

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200510124140.0

[51] Int. Cl.

C08F 20/06 (2006.01)

C08F 20/56 (2006.01)

C08F 2/44 (2006.01)

C08F 4/04 (2006.01)

C08F 2/01 (2006.01)

C08J 3/075 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008 年 8 月 27 日

[11] 授权公告号 CN 100413894C

[51] Int. Cl. (续)

A61L 15/24 (2006.01)

C08K 5/15 (2006.01)

[22] 申请日 2005.11.25

[21] 申请号 200510124140.0

[73] 专利权人 台湾塑胶工业股份有限公司

地址 中国台湾台北市

[72] 发明人 施凯耀 吴政璋 钟宏宗 黎元中

[56] 参考文献

CN1067180 A 1992.12.23

US4286082 A 1981.8.25

US4734478 A 1988.3.29

CN1668681 A 2005.9.14

审查员 肖 刚

[74] 专利代理机构 北京律诚同业知识产权代理有限公司

代理人 梁 挥 徐金国

权利要求书 3 页 说明书 12 页

[54] 发明名称

粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且
可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法

[57] 摘要

本发明公开一种粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，至少包括以下步骤：添加中和率 50 摩尔百分比以上的含酸基单体水溶液与聚合反应引发剂经过预聚合得到粘稠预聚物，其中单体可选自丙烯酸或甲基丙烯酸或 2 - 丙烯胺 - 2 - 甲基丙烷磺酸或其混合物；在粘稠预聚物中添加长链、高亲水性的多元环氧基化合物与聚合引发剂，利用光起始聚合方式进一步生成凝胶状固体；以温度 100℃ 至 250℃ 热风进行干燥、粉碎、筛选、表面交联剂涂覆处理、温度 80℃ 至 230℃ 加热表面处理及添加惰性无机盐粉末。

1、一种粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，包括以下步骤：

提供中和率 50 摩尔百分比以上的一含酸基单体水溶液与一聚合反应引发剂经过一预聚合反应得到一粘稠预聚物，所述含酸基单体选自丙烯酸或甲基丙烯酸或 2-丙烯胺-2-甲基丙烷磺酸或上述群组的混合物；

在所述粘稠预聚物中添加一长链多元环氧基化合物与一聚合反应引发剂，利用一光起始聚合进一步生成一凝胶体；以及

将所述凝胶体以温度 100℃至 250℃热风进行干燥、粉碎、筛选、涂覆一表面交联剂、控制温度 80℃至 230℃进行一加热表面处理及添加一惰性无机盐粉末。

2、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述粘稠预聚物的粘度为 10~10000 厘泊。

3、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述聚合反应引发剂为一热分解型引发剂或一氧化还原型引发剂。

4、根据权利要求 3 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述热分解型引发剂包括过氧化氢、二-叔丁基过氧化物、过氧化醯胺或过硫酸盐的过氧化物，或 2, 2' -偶氮基双(2-脒基丙烷)二盐酸盐、2, 2' -偶氮基双(N, N-二仲甲基异丁脒)二盐酸盐的偶氮类引发剂。

5、根据权利要求 3 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述氧化还原型引发剂为酸性亚硫酸盐、硫代硫酸盐、抗坏血酸、硫酸亚铁盐或过硫酸盐类。

6、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述预聚合反应于安装有搅拌桨的直立式反应槽、中心安装有使物料单向流动的搅拌桨、单螺杆或双螺杆的卧式筒状容器、或装有夹套并通氮气的管路中进行。

7、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述预聚合反应的温度为 5~80℃。

8、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述预聚合反应时间为 0.5~16 个小时。

9、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述光起始聚合包括在 10~300 秒内完成。

10、根据权利要求 9 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述光起始聚合包括在 30~60 秒内完成。

11、根据权利要求 1 所述的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述长链多元环氧基化合物包括为山梨醇聚缩水甘油醚、聚丙三醇聚缩水甘油醚、乙二醇二缩水甘油醚、二乙二醇二缩水甘油醚、聚乙二醇二缩水甘油醚、双丙三醇聚缩水甘油醚。

12、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述凝胶体筛选后粒径分布范围在 0.05 至 1 毫米之间。

13、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述表面交联剂为多元醇、或聚乙二醇二缩水甘油醚、或碳酸亚烃酯或上述群组的混合物。

14、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述表面交联剂添加范围为 0.005~5.0 重量百分比。

15、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述惰性无机盐粉末为硫酸铝、或氧化铝、或氧化镁、或氧化钙、或高岭土、或二氧化硅、或碳酸钙、或碳酸镁等或上述群组的混合物。

16、根据权利要求 1 所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且

可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其特征在于，所述惰性无机盐粉末添加范围为 0.01~4.0 重量百分比。

粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法

技术领域

本发明涉及一种高吸水性树脂的制造方法，特别是一种粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法。

背景技术

高吸水性树脂具有强大的保水力，可吸收百倍甚至于千倍于本身重量的水，且吸水后可膨润具有保持不流动的状态，即使施加压力也不会渗漏，且被吸收的水可缓缓地在大气中释出。由于具有上述特性，所以最早使用于农林业的土壤保水剂，近年因高吸水性树脂的生产技术有相当大的进步，所以也广泛地运用于卫生用品如尿布、成人失禁用品及妇女卫生用品的吸水剂及保存食物用的保鲜应用等。

高吸水性树脂的成分材料有水解的淀粉丙烯腈(hydrolyzed starch-acrylonitrile)接枝聚合物(日本专利公开公报昭49(1974)-43,395)，中和的淀粉丙烯酸接枝聚合物(日本专利公开公报昭51(1976)-125,468)，皂化乙烯醋酸丙烯酯共聚物(日本专利公开公报昭52(1977)-14,689)，水解丙烯腈共聚物或丙烯酰胺共聚物(日本专利公报昭53(1978)-15,959)，及部份中和聚丙烯酸(日本专利公开公告昭55(1980)-84,304)等。其中以使用丙烯酸及丙烯酸盐进行交联聚合所得的高吸水性树脂占最大部份也最为经济，其原因为丙烯酸可迅速由市售取得，且制得的高吸水性树脂具有高的吸水能力，及具有制造成本低廉且最具经济效益，故成为最普遍化的高吸水性树脂。

吸水性树脂为不溶解的亲水性聚合体，一般树脂内部具有均匀性的架桥结构，为了改善品质，例如提高吸收速率、提高胶体强度、提高抗结块性以及液体渗透性等，在筛选固定粒径后会在树脂的表面再作进一步架桥，此表面交联处理为利用具有能与酸基反应的多官能团交联剂，在此之前已有许多专利提出，例如：分散高吸水性树脂与交联剂于有机溶剂中进行表面交联处理

(JP-A-56-131608、JP-A-57-44627、JP-A-58-42602、JP-A58-117222)、使用无机粉直接将交联剂与交联剂溶液混入高吸水性树脂处理(JP-A60-163956、JP-A-60-255814)、添加交联剂后以蒸汽处理(JP-A-1-113406)、使用有机溶剂、水及多元醇进行表面处理(JP-A-63-270741、JP-A-64-50707、JP-A-1-292004)、使用有机溶液、水及醚(ether)化合物(JP-A-2-153903)等。这些表面处理的方法虽能提高树脂的吸收速率或提高压力下的吸水倍率，但将造成其保持力下降过多的不良后果，降低实际应用的性能。

聚合丙烯酸及丙烯酸盐形成高吸水性树脂的方法已被多方面的开发成功，且有多种已应用于工业界生产，其聚合方法有铸膜聚合反应(日本专利公告昭和48(1973)-42,466)，在输送带上进行聚合反应(日本专利公开昭和58(1983)-49,714)，粉碎的搅拌刀片的捏拌机中进行聚合反应(日本专利公开昭和57(1982)-34,101)，进行逆相悬浮液聚合反应(日本专利公开昭和59(1984)-37,003)，或将单体喷洒或涂覆于纤维基质上进行聚合反应(日本专利公开昭和62(1987)-53,309)。

然而，上述现有的聚合方法大多是将聚合单体、聚合引发剂与交联剂等反应原料一同进行自由基聚合反应而形成高吸水性树脂的凝胶状固体，如此整个聚合反应不易控制，可溶物含量也较高。

发明内容

为解决上述现有技术中存在的问题，本发明提供一种粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其聚合反应过程相对来说较为稳定，反应热也不致于过高，除了改善操作环境之外，更提高了产品质量。

本发明所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，至少包括以下步骤：提供中和率50摩尔百分比以上的含酸基单体水溶液与聚合反应引发剂经过预聚合反应得到粘稠预聚物，而含酸基单体选自丙烯酸或甲基丙烯酸或2-丙烯胺-2-甲基丙烷磺酸或上述群组的混合物；添加长链多元环氧基化合物与聚合反应引发剂于粘稠预聚物中，利用光起始聚合进一步生成凝胶体；以及将凝胶体以温度100℃至250℃热风进行干燥、粉碎、筛选、涂覆表面交联剂、控制温度80℃至230℃进行加

热表面处理及添加惰性无机盐粉末。

依照本发明较佳实施例所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其中粘稠预聚物的粘度为 10~10000cp。

依照本发明较佳实施例所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其中聚合反应引发剂为热分解型引发剂或氧化还原型引发剂。

依照本发明较佳实施例所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其中预聚合反应可于安装有搅拌桨的直立式反应槽、中心安装有使物料单向流动的搅拌浆、单（双）螺杆的卧式筒状容器、或装有夹套并通氮气的管路中进行。而预聚合反应的温度为 5~80℃，预聚合反应时间为 0.5~16 个小时。

依照本发明较佳实施例所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其中光起始聚合在 10~300 秒内完成，优选在 30~60 秒内完成。

依照本发明较佳实施例所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其中长链多元环氧基化合物包括为山梨醇聚缩水甘油醚、聚丙三醇聚缩水甘油醚、乙二醇二缩水甘油醚、二乙二醇二缩水甘油醚、聚乙二醇二缩水甘油醚、双丙三醇聚缩水甘油醚。

依照本发明较佳实施例所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其中凝胶体筛选后粒径分布范围在 0.05 至 1 毫米（mm）之间。

依照本发明较佳实施例所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其中表面交联剂为多元醇、或聚乙二醇二缩水甘油醚、或碳酸亚烃酯或上述群组的混合物。而表面交联剂添加范围为 0.005~5.0 重量百分比。

依照本发明较佳实施例所述的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，其中惰性无机盐粉末为硫酸铝、或氧化铝、或氧化镁、或氧化钙、或高岭土、或二氧化硅、或碳酸钙、或碳酸镁等或上述群组的混合物。而惰性无机盐粉末的添加范围为 0.01~4.0 重量百

分比。

本发明因采用先预聚合再使用光起始聚合的化学反应手段，使得本发明整体的聚合反应过程相对现有技术所采用的聚合反应更为稳定，反应热也不致于过高，除了改善操作环境之外，更提高了产品质量。

有关本发明的特征，通过最佳实施例详细说明如下。

具体实施方式

以下举出具体实施例以详细说明本发明的内容。

本发明所提出的粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，至少包括以下步骤：提供中和率摩尔百分比50以上的含酸基单体水溶液与聚合反应引发剂经过预聚合反应得到粘稠预聚物，而含酸基单体选自丙烯酸或甲基丙烯酸或2-丙烯胺-2-甲基丙烷磺酸或上述群组的混合物；添加长链多元环氧基化合物与聚合反应引发剂于粘稠预聚物中，利用光起始聚合进一步生成凝胶体；以及将凝胶体以温度100℃至250℃热风进行干燥、粉碎、筛选、涂覆表面交联剂、控制温度80℃至230℃进行加热表面处理及添加惰性无机盐粉末。

上述的预聚合反应可以在一个预聚合反应器中进行，此反应器需具备能够使聚合反应原料混合均匀且进行预聚合的作用。预聚合反应器除了可以采用一般安装有搅拌桨的直立式反应槽外，也可以采用一种卧式的筒状容器，中心安装有使物料单向流动的搅拌桨、单螺杆或并列的双螺杆，这样可以保证反应物料单向向前运动而不出现回流的现象，从而避免了聚合反应物料在反应器中停留时间过长而形成凝胶状固体。此外，预聚合反应也可于管路中进行，管路外部装有夹套，用来通入冷却介质（如冷却水）以去除反应热来确保预聚合反应在恒温下进行。内部装有氮气入口，可以连续通入惰性气体以防止氧气影响自由基聚合反应。最后，粘稠的预聚物连续加入至传送带上，传送带上方利用高强度紫外线照射机进行光起始聚合使成凝胶状固体。

本发明所制造的高吸水性树脂所需的含酸基单体除了丙烯酸外，尚可使用其它具有不饱和双键的水溶性单体，如：甲基丙烯酸、或马林酸、或富马酸、或2-丙烯胺-2-甲基丙烷磺酸等。单体选用不特定限制只可使用一种，亦可合并多种单体一齐使用，亦可视情况需要添加具有不饱和双键其它亲水性的单

体，如：丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺、丙烯酸 2-羟基乙酯、甲基丙烯酸 2-羟基乙酯、丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、二甲胺丙烯丙烯酰胺、氯化丙烯丙烯酰胺基三甲铵但添加量以不破坏高吸水性树脂的物性为原则。

在进行自由基聚合反应前，单体水溶液浓度宜控制在重量百分比 20 至 55 间，适当浓度为重量百分比 30 至 45 之间，浓度在重量百分比 20 以下时，聚合后水合体太软且有粘性不利机械加工，添加浓度在重量百分比 55 以上，接近饱和浓度，不易调配且反应太快反应热不易控制。

含酸基单体的羧酸基应部份中和以控制成品的 pH 值，使呈中性或微酸性，中和剂为氢氧化锂、氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸锂、碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢锂、碳酸氢钠、碳酸氢钾及氨。含酸基单体的羧酸基将部份中和成锂盐或钠盐或钾盐或铵盐或两种以上混合盐类，中和浓度摩尔百分比 (mol%) 为 45 至 85，适当浓度为 50mol% 至 75mol%，中和浓度摩尔百分比为 45 以下时成品的 pH 值会偏低，中和浓度摩尔百分比为 85 以上时成品的 pH 值会偏高，成品 pH 值若非呈中性或微酸性时，不慎与人体接触时均不太适合也较不安全。

预聚合反应由聚合引发剂的分解产生自由基开始。聚合引发剂可选用热分解型起始剂，适合的热分解型起始剂有过氧化物，如：过氧化氢、二-叔丁基过氧化物、过氧化酰胺或过硫酸盐(铵盐、碱金属盐)等，及偶氮化合物如：2.2' -偶氮基双(2-脒基丙烷)二盐酸盐、2.2' -偶氮基双(N,N-二伸甲基异丁脒)二盐酸盐；亦可使用还原剂，使成为氧化还原型起始剂，如：酸性亚硫酸盐、硫代硫酸盐、抗坏血酸或亚铁盐；或将氧化还原型起始剂和热分解型起始剂合并使用，首先氧化还原起始剂先进行反应产生自由基，当自由基转移至单体上即引发聚合反应的进行，由于聚合反应进行时会释放出大量的热量而使温度升高，当温度到达热分解型起始剂的分解温度时，又会引发第二段热分解型起始剂的分解，而使整个聚合反应更臻于完全。一般自由基聚合反应起始剂适当用量为重量百分比为 0.001 至 10(以中和丙烯酸盐重量为基准)，更适当用量则在重量百分比 0.1 至 5 之间，使用重量百分比 0.001 以下时，反应太慢不利经济效益；使用重量百分比 10 以上时，反应太快反应热不易控制且容易聚合过度而形成凝胶状固体。

进行光起始聚合反应前应在粘稠预聚物中添加交联剂，交联剂可选用具有两个或两个以上不饱和双键的化合物，如：N,N-二(2-丙烯基)胺、N,N'-亚甲

基双丙烯酰胺、N,N'-亚甲基双甲基丙烯酰胺、丙烯酸丙烯酯、乙二醇二丙烯酸酯、聚乙二醇二丙烯酸酯、乙二醇二甲基丙烯酸酯、聚乙二醇二甲基丙烯酸酯、甘油三丙烯酸酯、甘油三甲基丙烯酸酯、甘油附加环氧乙烷的三丙烯酸酯或三甲基丙烯酸酯、三甲醇丙烷附加环氧乙烷的三丙烯酸酯或三甲基丙烯酸酯、三甲醇丙烷三甲基丙烯酸酯、三甲醇丙烷三丙烯酸酯、N,N,N-(2-丙烯基)胺、二丙烯酸乙二醇酯、二丙烯三甘醇酯等，也可选用具有两个或两个以上环氧基的化合物，如山梨醇聚缩水甘油醚、聚丙三醇聚缩水甘油醚、乙二醇二缩水甘油醚、二乙二醇二缩水甘油醚、聚乙二醇二缩水甘油醚、二丙三醇聚缩水甘油醚等。在进行自由基反应后就可使高吸水性树脂具有适当交联度，而使高吸水性树脂胶体有适当的加工性。自由基聚合反应交联剂可单独使用或两种以上混合使用。自由基聚合反应交联剂适当的添加剂量在重量百分比0.001至5之间(以反应物总固形份为基准)，更适当的用量为重量百分比在0.01至3之间，添加剂量在重量百分比0.001以下聚合后水合体太软且有粘性不利机械加工，添加剂量在重量百分比5以上吸水性太低，降低树脂性能。

粘稠预聚物可在输送带式反应器上或装有搅拌叶的横式反应器中进行光起始聚合反应，制备出的高吸水性凝胶体先利用绞碎机切成直径20mm以下凝胶体，直径10mm以下更佳，再进行烘干。

烘干温度可在100℃至250℃下进行干燥，干燥温度则以120℃至180℃进行烘干为宜，当烘干温度120℃以下则烘干时间太久不具经济效益，烘干温度180℃以上烘干使交联剂提早进行交联反应，使得后续的干燥过程中，因交联度过高而无法有效的去除残存单体，达到降低低残存单体的效果。

干燥后进行粉碎、筛选固定粒径，再进行表面交联剂涂覆处理。筛选固定粒径以0.06mm至1.00mm间为宜，以0.10mm至0.850mm间较佳，粒径0.06mm以下细粉使成品粉尘提高，粒径1.00mm以上粒子使成品吸水速率变慢。

筛选固定粒径后，根据本发明所述的在表面处理时能同时进行反应的交联剂可为多元醇如：丙三醇、乙二醇、二乙二醇、三乙二醇、聚乙二醇、丙二醇、1,4丁二醇、三烃基甲基丙烷、山梨醇等；或可使用多元胺如：乙二胺、二乙二胺、三乙二胺、聚乙二胺；或可使用具有两个或两个以上环氧基的化合物如：山梨醇聚缩水甘油醚、聚丙三醇聚缩水甘油醚、乙二醇二缩水甘油醚、二乙二醇二缩水甘油醚、聚乙二醇二聚缩水甘油醚、二丙三醇聚缩水甘油醚等；也可

使用碳酸亚烃酯如：乙二醇碳酸酯、4-甲基-1, 3-二氧杂环戊烷-2-酮、4, 5-二甲基-1, 3-二氧杂环戊烷-2-酮、4, 4-二甲基-1, 3-二氧杂环戊烷-2-酮、4-乙基-1, 3-二氧杂环戊烷-2-酮、1, 3-二氧杂环己烷-2-酮、4, 6-二甲基-1, 3-二氧杂环己烷-2-酮或 1, 3-二氧杂环庚烷-2-酮等。表面交联剂的用法可单独使用或两种以上混合使用。表面交联剂的适当添加剂量在重量百分比 0.001 至 10 之间(以反应物总固形份为基准)，更适当的用量在重量百分比 0.005 至 5 之间，表面交联剂添加剂量在重量百分比 0.001 以下时无法显出效果，表面交联剂添加剂量在重量百分比 10 以上时，吸水性太低，降低树脂性能。

表面交联剂涂覆处理时，表面交联剂的添加可为表面交联剂直接添加，或调成表面交联剂水溶液添加，或调成表面交联剂亲水性有机溶剂水溶液添加，亲水性有机溶剂如甲醇、乙醇、丙醇、异丁醇、丙酮、甲醚、乙醚等没有特殊限制，可形成溶液即可，其中以甲醇、乙醇较佳。表面交联剂添加时高吸水树脂中可添加惰性无机盐粉末，以帮助溶液分散，惰性无机盐粉末可为硫酸铝、或二氧化硅，或氧化铝，或氧化镁等或其混合物。其中以硫酸铝、二氧化硅较佳。惰性无机盐粉末添加范围在重量百分比 0.005 至 10.0 之间，其中以重量百分比 0.01 至 4.0 较佳。

进行表面交联剂涂覆处理后，再以 80℃至 230℃加热处理，使表面交联剂能进行交联反应，并使内部交联剂进行交联反应而达到本发明的效果。处理温度 80℃以下交联反应时间太久，不具经济效益，处理温度 ≥ 230℃时，树脂易劣化影响品质。至于处理时间则以 2~150 分钟为宜，依处理温度调整，温度高则时间短，温度低则时间长。

由于高吸水性树脂具有吸湿后结块的现象，为避免在高湿度地区使用高吸水性树脂会有吸湿后结块导致加工不顺，一般会在高吸水性树脂表面涂附惰性无机盐粉末或界面活性剂，使表面略具亲油性而使高吸水性树脂保有吸湿后不易结块的特性，此惰性无机盐粉末可选用硫酸铝、或二氧化硅、或氧化铝、或氧化镁、或氧化钙、或高岭土、或碳酸钙、或碳酸镁等或其混合物；通常此惰性无机盐粉末的添加量与无机盐粉末颗粒粒径大小有关，若颗粒粒径较小其无机盐粉末比表面积较大，所以有效惰性无机盐粉末用量可较小，其惰性无机盐粉末添加范围为重量比百分比 0.005 至 10.0 之间，其中以重量百分比 0.01 至 4.0 较佳，惰性无机盐粉末其粒径为 0.001 μM 至 100 μM，若选用颗粒小于

0.001 μM 的无机盐粉末则成本过高不利于工业化生产，若选用颗粒大于 100 μM 的无机盐粉末则有添加量过高影响高吸水性树脂吸收力的问题。惰性无机盐粉末可单独添加或可伴随界面活性剂或具粘度有机化合物加入，其界面活性剂或具粘度有机化合物可选用 HLB (hydrophile-lipophile balance, 亲水性—亲油性均衡) 值 12 以上非离子性界面活性剂、或水溶性阴离子型界面活性剂、或阳离子型界面活性剂、或阴阳两性型界面活性剂、或其混合物，通常界面活性剂或具粘度有机化合物可使用甘油、乙二醇、己六醇、聚氧乙烯醇、或聚乙二醇、或硬脂酸聚乙二醇酯、或硬脂酸聚乙二醇己六酯、或聚氧化乙烯壬苯醚、或聚氧化乙烯辛苯醚、或聚氧化乙烯十二苯醚、或聚氧化乙烯烷基醚、或聚氧化乙烯月桂醚等此界面活性剂或具粘度有机化合物，可调配成水溶液型态加入或单独加入，适当的界面活性剂或具粘度有机化合物添加剂量在重量百分比 0.001 至 5 之间 (以反应物总固形份为基准)，更适当的用量重量百分比在 0.01 至 3 之间。

本发明将整个聚合反应采用先预聚合反应再进一步聚合反应的方式，预聚合产品相对于液体反应物料的粘度明显提高，流动性降低，更容易与之后的皮带反应器相匹配，而且使整个聚合反应稳定性提高，反应热不至于过高。本发明所提供的高吸水性树脂制造方法除了改善操作环境外，产品质量也大大提高，尤其对于降低可溶物含量具有很明显的效果。

为显示本发明中高吸水性树脂的低可溶物含量的特性，可溶物含量的测定步骤如下：先称取 0.5 g 高吸水性树脂，再加入 0.9% 食盐水 185 g，在 500rpm 转速下搅拌一个小时后，以滤纸过滤出 SAP 萃取液。最后，称取该萃取液 20 g，先以 0.1N 氢氧化钠 (NaOH) 滴定，再使用 0.1N 盐酸 (HCl) 进行反滴定以求出 SAP 可溶物的含量。

以下详细地列出参考工作实例以便说明本发明，但本发明范围不受这些实例所限制。

实施例一：

在 6000 毫升用氮气置换过的容器中加入 1760g 丙烯酸及 2263.7g 的水；另外再称取 45% 氢氧化钠水溶液 1476.3g，在冰冷下将氢氧化钠水溶液缓缓加入丙烯酸水溶液中进行中和；此时得含酸基单体浓度重量百分比 (wt%) 38.6 的水溶液，其中有 68 mol% 的丙烯酸中和为丙烯酸钠。

把上述中和后含酸基单体水溶液与 0.1g 的过硫酸钾:亚硫酸钠 = 1:1 (重量比)一同加入到配有夹套的卧式筒状的预聚合反应器中进行混合及预聚合反应。反应温度为 20℃，反应时间为 60 分钟 (min)，所得的预聚物粘度为 100 厘泊 (cp)。

将粘稠预聚物、1g 偶氮二异庚月青与 0.768g 丙三醇聚乙二醇三缩水甘油醚 ($n=7$) 一同加入到传送带上，传送带上方装置有高强度紫外线照射机，利用该装置照射上述混合液体 40 秒 (照度 = 7.1 J/cm²) 使之进行交联反应而成胶体。

利用切式绞碎机切成 2mm 直径以下的凝胶体。

以 130℃ 温度干燥 2 小时；利用筛网筛选 0.1mm~0.85mm 固定粒径，得粉状高吸水性树脂。

称取此高吸水性树脂 10g，加入硫酸铝粉末 0.1g，待混合均匀后再加入乙二醇碳酸酯:水:甲醇 = 1:1:1 (重量比) 溶液 0.4g，以 215℃ 温度加热处理 10 分钟。

冷却后，即得高性能高吸水性树脂，测定保持力 = 29.2 g/g，20 g/cm² 压力下吸水倍率 = 29.5 g/g，49 g/cm² 压力下吸水倍率 = 22.5 g/g，可溶物含量 = 5.1%。

实施例二~四：

操作方法同实施例一，但预聚合反应时间分别为 180min、420min 和 720min，所得的预聚物粘度分别为 370cp、1350cp、5000cp。

测定保持力分别为 32.3 g/g、34.5 g/g、37.1 g/g，20 g/cm² 压力下吸水倍率分别为 32.7 g/g、31.5 g/g、28.7 g/g，39 g/cm² 压力下吸水倍率分别为 24.1 g/g、22.9 g/g、19.8 g/g，可溶物含量分别为 5.3%、6.1%、7.6%。

实施例五~八：

操作方法同实施例一，但预聚合反应温度分别为 5℃、15℃、25℃ 和 35℃，所得的预聚物粘度分别为 15cp、80cp、270cp、1050cp。

测定保持力分别为 27.1 g/g、28.6 g/g、31.7 g/g、33.4 g/g，20 g/cm² 压力下吸水倍率分别为 27.3 g/g、28.7 g/g、30.9 g/g、31.5 g/g，39 g/cm² 压力下吸水倍率分别为 18.2 g/g、19.8 g/g、22.8 g/g、23.6 g/g，可溶物

含量分别为 2.5%、3.4%、5.2%、6.1%。

实施例九~十二:

操作方法同实施例一，但聚合引发剂分别为过硫酸铵及亚硫酸氢钠混合物(重量比=1:1)、过氧化氢、过氧化碳酸二异丙酯、2,2-偶氮基双(2-脒基丙烷)二盐酸盐。

测定保持力分别为 30.1 g/g、29.7 g/g、30.5 g/g、31.0 g/g, 20 g/cm², 压力下吸水倍率分别为 29.6 g/g、30.0 g/g、28.9 g/g、31.6 g/g, 39 g/cm² 压力下吸水倍率分别为 23.0 g/g、22.5 g/g、29.9 g/g、23.6 g/g, 可溶物含量分别为 5.1%、6.2%、5.4%、5.7%。

实施例十三~十五:

操作方法同实施例一，但交联剂分别为丙三醇聚乙二醇三缩水甘油醚(n=20)、三丙烯基胺与乙二醇双丙烯酸酯。

测定保持力分别为 33.2 g/g、26.5 g/g、27.8 g/g, 20 g/cm², 压力下吸水倍率分别为 31.3 g/g、27.9 g/g、28.7 g/g, 39 g/cm² 压力下吸水倍率分别为 24.9 g/g、22.5 g/g、23.6 g/g, 可溶物含量分别为 5.7%、3.5%、3.9%。

实施例十六~十九:

操作方法同实施例一，但紫外线照射机照射时间分别为 60、30、20、10 秒，照度分别为 10.2 J/cm²、5.1 J/cm²、3.5 J/cm²、1.7 J/cm²。

测定保持力分别为 27.6 g/g、29.6 g/g、30.2 g/g、36.1 g/g, 20 g/cm², 压力下吸水倍率分别为 31.3 g/g、32.5 g/g、30.4 g/g、32.9 g/g, 39 g/cm² 压力下吸水倍率分别为 24.9 g/g、26.3 g/g、24.3 g/g、19.7 g/g, 可溶物含量分别为 4.2%、6.3%、7.1%、8.1%。

参照比较例一至二，以突显出实验例一至十九的效果。

比较例一:

在 6000 毫升用氮气置换过的容器中加入 1760g 丙烯酸及 2263.7g 的水；另外再称取 45% 氢氧化钠水溶液 1476.3g，在冰冷下将氢氧化钠水溶液缓缓加入丙烯酸水溶液中进行中和；此时得单体浓度 38.6wt% 水溶液，其中有 68 mol% 的丙烯酸中和为丙烯酸钠。

将 0.768g 丙三醇聚乙二醇三缩水甘油醚(n=20)加入到上述部分中和的单

体溶液，并维持温度在20℃左右。

加入1.9g双氧水，3.0g过硫酸钠及1.0g2,2-偶氮基双(2-脒基丙烷)二盐酸盐以起始聚合反应，放置1小时使其自然形成胶体状。

利用切式绞碎机切成2mm直径以下的凝胶体。

以130℃温度干燥2小时；利用筛网筛选0.1mm~0.85mm固定粒径，得粉状高吸水性树脂。

称取此高吸水性树脂10g，加入硫酸铝粉末0.1g，待混合均匀后再加入乙二醇碳酸酯：水：甲醇=1:1:1(重量比)溶液0.4g，以215℃温度加热处理10分钟。

冷却后，即得高性能高吸水性树脂，测定保持力=33.1g/g，20g/cm²压力下吸水倍率=32.0g/g，49g/cm²压力下吸水倍率=22.1g/g，可溶物含量=12.1%。

比较例二：

在6000毫升用氮气置换过的容器中加入1760g丙烯酸及2263.7g的水；另外再称取45%氢氧化钠水溶液1476.3g，于冰冷下将氢氧化钠水溶液缓缓加入丙烯酸水溶液中进行中和；此时得单体浓度38.6wt%水溶液，其中有68mol%的丙烯酸中和为丙烯酸钠。

将0.768g丙三醇聚乙二醇三缩水甘油醚(n=12)加入到上述部分中和的单体溶液，并维持温度在20℃左右。

加入1.9g双氧水，3.0g过硫酸钠及1.0g2,2-偶氮基双(2-脒基丙烷)二盐酸盐以起始聚合反应，放置1小时使其自然形成胶体状。

利用切式绞碎机切成2mm直径以下的凝胶体。

以130℃温度干燥2小时；利用筛网筛选0.1mm~0.85mm固定粒径，得粉状高吸水性树脂。

称取此高吸水性树脂10g，加入硫酸铝粉末0.1g，待混合均匀后再加入乙二醇碳酸酯：水：甲醇=1:1:1(重量比)溶液0.4g，以215℃温度加热处理10分钟。

冷却后，即得高性能高吸水性树脂，测定保持力=31.7g/g，20g/cm²压力下吸水倍率=31.5g/g，49g/cm²压力下吸水倍率=24.7g/g，可溶物含量=10.5%。

综上所述，本发明所公开的一种粉状、不溶于水，可吸收水液、尿液或血液且可溶物含量低的高吸水性树脂的制造方法，至少具有下述的优点：

1. 本发明所提供的高吸水性树脂的制造方法，除了改善操作环境外，产品质量也大大提高，经由各项实验测试，证事实本发明对于降低可溶物含量尤其具有很明显的效果。

2. 本发明以化学技术手段，将现有的聚合反应取代为：先使用预聚合反应，再使用光起始聚合反应。使得本发明的预聚合物相对于其它液体反应物料的粘度明显提高，流动性降低，更容易与之后的输送带反应器相匹配，而且使整体的聚合反应稳定度提高，反应热不至于过高。

虽然本发明以前述的较佳实施例公开如上，然而其并非用以限定本发明，任何熟悉本领域的技术人员，在不脱离本发明的精神和范围内，可作出修改和变化，因此本发明的专利保护范围应以本说明书所附的权利要求书所界定的范围为准。