

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 730**

51 Int. Cl.:

**C08F 2/32** (2006.01)

**C08F 20/00** (2006.01)

**C08F 2/18** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.01.2013 PCT/JP2013/051207**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.09.2013 WO2013128978**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.01.2013 E 13755185 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.01.2017 EP 2821419**

54 Título: **Procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua**

30 Prioridad:

**29.02.2012 JP 2012043571**

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

**29.06.2017**

73 Titular/es:

**SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.  
(100.0%)  
346-1, Miyanishi Harima-cho Kako-gun  
Hyogo 675-0145, JP**

72 Inventor/es:

**TANIMURA, KENJI;  
YABUGUCHI, HIROKI;  
ONODA, YUICHI y  
HANDA, MASAYOSHI**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 620 730 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).

**DESCRIPCION**

Procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua

**Campo técnico**

La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua.

**5 Antecedentes de la técnica**

10 En los últimos años, las partículas de resina absorbente de agua están siendo aplicadas en un abanico de campos aún mayores que incluyen materiales higiénicos tales como pañales desechables y artículos sanitarios, materiales agrícolas tales como materiales retenedores del agua y acondicionadores del suelo, y materiales industriales tales como materiales para el bloqueo del agua para cables y captadores del rocío, así como materiales para el tratamiento de excrementos animales tales como hojas de PET y formulaciones de aseo para perros o gatos, aseos portátiles, agentes aromáticos, hojas absorbentes de goteos para comidas, formulaciones para cosméticos humectantes, y similares. Las partículas de resina absorbente de agua a usar para dichas aplicaciones deben de tener, por ejemplo, alta capacidad de absorción de agua y una excelente velocidad de absorción de agua, así como un tamaño de partícula mediana adecuado para la aplicación.

15 En el campo de los materiales para el bloqueo de agua para cables, es esencial detener rápidamente la penetración del agua del mar. Igualmente, la violenta excreción de cantidades relativamente grandes de fluidos corporales es una aplicación en los campos de materiales higiénicos especiales, tales como pañales para adultos, pañales para la incontinencia, pantalones de entrenamiento para ir al baño y servilletas extra-altamente absorbentes, hojas de PET, aseos portátiles y similares. Para dichas aplicaciones, se ha dedicado especial atención hacia la mejora de la capacidad de absorción y la velocidad de absorción. La capacidad de absorción puede ajustarse cambiando la cantidad de partículas de resina absorbente de agua usada en el artículo absorbente, pero la velocidad de absorción depende, usualmente, de las propiedades características de las partículas de resina absorbente de agua. Por ello, en el pasado, se han llevado a cabo muchas investigaciones con el objetivo de lograr una excelente velocidad de absorción de agua para las partículas de resina absorbente de agua.

25 Sin embargo, la reducción del tamaño de partícula de las partículas de resina absorbente de agua para incrementar la velocidad de absorción de agua, tiende a deteriorar su propiedad de flujo e interfiere con su manipulación como un polvo. Además, incluso si la velocidad de absorción de agua es excelente, si existe presente un número relativamente grande de partículas gruesa, es decir, si la distribución de tamaño de partículas es amplia, el espesor tiende a no ser uniforme para las partículas absorbentes de agua cuyo espesor ha sido reducido. Dado que la difusión de las partículas de resina absorbente de agua es difícil y que los espesores del producto pasan a ser no uniformes, de manera la más notable con artículos en forma de hojas que tienen partículas de resina absorbente de agua intercaladas entre tejidos no tejidos, tal como con materiales para el bloqueo de agua para cables, la distribución del tamaño de partícula de las partículas de resina absorbente de agua debería ser lo más estrecha posible.

35 Se han propuestos ejemplos de procedimientos de polimerización acuosos como procedimientos para incrementar la velocidad de absorción de agua de partículas de resina absorbente de agua, al mismo tiempo que se asegure un tamaño de partícula adecuado y una distribución de tamaño de partícula estrecha, incluyendo dichos procedimientos uno en el cual una resina porosa obtenida en la presencia de un agente espumante, es reticulada cerca de la superficie (véase Documento de Patente 1), y uno en el cual se introducen burbujas de aire de nitrógeno dentro de un monómero que comprende un tensioactivo a base de flúor para la polimerización (véase Documento de Patente 2). Otras propuestas implican polimerización en suspensión en fase invertida, tal como un procedimiento en el cual una solución en agua de ácido acrílico/sal de ácido acrílico es sometida a polimerización en suspensión en fase invertida en la presencia de un tensioactivo que tiene un valor HLB de 8 a 12 (véase Documento de Patente 3), y un procedimiento de polimerización de un monómero etilénicamente insaturado soluble en agua en la presencia de partículas de resina absorbente de agua con una velocidad de absorción de agua diferente (véase Documento de Patente 4).

**Lista de Citas****Literatura de patentes**

Documento de Patente 1: WO 97/003114

Documento de Patente 2: Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Consulta Pública No. H10-57805

50 Documento de Patente 3: Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Consulta Pública No. S56-131608

Documento de Patente 4: Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Consulta Pública No. H9-151224

**Sumario de la invención****Problema técnico**

Las partículas de resina absorbente de agua divulgadas en los Documentos de Patente 1 y 2 no siempre han sido siempre con referencia tanto al tamaño de partícula como al rendimiento de velocidad de absorción de agua.

5 Con las partículas de resina absorben de agua divulgadas en los Documentos de Patente 3 y 4, es posible obtener algunas propiedades excelentes, incluso desde el punto de vista de la velocidad de absorción de agua, a pesar del tamaño de partícula relativamente grande, pero la distribución de tamaño de partícula es aún menos que satisfactoria.

10 Por ello, es un objeto de la invención el proporcionar un procedimiento por el cual las partículas de resina absorbente de agua puedan producirse con un tamaño de partícula adecuado y una velocidad de absorción de agua rápida, así como una distribución de tamaño de partícula suficientemente estrecho.

**Solución al problema**

La invención se refiere a un nuevo procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua, el cual es como sigue:

15 1. Un procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua, que comprende una etapa que incluye llevar a cabo la polimerización en suspensión en fase invertida de un monómero etilénicamente insaturado soluble en agua en una suspensión que contiene un tensioactivo que comprende un éster de ácido graso de sorbitano, sorbitol o un derivado de los mismos, y un medio de dispersión de hidrocarburo,

20 en el que el éster de ácido orgánico incluye un éster de ácido láurico y al menos un tipo de otro éster seleccionado entre el grupo que consiste en ésteres de ácido palmítico, ésteres de ácido esteárico y ésteres de ácido behénico, y

25 en un cromatograma de GPC obtenido a partir del éster de ácido graso, la proporción del área del pico debida al éster de ácido láurico es del 30-60% y la proporción del área del pico total debida al otro éster es del 10-50%, en base al área del pico total debida a los ésteres de ácido graso.

2. El procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua de acuerdo con 1., en el que el éster de ácido graso es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ésteres de ácido graso de sorbitano, ésteres de ácido graso de polioxietileno sorbitano, ésteres de ácido graso de sorbitol y ésteres de ácido graso de polioxietileno sorbitol.

**Efectos ventajosos de la invención**

De acuerdo con la invención, es posible producir partículas de resina absorbente de agua con un tamaño de partícula adecuado, así como una excelente velocidad de absorción de agua y una distribución de tamaño de partícula suficientemente estrecha. Las partículas de resina absorbente de agua obtenidas mediante el procedimiento de la invención tienen excelente manipulabilidad debido a su estrecha distribución de tamaño de partícula.

**Descripción de las realizaciones**

Las realizaciones preferidas de la invención se describen en detalle a continuación. No obstante, la presente invención no está limitada a las realizaciones descritas más adelante. Todos los elementos constituyentes descritos en la presente memoria descriptiva pueden usarse en cualquier combinación, tal como son las que entran dentro del alcance del fundamento de la invención. Por ejemplo, los intervalos numéricos para cada una de las propiedades pueden establecerse usando los límites superiores y los límites inferiores para los intervalos numéricos descritos en la presente memoria descriptiva, y cualquiera de los valores numéricos seleccionados entre los valores numéricos seleccionados listados en los ejemplos, como límites superiores o límites inferiores.

45 El procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua de acuerdo con esta realización, comprende una etapa que incluye la polimerización en suspensión en fase invertida de un monómero etilénicamente insaturado soluble en agua en una suspensión que contiene un tensioactivo que comprende un éster de ácido graso de sorbitano o sorbitol, o derivado de los mismos (más adelante en la presente invención referido también simplemente como "sorbitano etc."), y un medio de dispersión de hidrocarburo. El éster de ácido graso del tensioactivo tiene una composición específica, tal como se explica más adelante.

50 El monómero etilénicamente insaturado soluble en agua puede ser, por ejemplo, un monómero no iónico tal como ácido (met)acrílico (como "acrílico" y "metacrílico" se hará referencia colectivamente a lo largo del texto como "(met)acrílico") y sales del mismo, ácido 2-(met)acrilamida-2-metilpropanosulfónico y sales del mismo (sales alcalinas), (met)acrilamida, N,N-dimetil (met)acrilamida, 2-hidroxiethyl (met)acrilato, N-metilol (met)acrilamida y polietileno glicol mono(met)acrilato, o un monómero insaturado conteniendo un grupo amino tal como N,N-dietilaminoetil

(met)acrilato, N,N-dietilaminopropil (met)acrilato y dietilaminopropil (met)acrilamida, o la forma cuaternizada del monómero insaturado conteniendo el grupo amino. El monómero etilénicamente insaturado soluble en agua usado puede ser al menos un compuesto seleccionado entre el grupo anteriormente mencionado. Desde el punto de vista de disponibilidad industrial, el monómero etilénicamente insaturado soluble en agua puede ser al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en ácido acrílico, ácido metacrílico y sales de los mismos, acrilamida, metacrilamida y N,N-dimetilacrilamida. Desde el punto de vista de seguridad incrementada, el monómero etilénicamente insaturado soluble en agua puede ser ácido acrílico o ácido metacrílico, o sales de los mismos. El monómero etilénicamente insaturado soluble en agua puede igualmente incluir un monómero bifuncional o superior que funcione como un agente de reticulación interno.

El monómero etilénicamente insaturado soluble en agua se suministra usualmente a la polimerización en suspensión en fase invertida en una forma dispersada en el medio de dispersión de hidrocarburo, como una solución en agua. La concentración del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua en la solución de agua puede estar dentro del intervalo de 20% en masa hasta la concentración de saturación. Igualmente, desde el punto de vista de la obtención de un estado satisfactorio de la suspensión en fase invertida agua/aceite y del tamaño de partícula adecuado, e incremento del rendimiento de absorción de agua de las partículas de resina absorbente de agua obtenidas, la concentración puede ser de 25-50% en masa, 30-45% en masa o 35-42% en masa.

Cuando el monómero etilénicamente insaturado soluble en agua tiene un grupo ácido tal como ácido (met)acrílico y ácido 2-(met)acrilamida-2-metilpropanosulfónico, el grupo ácido puede neutralizarse con un agente neutralizante alcalino, tal como una sal de metal alcalino. El agente neutralizante alcalino puede ser una solución en agua de hidróxido sódico, hidróxido potásico, amoníaco, o similar. Estos agentes neutralizantes alcalinos pueden usarse solos o en combinación de dos o más.

El grado de neutralización por el agente neutralizante alcalino, con respecto al grupo ácido total, puede ser de 10-100% en moles, 30-90% en moles, 50-80% en moles o 60-78% en moles. Si el grado de neutralización está dentro de este intervalo, la presión de permeación de las partículas de resina absorbente de agua obtenida se incrementa, dando como resultado un rendimiento de absorción de agua particularmente elevado. Además, el exceso de agente neutralizante alcalino no permanece fácilmente en las partículas de resina absorbente de agua, de manera que la seguridad puede ser mejorada adicionalmente.

Usualmente, se agrega un iniciador de polimerización por radicales a una solución en agua de un monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. Los ejemplos de iniciadores de polimerización por radicales incluyen sales de ácido persulfúrico tales como persulfato potásico, persulfato amónico y persulfato sódico; peróxidos tales como peróxido de metil etil cetona, peróxido de metil isobutil cetona, peróxido de di-t-butilo, peróxido de t-butilcumilo, peróxiacetato de t-butilo, peroxiisobuirato de t-butilo, peroxipivalato de t-butilo y peróxido de hidrógeno; y azo compuestos tales como dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-metilpropionamida), dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(N-fenilamidino)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(N-allamidino)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-[1-(2-hidroxietil)-2-imidazolin-2il]propano), 2,2'-azobis(2-metil-N-[1,1-bis(hidroximetil)-2-hidroxietil]propionamida), 2,2'-azobis+2-metil-N-(2-hidroxietil)propionamida], y 4,4'-azobis(ácido 4-cianovalérico). Dichos iniciadores de polimerización por radicales pueden usarse solos, o pueden usarse dos o más en combinación.

La cantidad de iniciador de polimerización por radicales agregada es usualmente de 0,005 hasta 1% en moles con respecto a los moles totales del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. Si la cantidad de iniciador de polimerización por radicales es menor del 0,005% en moles, tiende a requerirse un largo período de tiempo para la reacción de polimerización. Si la cantidad de iniciador de polimerización por radicales es superior al 1% en moles, tiende a formarse una reacción de polimerización brusca.

El iniciador de polimerización por radicales puede combinarse con agente de reducción tal como sulfito sódico, bisulfito sódico, sulfato ferroso y ácido L-ascórbico, para uso como un iniciador de polimerización redox.

Puede agregarse un agente de transferencia de cadenas a la solución de agua del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua para controlar el rendimiento de absorción de agua de las partículas de resina absorbente de agua. Los ejemplos de dichos agentes de transferencia de cadena incluyen sales de ácido hipofosforoso, tioles, ácidos tiólicos, alcoholes secundarios y aminas.

Igualmente, puede agregarse un espesante a la solución en agua del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua, para alterar la viscosidad de la solución en agua. Para una velocidad rotacional de agitación dada, una viscosidad superior de una solución de monómero en agua da como resultado generalmente un tamaño de partícula mayor de las partículas de resina absorbente de agua. Los ejemplos de espesantes que pueden usarse incluyen al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, metil celulosa, carboximetil celulosa, ácido poliacrílico, ácido poliacrílico (parcialmente) neutralizado, poli(acrilamida), polietilenoimina, dextrina y alginato sódico. Estos pueden usarse solos o en combinación de dos o más.

Con el fin de mejorar adicionalmente el rendimiento de absorción de agua, tal como la velocidad de absorción de agua, de las partículas de resina absorbente de agua, puede agregarse un agente dispersante polimérico hidrófilo a la solución en agua del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua. Los ejemplos de agentes de disper-

5 sión poliméricos hidrófilos que pueden usarse incluyen al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en alcohol polivinílico, polivinilpirrolidona, polietileno glicol, polipropileno glicol, copolímero de bloque de polietileno glicol-polipropileno glicol, poliglicerina, polioxietilenglicerina, polioxipropilenglicerina, copolímero de polioxietileno-polioxipropileno glicerina y éster de ácido graso de polioxietileno sorbitano. Estos pueden usarse cada uno de ellos solo, o en combinación de dos o más.

10 El tensioactivo comprende un éster de ácido graso, el cual es un éster formado a partir de sorbitano, etc., y un ácido graso. Los ejemplos de dichos ésteres de ácido graso incluyen éster de ácido graso de sorbitano, éster de ácido graso de polioxietileno sorbitano, éster de ácido graso de sorbitol y éster de ácido graso de polioxietileno sorbitol. Entre estos, pueden usarse ésteres de ácido graso de sorbitano o ésteres de ácido graso de polioxietileno sorbitano, desde el punto de vista de un estado satisfactorio de la suspensión en fase invertida de agua/aceite, y la obtención más fácilmente de partículas de una forma adecuada en el material absorbente con un tamaño de partícula y una distribución de tamaño de partícula adecuados, y desde el punto de vista de disponibilidad industrial. Desde el punto de vista de una obtención más fácilmente de partículas de resina absorbente de agua con propiedades incluso más satisfactorias, puede usarse un éster de ácido graso de sorbitano. Estos tensioactivos pueden usarse solos o en combinaciones de dos o más.

15 El éster de ácido graso de sorbitano, etc., están compuestos de un éster de ácido láurico, y al menos otro éster seleccionado entre el grupo que consiste en ésteres de ácido palmítico, ésteres de ácido esteárico y ésteres de ácido behénico. La proporción de cada éster de ácido graso se calcula en base al área del pico para cada éster en el cromatograma de GPC obtenido analizando el éster de ácido graso o tensioactivo mediante el procedimiento de análisis descrito más adelante. Específicamente, la proporción del área del pico para el éster de ácido láurico, en base al área del pico total para los ésteres de ácido graso de sorbitano en el cromatograma de GPC es de 30-60% y la proporción del área del pico total para los ésteres de ácido palmítico, ésteres de ácido esteárico y ésteres de ácido behénico es de 10-50%. En base al conocimiento por los presentes inventores, esta composición específica para los ésteres de ácido graso puede proporcionar partículas de resina absorbente de agua con un tamaño de partícula adecuado, así como una excelente velocidad de absorción de agua y una distribución de tamaño de partícula suficientemente estrecha. Desde el mismo punto de vista, el porcentaje de éster de ácido láurico puede ser de 30-55%, 30-50% o 35-45%. El porcentaje del total de ésteres de ácido palmítico, ésteres de ácido esteárico y ésteres de ácido behénico puede ser de 12-45%, 15-40% o 15-35%.

20 Desde el punto de vista de estabilización del estado de la suspensión en fase invertida de agua/aceite y usando una cantidad eficaz para un efecto de estabilización de la suspensión, la cantidad de tensioactivo (especialmente éster de ácido graso de sorbitano, etc.) usada puede ser de 0,1 a 5 partes en masa, 0,2 a 0,3 partes en masa o 0,4 a 2 partes en masa, con respecto a 100 partes en masa de la solución en agua del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua suministrado para polimerización en suspensión en fase invertida.

25 Con el fin de estabilizar el estado de la suspensión de fase invertida de agua/aceite, puede usarse un tensioactivo y un agente de dispersión polimérico hidrófobo en combinación. El agente de dispersión polimérico hidrófobo está usualmente disuelto en un medio de dispersión de hidrocarburo. Los ejemplos de agentes de dispersión poliméricos hidrófobos incluyen polietileno modificado con anhídrido maléico, polipropileno modificado con anhídrido maléico, copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maléico, EPDM (terpolímero de etileno-propileno-dieno) modificado con anhídrido maléico, polibutadieno modificado con anhídrido maléico, copolímero de etileno-anhídrido maléico, copolímero de etileno-propileno-anhídrido maléico, copolímero de butadieno-anhídrido maléico, polietileno oxidado, copolímero de etileno-ácido acrílico, etil celulosa y etilhidroxietil celulosa. Entre estos, desde el punto de vista de estabilidad de la suspensión de fase invertida de agua/aceite, puede usarse al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en polietileno modificado con anhídrido maléico, polipropileno modificado con anhídrido maléico, copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maléico, polietileno oxidado y copolímero de etileno-ácido acrílico. Estos agentes de dispersión poliméricos hidrófobos pueden usarse solos o en combinaciones de dos o más.

30 La cantidad de agente de dispersión de polímeros hidrófobos usada puede ser de 0,1 a 5 partes en masa, 0,2 a 3 partes en masa o 0,4 a 2 partes en masa, con respecto a 100 partes en masa de la solución en agua del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua suministrado para polimerización en suspensión en fase invertida.

35 Los ejemplos de medio de dispersión de hidrocarburo incluyen hidrocarburos alifáticos de cadena tales como n-hexano, n-heptano, 2-metilhexano, 3-metilhexano, 2,3-dimetilpentano, 3-etilpentano y n-octano; hidrocarburos alicíclicos tales como ciclohexano, metilciclohexano, ciclopentano, metilciclopentano, trans-1,2-dimetilciclopentano, cis-1,3-dimetilciclopentano y trans-1,3-dimetilciclopentano; e hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno y xileno. Estos medios de dispersión de hidrocarburos pueden usarse cada uno solos, o pueden usarse dos o más en combinación. Entre estos medios de dispersión de hidrocarburos puede usarse al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos de cadena de C7-8 e hidrocarburos alicíclicos. Desde el punto de vista de un estado satisfactorio de la suspensión en fase invertida de agua/aceite, y especialmente la obtención fácilmente de un tamaño de partícula adecuado de la partícula de resina absorbente de agua para una excelente velocidad de absorción de agua, disponibilidad industrial, y calidad de estabilidad, el medio de dispersión de hidrocarburo puede incluir, igualmente, n-heptano o ciclohexano. Desde el mismo punto de vista, puede usarse una

mezcla de medios de dispersión de hidrocarburo, tales como el producto disponible comercialmente EXXSOL Heptane (conteniendo 75-85% de n-heptano e hidrocarburos isómeros, producto de ExxonMobil).

5 La cantidad de medio de dispersión de hidrocarburo usado puede ser de 50 a 650 partes en masa, 70 a 55 partes en masa o 100 a 450 partes en masa, con respecto a 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua suministrado para polimerización en suspensión en fase invertida. Si la cantidad de medio de dispersión de hidrocarburo usada es menor de 50 partes en masa, puede ser difícil de controlar la temperatura de polimerización. Si la cantidad de medio de dispersión de hidrocarburo es mayor de 650 partes en masa, puede ser difícil de incrementar la productividad y la economía puede deteriorarse.

10 La temperatura de la suspensión antes de la fase aceite (el líquido aceitoso) que contiene el medio de dispersión de hidrocarburo puede ser de 50°C o superior, 55°C a 110°C, 60°C a 100°C, 65°C a 90°C o 70°C a 85°C.

15 La temperatura de la suspensión durante el periodo a partir del mezclado inicial del medio de dispersión de hidrocarburo y la solución en agua que comprende el monómero etilénicamente insaturado soluble en agua, hasta que se ha mezclado completamente la cantidad total, puede mantenerse a 45°C o superior, 50°C a 100°C, 55°C a 90°C, 60°C a 85°C, o 65°C a 80°C. Si la temperatura de la suspensión está dentro de este intervalo durante el proceso de mezclado, es mucho más fácil obtener un tamaño de partícula adecuado con una distribución de peso molecular estrecha.

20 Después de preparar la suspensión mediante el mezclado del medio de dispersión de hidrocarburo y la solución en agua del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua en la presencia del tensioactivo, la suspensión puede calentarse si es necesario, y ser suministrada para la polimerización en suspensión en fase invertida. La temperatura de reacción durante la polimerización en suspensión en fase invertida, difiere, dependiendo del tipo de iniciador de polimerización de radical usado y, por ello, no puede especificarse para todos los casos. Usualmente, la temperatura de reacción puede ser de 20°C a 110°C o 40°C a 90°C, desde el punto de vista de promover una polimerización rápida y un acortamiento del tiempo de polimerización, al mismo tiempo que se simplifica también la eliminación del calor de reacción y se permite que tenga lugar una reacción suave. El tiempo de reacción está usualmente entre 0,5 y 4 horas, aunque esto no es limitativo.

25 En la mayoría de los casos, las partículas de resina absorbentes de agua, o su polímero gelificado que contiene agua como un precursor las partículas de resina absorbente de agua, son de varias formas tales como en forma esférica, granular, fragmentada o konpeito, o un aglomerado de las mismas, como un resultado de la polimerización en suspensión en fase invertida. El polímero gelificado que contiene agua puede ser granular, para obtener más fácilmente un área superficial específica grande y una rápida velocidad de absorción de agua, y puede ser granular con protusiones uniformes sobre las superficies.

30 Después de producirse el polímero gelificado que contiene agua mediante polimerización en suspensión en fase invertida, puede agregarse además una solución en agua de monómero a la mezcla de reacción para una segunda polimerización en suspensión en fase invertida, e incluso puede repetirse además la polimerización en suspensión en fase invertida. El número de veces que se repite la polimerización en suspensión en fase invertida no está particularmente restringida, siempre y cuando sean dos o más veces, pero puede ser dos o tres veces desde el punto de vista de incremento de la productividad, al mismo tiempo que se mantiene un tamaño de partícula adecuado y una distribución de tamaño de partícula estrecha.

35 Como un ejemplo específico, después de que se ha completado la primera polimerización en suspensión en fase invertida, la mezcla de reacción se enfría mientras se ajusta de manera apropiada la temperatura y, a continuación, se agrega la solución en agua del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua, suspendiendo la solución en un estado apropiadamente ajustado de temperatura, si es necesario, después de lo cual se llevan a cabo la segunda y subsiguientes polimerizaciones en suspensión en fase invertida.

40 El segundo y subsiguiente iniciador de polimerización y monómero etilénicamente insaturado soluble en agua, agregados a la mezcla de reacción después de la primera polimerización en suspensión en fase invertida, pueden ser el mismo tipo de compuestos, en los mismos intervalos de compuestos, tal como se han usado en la primera polimerización. Igualmente, la solución en agua del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua puede ser o bien el mismo o bien diferente en la primera, segunda y subsiguientes polimerizaciones.

45 La cantidad de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua usado en la segunda y subsiguientes polimerizaciones en suspensión en fase invertida puede ser de 20 a 250 partes en masa, 40 a 200 partes en masa o 60 a 150 partes en masa, con respecto a 100 partes en masa del primer monómero. Si la cantidad de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua agregado a la segunda y subsiguientes polimerizaciones es menor de 20 partes en masa, puede ser difícil lograr un incremento de productividad, mientras que si la cantidad agregada es superior a 250 partes en masa, el tamaño de partícula de las partículas de resina absorbente de agua puede llegar a ser excesivamente grande.

50 La concentración para la solución en agua del segundo y subsiguientes monómeros etilénicamente insaturados puede ser al menos de 1% en masa o mayor, 2-25% en masa, 3-20% en masa o 4-15% en masa superior que la concentración de la solución en agua del primer monómero, desde el punto de vista de incremento de productividad.

La segunda y subsiguientes polimerizaciones en suspensión en fase invertida pueden llevarse a cabo bajo las mismas condiciones que la primera polimerización en suspensión en fase invertida.

El procedimiento de producción de esta realización puede comprender además, después de la única o múltiples polimerizaciones de suspensión en fase invertida, una etapa de eliminación de una porción del agua del polímero gelificado que contiene agua producido (referida también más adelante en la presente invención como "secado primario"). En el secado primario, el contenido en agua del polímero gelificado que contiene agua, se ajusta, por ejemplo, a 20-130% en masa con respecto al componente de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua que compone el polímero gelificado que contiene agua.

No existen restricciones particulares sobre el procedimiento para el secado primario, y este puede ser un procedimiento de calentamiento externo de la dispersión del polímero gelificado que contiene agua en el medio de dispersión de hidrocarburo para la eliminación de agua mediante destilación azeotrópica, un procedimiento de eliminación del polímero gelificado que contiene agua mediante decantación y realización de secado por presión reducida, o un procedimiento de separación por filtrado del polímero gelificado que contiene agua con un filtro y realización de secado por presión reducida. Por motivos de conveniencia de las etapas de producción, puede seleccionarse el procedimiento de dispersión del polímero gelificado que contiene agua obtenido mediante polimerización en un medio de dispersión de hidrocarburo y de realización de la eliminación de agua mediante destilación azeotrópica.

Después del secado primario, puede llevarse a cabo la reacción de post-reticulación para reticular el polímero gelificado que contienen agua. La reacción de post-reticulación puede además incrementar el rendimiento de absorción de agua de las partículas de resina absorbente de agua.

El agente de post-reticulación usado es un compuesto con dos o más grupos funcionales en la molécula que puede reaccionar con un grupo funcional en el monómero etilénicamente insaturado soluble en agua (por ejemplo, un grupo carboxilo en el caso de ácido acrílico). El agente de post-reticulación puede ser igualmente un compuesto soluble en agua. Los ejemplos de agentes de post-reticulación incluyen polioles tales como etileno glicol, propileno glicol, 1,4-butanodiol, trimetilolpropano, glicerina, polioxietileno glicol, polioxipropileno glicol y poliglicerina; compuestos de diglicidil éter tales como (poli)etileno glicol diglicidil éter, (poli)propileno glicol diglicidil éter y (poli)glicerol diglicidil éter; compuestos haloepoxi tales como epiclorhidrina, epibromhidrina y  $\alpha$ -metilepiclorhidrina; compuestos diisocianato tales como diisocianato de 2,4-tolileno y diisocianato de hexametileno; compuestos 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 oxazolino tales como 1,2-etileno bisoxazolino; compuestos carbonato tal como carbonato de etileno; y compuestos hidroxialquilamida tal como bis[N,N-di( $\beta$ -hidroxietil)]adipamida. Cada uno de estos pueden usarse solos o en mezclas de dos o más.

Entre estos, los compuestos glicidil éter pueden seleccionarse desde el punto de vista de excelente reactividad. Desde el punto de vista de alta solubilidad en agua y satisfactoria manipulabilidad como un agente de post-reticulación, el agente de post-reticulación puede ser al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en etileno glicol diglicidil éter, propileno glicol diglicidil éter, glicerol diglicidil éter, polietileno glicol diglicidil éter y poliglicerol glicidil éter. Desde el punto de vista de obtención de alto rendimiento para las partículas de resina absorbente de agua, el agente de post-reticulación puede ser al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en etileno glicol diglicidil éter y propileno glicol diglicidil éter.

La cantidad de agente de post-reticulación agregado puede ser de 0,0001 a 1% en moles, 0,0005 a 0,5% en moles, 0,001 a 0,1% en moles o 0,005 a 0,05% en moles, con respecto a los moles totales del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua que compone el polímero gelificado que contiene agua. Si la cantidad de agente de post-reticulación es menor de 0,0001% en moles con respecto a los moles totales del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua, la reticulación es débil, y como un resultado de ello, las superficies de las partículas de resina absorbente de agua aumentan más fácilmente de viscosidad tras la absorción de agua, tendiendo, de esta forma, a disminuir la velocidad de absorción de agua. Si la cantidad de agente de post-reticulación es mayor de 1% en moles, tiende a una excesiva reticulación dando como resultado una menor capacidad de absorción de agua.

La mezcla del polímero gelificado que contiene agua y el agente de post-reticulación puede llevarse a cabo después de ajustar el contenido en agua del polímero gelificado que contiene agua hasta un intervalo específico en la etapa de secado primario. De esta forma, mediante el control del contenido en agua en el momento de la mezcla del polímero gelificado que contiene agua y el agente de post-reticulación, es posible promover más favorablemente la reacción de post-reticulación.

El contenido en agua del polímero gelificado que contiene agua en la etapa de post-reticulación puede ser de 20-130% en masa, 25-110% en masa, 30-90% en masa, 35-80% en masa o 40-70% en masa, con respecto al componente de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua que compone el polímero gelificado que contiene agua. Si el contenido en agua del polímero gelificado que contiene agua está dentro del intervalo anteriormente mencionado, es posible acortar la etapa de secado primario para incrementar la eficacia, al mismo tiempo que se maximiza la mejora en el rendimiento de absorción de agua obtenida mediante la reacción de post-reticulación.

- 5 El contenido en agua del polímero gelificado que contiene agua en la etapa de post-reticulación puede determinarse calculando la relación del total de la cantidad obtenida restando la cantidad del agua extraída externamente mediante el secado primario de la cantidad de agua en la solución en agua del monómero antes de la polimerización (la cantidad de agua después del secado primario), y la cantidad de agua usada necesaria para la adición del agente de post-reticulación, con respecto a la masa del componente de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua que compone el polímero gelificado que contiene agua.
- La masa del componente monómero etilénicamente insaturado soluble en agua que compone el polímero gelificado que contiene agua, puede determinarse calculando el contenido teórico de sólido en el polímero, a partir de la masa total del monómero etilénicamente insaturado soluble en agua usado para la reacción de polimerización.
- 10 La relación en masa de la cantidad de agua del gel después del secado primario y la cantidad de agua a usar como necesaria durante la adición del agente de post-reticulación, puede ser de 100:0 a 60:40, 99:1 a 70:30, 98:2 a 80:20 o 98:2 a 90:10, desde el punto de vista del acortamiento de manera razonable de la etapa de secado para una economía incrementada del proceso, al mismo tiempo que se dispersa de manera uniforme el agente de post-reticulación.
- 15 Con el fin de dispersar de manera uniforme al agente de post-reticulación durante la mezcla del polímero gelificado que contiene agua y el agente de post-reticulación, puede agregarse como un disolvente agua o un disolvente orgánico hidrófilo. Los ejemplos de disolventes orgánicos hidrófilos incluyen alcoholes inferiores tales como alcohol metílico, alcohol etílico y alcohol isopropílico, cetonas tales como acetona y metil etil cetona, éteres tales como dioxano y tetrahidrofurano, amidas tal como N,N-dimetilformamida y sulfóxidos tal como dimetil sulfóxido. Cada uno de estos  
20 pueden usarse solos o mezclados con agua según sea necesario, o dos o más pueden usarse mezclados.
- La temperatura de reacción para la reacción de post-reticulación de las partículas de resina absorbente de agua con el agente de post-reticulación puede ser de 60°C o superior, 70°C a 200°C, o 80°C a 150°C. Si la temperatura de reacción es menor de 60°C, la reacción de post-reticulación no se desarrolla tan prontamente y tiende a ser necesario un tiempo excesivamente largo para la reacción, en tanto que si la temperatura de reacción excede de 200°C, las  
25 partículas de resina absorbentes de agua obtenidas pueden experimentar degradación, disminuyendo potencialmente el rendimiento de absorción de agua.
- El tiempo de reacción para la post-reticulación difiere dependiendo de la temperatura de reacción y el tipo y cantidad de mezcla del agente de post-reticulación y, en consecuencia, no puede especificarse para todos los casos, pero, usualmente, puede ser de 1-300 minutos, o 5-200 minutos.
- 30 Después de la reacción de post-reticulación, puede aplicarse energía externa tal como calor para eliminar el agua y el medio de dispersión de hidrocarburo, mediante destilación o similar, para el secado del polímero (referida más adelante en la presente invención esta etapa como "secado secundario"). Dicho secado secundario puede proporcionar partículas de resina absorbente de agua de tipo polvo con una excelente propiedad de flujo.
- No existen restricciones particulares sobre el procedimiento para el secado secundario y, por ejemplo, puede ser un  
35 procedimiento de destilación de una mezcla de partículas del polímero después de la reacción de post-reticulación que están dispersadas en el medio de dispersión de hidrocarburo, para eliminar simultáneamente el agua y el medio de dispersión de hidrocarburo, un procedimiento para eliminar las partículas de polímero mediante decantación y realización de secado a presión reducida, o un procedimiento de separación por filtración de las partículas de polímero con un filtro y realización de un secado a presión reducida. Entre estos, el procedimiento de destilación de una  
40 mezcla de las partículas de polímero después de la reacción de post-reticulación, que están dispersadas en el medio de dispersión de hidrocarburo, con el fin de eliminar simultáneamente el agua y el medio de dispersión de hidrocarburo, puede seleccionarse para conveniencia de las etapas de producción.
- Usando el procedimiento de producción de esta realización, es posible obtener partículas de resina absorbentes de agua con un tamaño de partícula adecuado y una excelente velocidad de absorción de agua, así como una distribución de tamaño de partícula estrecho y, en consecuencia, excelente manipulabilidad como un polvo.  
45
- El tamaño de partícula mediana de las partículas de resina absorbentes de agua para esta realización puede ser de 100-600 µm. Si las partículas de resina absorbente de agua tienen este intervalo de tamaño de partícula mediana, es posible mantener su satisfactoria manipulabilidad como un polvo durante la producción del material absorbente, y reducir el espesor del material absorbente. Desde el mismo punto de vista, el tamaño de partícula medio puede ser  
50 de 110-500 µm, 120-400 µm o 130-350 µm.
- El grado de uniformidad del tamaño de partícula de las partículas de resina absorbente de agua puede ser de 1,0-3,0. Si las partículas de resina absorbente de agua tienen este intervalo de grado de uniformidad, es posible mantener su satisfactoria manipulabilidad como un polvo durante la producción del material absorbente, y reducir el espesor del material absorbente. El grado de uniformidad puede ser de entre 1,2 y 2,8, o entre 1,4 y 2,5. La medición del  
55 grado de uniformidad se describe en detalle en los ejemplos que siguen.
- Desde el mismo punto de vista que para el grado de uniformidad, la proporción de partículas de un tamaño por encima de 500 µm, las cuales son retenidas sobre un tamiz de 500 µm, puede ser baja en la distribución de tamaños

de partícula de las partículas de resina absorbente de agua, medida usando tamices normalizados. Específicamente, la proporción de partículas por encima de un tamaño de 500 µm puede ser no superior al 12% en masa, no superior al 10% en masa o no superior al 8% en masa.

5 La velocidad de absorción de agua de las partículas de resina absorbente de agua para solución salina fisiológica puede ser de 1-20 segundos. Con dicha excelente velocidad de absorción de agua, es posible prevenir fuga de fluido para uso en un artículo absorbente. La velocidad de absorción de agua puede ser de 1-15 segundos, 2-10 segundos, 2-8 segundos o 2-6 segundos. La medición de la velocidad de absorción de agua se describe en detalle en los ejemplos que siguen.

10 No existen restricciones particulares sobre la capacidad de absorción de agua de las partículas de resina absorbente de agua para la solución salina fisiológica, pero puesto que las partículas de resina absorbente de agua que absorben más agua puede incrementar adicionalmente la capacidad de absorción del artículo absorbente, esta puede ser de 30-90 g/g, 35-80 g/g, 45-75 g/g, 50-70 g/g o 55-65 g/g. La medición de la capacidad de absorción de agua para solución salina fisiológica se describe en detalle en los ejemplos que siguen.

15 Las partículas de resina absorbente de agua pueden contener igualmente aditivos tales como un estabilizador resistente al calor, antioxidante, agente anti-bacteriano o similares, dependiendo del fin. La cantidad de dichos aditivos difiere dependiendo de la aplicación de las partículas de resina absorbente de agua, los tipos de aditivos, y de otros factores, pero esta puede ser de 0,001 a 10 partes en masa, 0,01 a 5 partes en masa o 0,1 a 2 partes en masa, con respecto a 100 partes en masa de las partículas de resina absorbente de agua.

### Ejemplos

20 La invención se expondrá a continuación con mayor detalle mediante ejemplos y ejemplos comparativos. No obstante, la presente invención no está limitada a los ejemplos descritos más adelante.

#### 1. Análisis de proporción de cada éster de ácido graso en el tensioactivo

25 Cada uno de los tensioactivos usados en los ejemplos y ejemplos comparativos se pesaron hasta 100 mg en un vial, y se agregaron 20 ml de tetrahidrofurano para disolver el tensioactivo. La solución se filtró a través de un filtro de PTFE de 0,45 µm para preparar una muestra de medición. La muestra de medición se analizó mediante GPC bajo las condiciones mostradas más adelante. El total de los valores de las áreas del pico correspondiente a cada uno de los ésteres en el cromatograma obtenido se registró como valor del área total. La proporción de cada éster se calculó a partir de la relación del valor del área de cada de cada éster con respecto al valor del área total.

\* Aparato HLC-8320GPC (Tosoh Corp.)

30 \* Columna: TSKgel SuperH2500 (6,9 mm de diámetro X 15 cm) x 4 (Tosoh Corp.)

\* Detector: Refractómetro diferencial (RI detector)

\* Eluyente: Tetrahidrofurano

\* Velocidad de flujo: 0,4 ml/min

\* Temperatura de columna: 40°C

35 \* Velocidad de inyección: 10 µl

\* Curva de calibración: Poliestireno convencional

40 Para el monolaurato de sorbitano (NONION LP-20R, producto de NOF Corp.), la proporción de éster de ácido láurico fue del 64% y la proporción total de éster de ácido palmítico, éster de ácido esteárico y éster de ácido behénico fue del 4%. Para el monoestearato de sorbitano (NONION SP-60R, producto de NOF Corp.), la proporción de éster de ácido láurico fue del 1% y la proporción total de éster de ácido palmítico, éster de ácido esteárico y éster de ácido behénico fue del 98%. El mismo análisis se llevó a cabo para los tensioactivos descritos en los Ejemplos 1 a 3 y el Ejemplo Comparativo 3, preparado mediante la combinación de los dos tensioactivos en las proporciones prescritas. La proporción de cada éster determinada mediante análisis se muestra en la Tabla 1.

#### 2. Preparación de partículas de resina absorbente de agua

##### 45 Ejemplo 1

50 Se preparó un matraz separable cilíndrico de fondo redondo con un diámetro interior de 100 mm, equipado con un condensador de reflujo, un embudo de goteo, un tubo interior de gas nitrógeno, y un agitador. El agitador usado fue un aparato provisto con una cuchilla de agitación con 4 cuchillas de paletas oblicuas con diámetros de hoja de 50 mm en dos niveles, y recubiertas superficialmente con un resina fluorada. Después de introducir 660 ml de n-heptano en el matraz, se agregó un tensioactivo, formado por una mezcla de 0,99 g de monolaurato de sorbitano

(NONION LP-20R, producto de NOF Corp.) y 0,11 g de monoestearato de sorbitano (NONION SP-60R, producto de NOF Corp.), y la temperatura se elevó a 70°C para la disolución del tensioactivo.

5 De manera separada, se introdujeron 92 g (1,03 mol) de una solución en agua de ácido acrílico al 80,5% en masa en un vaso de boca picuda de 300 ml y se enfrió con agua-hielo mientras se agregaban, gota a gota, 147,7 g de una solución en agua de hidróxido sódico al 20,9% en masa para neutralización al 75% en moles. A continuación, se agregaron 0,10 g de persulfato potásico para disolverla y preparar una solución en agua de monómero. El contenido equivalente en sólido de polímero de la solución en agua del monómero fue de 91 g, y la cantidad de agua fue de 148,6 g.

10 La solución de tensioactivo en el matraz separable se agitó con la velocidad rotacional del agitador fijada a 700 rpm, mientras se agregaba la solución en agua de monómero. Después de intercambiar el interior del sistema por nitrógeno durante 30 minutos, el matraz se sumergió en un baño de agua a 70°C para elevar la temperatura, y la reacción de polimerización se llevó a cabo durante 1 hora para producir un polímero gelificado que contiene agua.

15 A continuación, se usó un baño de agua a 120°C para elevar la temperatura, y el agua y el n-heptano se destilaron azeotrópicamente para eliminar 111,7 g de agua del sistema bajo reflujo del n-heptano (secado primario). A continuación, se adicionaron 4,14 g (0,00048 mol) de una solución en agua de etileno glicol diglicidil éter al 2% como un agente post-reticulación. La cantidad de agua fue de 40,9 g, y el contenido en agua con respecto al componente de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua que compone el polímero gelificado que contiene agua (el contenido en sólido en base al polímero) fue de 45% en masa. Después de agregar el agente post-reticulación, la mezcla se mantuvo a aproximadamente 80°C durante 2 horas.

20 A continuación, se evaporó el n-heptano para secado (etapa de secado secundario), obteniéndose 88,2 g de partículas de resina absorbente de agua granulares.

### Ejemplo 2

25 Se obtuvieron partículas de resina absorbente de agua granulares, en una cantidad de 89,1 g, mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que el tensioactivo se cambió a una mezcla de 0,77 g de monolaurato de sorbitano (NONION LP-20R, producto de NOF Corp.) y 0,33 g de monoestearato de sorbitano (NONION SP-60R, producto de NOF Corp.).

### Ejemplo 3

30 Se obtuvieron partículas de resina absorbente de agua granulares, en una cantidad de 88,4 g, mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que el tensioactivo se cambió a una mezcla de 0,66 g de monolaurato de sorbitano (NONION LP-20R, producto de NOF Corp.) y 0,44 g de monoestearato de sorbitano (NONION SP-60R, producto de NOF Corp.).

### Ejemplo Comparativo 1

35 Se preparó un matraz separable cilíndrico de fondo redondo con un diámetro interior de 100 mm, equipado con un condensador de reflujo, un embudo de goteo, un tubo interior de gas nitrógeno, y un agitador. El agitador usado fue un aparato provisto con una cuchilla de agitación con 4 cuchillas de paletas oblicuas con diámetros de hoja de 50 mm en dos niveles, y recubiertas superficialmente con un resina fluorada. Después de introducir 660 ml de n-heptano en el matraz, se agregaron 1,10 g de monolaurato de sorbitano (NONION LP-20R, producto de NOF Corp.) como un tensioactivo, y la temperatura se elevó a 45°C para la disolución del tensioactivo.

40 De manera separada, se introdujeron 92 g (1,03 mol) de una solución en agua de ácido acrílico al 80,5% en masa en un vaso de boca picuda de 300 ml y se enfrió con agua-hielo mientras se agregaban, gota a gota, 147,7 g de una solución en agua de hidróxido sódico al 20,9% en masa para neutralización al 75% en moles. A continuación, se agregaron 0,10 g de persulfato potásico para disolverla y preparar una solución en agua de monómero. El contenido equivalente en sólido de polímero de la solución en agua del monómero fue de 91 g, y la cantidad de agua fue de 148,6 g.

45 La solución de tensioactivo en el matraz separable se agitó con la velocidad rotacional del agitador fijada a 700 rpm, mientras se agregaba la solución en agua de monómero. Después de intercambiar el interior del sistema por nitrógeno durante 30 minutos, el matraz se sumergió en un baño de agua a 70°C para elevar la temperatura, y la reacción de polimerización se llevó a cabo durante 1 hora para producir un polímero gelificado que contiene agua. Después de la polimerización, se agregaron 0,41 g (0,000048 mol) de etileno glicol diglicidil éter y se llevó a cabo la reacción de reticulación.

50

A continuación, se usó un baño de agua a 120°C para elevar la temperatura, y el agua y el n-heptano se destilaron azeotrópicamente para eliminar 127,6 g de agua del sistema bajo reflujo del n-heptano (secado primario). A continuación, se adicionaron 5,52 g (0,00063 mol) de una solución en agua de etileno glicol diglicidil éter al 2% como un agente post-reticulación. La cantidad de agua fue de 26,3 g, y el contenido en agua con respecto al componente de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua que compone el polímero gelificado que contiene agua (el

55

contenido en sólido en base al polímero) fue de 29% en masa. Después de agregar el agente post-reticulación, la mezcla se mantuvo a aproximadamente 80°C durante 2 horas.

A continuación, se evaporó el n-heptano para secado (etapa de secado secundario), obteniéndose 87,4 g de partículas de resina absorbente de agua granulares.

5 **Ejemplo Comparativo 2**

Se obtuvieron partículas de resina absorbente de agua esféricas, en una cantidad de 89,1 g, mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo Comparativo 1, excepto que el tensioactivo se cambió a 1,10 g de monoestearato de sorbitano (NONION SP-60R, producto de NOF Corp.).

**Ejemplo Comparativo 3**

10 Se obtuvieron partículas de resina absorbente de agua esféricas, en una cantidad de 90,3 g, mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que el tensioactivo se cambió a una mezcla de 0,33 g de monolaurato de sorbitano (NONION LP-20R, producto de NOF Corp.) y 0,77 g de monoestearato de sorbitano (NONION SP-60R, producto de NOF Corp.).

3. Evaluación

15 Las partículas de resina absorbente de agua obtenidas en los ejemplos y ejemplos comparativos se evaluaron de la manera siguiente. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(1) Capacidad de absorción de agua de partículas de resina absorbente de agua, para solución salina fisiológica

20 Después de introducir 500 g de solución en agua de cloruro sódico al 0,9% en masa (solución salina fisiológica) en un matraz de 500 ml, se agregaron 2,0 g de partículas de resina absorbente de agua y la mezcla se agitó durante 60 minutos. Primeramente, se midió la masa  $W_a$  (g) de un tamiz JIS estándar de 75  $\mu\text{m}$  de abertura usado para la filtración de los contenidos del matraz, después de lo cual, el tamiz se inclinó con un ángulo de inclinación de aproximadamente 30 grados con respecto a la horizontal y se dejó reposar durante 30 minutos, para separar por filtración el agua en exceso.

25 La masa  $W_b$  (g) del tamiz con el gel absorbente de agua se midió, y la capacidad de absorción de agua se calculó mediante la fórmula siguiente.

$$\text{Capacidad de absorción de agua para solución salina fisiológica (g/g)} = (W_b - W_a)/2,0$$

(2) Velocidad de absorción de agua de partículas de resina absorbente de agua, para solución salina fisiológica

30 Este ensayo se realizó en un ambiente controlado a  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ . Después de medir  $50 \pm 0,1$  g de solución salina fisiológica se cargó dentro de un matraz de 100 ml de volumen, con una varilla agitadora magnética (8 mm x 30 mm, sin anillos) y el matraz se sumergió en un baño termostático para ajustar la temperatura del líquido a  $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$ . A continuación, el matraz se colocó sobre el agitador magnético y se creó un batido en la solución salina fisiológica a una velocidad rotacional de 600 rpm, después de lo cual se agregaron rápidamente  $2,0 \pm 0,002$  g de partículas de resina absorbente de agua a la solución salina fisiológica. Se usó un cronómetro de parada para medir el tiempo (segundos) desde la adición de las partículas de resina absorbente de agua hasta la convergencia del batido sobre la superficie líquida, y el tiempo se registró como la velocidad de absorción de agua de las partículas de resina absorbente de agua.

(3) Tamaño de partícula mediana de partículas de resina absorbente de agua

Se mezclaron 100 g de partículas de resina absorbente de agua con 0,5 g de sílice amorfa (nombre del producto: Sipernat 200, de Degusa, Japón), como un lubricante.

40 Para la medición se usaron 7 tamices contiguos de entre 13 tamices JIS estándar diferentes (aberturas: 1,7 mm, 1,4 mm, 850  $\mu\text{m}$ , 600  $\mu\text{m}$ , 500  $\mu\text{m}$ , 355  $\mu\text{m}$ , 250  $\mu\text{m}$ , 180  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 106  $\mu\text{m}$ , 75  $\mu\text{m}$ , 45  $\mu\text{m}$  y 38  $\mu\text{m}$ ).

Las partículas de resina absorbente de agua se colocaron en el tamiz del nivel el más superior entre los tamices combinados en el orden de 500  $\mu\text{m}$ , 355  $\mu\text{m}$ , 250  $\mu\text{m}$ , 180  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 106  $\mu\text{m}$ , 75  $\mu\text{m}$ , y una bandeja. A continuación, se usó un vibrador Ro-Tap para la vibración de los tamices durante 20 minutos.

45 A continuación, se calculó la masa de las partículas de resina absorbente de agua remanente sobre cada tamiz como un porcentaje de la masa total, y tras sumarlas en orden a partir del tamaño de partícula más grande, la relación entre aberturas de tamices y el valor integrado para el porcentaje de masa remanente sobre el tamiz se representó sobre papel logarítmico de probabilidad. Después de conectar las representaciones sobre el papel de probabilidad con una línea recta, el tamaño de partícula correspondiente al porcentaje de masa acumulativo al 50% en masa se determinó como el tamaño de partícula mediana de las partículas de resina absorbente de agua.

50

5 Cuando, o bien el porcentaje de masa de partículas de resina absorbente de agua sobre el tamiz del nivel el más alto o bien la bandeja del nivel el más bajo excedió del 15,9%, fue imposible confirmar con exactitud el grado de uniformidad tal como se expone más adelante y, en consecuencia, se volvieron a seleccionar 7 combinaciones contiguas entre los tamices anteriormente mencionados, y la distribución de tamaño de partícula se volvió a medir de manera tal que el porcentaje de masa de partículas de resina absorbente de agua remanentes sobre el tamiz del nivel el más alto y la bandeja del nivel más bajo no fueron mayores del 15,9%.

(4) Grado de uniformidad de la distribución del tamaño de partículas

10 En la medición del tamaño de partícula mediana, se determinaron el tamaño de partícula (X1) correspondiente a un porcentaje de masa acumulativo del 15,9% en masa y el tamaño de partícula (X2) correspondiente a uno de 84,1% en masa, y el grado de uniformidad se calculó mediante la fórmula siguiente.

$$\text{Grado de uniformidad} = X1/X2$$

Específicamente, una distribución de tamaño de partícula más estrecho se aproxima a un grado de uniformidad de 1, en tanto que una distribución de tamaño de partícula más amplio corresponde a un grado de uniformidad superior a 1.

15 (5) Porcentaje en masa de partículas de tamaño de partícula por encima de 500 µm entre partículas de resina absorbente de agua (porcentaje de partículas por encima de 500 µm)

20 En la medición del tamaño de partícula mediana, se calcularon la masa total de partículas remanentes sobre los tamices con una abertura de 500 µm o mayor y dividieron por la masa de las partículas de resina absorbente de agua suministrada por el ensayo, para determinar el porcentaje en masa de partículas de tamaño por encima de 500 µm entre las partículas de resina absorbente de agua.

(6) Manipulabilidad del polvo

25 La manipulabilidad del polvo para las partículas de resina absorbente de agua de los ejemplos y ejemplos comparativos se evaluaron mediante cinco análisis evaluados de acuerdo con (1) a (4) anteriores, en base a los criterios siguientes, y la evaluación la más frecuentemente seleccionada se registró como la manipulabilidad del polvo de las partículas de resina absorbente de agua.

Buena: Baja pulverización. Adecuada propiedad de flujo, que facilita los procedimientos para pesado y limpieza.

Pobre: Alta pulverización. Baja propiedad de flujo, que dificulta los procedimientos para pesado y limpieza.

Tabla 1

	Proporciones de éster en el tensioactivo		Capacidad de absorción de agua	Velocidad de absorción de agua	Tamaño de partícula mediana	Grado de uniformidad	Porcentaje en masa de partículas superiores a 500 µm	Manipulabilidad del polvo
	Ésteres de ácido láurico, %	Ésteres de ácido palmítico, ésteres de ácido esteárico y ésteres de ácido behénico, %						
Ej. 1	57	15	62	2	130	2,2	5	Visual
Ej.2	45	32	61	3	130	2,3	6	Buena
Ej. 3	38	42	59	4	150	2,4	8	Buena
Ej. Comp. 1	64	4	65	2	130	3,2	13	Buena
Ej. Comp. 2	1	98	64	14	90	7,2	21	Pobre
Ej. Comp. 3	19	70	63	12	100	4,8	18	Pobre

5 Tal como puede verse en la Tabla 1, las partículas de resina absorbente de agua obtenidas en los ejemplos mostraron todas ellas excelente rendimiento de absorción de agua incluyendo la velocidad de absorción de agua, a la vez que igualmente tienen adecuado tamaño de partícula, e igualmente tenían una distribución de tamaños estrecha y, en consecuencia, excelente manipulabilidad del polvo. Por otra parte, las partículas de resina absorbentes de agua obtenidas en los ejemplos comparativos fueron inadecuadas en términos del mismo rendimiento.

10 Las partículas de resina absorbentes de agua de la invención pueden usarse adecuadamente en una diversidad de campos, que incluyen materiales higiénicos tales como pañales desechables, artículos sanitarios y hojas de PET; materiales agrícolas tales como materiales retenedores del agua y acondicionadores del suelo, y materiales industriales tales como materiales para el bloqueo del agua para cables de comunicación y energía eléctrica, y captadores del rocío; y pueden usarse lo más adecuadamente en campos que incluyen materiales higiénicos especiales tales como pañales para adultos, pañales para incontinencia, y pantalones de entrenamiento para ir al baño, y servilletas extra-altamente absorbentes, y hojas de PET, aseos portátiles, materiales para el bloqueo del agua para cables y similares.

**REIVINDICACIONES**

- 5      **1.** Un procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua, que comprende una etapa que incluye llevar a cabo la polimerización en suspensión en fase invertida de un monómero etilénicamente insaturado soluble en agua en una suspensión que contiene un tensioactivo que comprende un éster de ácido graso de sorbitano, sorbitol o un derivado de los mismos, y un medio de dispersión de hidrocarburo,
- en el que el éster de ácido orgánico incluye un éster de ácido láurico y al menos un tipo de otro éster seleccionado entre el grupo que consiste en ésteres de ácido palmítico, ésteres de ácido esteárico y ésteres de ácido behénico, y
- 10      en un cromatograma de GPC obtenido a partir del éster de ácido graso, la proporción del área del pico debida al éster de ácido láurico es del 30-60% y la proporción del área del pico total debida al otro éster es del 10-50%, en base al área del pico total debida a los ésteres de ácido graso.
- 2.** El procedimiento de producción de partículas de resina absorbente de agua de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el éster de ácido graso es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ésteres de ácido graso de sorbitano, ésteres de ácido graso de polioxietileno sorbitano, ésteres de ácido graso de sorbitol y ésteres de ácido graso de polioxietileno sorbitol.
- 15