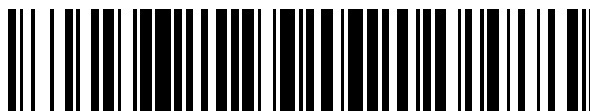


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 394 122**

51 Int. Cl.:

C08F 2/18 (2006.01)

C08F 20/06 (2006.01)

C08F 20/56 (2006.01)

C08F 2/32 (2006.01)

C08F 220/06 (2006.01)

A61L 15/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2007 E 07742502 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **14.01.2009 EP 2014683**

54 Título: **Procedimiento para la produccion de una resina absorbente de agua**

30 Prioridad:

27.04.2006 JP 2006124428

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.01.2013

73 Titular/es:

SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.

(100.0%)

346-1, MIYANISHI HARIMA-CHO

KAKO-GUN, HYOGO 675-0145, JP

72 Inventor/es:

YOKOYAMA, HIDEKI y

NAWATA, YASUHIRO

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 394 122 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la Producción de una Resina Absorbente de Agua

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua. Más concretamente, la presente invención se refiere a un método para obtener una resina absorbente de agua con olor reducido, en un procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua por polimerización en suspensión de fase inversa.

Las resinas absorbentes de agua son ampliamente utilizadas para materiales higiénicos tales como pañales desechables y compresas higiénicas, productos básicos tales como láminas de PET y materiales industriales tales como materiales de bloqueo de la humedad para cables. Los materiales higiénicos tales como pañales desechables y compresas higiénicas generalmente comprenden una lámina superior, una lámina posterior, un adhesivo de fusión en caliente, un material elástico, una resina absorbente de agua, fibra de pasta, y similares, y varias resinas sintéticas y en los mismos se utilizan agentes reformantes. Así, los materiales higiénicos se llevan en un cuerpo humano, el olor hace que los que los usan se encuentren incómodos, incluso si es sutil, y por lo tanto se desea desarrollar un material sin olor. Entre los componentes de los materiales higiénicos, la resina absorbente de agua que tiene un olor sutil procedente de las sustancias utilizadas en el procedimiento de producción, y puesto que el olor tiende a difundirse al absorber agua, se considera que es deseable reducir el olor.

Conocidas resinas absorbentes de agua utilizadas para los materiales higiénicos incluyen, por ejemplo, un producto parcialmente neutralizado de poli(ácido acrílico), un producto neutralizado de un polímero de injerto de ácido acrílico-almidón, un producto hidrolizado de un copolímero de injerto de almidón-acrilonitrilo, un producto saponificado de un acetato de vinilo-éster de ácido acrílico, y similares.

Como procedimiento para la producción de tal resina absorbente de agua, se conocen un método de polimerización acuosa, un método de polimerización en suspensión de fase inversa, y similares, pero en el caso de la resina absorbente de agua preparada mediante el método de polimerización en suspensión de fase inversa, en el que la polimerización se lleva a cabo mediante la suspensión de un monómero soluble en agua en un medio de dispersión, se considera una de las principales causas del olor proviene del medio de dispersión.

Las técnicas conocidas convencionales para producir la resina absorbente de agua mediante el método de polimerización en suspensión de fase inversa incluyen un método de polimerización de un ácido carboxílico α,β -insaturado y la solución acuosa de sal de metal alcalino del mismo en un disolvente de hidrocarburo de petróleo utilizando un iniciador de polimerización de radicales en presencia/no presencia de un agente de entrecruzamiento, en el que se utiliza un éster de ácido graso de sacarosa como agente protector de coloides (véase el Documento de Patente 1), y un método de polimerización de un ácido carboxílico α,β -insaturado y una solución acuosa de sal de metal alcalino al 25% en peso o más del mismo en un disolvente de hidrocarburo de petróleo utilizando un iniciador de polimerización de radicales en presencia/no presencia de un agente de entrecruzamiento, en el que se utiliza un éster de ácido graso de poliglicerol con un HLB de 2-16 como agente tensioactivo (véase el Documento de Patente 2), pero estas tecnologías de producción no se centraron en la reducción de olor, y por lo tanto las resinas absorbentes de agua resultantes no eran aquellas con olor suficientemente bajo.

Documento de Patente 1:

Publicación de Patente Japonesa No Examinada (Kokai) Núm. 61-87702

Documento de Patente 2:

Publicación de Patente Japonesa No Examinada (Kokai) Núm. 62-172006.

Las polimerizaciones en las que se añade un tensioactivo a un medio de dispersión antes de, o durante, la dispersión del monómero se describen en el documento US-A-5439993, y en las Publicaciones de Patente Japonesa No Examinadas (Kokai) Núms. 2000-128907 y 59-011304. En la Publicación de Patente Japonesa No Examinada (Kokai) Núm. 58-179201, se añade un agente auxiliar estabilizador de la dispersión una vez que la polimerización se ha completado en no menos de 50%.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua en la que se reduce el olor al absorber agua.

La polimerización en suspensión de fase inversa convencional se realiza mediante la adición de una solución acuosa de monómero a un medio de dispersión en el que se disuelve un agente tensioactivo, seguido de dispersión de las gotitas de la solución acuosa de monómero mediante agitación. Sin embargo, la resina absorbente de agua preparada mediante tal método de polimerización tenía olor procedente del medio de dispersión cuando éste absorbía agua.

Puesto que se utiliza generalmente un hidrocarburo de petróleo con un punto de ebullición de 80 a 130°C como medio de dispersión en la producción de la resina absorbente de agua mediante un método de polimerización en

suspensión de fase inversa, se consideró que el olor se podía reducir secando la resina a una alta temperatura superior al punto de ebullición del medio de dispersión. Sin embargo, se encontró que el olor no se podía reducir lo suficiente mediante un tratamiento térmico.

Los autores de la presente invención han estudiado la causa de que la resina absorbente de agua preparada mediante el método de polimerización en suspensión de fase inversa fracasó en la reducción del olor mediante calentamiento, y han encontrado que una pequeña cantidad del medio de dispersión está confinada en las partículas de la resina absorbente de agua. Los autores de la presente invención han estudiado intensamente cómo impedir el confinamiento del medio de dispersión en las partículas de la resina absorbente de agua, y han encontrado que se obtiene una resina absorbente de agua con olor extremadamente bajo procedente del medio de dispersión, cuando absorbe agua, mediante un método de polimerización en suspensión de fase inversa que comprende dispersar una solución acuosa de monómero en un medio de dispersión al que no se ha añadido ningún agente tensioactivo, añadir un tensioactivo a la emulsión resultante para dispersar el monómero adicionalmente, y polimerizar, lo que llevó a la finalización de la presente invención.

Esto es, la presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua sometiendo un monómero etilénicamente insaturado soluble en agua a polimerización en suspensión de fase inversa, en un medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo que contiene un tensioactivo seleccionado entre éster de ácido graso de sorbitán, éster de ácido graso de polioxietilen sorbitán, éster de ácido graso de poliglicerina, éster de ácido graso de polioxietilen glicerina, éster de ácido graso de sacarosa, éster de ácido graso de sorbitol, éster de ácido graso de polioxietilensorbitol, polioxietilen alquil éter, polioxietilen alquilfenil éter, aceite de ricino polioxietilenado, aceite de ricino endurecido con polioxietileno, éter de polioxietileno condensado con alquilalilformaldehído, polioxietilen polioxipropilen alquil éter, éster de ácido graso de polietilenglicol, alquilglucósido, N-alquilgluconamida, amida de ácido graso polioxietilenada y polioxietilenalquilamina; sales de ácidos grasos, alquilbencenosulfonato, alquilmetiltaurato, polioxietilenalquilfeniletersulfato, polioxietilenalquiletersulfato, ácido polioxietilenalquiletersulfónico y sus sales, ácido polioxietilenalquilfenileterfosfórico y sus sales, y ácido polioxietilenalquileterfosfórico y sus sales y combinaciones de dos o más de los mismos, comprendiendo el procedimiento las siguientes etapas de:

1. (A) añadir una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua a un medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo para preparar una dispersión de la solución acuosa en el medio de dispersión al que no se ha añadido dicho tensioactivo; a continuación
2. (B) añadir dicho tensioactivo a la dispersión para dispersar adicionalmente el monómero en la dispersión, y a continuación
3. (C) llevar a cabo la polimerización en suspensión de fase inversa utilizando un iniciador de la polimerización de radicales soluble en agua opcionalmente en presencia de un agente de entrecruzamiento interno.

En algunas realizaciones del procedimiento, la solución acuosa del monómero etilénicamente insaturado se añade y se dispersa en el medio de dispersión hidrocarburo de petróleo en presencia de un agente de dispersión polimérica en la etapa (A):

donde el agente de dispersión polimérica es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en polietileno modificado con anhídrido maleico, polipropileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de anhídrido maleico-etileno, copolímero de anhídrido maleico-propileno, copolímero de anhídrido maleico-etileno-propileno, polietileno, polipropileno, copolímero etileno-propileno, polietileno oxidado y polipropileno oxidado.

Un agente de dispersión polimérica se puede añadir, alternativamente o adicionalmente, junto con el tensioactivo en la etapa (B):

donde el agente de dispersión polimérica es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en polietileno modificado con anhídrido maleico, polipropileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de anhídrido maleico-etileno, copolímero de anhídrido maleico-propileno, copolímero de anhídrido maleico-etileno-propileno, polietileno, polipropileno, copolímero etileno-propileno, polietileno oxidado y polipropileno oxidado.

El procedimiento para la producción de la presente invención permite la producción de una resina absorbente de agua con olor extremadamente bajo cuando absorbe agua.

En el procedimiento de producción de la presente invención, la primera etapa es añadir una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua en un medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo para dispersar la solución acuosa en el medio de dispersión (etapa (A)).

Los ejemplos del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua usado en la presente invención incluyen monómeros que tienen un grupo ácido, tales como ácido (met)acrílico ["(met)acrílico" se refiere tanto a "acrílico" como "metacrílico", y lo mismo se aplica en lo sucesivo], ácido 2-(met)acrilamido-2-metilpropanosulfónico y ácido maleico y las sales de los mismos; monómeros insaturados no iónicos tales como (met)acrilamida, N,N-

dimetil(met)acrilamida, (met)acrilato de 2-hidroxietilo y N-metilol(met)acrilamida, y monómeros insaturados que contienen grupos amino tales como (met)acrilato de dietilaminoetilo y (met)acrilato de dietilaminopropilo, y los compuestos cuaternarizados de los mismos. Estos compuestos se pueden utilizar solos o combinados mezclando 2 o más de los mismos.

Los ejemplos del compuesto alcalino que se va a utilizar en el momento en el que el monómero que tiene un grupo ácido se neutraliza para formar una sal incluyen compuestos de litio, sodio, potasio, amonio, y similares.

Los monómeros etilénicamente insaturados solubles en agua preferidos incluyen ácido (met)acrílico y sus sales, y (met)acrilamida, en vista de la disponibilidad industrial.

La concentración de monómero de una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua es de 20% en masa a la concentración de saturación.

Cuando el monómero que tiene un grupo ácido es neutralizado, el grado de neutralización preferido es 30 a 90% en moles del grupo ácido en el monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. No se prefiere que el grado de neutralización sea inferior al 30% en moles, ya que el grupo ácido tiende a no ser ionizado bajo el grado de neutralización, y por lo tanto la capacidad de absorción de agua se vuelve baja. No se prefiere que el grado de neutralización exceda el 90% en moles, ya que cuando el monómero se usa para materiales higiénicos, existe la posibilidad de que puedan surgir problemas en su seguridad y similares.

La solución acuosa de un monómero etilénicamente insaturado soluble en agua puede contener un agente de transferencia de cadena, espesante y similares, si fuera necesario.

Los ejemplos del agente de transferencia de cadena incluyen compuestos tales como tioles, ácidos tiólicos, alcoholes secundarios, ácido hipofosforoso, ácido fosforoso, y similares. Estos compuestos se pueden usar solos, o combinando 2 o más de los mismos.

Los ejemplos de espesante incluyen carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, metilcelulosa, polietilenglicol, ácido poliacrílico, un producto neutralizado de ácido poliacrílico, poli(acrilamida), y similares.

Los ejemplos del hidrocarburo de petróleo utilizado en la presente invención como medio de dispersión para la polimerización en suspensión de fase inversa incluyen hidrocarburos alifáticos que tienen de 6 a 8 átomos de carbono, tales como *n*-hexano, *n*-heptano, 2-metilhexano, 3 metilhexano y *n*-octano, hidrocarburos alicíclicos que tienen de 6 a 8 átomos de carbono, tales como ciclohexano, metilciclopentano y metilciclohexano; e hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno y xileno.

Entre estos, se prefiere el uso de un medio de dispersión seleccionado de al menos uno de los hidrocarburos alifáticos o hidrocarburos alicíclicos que tienen 6 o 7 átomos de carbono, o una mezcla de los mismos, en vista de la disponibilidad industrial y el coste.

La cantidad del medio de dispersión que se va a utilizar es preferiblemente de 50 a 600 partes en masa, más preferiblemente de 50 a 400 partes en masa, y aún más preferiblemente de 50 a 200 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua, ya que la cantidad permite la dispersión uniforme de la solución de la acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua, y facilita el control de la temperatura de polimerización.

En el procedimiento de producción de la presente invención, se obtiene un resultado preferido adicional cuando la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua se añade y se dispersa en el medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo en presencia de un agente de dispersión polimérica, seleccionado entre:

el grupo que consiste en polietileno modificado con anhídrido maleico, polipropileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de anhídrido maleico-etileno, copolímero de anhídrido maleico-propileno, copolímero de anhídrido maleico-etileno-propileno, polietileno, polipropileno, copolímero de etileno-propileno, polietileno oxidado y polipropileno oxidado. Se prefiere seleccionar un agente de dispersión polimérica que se pueda disolver o dispersar en el medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo, y que tenga un peso molecular medio de 20000 o menos, preferiblemente de 10000 o menos, y más preferiblemente 5000 o menos.

La cantidad del agente de dispersión polimérica que se va a utilizar es preferiblemente de 0 a 5 partes en masa, más preferiblemente de 0,01 a 3 partes en masa, y aún más preferiblemente 0,05 a 2 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la solución acuosa del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. No se prefiere que la cantidad del agente de dispersión polimérica que se añade exceda de 5 partes en masa, ya que es menos económico.

En el procedimiento de producción de la presente invención, se añade un agente tensioactivo a la emulsión preparada en la anterior etapa (A) para dispersar adicionalmente la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua en el medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo (etapa (B)).

El tensioactivo usado en la etapa (B) se selecciona de éster de ácido graso de sorbitán, éster de ácido graso de polioxietilen sorbitán, éster de ácido graso de poliglicerina, éster de ácido graso de polioxietilen glicerina, éster de ácido graso de sacarosa, éster de ácido graso de sorbitol, éster de ácido graso de polioxietilensorbitol, polioxietilen alquil éter, polioxietilen alquilfenil éter, aceite de ricino polioxietilenado, aceite de ricino endurecido con polioxietileno, éter de polioxietileno condensado con alquilalilformaldehído, polioxietilen polioxipropilen alquil éter, éster de ácido graso de polietilenglicol, alquilglucósido, N-alquilgluconamida, amida de ácido graso polioxietilenada y polioxietilentalquilamina; y tensioactivos aniónicos tales como sales de ácidos grasos, alquilbencenosulfonato, alquilmetiltaurato, polioxietilentalquilfeniletersulfato, polioxietilentalquiletersulfato, ácido polioxietilentalquiletersulfónico y sus sales, ácido polioxietilentalquilfenileterfosfórico y sus sales, y ácido polioxietilentalquileterfosfórico y sus sales y combinaciones de dos o más de los mismos,

Entre estos agentes tensioactivos, se prefiere al menos uno seleccionado del grupo que consiste en éster de ácido graso de poliglicerina, éster de ácido graso de sacarosa y éster de ácido graso de sorbitán, en vista de la estabilidad de la dispersión de la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua.

La cantidad del agente tensioactivo que se va a utilizar en la etapa (B) es preferiblemente de 0,01 a 5 partes en masa, y más preferiblemente 0,05 a 3 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. No se prefiere que la cantidad del agente tensioactivo que se va a añadir sea inferior a 0,01 partes en masa, ya que la estabilidad de la dispersión de la solución acuosa del monómero disminuye, a la vez que no se prefiere que la cantidad exceda de 5 partes en masa, ya que es menos económico.

La forma del agente tensioactivo que se añade en la etapa (B) no está particularmente limitada, pero se prefiere usar después de diluir o disolver el agente tensioactivo en una pequeña cantidad del medio de dispersión para así lograr la estabilidad de la dispersión en poco tiempo.

Asimismo, el agente de dispersión polimérica anteriormente mencionado se puede añadir en la etapa (B), además del tensioactivo.

Cuando el agente de dispersión polimérica se añade junto con el tensioactivo, la cantidad que se va a añadir del mismo es preferiblemente de 0 a 5 partes en masa, más preferiblemente de 0,01 a 3 partes en masa, y aún más preferiblemente de 0,05 a 2 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. No se prefiere que la cantidad del agente de dispersión polimérica que se añade exceda de 5 partes en masa, ya que es menos económico. También se prefiere usar el agente de dispersión polimérica en un estado que el agente de dispersión se haya disuelto o dispersado en una pequeña cantidad del medio de dispersión calentando de antemano posibilitando de ese modo la estabilidad de la dispersión en poco tiempo.

En el procedimiento de producción de la presente invención, la polimerización en suspensión de fase inversa se realiza en la emulsión preparada en la anterior etapa (B), opcionalmente en presencia de un agente de entrecruzamiento interno, utilizando un iniciador de polimerización soluble en agua para obtener una resina absorbente de agua (etapa (C)). Los ejemplos del iniciador de polimerización de radicales soluble en agua incluyen persulfatos tales como persulfato de potasio, persulfato de amonio y persulfato de sodio; peróxidos tales como peróxido de hidrógeno y compuestos azoicos tales como dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano), tetrahidrato de 2,2'-azobis[N-(2-carboxietil)-2-metilpropionodiamina], dihidrocloruro de 2,2'-azo-bis(1-imino-1-pirrolidino-2-metilpropano) y 2,2'-azobis[2-metil-N-(2-hidroxietil)-propionamida].

Entre estos, se prefieren persulfato de potasio, persulfato de amonio, persulfato de sodio y dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano), en vista de su disponibilidad y manejo.

El iniciador de la polimerización de radicales soluble en agua puede utilizarse como un iniciador de polimerización redox junto con un agente reductor tal como sulfito y ácido ascórbico.

La cantidad de iniciador de la polimerización de radicales soluble en agua que se va a utilizar es generalmente de 0,01 partes a 1 parte en masa, basándose en 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. No se prefiere que la cantidad sea menor de 0,01 partes en masa, ya que el grado de polimerización disminuye, a la vez que no se prefiere que exceda de 1 parte en masa, ya que se produce una reacción de polimerización abrupta.

El momento en el que se añade el iniciador de polimerización de radicales soluble en agua no está particularmente limitado, pero se prefiere añadir de antemano el iniciador a la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua.

Los ejemplos del agente de entrecruzamiento interno que se va a utilizar, si fuera necesario, incluyen polioles tales como (poli)etilenglicol [(poli) denota ambos casos con y sin el prefijo "poli", y lo mismo se aplica en lo sucesivo], 1,4-butanodiol, glicerina y trimetilolpropano; ésteres poliinsaturados que tienen 2 o más grupos vinilo, preparados mediante reacción de polioles con ácidos insaturados tales como ácido acrílico y ácido metacrílico; bisacrilamidas

tales como *N,N'*-metilenbisacrilamida; compuestos de poliglicidilo que tienen 2 o más grupos glicidilo tales como éter diglicidílico de (poli)etilenglicol, éter triglicidílico de (poli)etilenglicol, éter diglicidílico de (poli)glicerina, éter triglicidílico de (poli)glicerina, éter poliglicidílico de (poli)propilenglicol y éter poliglicidílico de (poli)glicerol, y similares. Estos agentes de entrecruzamiento interno pueden usarse solos o combinando dos o más de los mismos.

La cantidad de agente de entrecruzamiento interno que se añade es preferiblemente de 0 a 3 partes en masa, más preferiblemente de 0 a 1 parte en masa, y aún más preferiblemente de 0,001 a 0,1 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. No se prefiere que la cantidad que se va a añadir exceda de 3 partes en masa, ya que el entrecruzamiento se forma en exceso y la capacidad de absorción de agua disminuye demasiado.

Se prefiere usar el agente de entrecruzamiento interno de la manera en que se ha añadido con antelación a la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua.

La temperatura de reacción para llevar a cabo la polimerización en suspensión de fase inversa no se puede determinar generalmente en la presente invención, dado que varía dependiendo de la clase y cantidad de iniciador de polimerización a utilizar, pero la temperatura es preferiblemente de 20 a 100°C, y más preferiblemente de 40 a 90°C. No se prefiere que la temperatura de reacción sea inferior a 20°C, ya que el grado de polimerización puede disminuir, si bien no se prefiere que supere los 100°C, ya que se produce una reacción de polimerización abrupta.

En la presente invención, se puede realizar una reacción de post-entrecruzamiento en una capa superficial de las partículas de la resina absorbente de agua mediante adición de un agente de post-entrecruzamiento que tiene 2 o más grupos funcionales y que tiene reactividad con los grupos funcionales procedentes del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua, de la resina absorbente de agua preparada en las etapas (A) a (C) mediante el método antes mencionado. El post-entrecruzamiento en la capa superficial de las partículas de la resina absorbente de agua aumenta varias prestaciones tales como la capacidad de absorción de agua bajo presión, la tasa de absorción de agua y la resistencia de gel, y ofrece unas prestaciones adecuadas para la aplicación a materiales higiénicos.

El agente de post-entrecruzamiento usado para la reacción de post-entrecruzamiento no está particularmente limitado, siempre que sea capaz de reaccionar con los grupos funcionales originados a partir del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua usado para la polimerización.

Los ejemplos del agente de post-entrecruzamiento que se van a utilizar incluyen polioles tales como etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, trimetilolpropano, glicerina, polioxietilenglicol, polioxipropilenglicol y poliglicerina, compuestos de poliglicidilo tales como diglicidiléter de (poli)etilenglicol, triglicidiléter de (poli)etilenglicol, diglicidiléter de (poli)glicerina, triglicidiléter de (poli)glicerina, poliglicidiléter de (poli)propilenglicol y poliglicidiléter de (poli)glicerol; compuestos haloepoxídicos tales como epiclorhidrina, epibromhidrina y α -metilepiclorhidrina; compuestos que tienen 2 o más grupos funcionales reactivos tales como compuestos de isocianato, incluyendo 2,4-diisocianato de tolueno y diisocianato de hexametileno, compuestos de oxetano tales como 3-metil-3-oxetanometanol, 3-etil-3-oxetanometanol, 3-butil-3-oxetanometanol, 3-metil-3-oxetanoetanol, 3-etil-3-oxetanoetanol y 3-butil-3-oxetanoetanol; compuestos de oxazolina tales como 1,2-etilenbisoxazolin, compuestos de carbonato tales como carbonato de etileno. Estos agentes de post-entrecruzamiento se pueden utilizar solos o combinando 2 o más de los mismos.

Entre estos compuestos, se prefieren compuestos de poliglicidilo tales como diglicidiléter de (poli)etilenglicol, triglicidiléter de (poli)etilenglicol, diglicidiléter de (poli)glicerina, triglicidiléter de (poli)glicerina, poliglicidiléter de (poli)propilenglicol y poliglicidiléter de (poli)glicerol, en vista de su excelente reactividad.

La cantidad del agente de post-entrecruzamiento que se va a añadir es preferiblemente de 0,01 a 5 partes por masa, y más preferiblemente de 0,02 a 3 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de una cantidad total del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua usado para la polimerización.

No se prefiere que la cantidad del agente de post-entrecruzamiento a añadir sea de menos de 0,01 partes en masa, puesto que falla en la mejora de diversas capacidades tales como la capacidad de absorción de agua bajo presión, la tasa de absorción de agua y la resistencia de gel de la resina resultante, a la vez que no se prefiere que exceda de 5 partes en masa, ya que da como resultado una capacidad de absorción de agua excesivamente baja.

Cuando se añade el agente de post-entrecruzamiento, se puede añadir tal cual o en forma de una solución acuosa, o en forma de una solución disuelta en un disolvente orgánico hidrófilo, si fuera necesario. Los ejemplos del disolvente orgánico hidrófilo incluyen alcoholes inferiores tales como alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol *n*-propílico, alcohol isopropílico y propilenglicol, cetonas tales como acetona y metil etil cetona, éteres tales como éter dietílico, dioxano y tetrahidrofurano; amidas tales como *N,N*-dimetilformamida; sulfóxidos tales como dimetil sulfóxido, y similares. Estos disolventes orgánicos hidrófilos se pueden utilizar solos o combinando 2 o más de los mismos.

El momento de la adición del agente de post-entrecruzamiento no está particularmente limitado, siempre y cuando se añada después de la terminación de la polimerización. Se prefiere que la reacción de post-entrecruzamiento se

realice en un procedimiento de secado después de la polimerización en presencia de agua en un intervalo de 1 parte a 200 partes en masa, más preferiblemente de 5 a 100 partes en masa, y muy preferiblemente de 10 a 50 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la resina absorbente de agua. Por lo tanto, ajustando el contenido de agua en el momento de la adición del agente de post-entrecruzamiento, el post-entrecruzamiento se forma más apropiadamente sobre la capa superficial de la partícula de la resina absorbente de agua, y se puede lograr una excelente capacidad de absorción de agua.

La temperatura en la reacción de post-entrecruzamiento es preferiblemente de 50 a 250°C, más preferiblemente de 60 a 180°C, más preferiblemente de 60 a 140°C, y más preferiblemente de 70 a 120°C.

En la presente invención, el procedimiento de secado se puede llevar a cabo a presión ambiente o presión reducida, o incluso en una atmósfera de nitrógeno con el fin de aumentar la eficacia del procedimiento de secado. Cuando el procedimiento de secado se realiza a presión ambiente, la temperatura de secado es preferiblemente de 70 a 250°C, más preferiblemente de 80 a 180°C, más preferiblemente de 80 a 140°C, y más preferiblemente de 90 a 130°C. En el caso de la presión reducida, la temperatura de secado es preferiblemente de 60 a 100°C, y más preferiblemente de 70 a 90°C.

El contenido en agua de la resina absorbente de agua después del secado es de 20% o menos, con el fin de proporcionar fluidez, y preferiblemente 10% o menos en general.

El tamaño medio de partícula de la resina absorbente de agua preparada de este modo es preferiblemente de 10 a 300 µm, más preferiblemente 30 a 200 µm, y aún más preferiblemente de 50 a 150 µm. No se prefiere que el tamaño medio de partícula de la resina absorbente de agua sea de 10 µm o menos, ya que se genera polvo cuando se manipula la resina absorbente de agua, mientras que no se prefiere el tamaño medio de partícula de 300 µm o más, ya que la estabilidad de la suspensión en la reacción de polimerización puede llegar a ser baja.

La forma de la resina absorbente de agua preparada de este modo varía dependiendo del tipo de tensioactivo o medio de dispersión que se vaya a utilizar, pero generalmente es esférica o amorfa con muchas irregularidades. Se prefiere aplicar el método descrito en la presente solicitud a las partículas esféricas, ya que reduce el olor procedente del medio de dispersión eficazmente.

Ejemplos

A continuación, las realizaciones de la presente invención se describirán en detalle a continuación por medio de Ejemplos.

Ejemplo 1

Se colocaron 92,0 g de ácido acrílico al 80% en peso en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, y se añadieron gota a gota al matraz 102,2 g de hidróxido de sodio al 30% en peso mientras que se enfriaba externamente el matraz realizando de ese modo la neutralización. Se añadieron 0,11 g de persulfato potásico, 8,3 mg de diglicidiléter de etilenglicol y 43,6 g de agua de intercambio iónico para preparar una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. Se colocaron 334 g de *n*-heptano como medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo en un matraz de fondo redondo cilíndrico de cinco cuellos de 2 L equipado con un agitador, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas nitrógeno y se calentó, a lo que se añadió toda la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua utilizando un embudo, y la mezcla se agitó a una temperatura interna de 40°C durante 10 minutos (etapa (A)).

A continuación, se disolvieron 0,92 g de éster de ácido graso de sacarosa (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nombre comercial: S-370) como agente tensioactivo en 8,28 g de *n*-heptano calentando, lo que se colocó en el matraz de fondo redondo anterior usando un embudo dispersando de ese modo la solución acuosa del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua (etapa (B)).

A continuación, después de remplazar completamente la atmósfera del interior del sistema por gas nitrógeno mientras la temperatura interna del matraz de fondo redondo que contenía la emulsión anterior se mantenía a 40°C, el matraz de fondo redondo se calentó a continuación en un baño de agua a 70°C durante 1 hora realizando de ese modo una reacción de polimerización (etapa (C)). Después de la reacción de polimerización, el producto de reacción se calentó en un baño de aceite a 120°C, y se sometió a destilación azeotrópica eliminando de este modo 114 g de agua del sistema, mientras se sometía a reflujo *n*-heptano para obtener un polímero deshidratado.

A continuación, el polímero se calentó en el baño de aceite a 120°C para eliminar el *n*-heptano y el agua del sistema por destilación, y se secó bajo una atmósfera de nitrógeno para obtener 93 g de una resina absorbente de agua. El tamaño medio de partícula fue de 127 m, la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue de 60 g/g, y el contenido de agua fue de 2% en la resina absorbente de agua resultante.

Ejemplo 2

Una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua se preparó de la misma manera que en el Ejemplo 1.

Se colocaron 334 g de *n*-heptano como medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo en un matraz de fondo redondo cilíndrico de cinco cuellos de 2 L equipado con un agitador, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas nitrógeno y se calentó, a lo que se añadió toda la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua usando un embudo, y la mezcla se agitó a una temperatura interna de 40°C durante 10 minutos (etapa (A)).

A continuación, se disolvieron 0,92 g de éster de ácido graso de sacarosa (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nombre comercial: S-370) como agente tensioactivo en 8,28 g de *n*-heptano calentando, se disolvieron 0,92 g de polietileno modificado con anhídrido maleico (Mitsui Chemicals Inc., nombre comercial: Hiwax 1105A) como agente de dispersión polimérica en 8,28 g de *n*-heptano calentando, y ambas soluciones se añadieron al matraz de fondo redondo anterior usando un embudo dispersando de ese modo la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua (etapa (B)).

A continuación, después de remplazar completamente la atmósfera del interior del sistema por gas nitrógeno mientras la temperatura interna del matraz de fondo redondo que contenía la emulsión anterior se mantenía a 40°C, el matraz de fondo redondo se calentó a continuación en un baño de agua a 70°C durante 1 hora realizando de ese modo una reacción de polimerización (etapa (C)). Después de la reacción de polimerización, el producto de reacción se calentó en un baño de aceite a 120°C, y se sometió a destilación azeotrópica eliminando de este modo 114 g de agua del sistema, mientras se sometía a reflujo *n*-heptano para obtener un polímero deshidratado. Se añadieron 4,6 g de una solución acuosa al 2% de éter diglicídico de etilenglicol al polímero deshidratado resultante en forma de un agente de post-entrecruzamiento, y se realizó una reacción de post-entrecruzamiento a 80°C durante 2 horas.

A continuación, el polímero se calentó en el baño de aceite a 120°C para eliminar el *n*-heptano y el agua del sistema se eliminó mediante destilación, y se secó en atmósfera de nitrógeno para obtener 94 g de una resina absorbente de agua. El tamaño medio de partícula fue de 96 m, la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue 54 g/g, y el contenido de agua fue de 3% en la resina absorbente de agua resultante.

Ejemplo 3

Se colocaron 92,0 g de ácido acrílico al 80% en peso en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, y se añadieron gota a gota al matraz 102,2 g de hidróxido de sodio al 30% en peso con agitación mientras se enfriaba externamente el matraz realizando de ese modo la neutralización. Se añadieron 0,11 g de persulfato potásico, 8,3 mg de éter diglicídico de etilenglicol y 43,6 g de agua de intercambio iónico para preparar una solución acuosa del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua.

Se colocaron 334 g de *n*-heptano como medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo en un matraz de fondo redondo cilíndrico de cinco cuellos de 2 L equipado con un agitador, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas nitrógeno, a lo que se añadieron 0,92 g de polietileno modificado con anhídrido maleico (Mitsui Chemicals Inc., Nombre comercial: Hiwax 1105A) como agente de dispersión polimérica y se disolvió con calor, seguido de la adición de toda la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua utilizando un embudo, y la mezcla se agitó a una temperatura interna de 40°C durante 10 minutos (etapa (A)).

A continuación, se disolvieron 0,92 g de éster de ácido graso de sacarosa (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nombre comercial: S-370) como agente tensioactivo en 8,28 g de *n*-heptano calentando, que se añadió al matraz de fondo redondo anterior usando un embudo dispersando de ese modo la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua (etapa (B)). A continuación, después de remplazar completamente la atmósfera del interior del sistema por gas nitrógeno mientras la temperatura interna del matraz de fondo redondo que contenía la emulsión anterior se mantenía a 40°C, el matraz de fondo redondo se calentó a continuación en un baño de agua a 70°C durante 1 hora realizando de ese modo una reacción de polimerización (etapa (C)).

Después de la reacción de polimerización, se obtuvieron 95 g de una resina absorbente de agua de la misma manera que en el Ejemplo 2. El tamaño medio de partícula fue de 56 m, la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue de 55 g/g, y el contenido de agua fue de 3% en la resina absorbente de agua resultante.

Ejemplo 4

Se obtuvieron 94 g de una resina absorbente de agua de la misma manera que en el Ejemplo 3, excepto porque se utilizaron 0,92 g de polietileno oxidado (Mitsui Chemicals Inc., nombre comercial: Hiwax 4052E) en lugar de 0,92 g

de polietileno modificado con anhídrido maleico como agente de dispersión polimérica. El tamaño medio de partícula fue de 60 μm , la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue 56 g/g, y el contenido de agua fue de 2% en la resina absorbente de agua resultante.

Ejemplo 5

- 5 Se obtuvieron 96 g de una resina absorbente de agua de la misma manera que en el Ejemplo 3, excepto porque se utilizaron 0,92 g de polietileno oxidado (Mitsui Chemicals Inc., nombre comercial: Hiwax 4052E) en lugar de 0,92 g de polietileno modificado con anhídrido maleico como agente de dispersión polimérica en la etapa (A), y se añadió una solución de 0,92 g de polietileno modificado con anhídrido maleico (Mitsui Chemicals Inc., nombre comercial: Hiwax 1105A) disuelto en 8,28 g de *n*-heptano calentando, junto con el tensioactivo, como agente de dispersión
- 10 polimérica en la etapa (B). El tamaño medio de partícula fue de 63 μm , la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue 56 g/g, y el contenido de agua fue de 2% en la resina absorbente de agua resultante.

Ejemplo 6

- Se obtuvieron 95 g de una resina absorbente de agua de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto porque se utilizó una solución de 1,84 g de pentaestearato de decaglicerilo (Nikko Chemical Co. Ltd., nombre comercial: Decaglyn 5-S) disuelto en 8,28 g de *n*-heptano calentando como tensioactivo en lugar de 0,92 g de éster de ácido graso de sacarosa en el Ejemplo 3. El tamaño medio de partícula fue de 86 μm , la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue de 55 g/g, y el contenido de agua fue de 2% en la resina absorbente de agua resultante.
- 15

Ejemplo 7

- 20 Se colocaron 92,0 g de ácido acrílico al 80% en peso en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, y se añadieron gota a gota al matraz 102,2 g de hidróxido de sodio al 30% en peso con agitación mientras se enfriaba externamente el matraz realizando de ese modo la neutralización. Se añadieron a esto 0,11 g de persulfato potásico, 8,3 mg de N,N-metilenbisacrilamida y 43,6 g de agua de intercambio iónico para preparar una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. Se colocaron 352 g de ciclohexano como medio de dispersión de
- 25 hidrocarburo de petróleo en matraz de fondo redondo cilíndrico de cinco cuellos de 2 L equipado con un agitador, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas nitrógeno, a lo que se añadieron 0,92 g de polietileno modificado con anhídrido maleico (Mitsui Chemicals Inc., nombre comercial: Hiwax 1105A) como agente de dispersión polimérica y se disolvió calentando, seguido de la adición de toda la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua utilizando un embudo, y la mezcla se agitó a una temperatura interna de 40°C durante 10
- 30 minutos (etapa (A)).

- A continuación, se disolvieron 0,92 g de éster de ácido graso de sacarosa (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nombre comercial: S-370) como agente tensioactivo en 8,28 g de ciclohexano calentando, que se añadió al matraz de fondo redondo anterior usando un embudo dispersando de ese modo la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua (etapa (B)).
- 35

- A continuación, después de remplazar completamente la atmósfera del interior del sistema por gas nitrógeno mientras la temperatura interna del matraz de fondo redondo que contenía la emulsión anterior se mantenía a 40°C, el matraz de fondo redondo se calentó a continuación en un baño de agua a 70°C durante 1 hora realizando de ese modo una reacción de polimerización (etapa (C)).
- 40

- Después de la reacción de polimerización, el producto de reacción se calentó en un baño de aceite a 120°C, y se sometió a destilación azeotrópica eliminando de este modo 114 g de agua del sistema mientras se sometía a reflujo ciclohexano para obtener un polímero deshidratado. Se añadieron 4,6 g de una solución acuosa al 2% de diglicidiléter de etilenglicol como agente de entrecruzamiento al polímero deshidratado resultante, y se realizó una reacción de entrecruzamiento a 75°C durante 2 horas.
- 45

- A continuación, el polímero se calentó en el baño de aceite a 120°C para eliminar el ciclohexano y el agua del sistema mediante destilación, y se secó en atmósfera de nitrógeno para obtener 97 g de una resina absorbente de agua. El tamaño medio de partícula fue de 103 μm , la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue de 49 g/g, y el contenido de agua fue de 6% en la resina absorbente de agua resultante.
- 50

Ejemplo Comparativo 1

Se colocaron 92,0 g de ácido acrílico al 80% en peso en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, y se añadieron gota a gota al matraz 102,2 g de hidróxido de sodio al 30% en peso con agitación mientras se enfriaba externamente el matraz realizando de ese modo la neutralización. Se añadieron a esto 0,11 g de persulfato potásico, 8,3 mg de éter diglicídico de etilenglicol y 43,6 g de agua de intercambio iónico se añadió para preparar una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua.

Se colocaron 342 g de *n*-heptano como medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo en un matraz de fondo redondo cilíndrico de cinco cuellos de 2 L equipado con un agitador, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas nitrógeno, a lo que se añadieron 0,92 g de éster de ácido graso de sacarosa (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nombre comercial: S-370) como agente tensioactivo y 0,92 g de polietileno modificado con anhídrido maleico (Mitsui Chemicals Inc., nombre comercial: Hiwax 1105A) como agente de dispersión polimérica y se disolvieron con calor a una temperatura interna de 80°C, y a continuación se añadió toda la solución acuosa anterior de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua al medio de dispersión en presencia del agente tensioactivo utilizando un embudo, la atmósfera en el sistema se reemplazó completamente con gas nitrógeno, manteniendo la temperatura interna del matraz de fondo redondo que contenía la emulsión anterior a 40°C, y la emulsión se calentó en un baño de agua a 70°C durante 1 hora para llevar a cabo una reacción de polimerización.

Después de la reacción de polimerización, se obtuvieron 95 g de una resina absorbente de agua de la misma manera que en el Ejemplo 2. El tamaño medio de partícula fue de 59 µm, la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue de 52 g/g, y el contenido de agua fue de 2% en la resina absorbente de agua resultante.

Ejemplo Comparativo 2

Se obtuvieron 97 g de una resina absorbente de agua de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1, excepto porque se utilizaron 1,84 g de pentaestearato de decaglicerilo (Nikko Chemical Co. Ltd., nombre comercial: Decaglyn 5-S) como tensioactivo en lugar de 0,92 g de éster de ácido graso de sacarosa. El tamaño medio de partícula fue de 90 µm, la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue de 52 g/g, y el contenido de agua fue de 3% en la resina absorbente de agua resultante.

Ejemplo comparativo 3

La resina absorbente de agua preparada de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 2 se extendió uniformemente en una placa de acero inoxidable, y se calentó mediante un secador de aire caliente a 180°C durante 3 horas. El tamaño medio de partícula fue de 89 µm, la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue de 55 g/g, y el contenido de agua fue de 0% en la resina absorbente de agua resultante.

Ejemplo Comparativo 4

Se colocaron 92,0 g de ácido acrílico al 80% en peso en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, y se añadieron gota a gota al matraz 102,2 g de hidróxido de sodio al 30% en peso con agitación mientras se enfriaba externamente el matraz realizando de ese modo la neutralización. Se añadieron a esto 0,11 g de persulfato potásico, 8,3 mg de N,N-metilenbisacrilamida y 43,6 g de agua de intercambio iónico para preparar una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua.

Se colocaron 360 g de ciclohexano como medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo en un matraz de fondo redondo cilíndrico de cinco cuellos de 2 L equipado con un agitador, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas nitrógeno, a lo que se añadieron 0,92 g de éster de ácido graso de sacarosa (Mitsubishi-Kagaku Foods Corp., nombre comercial: S-370) como agente tensioactivo y 0,92 g de polietileno modificado con anhídrido maleico (Mitsui Chemicals Inc., nombre comercial: Hiwax 1105A) como agente de dispersión polimérica y se disolvieron calentando, y a continuación se añadió toda la solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua anterior al medio de dispersión en presencia del agente tensioactivo utilizando un embudo, la atmósfera en el sistema se reemplazó completamente por gas nitrógeno, manteniendo la temperatura interna a 40°C, y a continuación la emulsión se calentó en un baño de agua a 70°C durante 1 hora realizando de ese modo una reacción de polimerización.

Después de la reacción de polimerización, se obtuvieron 96 g de una resina absorbente de agua de la misma manera que en el Ejemplo 7. El tamaño medio de partícula fue de 110 m, la capacidad de absorción de solución salina fisiológica fue de 48 g/g, y el contenido de agua fue de 7% en la resina absorbente de agua resultante.

El tamaño medio de partícula, el contenido de agua y la prueba de olor sensorial de las resinas absorbentes de agua preparadas en los Ejemplos y los Ejemplos Comparativos respectivos se evaluaron mediante los métodos ilustrados a continuación.

5 (Tamaño medio de partícula)

Se tamizaron 50 g de la resina absorbente de agua con un tamiz estándar JIS con una abertura de tamiz de 250 µm. El tamaño medio de partícula se midió utilizando una combinación de tamices (A) cuando 50% en peso o más de la resina pasaron a través de la abertura del tamiz, mientras que utilizando una combinación de tamices (B) cuando 50% en peso o más de la resina permanecieron en el tamiz.

- 10 1. (A) Se apilaron tamices estándar JIS de forma descendente de la siguiente manera; comenzando con un tamiz con una abertura de tamiz de 425 µm en la parte superior, seguido por un tamiz con una abertura de tamiz de 250 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 180 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 150 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 106 µm, de un tamiz con una abertura de tamiz de 75 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 45 µm y una bandeja en orden.
- 15 2. (B) Se apilaron tamices estándar JIS de forma descendente de la siguiente manera, comenzando con un tamiz con una abertura de tamiz de 850 µm en la parte superior, seguido por un tamiz con una abertura de tamiz de 600 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 500 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 425 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 300 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 250 µm, un tamiz con una abertura de tamiz de 150 µm y una bandeja en orden.

- 20 Se colocaron alrededor de 50 g de la resina absorbente de agua en el tamiz en la parte superior, y se clasificaron durante 20 minutos usando un bajo grifo de tipo agitador.

- 25 Después de la clasificación mediante tamiz, el peso de la resina absorbente de agua que queda en los tamices respectivos se calculó en términos de porcentaje en peso basándose en el peso total de la resina, los valores se integraron en orden a partir de las resinas con un tamaño de partícula más pequeño, y de ese modo se trazaron las relaciones entre las aberturas de tamiz y los valores de integración del porcentaje en peso de la resina absorbente de agua que queda en el tamiz en un papel de probabilidad logarítmico. Las tramas sobre el papel de probabilidad se conectaron con una línea recta, y el tamaño de partícula correspondiente al porcentaje en peso integrado de 50% en peso se definió como el tamaño medio de partícula.

30 (Contenido de agua)

Se pesaron exactamente alrededor de 2,5 g de la resina absorbente de agua (Xg), y después de secar a 105°C con un secador de aire caliente durante 2 horas, se midió el peso seco de la resina absorbente de agua (YG), y a continuación se calculó el contenido de agua mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Contenido de agua (\%)} = [(X - Y)/X] \times 100$$

35 (Capacidad de absorción de solución salina fisiológica)

- 40 Se colocaron 500 g de una solución acuosa al 0,9% de cloruro de sodio en un vaso de precipitados de 500 ml con una varilla de 3 cm de largo y mientras se agitaba con un agitador magnético, se pesaron exactamente 2,0 g de la resina absorbente de agua (Ag) y se añadieron al vaso de precipitados de tal manera que no se dejara ninguna masa sin hincharse, a continuación, la mezcla se agitó a una velocidad de 600 rpm durante 1 hora. El gel se separó mediante filtración con un tamiz estándar JIS que tenía 20 cm de diámetro con una abertura de tamiz de 38 µm, el exceso de agua contenido en el gel que quedó en el tamiz se drenó groseramente con una tabla de resina fluorada, y a continuación el tamiz se inclinó y se dejó durante 30 minutos para un drenaje adicional. El peso del gel queda en el tamiz (Bg) se pesó, y la capacidad de absorción de solución salina fisiológica se calculó mediante la siguiente ecuación.

- 45 Capacidad de absorción de solución salina fisiológica (g/g) = B/A

(Prueba de olor sensorial)

El olor de la resina absorbente de agua procedente del medio de dispersión al hincharse se comparó mediante el método siguiente. Se colocaron 20,0 g de solución salina al 0,9% en masa a 25°C en una botella de vidrio de 140 ml con una tapa (frasco de mayonesa), y se agitó con una varilla de 3 cm de largo. Se añadieron 4,0 g de la resina

absorbente de agua al frasco de vidrio y se selló herméticamente. El olor procedente del medio de dispersión en el frasco de vidrio fue determinado por cinco panelistas de acuerdo con el método de indicación de la intensidad de olor de seis niveles mostrado a continuación, y se evaluó mediante el valor medio.

5

Tabla 1

Evaluación de Seis niveles	Criterios de evaluación
5	Olor muy fuerte
4	Olor fuerte
3	Olor fácilmente reconocible
2	Olor ligero, cuyo olor se reconoce
1	Olor muy leve que se detecta con dificultad
0	Sin olor

Los resultados del ensayo de olor sensorial de la resina absorbente de agua preparada en los Ejemplos 1 a 7 y Ejemplos Comparativos 1 a 4 se muestran en la Tabla 2.

10

Tabla 2

Muestra	Dispersión medio	Tamaño medio de partícula [μm]	Capacidad de absorción de solución salina fisiológica [g/g]	Prueba de olor sensorial (Evaluación de los panelistas)					
				A	B	C	D	E	Promedio
Ejemplo 1	Heptano	127	60	2	2	2	2	1	1,8
Ejemplo 2	Heptano	96	54	1	1	1	1	1	1,0
Ejemplo 3	Heptano	56	55	1	1	0	0	0	0,4
Ejemplo 4	Heptano	60	56	1	0	0	0	0	0,2
Ejemplo 5	Heptano	63	56	1	0	0	0	0	0,2
Ejemplo 6	Heptano	86	55	1	1	1	1	0	0,8
Ejemplo 7	Ciclohexano	103	49	2	2	2	2	1	1,8
Ejemplo Comparativo 1	Heptano	59	52	3	3	3	3	3	3,0
Ejemplo Comparativo 2	Heptano	90	52	3	3	3	3	3	3,0
Ejemplo comparativo 3	Heptano	89	55	3	3	3	3	3	3,0
Ejemplo Comparativo 4	Ciclohexano	110	48	4	4	4	4	4	4,0

Como se muestra en la Tabla 2, resulta evidente que el olor procedente del medio de dispersión de la resina absorbente de agua preparada mediante el procedimiento de producción de la presente invención es inferior, en las comparaciones entre el mismo tipo de medios de dispersión.

15

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua sometiendo un monómero etilénicamente insaturado soluble en agua a polimerización en suspensión de fase inversa, en un medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo que contiene un tensioactivo seleccionado entre éster de ácido graso de sorbitán, éster de ácido graso de polioxietilen sorbitán, éster de ácido graso de poliglicerina, éster de ácido graso de polioxietilen glicerina, éster de ácido graso de sacarosa, éster de ácido graso de sorbitol, éster de ácido graso de polioxietilensorbitol, polioxietilen alquil éter, polioxietilen alquilfenil éter, aceite de ricino polioxietilenado, aceite de ricino endurecido con polioxietileno, éter de polioxietileno condensado con alquilalilformaldehído, polioxietilen polioxipropilen alquil éter, éster de ácido graso de polietilenglicol, alquilglucósido, N-alquilgluconamida, amida de ácido graso polioxietilenada y polioxietilenalquilamina; sales de ácidos grasos, alquilbencenosulfonato, alquilmetiltaurato, polioxietilenalquilfeniletersulfato, polioxietilenalquiletersulfato, ácido polioxietilenalquiletersulfónico y sus sales, ácido polioxietilenalquilfenileterfosfórico y sus sales, y ácido polioxietilenalquileterfosfórico y sus sales y combinaciones de dos o más de los mismos, comprendiendo el procedimiento las siguientes etapas de:
 - (A) añadir una solución acuosa de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua a un medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo para preparar una dispersión de la solución acuosa en el medio de dispersión al que no se ha añadido dicho tensioactivo; a continuación
 - (B) añadir dicho tensioactivo a la dispersión para dispersar adicionalmente el monómero en la dispersión, y a continuación
 - (C) llevar a cabo la polimerización en suspensión de fase inversa utilizando un iniciador de la polimerización de radicales soluble en agua opcionalmente en presencia de un agente de entrecruzamiento interno.
2. El procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua según la reivindicación 1, donde la solución acuosa del monómero etilénicamente insaturado se añade y se dispersa en el medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo en presencia de un agente de dispersión polimérica en la etapa (A):

donde el agente de dispersión polimérica es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en polietileno modificado con anhídrido maleico, polipropileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de anhídrido maleico-etileno, copolímero de anhídrido maleico-propileno, copolímero de anhídrido maleico-etileno-propileno, polietileno, polipropileno, copolímero etileno-propileno, polietileno oxidado y polipropileno oxidado.
3. El procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde se añade adicionalmente un agente de dispersión polimérica junto con el tensioactivo en la etapa (B):

donde agente de dispersión polimérica es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en polietileno modificado con anhídrido maleico, polipropileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico, copolímero de anhídrido maleico-etileno, copolímero de anhídrido maleico-propileno, copolímero de anhídrido maleico-etileno-propileno, polietileno, polipropileno, copolímero etileno-propileno, polietileno oxidado y polipropileno oxidado.
4. El procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la resina absorbente de agua preparada mediante las etapas (A) a (C) se somete a post-entrecruzamiento usando un agente de post-entrecruzamiento.
5. El procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el tensioactivo es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en éster de ácido graso de poliglicerina, éster de ácido graso de sacarosa y éster de ácido graso de sorbitán.
6. El procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, donde el peso molecular medio del agente de dispersión polimérica es 20.000 o menos.
7. El procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el monómero etilénicamente insaturado soluble en agua es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en ácido acrílico y sus sales, ácido metacrílico y sus sales, y acrilamida.
8. El procedimiento para la producción de una resina absorbente de agua de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde el medio de dispersión de hidrocarburo de petróleo es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos e hidrocarburos alicíclicos que tienen de 6 a 7 átomos de carbono.