sanitários; materiais agrícolas e hortícolas tais como agentes retentores de água e condicionadores do solo; materiais industriais e para construção civil, tais como agentes bloqueadores de água e agentes para impedir orvalhada. Dentre estes campos, ela é usada muitas vezes especialmente para artigos de higiene pessoal tais como fraldas descartáveis e artigos sanitários.

25 Na qualidade de resinas absorventes de água, existem muitas conhecidas, por exemplo, hidrolisados de copolímeros enxertados de amido/acrilonitrila, produtos neutralizados de copolímeros enxertados de amido/acrilato, produtos saponificados de copolímeros de acetato de vinila e éster acrílico, produtos parcialmente neutralizados de poli(ácido acrílico), e similares.

30 Geralmente, as propriedades desejadas para a resina absorvente de água incluem uma grande quantidade de absorção de água, uma excelente taxa de absorção de água, uma alta resistência do gel depois da absorção de água, e similares. Particularmente, as propriedades desejadas

para a resina absorvente de água usada em um material absorvente aplicado a um material higiênico, incluem, além de uma grande quantidade de absorção de água, uma excelente taxa de absorção de água, e uma alta resistência do gel depois da absorção de água, uma excelente capacidade de absorção de água sob pressão, um tamanho de partícula apropriado, uma estreita distribuição dos tamanhos das partículas, uma pequena quantidade de reumedecimento da substância absorvida na parte externa do material absorvente, uma excelente capacidade de dispersão da substância absorvida na parte interna do material absorvente, e similares.

Além disso, nos últimos anos, com um material absorvente para uso em um material higiênico, tal como uma fralda descartável ou absorvente higiênico, sendo mais fino e uma linha de fabricação sendo mais acelerada, tem sido desejado que as partículas de resina absorventes de água não se desintegrem, mesmo sendo expostas a uma alta pressão ou a uma forte colisão que não se tinha presumido até agora; em outras palavras, uma alta resistência das partículas.

Por exemplo, um material absorvente para fralda descartável é fabricado geralmente aplicando vácuo às partículas de resina absorventes de água e às polpas fibrosas sobre uma tela metálica, para laminar com mistura no ar, em um equipamento denominado formador cilindros. Depois disso, o material absorvente foi comprimido por uma prensa de rolos ou similares, para manter seu formato e aumentar a resistência. Na fabricação de um material absorvente fino, o material absorvente é prensado por uma pressão mais alta do que aquela do material absorvente convencional, e, adicionalmente, a quantidade da polpa usada é baixada. Portanto, uma alta força é carregada sobre as partículas absorventes de água, como o que tende a ocorrer uma desintegração das partículas.

Além disso, uma aceleração de uma linha de fabricação do material absorvente para aumentar a produtividade progride, de tal modo que, no formador de cilindros acima, uma velocidade na qual as partículas de resina absorventes de água colidem com a tela metálica e uma placa de sustentação na sua periferia é aumentada, e as partículas de resina absorven-

tes de água recebem uma colisão mais alta do que nunca antes, com o que as partículas também tendem a desintegrar.

Quando ocorre uma desintegração das partículas de resina absorventes de água, a propriedade de absorção de água fica mais baixa. Portanto, tem sido desejado que as partículas de resina absorventes de água nas quais a resistência das partículas contra colisão é alta e a propriedade de absorção de água não fique mais baixa.

A resina absorvente de água é produzida principalmente submetendo um monômero com insaturação etilênica solúvel em água a uma polimerização em suspensão em fase reversa ou uma polimerização em solução aquosa. Entretanto, tem existido desvantagens em um método convencional de polimerização em suspensão em fase reversa de que é menos possível produzir partículas de resina absorventes de água com um tamanho de partícula grande, e um tamanho de partícula apropriado para um material higiênico é menos possível de ser obtido.

Portanto, para obter partículas de resina absorventes de água com um tamanho de partícula grande, algumas técnicas de fabricação foram sugeridas. Por exemplo, foram sugeridos, em métodos de produção de acordo com uma polimerização em suspensão em fase reversa, um método que compreende produzir partículas de resina absorventes de água de acordo com uma polimerização do monômero para a primeira etapa, e depois disso, resfriar as partículas, adicionando novamente um monômero à solução da reação de polimerização na qual as partículas de polímero na primeira etapa ficam em suspensão, de tal modo que o surfactante fique em um estado de precipitação, e polimerizar a mistura, para dar partículas grandes de resina absorventes de água (Publicação de Patente 1), um método que compreende produzir partículas de resina absorventes de água, de acordo com uma polimerização do monômero para a primeira etapa, e depois disso, adicionando novamente um à solução da reação de polimerização, na qual as partículas de polímero estão em suspensão, e polimerizar a mistura, para aglomerar as partículas de polímero na primeira etapa (Publicação de Patente 2), um método que compreende produzir partículas de resina absorventes

de água, de acordo com uma polimerização do monômero para a primeira etapa, e depois disso, adicionar um surfactante específico que tem um HLB de 7 ou mais à solução da reação de polimerização na qual as partículas de polímero estão em suspensão, e depois adicionar novamente um monômero a ela, e polimerizar a mistura, para dar partículas grandes de resina absorventes de água (Publicação de Patente 3), um método que compreende produzir partículas de resina absorventes de água, de acordo com uma polimerização do monômero pra a primeira etapa, e depois disso, adicionar novamente um monômero à solução da reação de polimerização na qual as partículas estão em suspensão, na presença de pós inorgânicos, e polimerizar a mistura, para dar , partículas grandes de resina absorventes de água (Publicação de Patente 4), e similares.

De acordo com as técnicas acima, uma resina absorvente de água com um tamanho de partícula grande foi obtida, mas não satisfizeram suficientemente um tamanho de partícula apropriado, uma distribuição estreita dos tamanhos das partículas, uma alta resistência das partículas, e uma excelente capacidade de absorção de água sob pressão.

Publicação de Patente 1: Patente Japonesa Publicada Nº Hei 3-227301

Publicação de Patente 2: Patente Japonesa Publicada Nº Hei 5-17509

Publicação de Patente 3: Patente Japonesa Publicada Nº Hei 9-12613

Publicação de Patente 4: Patente Japonesa Publicada Nº Hei 9-77810

## DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

### Problemas a Serem Solucionados pela Invenção

Um objeto da presente invenção é fornecer um método para produzir partículas de resina absorventes de água com um tamanho de partícula apropriado, uma distribuição estreita dos tamanhos das partículas, uma alta resistência das partículas, e uma excelente capacidade de absorção de água sob pressão, como propriedades apropriadas de um agente absorvente de água usado em um material higiênico; e as partículas de resina absorventes de água obteníveis pelo método.

### Meios para Solucionar os Problemas

A presente invenção refere-se a um método para produzir partí-

culas de resina absorventes de água, nas quais um tamanho médio de partícula de partículas primárias (d) e um tamanho médio de partícula de partículas secundárias (D) satisfazem à relação da fórmula:  $5d/3+150 < D < 5d+150$ , compreendendo as etapas de (1) submeter um monômero com insaturação etilênica solúvel em água a uma primeira etapa de reações de polimerização em suspensão em fase reversa, em um solvente hidrocarbônico de petróleo, na presença de um estabilizador de dispersão, para dar partículas primárias esféricas com um tamanho médio de partícula (d) entre 30 e 130  $\mu\text{m}$ , (2) resfriar a solução da reação de polimerização, para precipitar o estabilizador de dispersão, e (3) realizar uma segunda etapa de reação de polimerização em suspensão em fase reversa, adicionando o monômero com insaturação etilênica solúvel em água para a segunda etapa à solução da reação de polimerização, para aglomerar as partículas primárias, para dar partículas secundárias com um tamanho médio de partícula (D) entre 200 e 500  $\mu\text{m}$ ; e as partículas de resina absorventes de água obteníveis pelo método.

#### Efeitos da Invenção

De acordo com a presente invenção, podem ser produzidas partículas de resina absorventes de água, tendo um tamanho de partícula apropriado, uma distribuição estreita dos tamanhos das partículas, uma alta resistência das partículas, e uma excelente capacidade de absorção de água sob pressão, as partículas de resina absorventes de água resultantes podem ser usadas adequadamente, mesmo na produção de um material absorvente fino, sem piorar suas propriedades.

#### MELHOR MODO PARA CONDUZIR A INVENÇÃO

O método de produção da presente invenção é realizado por uma reação de polimerização em suspensão em fase reversa em duas etapas. A presente invenção será aqui explanada abaixo como um exemplo da modalidade, mas não está limitada apenas àquelas exemplificadas.

Especificamente, no método para produzir uma resina absorvente de água, submetendo um monômero com insaturação etilênica solúvel em água a um polimerização em suspensão em fase reversa, em um solvente hidrocarbônico de petróleo, na presença de um surfactante como um estabi-

lizador de dispersão, usando um agente dispersante polimérico como um estabilizador de dispersão, junto com, conforme desejado, a solução aquosa do monômero com insaturação etilênica solúvel em água para a primeira etapa é submetida a uma reação de polimerização em suspensão em fase reversa, usando um iniciador de polimerização de radicais livres, sob agitação, na presença de um agente reticulante, conforme desejado, na presença de um espessante solúvel em água, conforme desejado, para dar partículas primárias esféricas com um tamanho médio de partícula ( $d$ ) entre 30 e 130  $\mu\text{m}$ . Depois disso, a solução da reação de polimerização é resfriada, de tal modo que o estabilizador de dispersão fique em um estado de precipitação, e uma segunda etapa de reação de polimerização em suspensão em fase reversa é realizada adicionando a ela uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, contendo de preferência 90 a 200 partes em peso de um monômero baseado em 100 partes em peso do monômero para a primeira etapa, um iniciador de polimerização de radicais, e um agente reticulante, para dar partículas secundárias na forma aglomerada das partículas primárias, onde as partículas secundárias têm um tamanho médio de partícula ( $D$ ) entre 200 e 500  $\mu\text{m}$ , e a relação entre um tamanho médio de partícula das partículas primárias ( $d$ ) e um tamanho médio de partícula de partículas secundárias ( $D$ ) fica dentro da faixa da fórmula:  $5d/3+150 < D < 5d+150$ , como o que são obtidas partículas de resina absorventes de água que têm um tamanho de partícula apropriado, uma distribuição estreita dos tamanhos das partículas, e uma alta resistência das partículas.

O monômero com insaturação etilênica solúvel em água usado inclui, por exemplo, ácido (met)acrílico ("acril-" e "metacril-", como aqui utilizado, refrem-se coletivamente a "(met)acril-", aqui referido aos mesmos), ácido 2-(met)acrilamido-2-metil-propanossulfônico e/ou um seu sal alcalino; monômeros não-iônicos tais como (met)acrilamida, N,N-dimetil-(met)acrilamida, (met)acrilato de 2-hidróxi-etila, N-metilol-(met)acrilamida e mono(met)acrilato de polietilenoglicol; monômeros insaturados que contêm grupos amino, tais como (met)acrilato de N,N-dietil-amino-etila, (met)acrilato de N,N-dietil-amino-propila, e dietil-amino-propil-(met)acrilamida ou seus sais

quaternários; e similares. Pelo menos um membro selecionado entre estes grupos pode ser usado. Dentre eles, ácido acrílico, ácido metacrílico, ou seus sais alcalinos, acrilamida, metacrilamida, ou N,N-dimetil-acrilamida são usados preferivelmente. Além disso, um componente monomérico usado na  
5 segunda e subsequente etapas pode incluir o componente monomérico igual ou diferente do componente monomérico usado na primeira etapa.

O monômero com insaturação etilênica solúvel em água pode ser utilizado usualmente na forma de uma solução aquosa. É preferível que a concentração do monômero na solução aquosa do monômero fique na  
10 faixa entre 20% em peso até uma concentração saturada.

Quando o monômero com insaturação etilênica solúvel em água tem um grupo ácido, como ácido (met)acrílico e ácido 2-(met)acrilamido-2-metil-propanossulfônico, o grupo ácido pode ser previamente neutralizado com um agente neutralizador alcalino, tal como um sal de metal alcalino. O  
15 agente neutralizador alcalino, como mencionado acima, inclui soluções aquosas de hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de amônio, e similares. Estes neutralizadores alcalinos podem ser usados isoladamente ou em combinação.

O grau de neutralização de todos os grupos ácidos com o agente  
20 neutralizador alcalino fica, de preferência, na faixa entre 10 e 100% em mol, e mais preferivelmente na faixa entre 30 e 80% em mol, do ponto de vista de aumentar a pressão osmótica, a fim de aumentar a capacidade de absorção das partículas de resina absorventes de água resultantes, e não causar quaisquer desvantagens em segurança ou similares, devido à presença de  
25 um excesso de agente neutralizador alcalino.

O iniciador de polimerização de radicais adicionado à solução aquosa do monômero inclui, por exemplo, persulfatos tais como persulfato de potássio, persulfato de amônio e persulfato de sódio; peróxidos tais como peróxido de metil-etil-cetona, peróxido de metil-isobutil-cetona, peróxido de di-t-butila, peróxido de t-butil-cumila, peroxiacetato de t-butila, peroxibutilato de t-butila, peroxipivalato de t-butila, e peróxido de hidrogênio; azocompos-  
30 tos tais como dicloridrato de 2,2'-azobis-[2-(N-fenil-amidino)-propano], diclo-



ridrato de 2,2'-azobis-[2-(N-alil-amidino)-propano, dicloridrato de 2,2'-azobis-{2-[1-(2-hidróxi-etil)-2-imidazolin-2-il]-propano}, 2,2'-azobis-{2-metil-N-[1,1-bis-(hidróxi-metil)-2-hidróxi-etil]-propionamida}, 2,2'-azobis-[2-metil-N-(2-hidróxi-etil)-propionamida], e 4,4'-azobis-(ácido 4-cianovalérico); e similares.

5 Estes iniciadores de polimerização de radicais podem ser usados isoladamente ou em combinação de dois ou mais tipos.

O iniciador de polimerização de radicais é usualmente usado em uma quantidade entre 0,005 e 1% em mol, baseado na quantidade total do monômero. Quando a quantidade usada é menor do que 0,005% em mol,  
10 ela não é preferível, pois é necessário um longo tempo para a reação de polimerização. Quando a quantidade usada é maior do que 1% em mol, ela não é preferível, pois ocorre uma reação de polimerização abrupta.

O iniciador de polimerização com radicais livres supramencionado pode ser usado também como iniciador de polimerização por oxirredução,  
15 em conjunto com um agente redutor, tal como sulfito de sódio, hidrossulfito de sódio, sulfato ferroso, e ácido L-ascórbico.

Além disso, para controlar a propriedade de absorção de água das partículas de resina absorventes de água, um agente de transferência de cadeia pode ser adicionado. Na qualidade dos agentes de transferência de cadeia supramencionados, podem ser exemplificados hipofosfitos, tiós,  
20 ácidos tiólicos, álcoois secundários, aminas, e similares.

Um agente reticulante pode ser adicionado, conforme a ocasião exija, à solução aquosa supramencionado monômero, para realizar a polimerização. Na qualidade de agente reticulante (agente de reticulação interna) adicionado à solução aquosa do monômero antes da reação de polimerização, por exemplo, podem ser usados compostos que têm dois ou mais grupos insaturados polimerizáveis. O agente reticulante inclui, por exemplo, ésteres di- ou tri(met)acrilato de polióis, tais como (poli)etilenoglicol [por exemplo, "polietilenoglicol" e "etilenoglicol", como aqui utilizados, são descritos  
25 coletivamente como "(poli)etilenoglicol," aqui doravante referido ao mesmo], (poli)propilenoglicol, trimetilolpropano, glicerol-polioxietilenoglicol, polioxipropilenoglicol, e (poli)glicerina; poliésteres inaturados obtidos reagindo o poliál

supramencionado com um ácido insaturado, tal como ácido maléico e ácido fumárico; bisacrilamidas tais como N,N'-metileno-bis-(met)acrilamida; ésteres di- ou tri(met)acrilato obtidos reagindo um poliepóxido com ácido (met)acrílico; ésteres de carbamila de ácido di(met)acrílico obtidos reagindo  
 5 um poliisocianato tal como diisocianato de tolileno ou diisocianato de hexametileno com (met)acrilato de hidróxi-etila; amido alquilado; celulose alilada; ftalato de dialila; isocianurato de N,N',N"-trialila; divinil-benzeno; e similares.

Além disso, na qualidade de agente reticulante interno, além dos compostos supramencionados, cada um tendo dois ou mais grupos insaturados polimerizáveis, podem ser usados compostos que têm dois ou mais  
 10 outros grupos funcionais reativos. O agente reticulante interno inclui, por exemplo, compostos que contêm grupos glicídila, tais como polietilenoglicol-diglicidil-éter, (poli)propilenoglicol-diglicidil-éter, e (poli)glicerol-diglicidil-éter; (poli)etilenoglicol; (poli)propilenoglicol; (poli)glicerina; pentaeritritol; etilenodiamina; polietilenoimina; (met)acrilato de glicídila; e similares. Estes agentes  
 15 reticulantes internos podem ser usados em combinação de dois ou mais tipos.

O agente reticulante interno é adicionado em uma quantidade, de preferência, de 1% em mol ou menos, e mais preferivelmente, 0,5% em  
 20 mol ou menos, baseado na quantidade total do monômero, do ponto de vista de intensificar suficientemente a propriedade de absorção das partículas de resina absorventes de água. Neste caso, a razão pela qual a adição do agente reticulante interna é opcional pelo fato de que a capacidade de absorção de água das partículas absorventes de água pode ser controlada adicionando um agente reticulante para submeter as partículas à reticulação sobre  
 25 sua superfície ou perto sua superfície em quaisquer etapas desde depois da polimerização dos monômeros até a secagem.

O solvente hidrocarbônico de petróleo usado como meio de dispersão inclui, por exemplo, hidrocarbonetos alifáticos tais como n-hexano, n-heptano, n-octano, e ligroína; hidrocarbonetos alicíclicos tais como ciclopentano, metal-ciclopentano, ciclohexano, e metal-ciclohexano; hidrocarbonetos  
 30 aromáticos tais como benzeno, tolueno, e xileno; e similares. Dentre eles, n-

hexano, n-heptano, e ciclohexano são usados adequadamente, pois eles estão disponíveis facilmente na indústria, são estáveis em qualidade e econômicos. Estes solventes hidrocarbônicos de petróleo podem ser usados isoladamente ou podem ser usados em mistura de dois ou mais tipos.

5                   O surfactante como estabilizador de dispersão inclui, por exemplo, ésteres de ácidos graxos com sacarose, ésteres de ácidos graxos com poliglicerinas, ésteres de ácidos graxos com sorbitano, ésteres de ácidos graxos com polioxietileno-sorbitano, ésteres de ácidos graxos com polioxietileno-glicerina, ésteres de ácidos graxos com sorbitol, ésteres de ácidos graxos com polioxietileno-sorbitol, polioxietileno-alquil-éteres, polioxietileno-alquil-fenil-éteres, óleo de mamona polioxietilenado, óleo de mamona polioxietilenado hidrogenado, polioxietileno-éteres condensados com alquil-alil-formaldeído, copolímero em bloco de polioxietileno/polioxipropileno, polioxietileno-polioxipropil-alquil-éteres, ésteres de ácidos graxos com polietilenoglicol, alquil-glicosídeos, N-alquil-glucona-amidas, amidas de ácidos graxos com polioxietileno, polioxietileno-alquil-aminas, ésteres do ácido fosfórico com polioxietileno-alquil-éteres, e ésteres do ácido fosfórico com polioxietileno-alquil-alil-éteres, e similares.

20                   Dentre eles, são preferíveis os ésteres de ácidos graxos com sacarose, ésteres de ácidos graxos com poliglicerina, ésteres de ácidos graxos com sorbitano, ésteres de ácidos graxos com polioxietileno-sorbitano, ésteres de ácidos graxos com polioxietileno-glicerina, e óleo de mamona polioxietilenado hidrogenado, do ponto de vista de estabilidade da dispersão da solução aquosa do monômero. Além disso, ésteres de ácidos graxos com 25                   sacarose e ésteres de ácidos graxos com poliglicerina são mais preferivelmente usados, do ponto de vista de tamanho de partícula, distribuição dos tamanhos das partículas, e resistência das partículas das partículas aglomeradas resultantes. Estes surfactantes como estabilizadores da dispersão podem ser usados isoladamente ou em combinação de dois ou mais tipos.

30                   Além disso, como estabilizador da dispersão, pode ser usado um agente dispersante polimérico junto com o surfactante supramencionado. O agente dispersante polimérico usado inclui polietileno modificado com anidri-

do maléico, polipropileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico, EPDM (terpolímero de etileno/propileno/dieno) modificado com anidrido maléico, polibutadieno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno e anidrido maléico, copolímero de etileno/propileno/anidrido maléico, copolímero de butadieno e anidrido maléico, polietileno oxidado, copolímero de etileno e ácido acrílico, etil-celulose, etil-hidróxi-etil-celulose, e similares. Dentre eles, são preferíveis polietileno modificado com anidrido maléico, polipropileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico, polietileno oxidado, e copolímero de etileno e ácido acrílico, do ponto de vista de estabilidade da dispersão da solução aquosa do monômero. Estes agentes dispersantes poliméricos podem ser usados isoladamente ou em combinação de dois ou mais tipos.

Um formato das partículas primárias é uma única partícula com formato esférico com superfície lisa, tal como um formato esférico verdadeiro, ou um formato esférico elíptico. Para obter partículas de resina absorventes de água esféricas, como mencionado acima, o HLB (equilíbrio hidrofílico/lipofílico) de um estabilizador de dispersão é usado geralmente como um índice. O HLB não está particularmente limitado, pois a faixa de HLB na qual as partículas esféricas são obtidas difere dependendo do tipo de estabilizador de dispersão usado.

Por exemplo, no caso de um éster de ácido graxo com sacarose, as partículas esféricas são obtidas usando um estabilizador de dispersão que tem um HLB de 5 ou menos. Quando as partículas primárias são esféricas, um formato da superfície é liso, e também as partículas secundárias aglomeradas são possivelmente enchidas firmemente, de tal modo que as partículas sejam menos possivelmente desintegradas mesmo quando recebem uma colisão, e são obtidas partículas de resina absorventes de água que têm uma alta resistência de partícula.

Estes estabilizadores de dispersão são usados em uma quantidade entre 0,1 e 5 partes em peso, e de preferência, entre 0,2 e 3 partes em peso, baseado em 100 partes em peso da solução aquosa do monômero

para a primeira etapa, a fim de manter favoravelmente o estado de dispersão da solução aquosa do monômero e obter um efeito de dispersão que representa a quantidade usada, em um solvente hidrocarbônico de petróleo.

A temperatura de reação da reação de polimerização difere dependendo do iniciador de polimerização com radicais usado. A temperatura da reação é usualmente entre 20°C e 110°C, e de preferência, entre 40°C e 90°C. Quando a temperatura da reação é mais baixa do que 20°C, a velocidade da polimerização fica mais baixa, e o tempo de polimerização fica mais longo, de tal modo ela não seja economicamente preferível. Quando a temperatura da reação é mais alta do que 110°C, seria difícil remover o calor de polimerização, de tal modo que seria difícil realizar a reação regularmente.

No método de produção da presente invenção, o controle do tamanho de partícula das partículas primárias durante a primeira etapa de polimerização pode ser realizado, por exemplo, mudando a velocidade rotacional da agitação durante a reação de polimerização, usando os vários tipos de lâminas de agitação. Na qualidade de lâminas de agitação, é possível usar, por exemplo, uma lâmina helicoidal, uma lâmina de pá, uma lâmina de âncora, uma lâmina de turbina, uma lâmina Phaudler, uma lâmina de fita, uma lâmina Fullzone (fabricada por Shinko Pantec Co., Ltd.), uma lâmina MAXBLEND (fabricada por Sumitomo Heavy Industries, Ltd.), uma lâmina Super-Mix (fabricada por Satake Chemical Equipment Mfg., Ltd.), e similares. Usualmente, quando os mesmos tipos de lâminas de agitação são usados, quanto mais alta a velocidade rotacional de agitação, menor será o tamanho de partícula das partículas primárias.

Além disso, o tamanho de partícula das partículas primárias pode ser ajustado também adicionando um espessante à solução aquosa do monômero para a primeira etapa, a fim de mudar a viscosidade da solução aquosa. Na qualidade de espessante, podem ser usados, por exemplo, hidróxi-etil-celulose, hidróxi-propil-celulose, metal-celulose, carbóxi-metil-celulose, poli(ácido acrílico), produtos (parcialmente) hidrolisados de poli(ácido acrílico), polietilenoglicol, poliacrilamida, polietilenoimina, dextrina, alginato de sódio, poli(álcool vinílico), poli(vinil-pirrolidona), poli(óxido de etil-

leno), ou similares. Usualmente, quando as velocidades rotacionais de agitação são iguais, quanto mais alta a viscosidade da solução aquosa do monômero, maior será o tamanho de partícula das partículas primárias.

Conseqüentemente, são obtidas partículas primárias esféricas que têm um tamanho médio de partícula ( $d$ ) entre 30 e 130  $\mu\text{m}$ . Dentre eles, o tamanho médio de partícula é de preferência entre 40 e 120  $\mu\text{m}$ , e mais preferivelmente, entre 50 e 110  $\mu\text{m}$ , e de forma particularmente preferível, entre 50 e 100  $\mu\text{m}$ , de tal modo que os efeitos da presente invenção sejam aumentados.

As partículas primárias com o tamanho médio de partícula mencionado acima são selecionadas, com o que as partículas primárias aglomeram intimamente depois da segunda etapa de polimerização, de tal modo que sejam obtidas partículas secundárias com uma alta resistência à aglomeração, um tamanho de partícula apropriado, e uma estreita distribuição dos tamanhos das partículas.

Quando as partículas primárias têm um tamanho médio de partícula menor do que 30  $\mu\text{m}$ , ele não é preferível porque o tamanho de partícula das partículas secundárias fica pequeno demais, e a distribuição do tamanho das partículas torna-se mais ampla. Além disso, quando as partículas primárias têm um tamanho médio de partícula maior do que 130  $\mu\text{m}$ , ele não é preferível porque o tamanho de partícula das partículas secundárias torna-se grande demais, e a resistência à aglomeração fica mais baixa.

Na qualidade de um método para controlar o tamanho de partícula das partículas secundárias, por exemplo, a razão do monômero para a segunda etapa usado, baseado no monômero com insaturação etilênica solúvel em água para a primeira etapa, é variada, ou a temperatura de resfriamento depois da primeira etapa de polimerização é variada, para mudar o grau de precipitação do estabilizador de dispersão, com o que o tamanho de partícula das partículas secundárias pode ser ajustado.

Na presente invenção, o monômero com insaturação etilênica solúvel em água usado na segunda etapa é adicionado em uma quantidade, de preferência, entre 90 e 200 partes em peso, mais preferivelmente, entre

110 e 180 partes em peso, e ainda mais preferivelmente, entre 120 e 160 partes em peso, baseado em 100 partes em peso do monômero para a primeira etapa. Quando o monômero com insaturação etilênica solúvel em água para a segunda etapa é adicionado em uma quantidade menor do que 90 partes em peso, um monômero necessário para a aglomeração das partículas primárias se esgota, de tal modo que a distribuição dos tamanhos das partículas fica mais ampla, e a resistência à aglomeração das partículas tende a ficar mais fraca. Além disso, quando o monômero com insaturação etilênica solúvel em água para a segunda etapa é adicionado em uma quantidade maior do que 200 partes em peso, um polímero de partículas finas é gerado a partir do excesso de monômero, de tal modo que a distribuição dos tamanhos das partículas tende a ficar mais ampla.

Em uma etapa de resfriamento da solução da reação de polimerização na primeira etapa, para precipitar o estabilizador de dispersão, a temperatura de resfriamento não está particularmente limitada porque a temperatura de precipitação do estabilizador de dispersão difere dependendo dos tipos de estabilizador de dispersão ou dos tipos de um solvente. Usualmente, a temperatura de resfriamento é entre 10°C e 50°C, e uma turbidez branca é observada pela precipitação, de tal modo que a temperatura de resfriamento possa ser determinada visualmente ou de acordo com um turbidímetro.

As partículas secundárias obtidas de acordo com o método de produção da presente invenção têm um tamanho médio de partícula (D) na faixa entre 200 e 500 µm, e de preferência, entre 250 e 450 µm.

Quando as partículas secundárias têm um tamanho médio de partícula menor do que 200 µm e são usadas em um material absorvente, ou similares, ele não é preferível porque um fenômeno no qual a difusão de líquido é inibido, em outras palavras, o bloqueamento do gel, possivelmente ocorre, e a uniformidade é prejudicada devido à transferência das partículas. Quando as partículas secundárias têm um tamanho médio de partícula maior do que 500 µm e são usadas em um artigo absorvente, ou similares, ele não é preferível porque o material absorvente possivelmente é parcialmente duro,

e a flexibilidade é prejudicada.

Além disso, o tamanho médio de partícula das partículas secundárias (D), baseado no tamanho médio de partícula das partículas primárias (d), fica dentro da faixa da fórmula  $5d/3+150 < D < 5d+150$ .

5                Neste caso, quando o tamanho de partícula das partículas secundárias é menor do que a faixa acima, o número de partículas primárias que são aglomeradas é pequeno demais, de tal modo que a distribuição dos tamanhos das partículas das partículas secundárias seja suscetível a uma  
10        distribuição dos tamanhos das partículas das partículas secundárias fique mais ampla, e adicionalmente, as partículas primárias são possivelmente aglomeradas mais intimamente, e a resistência das partículas fica mais baixa, e portanto, ele não é preferível. Por outro lado, quando o tamanho de partícula das partículas secundárias é maior do que a faixa acima, o número  
15        das partículas primárias que são aglomeradas fica pequeno demais, de tal modo que uma aglomeração uniforme é menos possível de ser gerada, e a distribuição dos tamanhos das partículas fica mais ampla, e portanto, ele não é preferível.

Na presente invenção, um tratamento de pós-reticulação é realizado adicionando um agente de pós-reticulação em uma etapa desde a segunda etapa de polimerização até a secagem, com o que uma excelente capacidade de absorção de água sob pressão pode ser obtida.

O agente de pós-reticulação, mencionado acima, pode incluir compostos que têm dois ou mais grupos funcionais reativos. Os exemplos  
25        deles incluem compostos que contêm grupos glicídila, tais como (poli)etilenoglicol-diglicidil-éter, (poli)glicerol-(poli)glicidil-éter, (poli)propilenoglicol-diglicidil-éter, e (poli)glicerol-diglicidil-éter; polietilenoglicol; polipropilenoglicol; poliglicerina; pentaeritritol; etilenodiamina; polietilenoimina; e similares. Dentre eles, são particularmente preferíveis polietilenoglicol-  
30        diglicidil-éter, polipropilenoglicol-diglicidil-éter, e poliglicerol-diglicidil-éter. Estes agentes de pós-reticulação podem ser usados isoladamente ou em combinação de dois ou mais tipos.



O agente de pós-reticulação é adicionado em uma quantidade, de preferência, na faixa entre 0,005% em mol e 1% em mol, e mais preferivelmente, na faixa entre 0,05% em mol e 0,5% em mol, baseado na quantidade total do monômero, do ponto de vista de não baixar a capacidade de absorção de água das partículas de resina absorventes de água, e baixar uma densidade de reticulação sobre sua superfície ou perto da sua superfície, para intensificar a capacidade de absorção de água sob pressão.

A cronologia para adicionar o agente de pós-reticulação não está particularmente limitada, desde que o agente de pós-reticulação seja adicionado depois da segunda etapa de polimerização. O agente de pós-reticulação é adicionado, de preferência, na presença de água na faixa entre 1 e 400 partes em peso, mais preferivelmente na presença de água na faixa entre 5 e 200 partes em peso, e com a maior preferência, na presença de água na faixa entre 10 e 100 partes em peso, baseado em 100 partes em peso do teor de sólidos da resina absorvente de água. Como assinalado acima, o teor de água depois da adição do agente de pós-reticulação é controlado, com o que as partículas de resina absorventes de água são mais confortavelmente submetidas à reticulação sobre sua superfície ou perto da sua superfície, de tal modo que uma excelente capacidade de absorção de água sob pressão possa ser atingida.

Quando o agente de pós-reticulação é adicionado, um solvente orgânico hidrofílico pode ser usado como um solvente, conforme a ocasião exija. O solvente orgânico hidrofílico inclui, por exemplo, álcoois inferiores tais como álcool metílico, álcool etílico, álcool n-propílico, e álcool isopropílico; cetonas tais como acetona e metil-etil-cetona; éteres tais como etóxi-etano, dioxano, e tetraidrofurano; amidas tais como N,N-dimetil-formamida; sulfóxidos tais como sulfóxido de dimetila; e similares. Estes solventes orgânicos hidrofílicos podem ser usados isoladamente ou em combinação de dois ou mais tipos.

Como mencionado acima, as partículas de resina absorventes de água submetidas ao tratamento de pós-reticulação depois da polimerização são ainda secas. O teor final de água das partículas de resina absorven-

tes de água é de 20% ou menos, e de preferência entre 5 e 10%. Quando o teor de água das partículas de resina absorventes de água excede 20%, ele não é preferível porque a fluidez como pós fica mais baixa.

5 As partículas de resina absorventes de água da presente invenção assim obtidas têm um tamanho de partícula apropriado, e têm também um excelente grau de uniformidade da distribuição dos tamanhos das partículas, uma alta taxa de retenção do tamanho de partícula depois do teste de colisão das partículas, e ainda uma excelente capacidade de absorção de água sob pressão e taxa de retenção da capacidade de absorção de água  
10 sob pressão depois do teste de colisão de partículas. Portanto, as partículas de resina absorventes de água da presente invenção são usadas adequadamente para um material absorvente ou um material de higiene pessoal, usando o material absorvente.

Neste caso, o grau de uniformidade da distribuição os tamanhos  
15 das partículas da taxa de retenção do tamanho das partículas depois do teste de colisão das partículas, da capacidade de absorção de água sob pressão, e da taxa de retenção da capacidade de absorção de água sob pressão depois do teste de colisão das partículas são determinadas de acordo com o método de determinação descrito nos exemplos enunciados abaixo.

20 Quando as partículas de resina absorventes de água são usadas como um material absorvente fino, caso partículas grandes sejam abundantes, ele não é preferível porque um material absorvente depois da compressão fica parcialmente duro, e caaso partículas pequenas sejam abundantes, ele não é preferível porque as partículas possivelmente se movimentam  
25 no material absorvente, e a uniformidade é prejudicada. Portanto, uma distribuição mais estreita dos tamanhos das partículas é preferível, e um grau menor de uniformidade é bom. Por causa das razões acima, o grau de uniformidade da distribuição dos tamanhos das partículas fica adequadamente na faixa entre 1,2 e 2,2, de preferência na faixa entre 1,2 e 2,0, e mais preferivelmente, na faixa entre 1,2 e 1,8.  
30

Quando as partículas de resina absorventes de água são usadas em um material absorvente fino, as que têm uma taxa de retenção mais alta

do tamanho de partícula depois do teste de colisão de partículas são menos possivelmente desintegradas, e não apenas o grau de uniformidade da distribuição dos tamanhos das partículas é mantido, mas também uma qualidade do material absorvente é estabilizada, e melhores propriedades podem ser mantidas. Portanto, a taxa de retenção do tamanho de partícula depois do teste de colisão de partículas é, de preferência, 80% ou mais, mais preferivelmente 85% ou mais, e com a maior preferência, 90% ou mais.

Além disso, quando as partículas de resina absorventes de água são usadas em um material absorvente fino, as que têm uma capacidade mais alta de absorção de água sob pressão podem absorver líquido também em um uso sob carga. Portanto, a capacidade de absorção de água sob pressão é, de preferência, 30 mL/g ou mais preferivelmente, 33 mL/g ou mais. Além disso, as que têm uma taxa de retenção mais alta da capacidade de absorção de água sob pressão depois do teste de colisão de partículas podem manter as propriedades do material absorvente. Portanto, a taxa de retenção da capacidade de absorção de água sob pressão depois do teste de colisão de partículas é, de preferência, 80% ou mais, mais preferivelmente 85% ou mais, e ainda mais preferivelmente, 90% ou mais.

### EXEMPLOS

A invenção será explicada ainda mais especificamente descrita abaixo pelos exemplos, e a presente invenção não está limitada apenas a estes exemplos.

#### Exemplo 1

Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de gás nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com 500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um estearato de sacarose com um HLB de 3 (éster de açúcar S-370, fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax

1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de persulfato de potássio e 9,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 450 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 85 µm.

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 128,8 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 174,9 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,16 g de persulfato de potássio e 12,9 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 25°C.

A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 25°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 264,7 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptane. Depois disso, 8,83 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 231,2 g das partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 332 µm e um teor de água de 6,3%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

### Exemplo 2

Os mesmos procedimentos usados no Exemplo 1 foram realizados, exceto que a composição da solução aquosa do monômero durante a segunda etapa de polimerização foi mudada para 174,8 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, 237,4 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso, 0,21 g de persulfato de sódio e 17,5 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida, e ainda a quantidade de desidratação por um refluxo de n-heptane depois da segunda etapa de polimerização foi mudada para 313,9 g, e a quantidade de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter depois da desidratação foi mudada para 10,7 g, para dar 278,8 g de partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um

tamanho médio de particular de 468  $\mu\text{m}$  e um teor de água de 5,6%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

### Exemplo 3

Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com 500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um estearato de sacarose com um HLB de 3 (éster de açúcar S-370, fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de persulfato de potássio e 9,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 500 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e

a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 60  $\mu\text{m}$ ).

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 147,8 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 199,9 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,18 g de persulfato de potássio e 14,7 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 25°C.

A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 25°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 284,5 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 9,57 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 252,3 g das partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 384  $\mu\text{m}$  e um teor de água de 7,0%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo 4

Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com 500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um monobenilato de hexaglicerila HLB de 13,1 (fabricado por Nippon Oil & Fats Co., Ltd., Nonoion GV-106) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de persulfato de potássio e 18,4 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 450 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imergida em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 73  $\mu\text{m}$ ).



Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 128,8 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 174,9 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,16 g de persulfato de potássio e 25,8 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 205°C.

A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 20°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 269,7 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 6,62 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 234,3 g das partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 355 µm e um teor de água de 7,2%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo 5

Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um

funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com 500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um monobenilato de hexaglicerila com um HLB de 13,1 (fabricado por Nippon Oil & Fats Co., Ltd., Nonoion GV-106) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

10 Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de  
15 persulfato de potássio e 18,4 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 500 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 55 µm).

30 Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 156,4 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 214,4 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a

24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,19 g de persulfato de potássio e 31,3 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 20°C.

A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 20°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 299,1 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 7,45 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 260,8 g das partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 322 µm e um teor de água de 6,8%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo 6

Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com

500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um monobenilato de hexaglicerila com um HLB de 13,1 (fabricado por Nippon Oil & Fats Co., Ltd., Nonoion GV-106) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de persulfato de potássio e 18,4 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 600 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 43 µm).

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 119,6 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 162,4 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,14 g de persulfato de potássio e 23,9 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida

foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 25°C.

5 A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 25°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por nitrogênio.

10 Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de 15 água e n-heptano, com o que 259,8 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 6,35 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 228,3 g das partículas 20 de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 252 µm e um teor de água de 8,2%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo 7

25 Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com 30 500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um estearato de sacarose com um HLB de 3 (éster de açúcar S-370, fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado

com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de  
5 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de persulfato de potássio e 9,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicio-  
10 nados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 350 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no  
15 frasco foi imergida em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a  
20 água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 110 µm).

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de  
25 500 mL foi carregado com 119,6 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 162,4 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,14 g de persulfato de potássio e 12,0 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida  
30 foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 28°C.

A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 28°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 255,2 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 8,46 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 224,6 g das partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 395 µm e um teor de água de 7,0%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo 8

Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com 500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um estearato de sacarose com um HLB de 3 (éster de açúcar S-370, fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,28 g de hidróxi-etil-celulose (fabricada por Sumitomo Seika chemicals Co., Ltd., HEC Aw-15F), 0,11 g de persulfato de potássio e 18,4 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 400 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 128 µm).

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 110,4 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 149,9 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,13 g de persulfato de potássio e 11,0 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 30°C.

A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi



resfriada a 30°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por nitrogênio.

- 5                    Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de  
10    água e n-heptano, com o que 245,4 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 8,10 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 213,9 g das partículas  
15    de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 482 µm e um teor de água de 6,4%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo Comparativo 1

- 20                    Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com  
25    500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um estearato de sacarose com um HLB de 3 (éster de açúcar S-370, fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os es-  
30    tabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de

ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de persulfato de potássio e 9,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 450 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (similarmente ao Exemplo 1 até esta hora, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 85 µm).

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 64,0 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 86,9 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,08 g de persulfato de potássio e 6,4 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 25°C.

A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 25°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por

nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

5 Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 195,9 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 6,24 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mis-  
10 tura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 163,4 g das partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 202 µm e um teor de água de 6,2%. Os resultados da determinação de  
15 cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo Comparativo 2

Um frasco separável cilíndrico com fundo Redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação,  
20 tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com 500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um estearato de sacarose com um HLB de 3 (éster de açúcar S-370, fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado  
25 com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de  
30 ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de

persulfato de potássio e 9,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

5 Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 500 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira  
10 etapa de polimerização (similarmente ao Exemplo 3 até esta hora, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas  
15 resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 60 µm).

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 211,6 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 287,4 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a  
20 partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,25 g de persulfato de potássio e 21,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 25°C.

25 A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 25°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por  
30 nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma

pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 353,4 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 12,14 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 324,1 g das partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 653  $\mu\text{m}$  e um teor de água de 7,5%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo Comparativo 3

Os mesmos procedimentos do Exemplo 1 foram realizados, exceto que a velocidade rotacional da agitação durante a primeira etapa de polimerização foi mudada para 1.000 rpm, para dar 232,8 g de partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 144  $\mu\text{m}$  e um teor de água de 6,6%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1 (incidentalmente, a pasta fluida submetida à primeira etapa de polimerização em uma velocidade rotacional da agitação de 1.000 rpm foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C para remover por destilação apenas a água para a parte externa do sistema, e depois disso, o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula 25  $\mu\text{m}$ ).

#### Exemplo Comparativo 4

Um frasco separável cilíndrico com fundo redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com

500 mL de n-heptano, e 0,92 g de um estearato de sacarose com um HLB de 3 (éster de açúcar S-370, fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto) e 0,92 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,28 g de hidróxi-etil-celulose (fabricada por Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd. HEC AW-15F), 0,11 g de persulfato de potássio e 9,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 350 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 30 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 172 µm).

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 156,4 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 212,4 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso,

0,19 g de persulfato de potássio e 15,6 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 28°C.

5                   A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 28°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por  
10                   nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho  
15                   de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 293,4 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 9,94 g de uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-  
20                   heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 259,9 g das partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 1.122 µm e um teor de água de 5,8%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### 25                   Exemplo Comparativo 5

Os mesmos procedimentos do Exemplo 8 foram realizados, exceto que a composição da solução aquosa do monômero durante a segunda etapa de polimerização foi mudada para 55,2 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, 75,0 g de uma solução aquosa de hidróxi-  
30                   do de sódio a 24,7% em peso, 0,07 g de persulfato de potássio e 5,5 g de N,N'-metileno-bisacrilamida, e ainda a quantidade de desidratação por um refluxo de n-heptano depois da segunda etapa de polimerização foi mudada

para 185,3 g e a quantidade de uma solução aquosa de etilenoglicol-diglicidil-éter depois da desidratação foi mudada para 5,89 g , para dar 155,0 g de partículas de reina absorventes de água emu ma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 302  $\mu\text{m}$  e um teor de água de 6,2%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

#### Exemplo Comparativo 6

Um frasco separável cilíndrico com fundo redondo, tendo um diâmetro interno de 100 mm, equipado com um condensador de refluxo, um funil gotejante, um tubo de entrada de nitrogênio, e uma lâmina de agitação, tendo lâminas de pás com quatro entalhes, tendo um diâmetro de lâmina de 50 mm como um agitador foi preparado. Este frasco foi carregado com 500 mL de n-heptano, e 1,38 g de um monoestearato de sorbitano com um HLB de 4,7 (fabricado por Nippon Oil & Fats Co., Ltd. SP-60R) e 0,46 g de um copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., Hi-wax 1105A) foi adicionado a ele. A temperatura foi elevada a 80°C para dissolver os estabilizadores de dispersão, e depois disso, a solução foi resfriada a 50°C.

Por outro lado, um frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de ácido acrílico, e 154,1 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 20,0% em peso foi adicionado sob a forma de gotas sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,28 g de hidróxi-etil-celulose (fabricada por Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd, HEC AW-15F), 0,11 g de persulfato de potássio e 9,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução aquosa do monômero para a primeira etapa.

Ajustando a velocidade rotacional do agitador em 370 rpm, a solução aquosa do monômero acima foi adicionada ao frasco separável acima, e a mistura foi mantida a 35°C por 15 min, enquanto que a rotação interna do sistema foi substituída por nitrogênio. Depois disso, a mistura no frasco foi imersa em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura,



e a polimerização foi realizada, para dar uma pasta fluida depois da primeira etapa de polimerização (incidentalmente, esta pasta fluida depois da polimerização foi submetida a uma destilação azeotrópica de água e n-heptano, usando um banho de óleo a 120°C, para remover por destilação apenas a  
5 água para o exterior do sistema, e depois disso o n-heptano foi evaporado e a mistura foi seca. As partículas primárias esféricas resultantes tinham um tamanho médio de partícula de 146 µm).

Por outro lado, outro frasco Erlenmeyer com um volume de 500 mL foi carregado com 92 g de uma solução aquosa a 80,5% em peso de  
10 ácido acrílico, e 124,9 g de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 24,7% em peso foi adicionada sob a forma de gotas a ela sob resfriamento a partir de uma fonte externa, para neutralizar 75% em mol. Depois disso, 0,11 g de persulfato de potássio e 9,2 mg de N,N'-metileno-bisacrilamida foram adicionados à mistura para dissolver, para preparar uma solução a-  
15 quosa do monômero para a segunda etapa, e a temperatura da solução foi mantida em cerca de 22°C.

A velocidade rotacional da agitação da pasta fluida acima depois da polimerização foi mudada para 1.000 rpm. Depois disso, a pasta fluida foi resfriada a 22°C, a solução aquosa do monômero acima para a segunda  
20 etapa foi adicionada à parte interna do sistema, e a mistura foi mantida por 30 minutos, enquanto que a velocidade interna do sistema foi substituída por nitrogênio.

Novamente, o frasco foi imergido em um banho de água a 70°C para elevar a temperatura, e a polimerização foi realizada, para dar uma  
25 pasta fluida depois da segunda etapa de polimerização.

Subseqüentemente, a temperatura foi elevada usando um banho de óleo a 120°C e a pasta fluida foi submetida à destilação azeotrópica de água e n-heptano, com o que 225,8 g de água são removidos por destilação para o exterior do sistema sob refluxo em n-heptano. Depois disso, 7,36 g de  
30 uma solução aquosa a 2% de etilenoglicol-diglicidil-éter foi adicionada à mistura, e a mistura foi mantida a 80°C por 2 horas. Subseqüentemente, o n-heptano foi evaporado, e a mistura foi seca, para dar 195,1 g das partículas

de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas. As partículas secundárias tinham um tamanho médio de partícula de 478  $\mu\text{m}$  e um teor de água de 5,9%. Os resultados da determinação de cada propriedade estão indicados na Tabela 1.

Tabela 1

|             | Tamanho médio de partícula das partículas primárias (d) (µM) | Proporção de monômero na segunda etapa (%) | Tamanho médio de partícula das partículas primárias (d) (µM) | Relação entre (D) e (d) (5d/3 + 150<D<5d+150) | Grau de homogeneidade de distribuição do tamanho de partícula | Retenção de tamanho de partícula após o teste de impacto (%) | Capacidade de absorção de água (g/g) | Capacidade de Absorção de Água sob Pressão (ml/g) | Capacidade de Absorção de Água sob Pressão (%) |
|-------------|--------------------------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| Ex. 1       | 85                                                           | 140                                        | 332                                                          | 292<D<575                                     | 1,6                                                           | 95                                                           | 62                                   | 35                                                | 91                                             |
| Ex. 2       | 85                                                           | 190                                        | 468                                                          | 292<D<575                                     | 1,8                                                           | 88                                                           | 61                                   | 34                                                | 91                                             |
| Ex. 3       | 60                                                           | 160                                        | 384                                                          | 250<D<450                                     | 1,5                                                           | 97                                                           | 60                                   | 34                                                | 94                                             |
| Ex. 4       | 73                                                           | 140                                        | 355                                                          | 272<D<515                                     | 1,8                                                           | 95                                                           | 59                                   | 35                                                | 91                                             |
| Ex. 5       | 55                                                           | 170                                        | 322                                                          | 242<D<425                                     | 1,7                                                           | 96                                                           | 57                                   | 34                                                | 91                                             |
| Ex. 6       | 43                                                           | 130                                        | 252                                                          | 222<D<365                                     | 1,9                                                           | 87                                                           | 60                                   | 34                                                | 88                                             |
| Ex. 7       | 110                                                          | 130                                        | 395                                                          | 333<D<700                                     | 1,8                                                           | 85                                                           | 58                                   | 34                                                | 88                                             |
| Ex. 8       | 128                                                          | 120                                        | 482                                                          | 363<D<790                                     | 1,9                                                           | 82                                                           | 61                                   | 34                                                | 85                                             |
| Comp. Ex. 1 | 85                                                           | 70                                         | 202                                                          | - <sup>1)</sup>                               | 2,3                                                           | 75                                                           | 62                                   | 34                                                | 75                                             |
| Comp. Ex. 2 | 60                                                           | 230                                        | 653                                                          | - <sup>1)</sup>                               | 2,9                                                           | 68                                                           | 60                                   | 32                                                | 76                                             |
| Comp. Ex. 3 | 25                                                           | 140                                        | 144                                                          | - <sup>1)</sup>                               | 2,4                                                           | 85                                                           | 58                                   | 31                                                | 71                                             |
| Comp. Ex. 4 | 172                                                          | 170                                        | 1122                                                         | - <sup>1)</sup>                               | 3,0                                                           | 72                                                           | 59                                   | 34                                                | 70                                             |
| Comp. Ex. 5 | 128                                                          | 60                                         | 302                                                          | - <sup>1)</sup>                               | 2,3                                                           | 75                                                           | 62                                   | 32                                                | 69                                             |
| Comp. Ex. 6 | 146                                                          | 100                                        | 478                                                          | 393<D<880                                     | 2,5                                                           | 78                                                           | 58                                   | 30                                                | 81                                             |

1): Não satisfazendo à relação

A capacidade de absorção de água, o tamanho médio de partícula, o grau de uniformidade da distribuição dos tamanhos das partículas, a taxa de retenção do tamanho de partícula depois do teste de colisão de partículas, a capacidade de absorção de água sob pressão depois do teste de colisão das partículas, das partículas de resina absorventes de água obtidas em cada exemplo e Exemplo Comparativo foram determinadas de acordo com os métodos que se seguem.

#### Capacidade de Absorção de Água

Um bécher de 500 mL foi carregado com 500 g de solução salina a 0,9% em peso, e a ela foram adicionados 2,0 g das partículas de resina absorventes de água, e a mistura foi agitada por 60 minutos. Um peso  $W_a$  (g) de uma peneira-padrão JIS tendo uma abertura de 75  $\mu\text{m}$  foi determinada previamente, e o conteúdo do bécher acima foi filtrado usando esta peneira. Depois, a peneira foi deixada por 30 minutos em um estado tal que a peneira foi inclinada em um ângulo de inclinação de cerca de 30 graus em relação à horizontal para filtrar o excesso de água.

Um peso  $W_b$  (g) da peneira que contém o gel absorvido com água foi determinado, e a capacidade de absorção de água foi obtida pela seguinte fórmula:

$$\text{Capacidade de Absorção de Água (g/g)} = (W_b - W_a)/2,0$$

#### Tamanho Médio de Partícula de Partículas Primárias

Dentro de 50 g das partículas de resina absorventes de água misturou-se 0,25 g de uma sílica amorfa (fabricada por Degussa Japan Co., Ltd., Sipernat 200), como um lubrificante.

Peneiras-padrão JIS, tendo aberturas de 500  $\mu\text{m}$ , 250  $\mu\text{m}$ , 180  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 106  $\mu\text{m}$ , 75  $\mu\text{m}$ , e 38  $\mu\text{m}$ , e um tacho recebedor foram combinadas em ordem a partir do topo. As partículas de resina absorventes de água acima foram colocadas sobre a peneira superior, e batidas por 20 minutos com uma batedeira *ro-tap* (uma batedeira rotativa e agitadora).

A seguir, as relações entre a abertura da peneira e uma integral de um peso percentual das partículas de resina absorventes de água remanescentes sobre a peneira foram plotadas em um papel de probabilidade

logarítmica, calculando o peso das partículas de resina absorventes de água remanescentes sobre cada peneira como um peso percentual para uma quantidade inteira, e acumulando as porcentagens em ordem, começando por aquelas que têm tamanhos de partículas maiores. Um tamanho de partícula correspondente a uma porcentagem de peso cumulativa do peso de 50% foi definido como um tamanho médio de partícula das partículas primárias, unindo as plotagens sobre um papel de probabilidade logarítmica em uma linha reta.

#### Tamanho Médio de Partícula das Partículas Secundárias

10                Dentro de 100 g das partículas de resina absorventes de água, misturou-se 0,5 g de uma sílica amorfa (fabricada pela Degussa Japan Co., Ltd., Sipernat 200), como um lubrificante.

15                Nesta determinação, entre 13 peneiras-padrão JIS (peneiras com aberturas de 2,36 mm, 1,7 mm, 1,4 mm, 850  $\mu$ m, 600  $\mu$ m, 500  $\mu$ m, 355  $\mu$ m, 300  $\mu$ m, 250  $\mu$ m, 180  $\mu$ m, 106  $\mu$ m, 75  $\mu$ m, e 45  $\mu$ m), 7 peneiras consecutivas são usadas.

20                As partículas de resina absorventes de água acima foram colocadas sobre o topo de uma peneira combinada com peneiras que têm aberturas de 600  $\mu$ m, 500  $\mu$ m, 355  $\mu$ m, 300  $\mu$ m, 250  $\mu$ m, 180  $\mu$ m, e 106  $\mu$ m, e um tacho recebdor em ordem, e batidas por 20 minutos com uma bateadeira *ro-tap* (uma bateadeira rotativa e rotating e agitadora).

25                A seguir, as relações entre a abertura da peneira e uma integral de um peso percentual das partículas de resina absorventes de água remanescentes sobre a peneira foram plotadas em um papel de probabilidade logarítmica, calculando o peso das partículas de resina absorventes de água remanescentes sobre cada peneira como um peso percentual para uma quantidade inteira, e acumulando as porcentagens em ordem, começando por aquelas que têm tamanhos de partículas maiores. Um tamanho de partícula correspondente a uma porcentagem de peso cumulativa do peso de 30 50% foi definido como um tamanho médio de partícula das partículas primárias, unindo as plotagens sobre um papel de probabilidade logarítmica em uma linha reta.

Quando qualquer uma das porcentagem em peso da resina absorvente de água permaneceu sobre a peneiras mais superior ou que permaneceu sobre a bandeja mais inferior excedia 15,9%, o grau de uniformidade enunciado abaixo foi obtido precisamente. Portanto, a combinação de

5 7 peneiras consecutivas selecionada novamente a partir das peneiras acima, e o tamanho médio de partícula foi determinado novamente de tal modo que o peso percentual das resinas absorventes de água permanecesse sobre a peneira superior e permaneceu sobre a bandeja mais inferior fossem 15,9% ou mais baixa.

#### 10 Grau de Uniformidade da Distribuição dos Tamanhos das Partículas

Na determinação acima do tamanho médio de partícula das partículas secundárias, um tamanho de partícula correspondente a um peso percentual cumulativo de 15,9% (X1) e um tamanho de partícula correspondente a um peso percentual cumulativa de 84,1% (X2) foram obtidos, e o

15 grau de uniformidade foi obtido pela seguinte fórmula:

$$\text{Grau de Uniformidade} = X1/X2$$

Em outras palavras, quando a distribuição dos tamanhos das partículas é estreita, o grau de uniformidade fica perto de 1, e quando a distribuição dos tamanhos das partículas fica mais ampla, o grau de uniformidade

20 fica maior do que 1.

#### Taxa de Retenção do Tamanho de Partícula Depois do Teste de Colisão de Partículas

A taxa de retenção do tamanho de partícula no teste de colisão de partículas das partículas de resina absorventes de água foi obtida determinando a distribuição dos tamanhos das partículas quando as partículas de resina absorventes de água foram colididas sobre uma placa de colisão, usando um aparelho de teste X cujo desenho foi ilustrado na Figura 1.

25

O aparelho de teste X ilustrado na Figura 1 compreende um alimentador afunilado (com uma tampa) 1, um tubo 2 de introdução de ar pressurizado, um bico de injeção 3, uma placa de colisão 4, e um fluxímetro 5. O

30 tubo 2 de introdução de ar pressurizado é introduzido na parte interna do alimentador 1, e o bico de injeção 3 é conectado ao alimentador 1. O tubo 2 de

introdução de ar pressurizando tem um diâmetro externo de 3,7 mm e um diâmetro interno de 2,5 mm. O bico de injeção 3 tem um diâmetro externo de 8 mm, um diâmetro interno de 6 mm, e um comprimento de 300 mm. A placa de colisão 4 é feita de SUS304 e tem uma espessura de 4 mm, e a distância entre a extremidade do bico de injeção 3 e a placa de colisão 4 é fixada em 10 mm. O fluxímetro 5 é ajustado de tal modo que a vazão de ar pressurizado seja de 50 m/s na extremidade do bico de injeção 3.

No aparelho de teste X que tem a consituição como descrita acima, primeiramente, 100 g de partículas de resina absorventes de água 6 cujo tamanho médio de partícula antes da colisão (A1) foi determinado previamente são colocados no alimentador 1, e a tampa do alimentador é fechada. Subseqüentemente, o ar pressurizando cuja pressão foi ajustada é introduzido a partir do tubo 2 de introdução de ar pressurizando, e as partículas de resina absorventes de água 6 são injetadas a partir do bico de injeção 3 até a placa de colisão 4. As resinas absorventes de água depois de injetar e colidir a quantidade inteira são coletadas, e a distribuição dos tamanhos das partículas é determinada para obter um tamanho médio de partícula depois da colisão (A2).

Usando o valor determinado resultante, a taxa de retenção do tamanho de partícula depois do teste de colisão foi obtido pela seguinte fórmula:

Taxa de Retenção do Tamanho de Partícula Depois do Teste de Colisão de Partículas (%) =  $[A2/A1] \times 100$

#### Capacidade de Absorção de Água Sob Pressão

A capacidade de absorção de água das partículas de resina absorventes de água sob pressão foi determinada usando um aparelho de medição Y ilustrado na Figura 2.

O aparelho de medição Y ilustrado na Figura 2 compreende uma seção de bureta 1, um tubo de chumbo 2, uma chapa de medição 3, e uma seção de medição 4 colocada sobre a chapa de medição 3. À seção da bureta 1 são conectados um botoque de borracha 14 sobre o topo de uma bureta 10, e um tubo 11 de introdução de ar e um registro 12 na parte do fundo

de uma bureta 10, e ainda, o tubo 11 de introdução de ar tem um registro 13 na extremidade. O tubo 2 de chumbo fica afixado entre a seção da bureta 1 e a chapa de medição 3. O tubo de chumbo 2 tem um diâmetro de 6 mm. Um furo com um diâmetro de 2 mm é feito na seção central da chapa de medição 3, e o tubo de chumbo 2 é conectado a ele. A seção de medição 4 tem um cilindro 40 (feito de Plexiglas), uma tela de náilon 41 aderida à parte do fundo do cilindro 40, e um peso 42. O cilindro tem um diâmetro interno de 20 mm. A tela de náilon 41 tem uma abertura de 75  $\mu\text{m}$  (de malha 200 mesh), e as partículas de resina absorventes de água 5 são espalhadas uniformemente sobre a tela de náilon 41 depois da determinação. O peso 42 tem um diâmetro de 19 mm e uma massa de 59,8 g. O peso é colocado sobre as partículas de resina absorventes de água 5, de tal modo que uma carga de 2,07 kPa possa ser aplicada às partículas de resina absorventes de água 5.

A seguir, os procedimentos de determinação serão descritos. A determinação é realizada em uma sala a 25°C. Primeiramente, o registro 12 e o registro 13 na seção da bureta 1 são fechados, e 0,9% em peso de solução salina ajustada para 25°C é vertido a partir do topo da bureta 10 e o topo da bureta é tampado com o botoque de borracha 14. Depois disso, o registro 12 e o registro 13 na seção da bureta 1 são abertos. A seguir, a altura da chapa de medição 3 é ajustada de tal modo que o nível da superfície do 0,9% em peso de solução salina flua para fora a partir de um orifício do tubo de chumbo na seção central da chapa de medição 3 e a superfície superior da chapa de medição 3 sejam da mesma altura.

Separadamente, 0,10 g das partículas de resina absorventes de água 5 é espalhado uniformemente sobre a tela de náilon 41 no cilindro 40, e o peso 42 é colocado sobre as partículas de resina absorventes de água 5, para preparar a seção de medição 4. Subseqüentemente, a seção de medição 4 é colocada de tal modo que sua seção central fique em alinhamento com um orifício do tubo de chumbo na seção central da chapa de medição 3.

A redução de volume de 0,9% em peso de solução salina na bureta 10, isto é, o volume de 0,9% em peso de solução salina absorvido



pelas partículas de resina absorventes de água 5,  $W_c$  (mL), é lido a partir de um ponto no tempo no qual as partículas de resina absorventes de água 5 começaram a absorver água. A capacidade de absorção de água das partículas de resina absorventes de água 5 sob pressão depois de 60 minutos passada desde o início da absorção de água foi obtida pela seguinte fórmula:

Capacidade de Absorção de Água Sob Pressão (mL/g) =  $W_c/0,10$

Taxa de Retenção da Capacidade de Absorção de Água Sob Pressão Depois do Teste de Colisão

10                    Cem gramas de partículas de resina absorventes de água cuja capacidade de absorção de água sob pressão antes do teste de colisão ( $B_1$ ) tinha sido determinada previamente de acordo com o método descrito acima na capacidade de absorção de água sob pressão, foram submetidos ao teste de colisão de partículas, de acordo com o método acima descrito na taxa de  
15                    retenção do tamanho de partícula depois do teste de colisão de partículas.

                      Usando as partículas de resina absorventes de água coletadas, a capacidade de absorção de água sob pressão foi determinada novamente de acordo com o método descrito na capacidade de absorção de água sob pressão, para obter uma capacidade de absorção de água sob pressão de-  
20                    pois do teste de colisão de partículas ( $B_2$ ).

                      Usando o valor determinado resultante, a taxa de retenção da capacidade de absorção de água sob pressão depois do teste de colisão de partículas, foi obtido pela seguinte fórmula:

                      Taxa de Retenção da Capacidade de Absorção de Água Sob  
25                    Pressão Depois do Teste de Colisão de Partículas (%) =  $[B_2/B_1] \times 100$

Teor de Água

                      A quantidade de 2 g das partículas de resina absorventes de água foi pesada precisamente ( $W_d$  (g)) em em estojo de folha de alumínio ( $N^\circ$  8) previamente tarado. A amostra acima foi secada por 2 horas com uma  
30                    estufa com convecção forçada (fabricada pela ADVANTEC) ajustada em uma temperatura interna de 105°C. Depois disso, a amostra seca foi deixada resfriar em um dessecador, e um peso  $W_e$  (g) das partículas de resina ab-

sorventes de água depois da secagem foi então determinado. O teor de água das partículas de resina absorventes de água foi calculado pela seguinte fórmula:

$$\text{Teor de Água (\%)} = [W_d - W_e] / W_d \times 100$$

## 5 APLICABILIDADE INDUSTRIAL

De acordo com o método de produção da presente invenção, podem ser obtidas partículas de resina absorventes de água que têm um tamanho de partícula apropriado, uma distribuição estreita dos tamanhos das partículas, uma alta resistência das partículas, e uma excelente capacidade de absorção de água sob pressão. As partículas de resina absorventes de água que têm as propriedades supramencionadas são usadas adequadamente em um material para higiene pessoal.

### BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

Figura 1 - Uma vista esquemática que ilustra um desenho da constituição de um aparelho para realizar o teste de colisão.

Figura 2 - Uma vista esquemática que ilustra um desenho da constituição de um aparelho para determinar a capacidade de absorção de água sob pressão.

### LISTAGEM DE REFERÊNCIA

|    |    |                                          |
|----|----|------------------------------------------|
| 20 | X  | aparelho do teste de colisão             |
|    | 1  | alimentador                              |
|    | 2  | tubo de introdução de ar pressurizado    |
|    | 3  | bico de injeção                          |
|    | 4  | Placa de Colisão                         |
| 25 | 5  | fluxímetro                               |
|    | 6  | partículas de resina absorventes de água |
|    | Y  | aparelho de medição                      |
|    | 1  | seção de bureta                          |
|    | 10 | bureta                                   |
| 30 | 11 | tubo de introdução de ar                 |
|    | 12 | registro                                 |
|    | 13 | registro                                 |

|   |    |                                           |
|---|----|-------------------------------------------|
|   | 14 | botoque de borracha                       |
|   | 2  | tubo de chumbo                            |
|   | 3  | chapa de medição                          |
|   | 4  | seção de medição                          |
| 5 | 40 | cilindro                                  |
|   | 41 | malha de náilon                           |
|   | 42 | peso                                      |
|   | 5  | partículas de resina absorventes de água. |

## REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir partículas de resina absorventes de água, nas quais o tamanho médio de partícula das partículas primárias (d) e um tamanho médio de partícula das partículas secundárias (D) satisfazem à  
5 relação da fórmula  $5d/3+150 < D < 5d+150$ , compreendendo as etapas de:

(1) submeter um monômero com insaturação etilênica solúvel em água a uma primeira etapa de reação de polimerização em suspensão em fase reversa, em um solvente hidrocarbônico de petróleo, na presença de um estabilizador de dispersão, para dar partículas primárias esféricas  
10 com um tamanho médio de partícula (d) entre 30 e 130  $\mu\text{m}$ ;

(2) resfriar a solução da reação de polimerização, para precipitar o estabilizador de dispersão; e

(3) realizar uma segunda etapa de reação de polimerização em suspensão em fase reversa adicionando o monômero com insaturação etilênica solúvel em água para a segunda etapa à solução da reação de polimerização para aglomerar as partículas primárias, para dar partículas secundárias com um tamanho médio de partícula (D) entre 200 e 500  $\mu\text{m}$ .  
15

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, em que o estabilizador de dispersão é pelo menos um membro selecionado do grupo que  
20 consiste em ésteres de ácidos graxos com sacarose e ésteres de ácidos graxos com poliglicerol.

3. Método, de acordo com a reivindicação 2, em que pelo menos um membro selecionado de polietileno modificado com anidrido maléico, polipropileno modificado com anidrido maléico, copolímero de etileno e propileno modificado com anidrido maléico, polietileno oxidado, e copolímero de  
25 etileno e ácido acrílico, é usado junto com o estabilizador de dispersão.

4. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, em que o monômero com insaturação etilênica solúvel em água é ácido acrílico, ácido metacrílico, ou um sal de metal alcalino dos mesmos.

30 5. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de que um tratamento de pós-reticulação é realizado adicionando um agente reticulante depois da segunda etapa de reação

de polimerização em suspensão em fase reversa.

5        6. Partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas, obteníveis pelo método como definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 5, em que as partículas de resina absorventes de água têm um grau de uniformidade de distribuição dos tamanhos das partículas de 1,2 a 2,2.

10       7. Partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas, obteníveis pelo método como definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 5, em que as partículas de resina absorventes de água têm uma taxa de retenção do tamanho de partícula de 80% ou mais depois do teste de colisão de partículas.

15       8. Partículas de resina absorventes de água em uma forma aglomerada das partículas esféricas, obteníveis pelo método como definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 5, em que as partículas de resina absorventes de água têm uma capacidade de absorção de água de 30 mL/g ou mais sob pressão antes do teste de colisão de partículas e uma taxa de retenção da capacidade de absorção de água de 80% ou mais sob pressão depois do teste de colisão de partículas.

## RESUMO

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

5                   A presente invenção refere-se a um método para produzir partículas de resina absorvente de água, no qual o tamanho médio de partícula das partículas primárias (d) e um tamanho médio de partícula das partículas secundárias (D) satisfazem à relação da fórmula  $5d/3+150 < D < 5d+150$ , compreendendo as etapas de:

10                   (1) submeter um monômero com insaturação etilênica solúvel em água a uma primeira etapa de reação de polimerização em suspensão em fase reversa, em um solvente hidrocarbônico de petróleo, na presença de um estabilizador de dispersão, para dar partículas primárias esféricas com um tamanho médio de partícula (d) entre 30 e 130  $\mu\text{m}$ ;

15                   (2) resfriar a solução da reação de polimerização, para precipitar o estabilizador de dispersão; e

                    (3) realizar uma segunda etapa de reação de polimerização em suspensão em fase reversa adicionando o monômero com insaturação etilênica solúvel em água para a segunda etapa à solução da reação de polimerização para aglomerar as partículas primárias, para dar partículas secundárias com um tamanho médio de partícula (D) entre 200 e 500  $\mu\text{m}$ .

20