

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 629 014**

51 Int. Cl.:

A61F 13/531 (2006.01)

A61F 13/15 (2006.01)

A61L 15/60 (2006.01)

C08F 20/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.04.2002 PCT/JP2002/03706**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.10.2002 WO02085959**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.04.2002 E 02718574 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.05.2017 EP 1291368**

54 Título: **Resina absorbente de agua adecuada para absorber líquidos viscosos que contienen compuestos de alto peso molecular, y absorbente y artículo absorbente que comprenden la misma**

30 Prioridad:
16.04.2001 JP 2001116539

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.08.2017

73 Titular/es:
SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.
(100.0%)
346-1, MIYANISHI HARIMA-CHO
KAKO-GUN, HYOGO 675-0145, JP

72 Inventor/es:
NAWATA, YASUHIRO;
YAMAMORI, MASAKAZU;
UEDA, KOJI;
YOKOYAMA, HIDEKI y
FUJIKAKE, MASATO

74 Agente/Representante:
DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 629 014 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

Resina absorbente de agua adecuada para absorber líquidos viscosos que contienen compuestos de alto peso molecular, y absorbente y artículo absorbente que comprenden la misma

5

SECTOR TÉCNICO

La presente invención se refiere a una resina absorbente de agua adecuada para absorber líquidos viscosos que contienen polímeros y a un núcleo absorbente y a un artículo absorbente que utiliza la misma. Entre los ejemplos de líquidos viscosos que contienen polímeros se incluyen sangre y fluidos corporales que contienen sangre, así como heces acuosas y otros tipos de materia fecal. La resina absorbente de agua de la presente invención es particularmente buena en la absorción de líquidos viscosos que contienen polímeros y, por lo tanto, puede utilizarse con éxito en compresas higiénicas, tampones y otros artículos absorbentes de sangre desechables, así como artículos médicos absorbentes de sangre, agentes protectores de heridas, agentes de tratamiento de heridas, agentes de tratamiento de drenaje quirúrgico, pañales desechables y otras aplicaciones.

10

15

TÉCNICA ANTERIOR

En los últimos años, las resinas absorbentes de agua han llegado a ser ampliamente utilizadas en pañales desechables, productos sanitarios y otros productos higiénicos personales; agentes de retención de agua, agentes de acondicionamiento del suelo y otros materiales agrícolas/hortícolas; materiales de corte, agentes antideslizantes y otros materiales industriales; y otras aplicaciones. La utilización de dichas resinas se ha generalizado particularmente en pañales desechables, productos sanitarios y otros productos higiénicos personales.

20

25

Entre los ejemplos conocidos de resinas absorbentes de agua se incluyen copolímeros de injerto de almidón hidrolizado/acrilonitrilo (documento JP-B 49-43395), copolímeros de injerto de almidón neutralizado/ácido acrílico (documento JP-A 51-125468), copolímeros de acetato de vinilo/éster de ácido acrílico saponificados (documento JP-A 52-14689) y ácidos poliacrílicos parcialmente neutralizados (documento JP-A 62-172006, JP-A 57-158209 y JP-A 57-21405).

30

En el documento EP 0 872 491 se dan a conocer resinas poliacrílicas parcialmente neutralizadas producidas mediante polimerización de espuma.

35

Dependiendo de la aplicación, se requiere que dichas resinas absorbentes de agua tengan características absorbentes diferentes. Entre los ejemplos de características deseables en el caso de las aplicaciones higiénicas personales se incluyen (1) una alta capacidad de absorción de agua, (2) una alta capacidad de retención de agua (la cantidad de agua retenida por una resina absorbente de agua después de que se ha permitido absorber agua y, a continuación, se ha deshidratado en condiciones dadas), (3) una alta tasa de absorción de agua, (4) una alta resistencia del gel después de la absorción de agua, y (5) retroceso mínimo del líquido absorbido hacia el exterior.

40

45

Las resinas absorbentes de agua utilizadas en el sector de los productos higiénicos personales están habitualmente reticuladas hasta un grado pequeño. Por ejemplo, la capacidad de absorción de agua, la resistencia del gel después de la absorción y otras características de absorción de agua se pueden mejorar en cierta medida controlando el grado de reticulación en las resinas absorbentes de agua utilizadas en pañales desechables, compresas para incontinencia y otros productos utilizados principalmente para absorber la orina humana.

50

Sin embargo, las resinas absorbentes de agua cuyo grado de reticulación se controla de esta manera, según la técnica anterior, son desventajosas, en cuanto a que su capacidad de absorción, velocidad de absorción y otros parámetros de rendimiento de la absorción disminuyen espectacularmente cuando el líquido absorbido es un líquido viscoso que contiene polímeros, tal como sangre o un fluido corporal que contiene sangre o heces acuosas u otro tipo de materia fecal. Todavía no está claro cuál es la razón de que el rendimiento de absorción de una resina absorbente de agua convencional disminuya drásticamente cuando el líquido absorbido es un líquido viscoso que contiene polímero. Sin embargo, se puede ofrecer la siguiente provisional.

55

Los líquidos viscosos que contienen polímeros tienen una alta viscosidad y, por lo tanto, son lentos para penetrar entre las partículas de una resina absorbente de agua. En consecuencia, las partículas de la resina absorbente de agua que han entrado previamente en contacto con un líquido viscoso se hinchan y el gel hinchado de este modo tiende a impedir el paso adicional de líquidos. Específicamente, tiende a producirse bloqueo del gel. Por tanto, se supone que los líquidos viscosos se ven obstaculizados por su capacidad de difusión entre las partículas de resina, haciendo que algunas de las partículas que constituyen la resina absorbente de agua sean incapaces de mostrar completamente sus funciones de absorción.

60

65

También se supone que cuando el líquido absorbido es, por ejemplo, las heces acuosas de un recién nacido o un lactante cuyo alimento básico es leche, estas heces acuosas son un líquido viscoso que contiene proteínas o lípidos, por lo que se tiende a producir bloqueo del gel debido a la deposición de estas proteínas o lípidos en las superficies de las partículas de resina, con el resultado de que algunas de las partículas que constituyen la resina absorbente

de agua ya no pueden utilizarse eficazmente.

5 Cuando el líquido absorbido es, por ejemplo, sangre, esta sangre es un líquido viscoso que comprende componentes de plasma que contienen proteínas y componentes corpóreos, tales como eritrocitos, leucocitos y trombocitos, de modo que las proteínas y los componentes corporales se depositan sobre las superficies de las partículas de resina absorbente de agua en un tiempo comparativamente corto al comienzo de la absorción, envolviendo las superficies de las partículas de resina absorbentes de agua. Esta envoltura actúa como una barrera y se cree que dificulta la capacidad de los líquidos para penetrar hacia dentro desde las superficies de las partículas de resina absorbente de agua.

10 Se han propuesto varias técnicas con el objetivo de mejorar el rendimiento de absorción de resinas absorbentes de agua en relación con líquidos viscosos que contienen polímeros y, en particular, con líquidos que contienen sangre. Por ejemplo, en el documento JP-A 55-505355 se divulga una técnica en la que las superficies de las partículas de resina absorbente de agua se tratan con hidrocarburos alifáticos o compuestos de hidrocarburos específicos con el fin de mejorar las propiedades de dispersión de la sangre. Además, en el documento JP-A 5-508425 se divulga una técnica en la que una resina absorbente de agua específica se recubre primero con un carbonato de alquileo y, a continuación, se calienta de 150 a 300°C con el fin de mejorar las propiedades de dispersión de la sangre.

20 En las resinas absorbentes de agua tratadas según estas técnicas convencionales, las superficies de las partículas de resina absorbente de agua tienen una mejor afinidad por la sangre en el periodo inicial de contacto con la sangre, pero los resultados son todavía inadecuados en términos de permitir que toda la sangre sea absorbida por las partículas de resina absorbentes de agua y todavía queda espacio para mejorar más.

25 A la vista de lo anterior, un objetivo de la presente invención es dar a conocer una resina absorbente de agua que tenga una capacidad de absorción adecuada con respecto a los líquidos viscosos que contienen polímeros y que permite que los líquidos viscosos que contienen polímeros tales como sangre y fluido corporal que contiene sangre, así como heces acuosas y otros tipos de materia fecal, se dispersen entre las partículas de la resina absorbente de agua y penetren hasta el fondo en las partículas de la resina absorbente de agua; y dar a conocer un núcleo absorbente y un artículo absorbente que utilizan la misma.

30 Tal como se ha indicado anteriormente, el grado de reticulación en una resina absorbente de agua afecta en gran medida a la capacidad de absorción de agua, la capacidad de retención de agua, la resistencia del gel después de la absorción y otros factores.

35 Un bajo grado de reticulación tiende a proporcionar una resina absorbente de agua con una alta capacidad de absorción de agua debido a una estructura de red suelta formada por el agente de reticulación y las cadenas poliméricas que constituyen la resina absorbente de agua. Sin embargo, un bajo grado de reticulación tiende a reducir la resistencia del gel de la resina debido a que la estructura de la red permanece suelta después de hincharse y gelificarse por la absorción de líquido, y porque la resina tiene baja elasticidad de caucho.

40 Por el contrario, un alto grado de reticulación produce una potencia de unión elevada durante la absorción de agua porque se crea una estructura de red densa en una resina absorbente de agua, con el resultado de que la capacidad de absorción de agua tiende a disminuir. Sin embargo, un grado tan alto de reticulación produce elasticidad de caucho pronunciada debido a la estructura de red densa, con el resultado de que la resistencia del gel tiende a aumentar. Por esta razón, la resina resiste el aplastamiento cuando, por ejemplo, se coloca bajo una carga creada por el cuerpo. En consecuencia, el grado de reticulación debe controlarse óptimamente según la aplicación prevista en el campo de los productos higiénicos personales.

50 La superficie específica de una resina absorbente de agua también tiene un efecto considerable sobre las características de absorción. Habitualmente, una resina absorbente de agua se utiliza como un polvo compuesto por partículas esféricas, granulares, pulverizadas o configuradas de otro modo. La superficie de contacto con el líquido absorbido suele tender a aumentar y la velocidad de absorción tiende a aumentar con un incremento de la superficie específica del polvo.

55 No obstante, la velocidad de absorción del líquido absorbido aumenta excesivamente y la resina absorbente de agua se hincha en un estado temprano si se selecciona una superficie específica demasiado grande para la resina absorbente de agua utilizada en pañales desechables, compresas para incontinencia y otras aplicaciones en las que el líquido absorbido es orina humana. Esto crea un fenómeno por el que el gel hinchado obstruye el flujo de líquidos, que es que se produce bloqueo del gel y las propiedades de difusión del líquido absorbido se ven afectadas negativamente. Por esta razón, resulta difícil que la resina absorbente de agua proporcione su rendimiento inherente.

60 A la vista de esto, los inventores de la presente invención llevaron a cabo una extensa investigación sobre el grado de reticulación y superficie específica mencionados anteriormente con el fin de obtener una resina absorbente de agua capaz de absorber adecuadamente los líquidos viscosos que contienen polímeros.

Como resultado, se descubrió que los líquidos viscosos que contienen polímeros pueden ser absorbidos con una eficiencia excepcional por una resina absorbente de agua cuyas propiedades se controlan de tal manera que la superficie específica de la resina absorbente de agua se mantiene más alta y la capacidad de retención de agua se mantiene más baja en relación con el nivel considerado óptimo para absorber agua u orina humana según la técnica anterior. En particular, se descubrió sorprendentemente que los líquidos viscosos que contienen polímeros pueden ser absorbidos más eficazmente por una resina absorbente de agua cuya capacidad de retención de agua se reduce de manera controlada. La presente invención se basa en este descubrimiento.

CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCION

Según el primer aspecto de la presente invención, una resina absorbente de agua en partículas adecuada para absorber líquidos viscosos que contienen polímeros que se seleccionan entre sangre, fluido corporal que contiene sangre, heces acuosas y otros tipos de materia fecal,

en la que la resina es un ácido poliacrílico parcialmente neutralizado, en la que la resina tiene un diámetro promedio de partícula de 50 a 500 μm , incluyendo la resina partículas de resina que tienen diámetros entre 180 μm y 355 μm , teniendo la resina una superficie específica no inferior a 0,05 m^2/g cuando se mide para las partículas de resina que tienen diámetros entre 180 μm y 355 μm mediante una técnica multietapa BET que utiliza gas criptón tal como gas de adsorción, tal como se describe en la sección de la descripción titulada "(1) Superficie específica",

en la que la resina está reticulada, en la que la resina tiene una capacidad de retención de agua de 5 a 30 g/g para el 0,9% en peso de solución salina fisiológica con una fuerza centrífuga de 167 G, tal como se describe en la sección de la descripción titulada "Capacidad de retención de agua",

en la que 0,02 g de la resina absorbente de agua presentan una potencia de hinchamiento de no menos de 5 N (newtons) al cabo de 60 segundos después de comenzar a absorber la solución salina fisiológica al 0,9% en peso, tal como se describe en la sección de la descripción titulada "(4) Potencia de hinchamiento", y

en la que la resina se produce mediante un proceso que comprende neutralizar parcialmente un ácido acrílico tal como monómero en una solución acuosa alcalina, estando la cantidad del monómero en la solución acuosa comprendida entre el 20% en peso y la concentración de saturación; añadir un iniciador de la polimerización por radicales a la solución acuosa que contiene el monómero parcialmente neutralizado; preparar un medio de dispersión mediante la adición de un surfactante a un disolvente hidrocarburo a base de petróleo; polimerizar el monómero mediante polimerización en suspensión en fase inversa que incluye añadir al medio de dispersión la solución acuosa que contiene el monómero parcialmente neutralizado y el iniciador de polimerización por radicales para preparar una suspensión de fase inversa y calentar la suspensión preparada de este modo para formar partículas de resina del ácido poliacrílico; y someter las partículas de resina resultantes a reticulación superficial añadiendo a la suspensión un agente de reticulación superficial en una cantidad del 0,005% molar al 1% molar con relación a la cantidad total de monómero.

Según un segundo aspecto de la presente invención, se da a conocer un núcleo absorbente adecuado para absorber líquidos viscosos que contienen polímeros. El núcleo absorbente es una combinación de una resina absorbente de agua y un producto fibroso.

Según un tercer aspecto de la presente invención, se da a conocer un artículo absorbente que comprende una lámina permeable a los líquidos, una lámina impermeable a los líquidos y un núcleo absorbente dispuesto entre ellos. En este artículo absorbente, el núcleo absorbente es una combinación de una resina absorbente de agua y un producto fibroso.

DESCRIPCION BREVE DE LOS DIBUJOS

La figura 1 es una vista estructural esquemática de un aparato para medir la potencia de hinchamiento de la resina absorbente de agua de la presente invención.

La figura 2 es una tabla que contiene algunos de los resultados relativos a las características de las resinas absorbentes de agua según ejemplos y comparaciones.

La figura 3 es una tabla con algunos de los resultados relativos a las características de las resinas absorbentes de agua según ejemplos y comparaciones.

MEJOR MODO PARA REALIZAR LA INVENCION

La resina absorbente de agua de la presente invención se produce mediante polimerización en suspensión en fase inversa. La resina absorbente de agua se obtiene mediante la polimerización de monómeros de ácido acrílico. Dichas resinas son ácidos poliacrílicos parcialmente neutralizados.

La resina absorbente de agua de la presente invención tiene una superficie específica de 0,05 m^2/g o mayor, según se mide mediante la técnica multietapa BET utilizando gas criptón tal como gas de adsorción y una capacidad de retención de agua de 5 a 30 g/g, definida como la capacidad para retener una solución salina fisiológica al 0,9% en

peso. Tal como se utiliza en el presente documento, "capacidad de retención de agua" se refiere a un valor medido por el procedimiento descrito a continuación. La selección de una estructura de este tipo permite a la resina absorbente de agua de la presente invención absorber de manera adecuada líquidos viscosos que contienen polímeros.

5 La superficie específica de la resina absorbente de agua de la presente invención, es decir, la superficie específica medida por la técnica multietapa BET utilizando gas criptón tal como gas de adsorción es mayor que la de una resina absorbente de agua convencional utilizada habitualmente para absorber agua u orina humana. El aumento de la superficie específica de la resina absorbente de agua de esta manera hace posible aumentar la velocidad de absorción de la resina en relación con los líquidos viscosos que contienen polímeros, particularmente sangre y fluido corporal que contiene sangre, así como heces acuosas y otros tipos de materia fecal. El aumento de la velocidad de absorción aumenta la velocidad de absorción de líquido más allá de la velocidad a la que las proteínas, componentes corporales y otros componentes contenidos en dichos líquidos viscosos que contienen polímeros se depositan sobre las superficies de las partículas de resina absorbente de agua y envuelven la resina, con el resultado de que se cree que se facilita en estos líquidos su capacidad para penetrar completamente en las partículas de resina absorbente de agua.

20 Es imposible garantizar una velocidad de absorción adecuada en la absorción de un líquido viscoso que contiene polímero si la superficie específica es inferior a $0,05 \text{ m}^2/\text{g}$. El límite superior de la superficie específica no está sujeto a limitaciones particulares, pero en la práctica está limitado a $5 \text{ m}^2/\text{g}$ o menos debido a los límites de viabilidad relacionados con la porosidad de las partículas de resina absorbente de agua. La superficie específica debe ser, preferentemente, de $0,07$ a $5 \text{ m}^2/\text{g}$ y, más preferentemente, de $0,10$ a $3 \text{ m}^2/\text{g}$.

25 La capacidad de retención de agua de la resina absorbente de agua de la presente invención, es decir, la capacidad de 1 g de resina absorbente de agua para retener una solución salina fisiológica al $0,9\%$ en peso es menor que la de una resina absorbente de agua convencional utilizada habitualmente para absorber agua u orina humana. La capacidad de retención de agua de la resina absorbente de agua puede mantenerse dentro del intervalo deseado de valores numéricos ajustando el grado de reticulación. El aumento del grado de reticulación aumenta la resistencia del gel de la manera descrita anteriormente. La resina absorbente de agua de la presente invención se da a conocer con un mayor grado de reticulación y una mayor resistencia del gel que en el pasado, con el fin de mantener la capacidad de retención de agua dentro del intervalo mencionado anteriormente. Es menos probable que el bloqueo se deba a un gel hinchado porque la resistencia del gel es mayor. Como resultado, se cree que los líquidos viscosos pueden difundirse con mayor facilidad en la resina absorbente de agua de la presente invención y se puede utilizar de manera eficiente un mayor número de partículas de resina absorbente de agua.

35 Como tal, la capacidad inherente de retención de agua de una resina absorbente de agua es inadecuada si su capacidad de retención de agua es inferior a 5 g/g . El aumento de la capacidad de retención de agua más allá de 30 g/g da como resultado una mala resistencia del gel y alteración de las propiedades de difusión, haciendo imposible la absorción de líquidos viscosos que contienen polímeros de forma adecuada. La capacidad de retención de agua debería ser, preferentemente, de 10 a 25 g/g .

40 De este modo, se cree que la resina absorbente de agua de la presente invención es capaz de proporcionar un rendimiento excelente en términos de absorber líquidos viscosos que contienen polímeros como resultado del hecho de que la velocidad de absorción de los mismos puede aumentarse aumentando la superficie específica y la resistencia del gel de la misma puede potenciarse aumentando el grado de reticulación.

45 Con la resina absorbente de agua de la presente invención, la potencia de hinchamiento creada cuando han transcurrido 60 segundos desde el inicio de la absorción en un caso en el que se utilizan $0,02 \text{ g}$ de resina absorbente de agua para absorber una solución salina fisiológica al $0,9\%$ en peso debe ser de 5 N (newtons) o mayor, preferentemente de $6,5 \text{ N}$ o mayor y, más preferentemente, 8 N o mayor. El límite superior de la potencia de hinchamiento no está sujeto a ninguna limitación particular, pero en la práctica se establece como límite 15 N aproximadamente. Tal como se utiliza en el presente documento, la expresión "potencia de hinchamiento" (denominado ocasionalmente "presión de hinchamiento") se refiere a la presión dinámica creada en un proceso en el que una resina absorbente de agua experimenta hinchamiento y se expresa en las unidades (N) de fuerza, tal como se describe más adelante. Esta potencia puede determinarse midiendo la fuerza con la que una cantidad dada de resina absorbente de agua intenta empujar hacia arriba un sensor de presión cuando se hincha después del comienzo de la absorción.

60 Existe una estrecha relación entre la potencia de hinchamiento y el grado de reticulación. Cuando el grado de reticulación es bajo, se puede conseguir una excelente capacidad de absorción de agua debido a las razones descritas anteriormente, pero la resistencia del gel es baja. En consecuencia, un gran número de geles se trituran antes de empujar el sensor de presión hacia arriba, la fuerza que empuja hacia arriba el sensor de presión disminuye y la potencia de hinchamiento disminuye. Por el contrario, un alto grado de reticulación da como resultado una baja capacidad de absorción de agua, pero evita que los geles hinchados se aplasten fácilmente, aumentando de este modo la fuerza que empuja hacia arriba el sensor de presión y aumentando la potencia de hinchamiento.

Una resina absorbente de agua que tiene una potencia de hinchamiento de 5 N o mayor tiene un grado de reticulación alto y una mayor resistencia del gel, lo que hace extremadamente difícil el bloqueo del gel. Específicamente, cada gel mantiene su resistencia independientemente incluso cuando las partículas de resina absorbente de agua se han gelificado, lo que permite que los líquidos viscosos difundan fácilmente entre las partículas de resina absorbente de agua gelificada. Se cree que un líquido viscoso disperso dentro de partículas de resina absorbente de agua agregadas puede entrar fácilmente en contacto con las partículas de resina absorbente de agua dispuestas más hacia adentro, por lo que el líquido viscoso penetrante puede llegar fácilmente a toda la superficie de la resina absorbente de agua y la resina puede proporcionar un excelente comportamiento de absorción.

La resina absorbente de agua de la presente invención tiene un diámetro promedio de partícula de 50 a 500 μm . No es deseable que el diámetro promedio de partícula sea inferior a 50 μm porque, en este caso, las separaciones entre las partículas de resina absorbente de agua tienden a convertirse en estrechas y se tiende a producir bloqueo del gel. Tampoco es adecuado que el diámetro promedio de partícula sea superior a 500 μm debido a que tal diámetro hace imposible obtener una velocidad de absorción adecuada.

El procedimiento para producir una resina absorbente de agua según la presente invención se describirá a continuación. La resina absorbente de agua de la presente invención se produce mediante polimerización en suspensión en fase inversa. Un ejemplo de procedimiento utilizado para aumentar la superficie específica de una resina absorbente de agua incluye un procedimiento en el que se utilizan surfactantes aniónicos o surfactantes no iónicos con un HLB (equilibrio hidrófilo-lipófilo) de 6 o mayor para realizar la polimerización en suspensión en fase inversa. Por tanto, este procedimiento se describirá a continuación.

En un procedimiento de polimerización en suspensión en fase inversa para producir la resina absorbente de agua de la presente invención, se neutraliza ácido acrílico en una solución acuosa alcalina como monómero a polimerizar.

A continuación, se añaden a la solución acuosa del producto de neutralización (solución acuosa del monómero) un iniciador de la polimerización por radicales y, si es necesario, un agente de reticulación (denominado, en lo sucesivo, "agente de reticulación interno") necesario para realizar la reticulación simultáneamente con la polimerización subsiguiente (solución acuosa del monómero)

A continuación, se prepara un medio de dispersión añadiendo un surfactante a un disolvente de hidrocarburo basado en petróleo y calentando y resolviendo el producto, y se prepara una suspensión de fase inversa mediante un proceso en el que la solución acuosa de un producto de neutralización que contiene un iniciador de polimerización por radicales y se prepara de la manera descrita anteriormente se añade al medio de dispersión, y el producto se agita. Como se ha descrito anteriormente, la adición del agente de reticulación interno a esta solución acuosa de un producto de neutralización que contiene un iniciador de la polimerización por radicales es opcional. En la suspensión en fase inversa preparada de este modo, la solución acuosa de un producto de neutralización se suspende y dispersa en un medio de dispersión oleoso.

La suspensión obtenida de este modo se calienta después a una temperatura de polimerización específica y se somete a una reacción de polimerización. Como resultado, el monómero contenido en la suspensión experimenta polimerización y forma partículas de resina absorbente de agua.

A continuación, se retira una cantidad específica de agua recalentando la suspensión, se añade después el agente de reticulación (denominado en lo sucesivo en el presente documento "agente de reticulación de la superficie") necesario para realizar la reticulación posterior a la polimerización, se calienta el sistema a una temperatura específica y se lleva a cabo la reacción de reticulación. El medio de dispersión oleoso y el agua contenidos en el sistema de reacción se calientan y se separan por destilación después de la reacción de reticulación

Las partículas excesivamente pequeñas y excesivamente grandes se eliminan finalmente según sea necesario tamizando las partículas de resina absorbente de agua y se obtiene el producto de resina absorbente de agua deseado.

El ácido acrílico se utiliza como monómero en un proceso de polimerización en suspensión de fase inversa.

Las soluciones acuosas de hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de amonio y similares se pueden citar como ejemplos de soluciones acuosas alcalinas que se pueden utilizar para neutralizar ácidos acrílicos. Estas soluciones acuosas alcalinas se pueden utilizar solas o de forma conjunta. Los compuestos idénticos a las sales alcalinas obtenidas haciendo reaccionar las soluciones acuosas alcalinas mencionadas anteriormente con los ácidos acrílicos mencionados anteriormente también se pueden citar como ejemplos de sales alcalinas de los ácidos acrílicos utilizados cuando se dispensa la neutralización.

El grado de neutralización proporcionado por una solución acuosa alcalina con respecto a todos los grupos ácidos debe estar comprendido, preferentemente, entre el 10% molar y el 100% molar, y, más preferentemente, entre el 30% molar y el 80% molar. No es adecuado que el grado de neutralización sea inferior al 10% molar debido a la

capacidad de absorción de agua excesivamente baja obtenida en este caso. El pH aumenta si el grado de neutralización supera el 100%, por lo que esta disposición no es deseable debido a consideraciones de seguridad.

5 La concentración de monómero de la solución monomérica acuosa oscila entre el 20% en peso y la concentración de saturación.

Entre los ejemplos de los iniciadores de la polimerización por radicales añadidos a la solución monomérica acuosa incluyen persulfato de potasio, persulfato de amonio, persulfato de sodio y otros persulfatos; peróxido de metiletilcetona, peróxido de metilisobutilcetona, peróxido de di-*t*-butilo, peróxido de *t*-butilcumilo, peroxiacetato de *t*-butilo, peroxiisobutirato de *t*-butilo, peroxipivalato de *t*-butilo, peróxido de hidrógeno y otros peróxidos; y 10 diclorhidrato de 2,2'-azobis [2-(*N*-fenilamidino)propano], diclorhidrato de 2,2'-azobis[2-*N*-alilamidino]propano], diclorhidrato de 2,2'-azobis{2-[1-(2-hidroxietil)-2-imidazolin-2-il]propano}, 2,2'-azobis {2-metil-*N*-[1,1-bis(hidroximetil)-2-hidroxietil] propionamida} 2,2'-azobis[2-metil-*N*-(2-hidroxietil)-propionamida], 4,4'-azobis(ácido 4-cianopentanoico) y otros compuestos azo. Estos iniciadores de polimerización por radicales pueden utilizarse individualmente o como 15 combinaciones de dos o más componentes.

Un iniciador de polimerización por radicales se utiliza habitualmente en una cantidad del 0,005 al 1% molar con relación a la cantidad total de monómero. La utilización de menos del 0,005% molar es indeseable porque la posterior reacción de polimerización tarda mucho tiempo en completarse. Tampoco es deseable utilizar más del 1% 20 molar, porque en este caso tiene lugar una reacción de polimerización violenta.

La polimerización redox también puede llevarse a cabo mediante la utilización conjunta de sulfito de sodio, hidrogenosulfito de sodio, sulfato ferroso, ácido L-ascórbico y otros agentes reductores, además de los iniciadores de polimerización por radicales mencionados anteriormente.

25 También puede utilizarse un compuesto que tiene, por ejemplo, dos o más grupos insaturados polimerizables como agente de reticulación interno añadido de forma arbitraria a la solución monomérica acuosa mencionada anteriormente. Entre los ejemplos de dichos compuestos se incluyen ésteres de ácido di(metacrílico o tri(met)acrílico de (poli)etilenglicol, (poli)propilenglicol, trimetilolpropano, glicerina polioxi-etilenglicol, polioxi-propilenglicol, (poli)glicerina, y otros polioles; poliésteres insaturados obtenidos haciendo reaccionar los polioles anteriores con ácido maleico, ácido fumárico y otros ácidos insaturados; *N,N*-metilén bis(met)acrilamida y otras bisacrilamidas; ésteres de ácido di(met)acrílico o tri(met)acrílico obtenidos haciendo reaccionar poliepóxidos y ácido (met)acrílico; y ésteres carbamílicos de ácido di(met)acrílico obtenidos haciendo reaccionar ácido hidroxietil(met)acrílico con 35 diisocianato de tolueno, diisocianato de hexametileno y otros poliisocianatos, así como almidón alilado, celulosa alilada, ftalato de dialilo, isocianato de *N,N',N''*-trialilo y divinilbenceno.

Los compuestos que tienen dos o más grupos funcionales reactivos también pueden utilizarse como agentes de reticulación internos además de los compuestos mencionados anteriormente que tienen dos o más grupos insaturados polimerizables. Entre los ejemplos de dichos compuestos se incluyen éter diglicídico de 40 (poli)etilenglicol, éter diglicídico de (poli)propilenglicol, éter diglicídico de (poli)glicerina, y otros compuestos que contienen grupos glicídico, así como (poli)etilenglicol, (poli)propilenglicol, (poli)glicerina, pentaeritritol, etilendiamina, polietilenimina y (met)acrilato de glicídico. Dos o más de dichos agentes de reticulación se pueden utilizar en combinación. Por ejemplo, "polietilenglicol" y "etilenglicol" se denominarán de forma conjunta en el presente documento "(poli)etilenglicol"

45 El agente de reticulación interno debe añadirse en una cantidad del 1% molar o menos y, preferentemente, del 0,5% molar o menos, en relación con la cantidad total de monómero. No es adecuado que el agente de reticulación se añada en una cantidad superior al 1% molar porque en este caso se produce una reticulación excesiva y, como resultado, la resina absorbente de agua obtenida de este modo tiene propiedades de absorción de agua 50 inadecuadas. La razón por la que el agente de reticulación interno puede añadirse de manera arbitraria es que la capacidad de retención de agua puede controlarse incluso mediante la adición de un agente de reticulación de superficie para realizar la reticulación sobre las superficies de las partículas después de la polimerización del monómero.

55 Entre los ejemplos de disolventes de hidrocarburos basados en petróleo utilizados en la preparación de suspensiones de fase inversa se incluyen *n*-hexano, *n*-heptano, ligroína y otros hidrocarburos alifáticos; ciclohexano, metilciclohexano, ciclohexano, metilciclohexano y otros hidrocarburos alicíclicos; y benceno, tolueno, xileno y otros hidrocarburos aromáticos. De forma preferente se deben utilizar *n*-hexano, *n*-heptano y ciclohexano, porque están fácilmente disponibles a escala comercial, tienen una calidad estable y son baratos. Estos disolventes 60 de hidrocarburos basados en petróleo se pueden utilizar individualmente o como combinaciones de dos o más disolventes.

Como surfactantes añadidos se pueden utilizar surfactantes aniónicos o surfactantes no iónicos con un HLB de 6 o más. Estos surfactantes se pueden utilizar individualmente en combinación de dos o más componentes.

65 Entre los ejemplos de dichos surfactantes no iónicos se incluyen ésteres de ácidos grasos de sorbitano, ésteres de

ácidos grasos de polioxietilensorbitano, ésteres de ácidos grasos de poliglicerina, ésteres de ácidos grasos de glicerina de polioxietileno, ésteres de ácidos grasos de sacarosa, ésteres de ácidos grasos de sorbitol, ésteres de ácidos grasos de polioxietilensorbitol, ésteres de polioxietileno alquilo, ésteres de polioxietileno alquilfenilo, aceite de ricino de polioxietileno, aceite de ricino de polioxietileno hidrogenado, ésteres de polioxietileno condensados con alquilalilformaldehído, copolímeros de bloque de polioxietileno-polioxipropileno, ésteres de polioxietileno polioxipropilalquilo, ésteres de ácidos grasos de polietilenglicol, alquilglicósidos, *N*-alquilgliconamidas, amidas de ácidos grasos de polioxietileno y alquilaminas de polioxietileno.

Entre los ejemplos de surfactantes aniónicos se incluyen sales de ácidos grasos, sales de *N*-acilaminoácidos, carboxilatos de éter de polioxietilentalquilo, sales de éster polioxietilentalquilfeniléter de ácido fosfórico, sales de éster de ácido fosfórico polioxietilentalquiléter, alquilfosfonatos, sales de éster de ácido alquilsulfúrico, sales de éster de ácido sulfúrico de polioxietilentalquilfeniléter, sales de éster de polioxietilentalquiléter de ácido sulfúrico, sales de éster de ácido sulfúrico de alcohol superior, alcanolamida sulfatos de ácidos grasos de polioxietileno, bencenosulfonatos de alquilo, naftalenosulfonatos de alquilo, sales de ácido alquilmetiltaurina, sulfonatos de éter de polioxietilentalquilo y sulfosuccinatos de polioxietilentalquilo.

Entre estos surfactantes son preferentes los siguientes: ésteres de ácidos grasos de sorbitano, ésteres de ácidos grasos de polioxietilensorbitano, ésteres de ácidos grasos de poliglicerina, ésteres de ácidos grasos de sacarosa, ésteres de ácidos grasos de sorbitol, ésteres de ácidos grasos de polioxietilensorbitol, ésteres de polioxietilentalquilfenilo y otros surfactantes no iónicos.

Los surfactantes se deben utilizar, preferentemente, en una cantidad del 0,1 al 5% en peso y, más preferentemente, en una cantidad del 0,2 al 3% en peso, en relación con la cantidad total de la solución monomérica acuosa. La utilización de los surfactantes en una cantidad de menos del 0,1% en peso es inadecuada debido a que, en este caso, los monómeros se dispersan insuficientemente y, por tanto, es posible que la agregación se produzca durante la reacción de polimerización. Tampoco es adecuado utilizar los surfactantes en una cantidad superior al 5% en peso, porque el efecto obtenido en este caso no es proporcional a la cantidad utilizada y, por lo tanto, no es económico.

La temperatura de la reacción de polimerización, que varía con el iniciador de polimerización por radicales utilizado, habitualmente es de 20 a 110°C, y, preferentemente, de 40 a 80°C. Una temperatura de reacción por debajo de 20°C es económicamente indeseable debido a la baja velocidad de polimerización y al tiempo de polimerización prolongado. Cuando la temperatura de reacción es superior a 110°C, el calor de polimerización es difícil de eliminar, por lo que es más difícil realizar la reacción de una manera suave. Cuando se añade un agente de reticulación interno, la reacción de reticulación se lleva a cabo de forma simultánea debido al calor necesario para tal polimerización.

Los compuestos que tienen dos o más grupos funcionales reactivos se pueden utilizar como agentes de reticulación de superficie añadidos después de la polimerización. Entre los ejemplos de los mismos se incluyen éter diglicídico de (poli)etilenglicol, éter (poli)glicídico de (poli)glicerol, éter diglicídico de (poli)propilenglicol, éter diglicídico de (poli)glicerina y otros compuestos que contienen diglicídilo, así como (poli)etilenglicol, (poli)propilenglicol, (poli)glicerina, pentaeritritol, etilendiamina y polietilenimina. Entre éstos, son particularmente preferentes éter diglicídico de (poli)etilenglicol, éter diglicídico de (poli)propilenglicol y éter diglicídico de (poli)glicerina. Estos agentes de reticulación pueden utilizarse individualmente o como combinaciones de dos o más agentes.

Los agentes de reticulación de superficie se añaden en una cantidad que varía entre el 0,005% molar y el 1% molar, y, más preferentemente, entre el 0,05% molar y el 0,5% molar, en relación con la cantidad total de monómero. La adición de menos del 0,005% molar de un agente de reticulación no es adecuada porque la resina absorbente de agua obtenida en este caso tiene una capacidad de retención de agua excesivamente alta. La adición de más de un 1% molar de un agente de reticulación es inadecuada debido a una reticulación excesiva y a propiedades de absorción de agua inadecuadas.

Los agentes de reticulación de superficie se deben añadir en presencia de agua, preferentemente en una cantidad de 0,01 a 4 partes en peso y, más preferentemente, en una cantidad de 0,05 a 2 partes en peso, por parte en peso de la resina absorbente de agua. La reticulación que se produce cerca de las superficies de las partículas de resina absorbente de agua se puede llevar a cabo de una manera más ventajosa controlando el contenido de agua durante la adición de un agente de reticulación de superficie de esta manera.

También se puede añadir un disolvente orgánico hidrófilo como disolvente, si es necesario, durante la adición del agente de reticulación superficial. Entre los ejemplos de dichos disolventes orgánicos hidrófilos se incluyen alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol *n*-propílico, alcohol isopropílico y otros alcoholes inferiores; acetona, metiletiletona y otras cetonas; éter dietílico, dioxano, tetrahidrofurano y otros éteres; *N,N*-dimetilformamida y otras amidas; y dimetilsulfóxido y otros sulfóxidos. Estos disolventes orgánicos hidrófilos se pueden utilizar individualmente o como combinaciones de dos o más disolventes.

La resina absorbente de agua resultante de la presente invención que es adecuada para la absorción de líquidos

viscosos que contienen polímeros puede no tener forma o estar en forma de gránulos y se puede someter a las diversas pruebas descritas a continuación.

5 El núcleo absorbente según el segundo aspecto de la presente invención comprende la resina absorbente de agua descrita anteriormente y un producto fibroso.

La relación en peso de la resina absorbente de agua y el producto fibroso debe variar, preferentemente, entre 1:9 y 9:1, y, más preferentemente, entre 3:7 y 7:3.

10 Pueden sugerirse los siguientes ejemplos de estructuras de núcleo absorbente: aquellos en los que la resina absorbente de agua y el producto fibroso se mezclan uniformemente entre sí y aquellos en los que la resina absorbente de agua está intercalada entre productos fibrosos formados en láminas o capas. Las dos formas anteriores pueden combinarse entre sí y la estructura del núcleo absorbente no se limita a estas formas únicamente.

15 Entre los ejemplos de productos fibrosos adecuados se incluyen pulpa de madera finamente pulverizada, algodón, línter de algodón, rayón, acetato de celulosa y otras fibras basadas en celulosa; y poliamidas, poliésteres, poliolefinas y otras fibras sintéticas. También son aceptables las mezclas de las fibras anteriores y estas fibras no son las únicas opciones posibles.

20 Las fibras individuales pueden unirse entre sí añadiendo un aglutinante adhesivo para mejorar las propiedades de retención de forma del núcleo absorbente antes o durante la utilización. Entre los ejemplos de dichos aglutinantes adhesivos se incluyen fibras sintéticas de fusión en caliente, adhesivos de fusión en caliente y emulsiones adhesivas.

25 Entre los ejemplos de dichas fibras sintéticas de fusión en caliente se incluyen polietileno, polipropileno, copolímeros de etileno-propileno y otros aglutinantes de fusión completa; y aglutinantes de fusión parcial compuestos por polipropileno y polietileno en una configuración lado a lado o núcleo y vaina. En los aglutinantes de fusión parcial, la porción de polietileno sola se funde con calentamiento.

30 Entre los ejemplos de adhesivos de fusión en caliente se incluyen mezclas de polímeros de base tales como copolímeros de etileno/acetato de vinilo, copolímeros de bloque de estireno/isopreno/estireno, copolímeros de bloque de estireno/butadieno/estireno, copolímeros de bloque de estireno/etileno/butileno/estireno, copolímeros de bloque de estireno/etileno/propileno/estireno y polipropileno amorfo, con agentes de pegajosidad, plastificantes, antioxidantes y similares.

35 Entre los ejemplos de emulsiones adhesivas se incluyen polímeros de, como mínimo, un monómero seleccionado entre un grupo que consiste en metacrilato de metilo, estireno, acrilonitrilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de butilo, butadieno, etileno y acetato de vinilo. Dichos aglutinantes adhesivos pueden utilizarse individualmente o como combinaciones de dos o más componentes.

40 Las compresas higiénicas, pañales desechables y otros artículos absorbentes pueden construirse intercalando el núcleo absorbente mencionado anteriormente entre una lámina permeable a líquidos y una lámina impermeable a líquidos.

45 Entre los ejemplos de materiales que se pueden utilizar para dichas láminas permeables a líquidos se incluyen telas no tejidas y películas de resina sintética porosa compuestas por poliolefinas, tales como polietileno y polipropileno, poliésteres, poliamidas y similares.

50 Entre los ejemplos de materiales que se pueden utilizar para dichas láminas impermeables a líquidos se incluyen películas de resina sintética compuestas por polietileno, polipropileno, acetato de etilenvinilo, cloruro de polivinilo y similares; películas hechas por materiales compuestos de estas resinas sintéticas y telas no tejidas; y películas hechas de materiales compuestos de estas resinas sintéticas con productos tejidos. Estas láminas impermeables a líquidos también pueden estar dotadas de propiedades de transmisión de vapor.

55 El artículo absorbente configurado de este modo contiene una resina absorbente de agua adecuada para absorber líquidos viscosos que contienen polímeros. Por lo tanto, el artículo ofrece un rendimiento excelente en términos de absorción de líquidos viscosos, tales como sangre menstrual y heces acuosas cuando se utilizan, por ejemplo, en compresas higiénicas, pañales desechables y otros productos higiénicos personales. Se evitan las fugas de sangre menstrual y se puede obtener una llamada sensación seca cuando el artículo absorbente es una compresa higiénica. Se pueden evitar las fugas especialmente con respecto a las heces acuosas y se puede obtener una
60 sensación seca cuando el artículo absorbente es un pañal desechable.

La resina absorbente de agua, el núcleo absorbente y el artículo absorbente pueden contener adicionalmente sílice amorfa, desodorantes, agentes antibacterianos, fragancias y similares, según sea necesario. De este modo se
65 pueden obtener varias funciones añadidas.

EJEMPLOS

5 A continuación, se describirán ejemplos de la presente invención junto con comparaciones. A continuación, se expone una descripción de los artículos de prueba y los procedimientos de prueba adoptados para las resinas absorbentes de agua fabricadas en los ejemplos y comparaciones, y para los núcleos absorbentes fabricados utilizando estas resinas.

(1) Superficie específica

10 La resina absorbente de agua utilizada en las mediciones de la superficie específica se ajustó a un diámetro de partícula que pasó a través de un tamiz de malla 42 estándar (abertura: 355 μm) JIS (norma industrial japonesa) y que se retuvo en la malla JIS 80 (abertura: 180 μm). La muestra se secó posteriormente durante un periodo de 16 horas por medio de un secador de vacío a una temperatura de 100°C ya una presión reducida de aproximadamente 1 Pa. A continuación, se midió una isoterma de adsorción a una temperatura de 77 K con la ayuda de un dispositivo de adsorción de gas de precisión completamente automático (nombre comercial registrado: BELSORP36, fabricado por Bel Japan) mediante un procedimiento en el que se usó gas de criptón como gas de adsorción y se determinó la superficie específica en base a un diagrama multietapa BET.

(2) Capacidad de absorción de agua

20 Se introdujo 1 g de resina absorbente de agua en una bolsa de té (10 x 20 cm) en forma de una bolsa hecha de un material de nylon tejido con una abertura de 57 μm (malla 255) y la abertura se cerró por termosellado. Después se introdujo 1 l de solución fisiológica salina al 0,9% en peso en un vaso de precipitados con un volumen de 1 l, y la bolsa de té se sumergió durante 1 hora. Después de la inmersión, la bolsa de té se suspendió durante 10 minutos para eliminar el exceso de agua y se midió el peso de toda la muestra. Se utilizó una bolsa de té desprovista de resina absorbente de agua como un blanco cuyo peso se midió mediante las mismas operaciones. La diferencia de peso entre los dos se expresó como la cantidad de absorción de agua (g) y el valor numérico de la misma se designó como la capacidad de absorción de agua (g/g) de la resina absorbente de agua.

(3) Capacidad de retención de agua

30 Se introdujo una bolsa de té sometida a las medidas de capacidad de retención de agua descritas anteriormente en un deshidratador centrífugo de tipo cesta (30 cm de diámetro), se retiró el agua durante del mismo 60 segundos en condiciones correspondientes a 1.000 rpm (fuerza centrífuga: 167 G) y, a continuación, se midió el peso total del mismo. Se utilizó una bolsa de té desprovista de resina absorbente de agua como un blanco cuyo peso se midió mediante las mismas operaciones. La diferencia de peso entre los dos se expresó como el peso (g) de una solución salina fisiológica al 0,9% en peso retenida por la resina absorbente de agua y el valor numérico de la misma se designó como la capacidad de retención de agua (g/g) de la resina absorbente de agua.

(4) Potencia de hinchamiento

40 Se ajustó una resina absorbente de agua para su utilización en las mediciones de la potencia de hinchamiento a un diámetro de partícula que pasó a través de un tamiz de malla 42 estándar (abertura: 355 μm) JIS y que se retuvo en la malla JIS 80 (abertura: 180 μm).

45 La potencia de hinchamiento de la resina absorbente de agua se midió utilizando el aparato mostrado en la figura 1. Específicamente, se introdujo la resina absorbente de agua -3- (0,020 g) con un espesor uniforme en un cilindro de resina acrílica -2- (área de superficie del fondo: 3,14 cm^2) cuyo diámetro interno es 20 mm, en el que se introdujo una tela tejida de nylon de malla 255 (abertura: 57 μm) -1- en el fondo. Se colocó un filtro de vidrio permeable al agua (diámetro: 50 mm; espesor: 5 mm) -5- en una placa de laboratorio -4- con un diámetro de 100 mm, y el cilindro -2- se colocó encima del filtro de vidrio -5-.

50 A continuación, un sensor de presión -7- cuyo diámetro es 19 mm y que está conectado a una célula de carga -6- se colocó inmediatamente por encima de la resina absorbente de agua -3- en el cilindro -2- de tal manera que no se aplicó carga a la célula de carga -6-. Después se inyectaron 20 ml de una solución fisiológica salina al 0,9% en peso -8- hasta un nivel adyacente a la superficie superior del filtro de vidrio en la placa de laboratorio -4-. En este punto, la solución salina fisiológica -8- comenzó a ser absorbida por la resina absorbente de agua -3- a través del filtro de vidrio -5- y la tela tejida -1-. La fuerza ejercida por el hinchamiento de la resina absorbente de agua -3- que había absorbido la solución salina fisiológica -8- se midió mediante la célula de carga -6- cuando habían transcurrido 60 segundos (del inicio de la absorción y el valor numérico de la misma se designó como potencia de hinchamiento (unidad: newton (N)).

(5) Diámetro promedio de partícula

65 Los siguientes tamices estándar según las normas JIS se montaron secuencialmente en orden de arriba a abajo,

con una cubeta en la parte inferior: malla 20 (abertura: 850 μm), malla 32 (abertura: 500 μm), malla 42 (abertura: 355 μm), malla 60 (abertura: 250 μm), malla 80 (abertura: 180 μm), malla 150 (abertura: 106 μm) y malla 350 (abertura: 45 μm); se alimentó una resina absorbente de agua (aproximadamente 100 g) en el tamiz superior; y el conjunto se agitó durante 20 minutos con la ayuda de un agitador Ro-Tap.

5 A continuación, el peso de la resina absorbente de agua que quedaba en cada tamiz se calculó posteriormente como un porcentaje en peso con respecto a la cantidad total. Se obtuvo una pluralidad de valores calculados integrando secuencialmente los porcentajes en peso en la dirección desde los diámetros de partícula más pequeños. La relación entre la abertura del tamiz y el correspondiente valor integrado se representó posteriormente en papel de probabilidad logarítmica. El diámetro de partícula correspondiente a un porcentaje en peso integrado del 50% se obtuvo como el diámetro promedio de partícula (μm) conectando el diagrama en el papel de probabilidad mediante una línea recta.

15 (6) Velocidad de absorción de agua

Se introdujeron 50 g de una solución fisiológica salina al 0,9% en peso cuya temperatura se había ajustado con antelación a 25°C en un vaso de precipitados con un volumen de 100 ml y se agitó a una velocidad de rotación de 600 rpm con la ayuda de una punta de agitación (longitud: 30 mm; diámetro: 8 mm). Se añadieron 2 g de una resina absorbente de agua con agitación. Se midió el tiempo entre la adición de la resina y la desaparición de los vórtices sobre la superficie del líquido debido a la gelificación de la resina absorbente de agua y este tiempo se designó como la velocidad de absorción de agua (segundos).

20 (7) Capacidad de absorción de sangre

25 Se introdujeron 0,5 g de resina absorbente de agua en una bolsa (10 x 20 cm) hecha de un material de nylon tejido de malla 255 (abertura: 57 μm) y la abertura se cerró mediante termosellado. Se introdujeron 100 ml de sangre equina que contenía una solución al 3,2% de citrato de sodio como anticoagulante en una cantidad del 10% en un vaso de precipitados con un volumen de 100 ml y la muestra se sumergió en la sangre equina durante 30 minutos. El valor del hematocrito de la sangre equina fue del 33%. Después de la inmersión, la muestra se suspendió durante 10 minutos para eliminar el exceso de sangre y se midió el peso de la misma. Se utilizó una bolsa de nylon desprovista de resina absorbente de agua como un blanco cuyo peso se midió mediante las mismas operaciones. Se determinó la diferencia de peso entre los dos y se designó este valor como la capacidad de absorción de sangre (g/g) por gramo de peso de la resina absorbente de agua.

30 (8) Propiedades de absorción de sangre

Se introdujo 1,00 g de resina absorbente de agua de forma uniforme en una placa de laboratorio con un diámetro de 5 cm y el mismo tipo de sangre equina (10 g) que la descrita anteriormente se alimentó rápidamente gota a gota con una pipeta. Después de la alimentación gota a gota, se observó visualmente el estado de la sangre equina absorbida por la resina absorbente de agua, se midió el tiempo hasta la absorción de toda la cantidad y este tiempo se designó como el primer tiempo de absorción (segundos). Diez minutos más tarde, se administraron otros 10 g de sangre equina gota a gota de la misma manera, se midió el tiempo hasta la absorción de toda la cantidad y este tiempo se designó como el segundo tiempo de absorción (segundos).

35 (9) Propiedades de absorción de heces artificiales

Se introdujeron uniformemente 0,6 g de resina absorbente de agua en una placa de laboratorio con un diámetro de 5 cm y se alimentó rápidamente gota a gota yogur con una viscosidad de 760 mPa.s (condiciones de medición de la viscosidad: viscosímetro de tipo B, rotor N.º 3, velocidad de rotación 30 rpm) con una pipeta como heces artificiales en una cantidad de 6 g. Después de la alimentación gota a gota, se observó visualmente el estado del yogur absorbido por la resina absorbente de agua. Según los resultados de la evaluación de las propiedades de absorción de heces artificiales mostradas en la tabla de la figura 3, los signos circulares indican casos en los que las heces artificiales se absorbieron sustancialmente por completo por la resina absorbente de agua, los signos triangulares indican casos en los que una pequeña cantidad de heces artificiales permanecían en la superficie de la capa de resina absorbente de agua y los signos de multiplicación indican casos en los que la resina absorbente de agua apenas absorbía materia fecal artificial.

40 (10) Cantidad de reflujo

60 Se fabricó un núcleo absorbente en forma de lámina con un tamaño de 5 x 15 cm tenía un peso de 100 g/m² y comprendía una mezcla uniforme de resina absorbente de agua y pulpa molida (peso específico 6: 4) con una lámina de aire. Se colocó papel tisú en la parte superior e inferior del núcleo absorbente fabricado de este modo, se prensó el conjunto durante 30 segundos bajo un peso de 98 kPa y se colocó una lámina superior hecha de una tela no tejida de polietileno sobre la capa superior, dando lugar a un núcleo absorbente de prueba.

65 La sangre equina (5 ml) descrita anteriormente se dejó caer cerca del centro del núcleo absorbente y se dejó

5 reposar durante 5 minutos. La sangre equina (5 ml) se volvió a dejar caer de nuevo y se dejó reposar durante otros 5 minutos. A continuación, se colocaron cerca del centro diez láminas de papel de filtro (papel de filtro N. 51A de ADVANTEC) que se habían cortado a 5 x 15 cm y pesado de antemano, un peso de 5 kg (tamaño de la superficie inferior: 5 cm longitudinalmente y 15 cm lateralmente) y se mantuvo el peso durante 5 minutos. A continuación, se determinó la cantidad de reflujo (g) se determinó midiendo el peso de la sangre equina absorbida que había fluido de vuelta al papel de filtro.

(EJEMPLO 1)

10 Se introdujeron 70 g de una solución acuosa al 80% en peso de ácido acrílico en un matraz cónico con una capacidad de 500 ml y, a continuación, se neutralizó el 75% molar de ácido acrílico mediante la introducción gota a gota de 111,1 g de una solución acuosa al 21% en peso de hidróxido de sodio con enfriamiento con hielo. A continuación, se añadieron a la solución acuosa resultante de ácido acrílico parcialmente neutralizado 0,084 g de persulfato de potasio como iniciador de polimerización por radicales.

15 Por otra parte, se añadieron 550 ml de *n*-heptano y 0,84 g de monolaurato de sorbitano (nombre comercial registrado: Nonion LP-20R; valor de HLB: 8,6; fabricado por NOF Corporation) como disolvente de hidrocarburo basado en petróleo y un surfactante, respectivamente, a un matraz de fondo redondo cilíndrico de cuatro bocas con una capacidad de 1,5 l equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un embudo de goteo y un tubo de introducción de gas nitrógeno, y el sistema se calentó a 50°C. El monolaurato de sorbitano se disolvió en el *n*-heptano mediante calentamiento y, a continuación, se redujo la temperatura interna a 40°C. Después se añadió la solución acuosa de ácido acrílico parcialmente neutralizado mencionada anteriormente, se preparó una suspensión de fase inversa, se reemplazó el interior del sistema con gas nitrógeno y se llevó a cabo una reacción de polimerización durante 3 horas a 70°C.

25 Se retiró el agua de la mezcla azeotrópica de *n*-heptano y agua mediante el recalentamiento del sistema una vez completada la reacción de polimerización. A continuación, se añadieron 0,2 g de éter diglicídico de etilenglicol como agente de reticulación de superficie y se llevó a cabo una reacción de reticulación. Se obtuvieron 73,6 g de la resina absorbente de agua relacionada con la presente invención calentando y separando por destilación el *n*-heptano y el agua del sistema después de completada la reacción de reticulación.

30 Los siguientes parámetros de la resina absorbente de agua resultante se midieron o evaluaron mediante los procedimientos descritos anteriormente: (1) superficie específica, (2) capacidad de absorción de agua, (3) capacidad de retención de agua, (4) potencia de hinchamiento, (5) diámetro promedio de partícula, (6) velocidad de absorción de agua, (7) capacidad de absorción de sangre, (8) propiedades de absorción de sangre y (9) propiedades de absorción de heces artificiales. El núcleo absorbente descrito anteriormente se fabricó utilizando la resina absorbente de agua resultante y se realizó una evaluación del rendimiento para (10) la cantidad de reflujo. Los resultados se muestran en las tablas de las figuras 2 y 3.

40 (EJEMPLO 2)

Se obtuvieron 72,5 g de resina absorbente de agua mediante el mismo procedimiento que en el ejemplo 1, excepto que el éter diglicídico de etilenglicol añadido como agente de reticulación de superficie después de la polimerización se utilizó en una cantidad de 0,14 g en lugar de 0,2 g.

45 Las características de absorción de la resina absorbente de agua que pertenecen al presente ejemplo se midieron de la misma manera que en el ejemplo 1. Además, se fabricó un núcleo absorbente utilizando esta resina absorbente de agua según el procedimiento descrito anteriormente y la cantidad de reflujo se evaluó como una característica de rendimiento. Los resultados se muestran en las tablas de las figuras 2 y 3.

50 (EJEMPLO 3)

55 Se introdujeron 70 g de una solución acuosa al 80% en peso de ácido acrílico en un matraz cónico con una capacidad de 500 ml y, a continuación, se neutralizó al 75% molar de ácido acrílico mediante la introducción gota a gota de 111,1 g de una solución acuosa al 21% en peso de hidróxido de sodio con enfriamiento con hielo. A continuación, se añadieron a la solución acuosa resultante de ácido acrílico parcialmente neutralizado 0,084 g de persulfato de potasio como iniciador de polimerización por radicales.

60 Por otra parte, se añadieron 550 ml de *n*-heptano y 1,4 g de éster de ácido graso de sacarosa (nombre comercial registrado: Ryoto Sugar Ester S 1170; valor de HLB: 11; fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods) como disolvente de hidrocarburo basado en petróleo y un surfactante, respectivamente, a un matraz de fondo redondo cilíndrico de cuatro bocas con una capacidad de 1,5 l equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un embudo de goteo y un tubo de introducción de gas nitrógeno, y el sistema se calentó a 50°C. El éster de ácido graso de sacarosa se disolvió en el *n*-heptano mediante calentamiento y, a continuación, se redujo la temperatura interna a 40°C. Después se añadió la solución acuosa de ácido acrílico parcialmente neutralizado mencionada anteriormente, se preparó una suspensión de fase inversa, se reemplazó el interior del sistema con gas nitrógeno y se llevó a cabo una reacción de

polimerización durante 3 horas a 70°C.

Se retiró el agua de la mezcla azeotrópica de *n*-heptano y agua mediante el recalentamiento del sistema una vez completada la reacción de polimerización. A continuación, se añadieron 0,24 g de éter diglicídico de etilenglicol como agente de reticulación de superficie y se llevó a cabo una reacción de reticulación. Se obtuvieron 73,0 g de la resina absorbente de agua relacionada con la presente invención calentando y separando por destilación el *n*-heptano y el agua del sistema después de completada la reacción de reticulación.

Se midieron las características de absorción de la resina absorbente de agua resultante de la misma manera que en el ejemplo 1. Se fabricó un núcleo absorbente utilizando esta resina absorbente de agua según el procedimiento descrito anteriormente y se llevó a cabo una evaluación del rendimiento para la cantidad de reflujo. Los resultados se muestran en las tablas de las figuras 2 y 3.

(EJEMPLO 4)

Se introdujeron 70 g de una solución acuosa al 80% en peso de ácido acrílico en un matraz cónico con una capacidad de 500 ml y, a continuación, se neutralizó el 75% molar de ácido acrílico mediante la introducción gota a gota de 111,1 g de una solución acuosa al 21% en peso de hidróxido de sodio con enfriamiento con hielo. A continuación, se añadieron a la solución acuosa resultante de persulfato de potasio (0,084 g) de persulfato de potasio como iniciador de polimerización por radicales.

Por otra parte, se añadieron 550 ml de *n*-heptano y 1,4 g de monoestearato de hexaglicerina (nombre comercial registrado: SY-Glyster MS-500; valor de HLB: 11; fabricado por Sakamoto Yakuhin Kogyo) como disolvente de hidrocarburo basado en petróleo y un surfactante, respectivamente, a un matraz de fondo redondo cilíndrico de cuatro bocas con una capacidad de 1,5 l equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un embudo de goteo y un tubo de introducción de gas nitrógeno, y el sistema se calentó a 50°C. El monoestearato de hexaglicerina se disolvió en el *n*-heptano mediante calentamiento y, a continuación, se redujo la temperatura interna a 40°C. Después se añadió la solución acuosa de ácido acrílico parcialmente neutralizado mencionada anteriormente, se preparó una suspensión de fase inversa, se reemplazó el interior del sistema con gas nitrógeno y se llevó a cabo una reacción de polimerización durante 3 horas a 70°C.

Se retiró el agua de la mezcla azeotrópica de *n*-heptano y agua mediante el recalentamiento del sistema una vez completada la reacción de polimerización. A continuación, se añadieron 0,24 g de éter diglicídico de etilenglicol como agente de reticulación de superficie y se llevó a cabo una reacción de reticulación. Se obtuvieron 73,5 g de la resina absorbente de agua relacionada con la presente invención calentando y separando por destilación el *n*-heptano y el agua del sistema después de completada la reacción de reticulación.

Se midieron las características de absorción de la resina absorbente de agua resultante de la misma manera que en el ejemplo 1. Se fabricó un núcleo absorbente utilizando esta resina absorbente de agua según el procedimiento descrito anteriormente y se llevó a cabo una evaluación del rendimiento para la cantidad de reflujo. Los resultados se muestran en las tablas de las figuras 2 y 3.

(COMPARACIÓN 1)

Se introdujeron 92 g de una solución acuosa al 80% en peso de ácido acrílico en un matraz cónico con una capacidad de 500 ml y, a continuación, se neutralizó el 75% molar de ácido acrílico mediante la introducción gota a gota de 146,0 g de una solución acuosa al 20% en peso de hidróxido de sodio con enfriamiento con hielo. A continuación, se añadieron a la solución acuosa resultante de ácido acrílico parcialmente neutralizado 0,11 g de persulfato de potasio como iniciador de polimerización por radicales.

Por otra parte, se añadieron 550 ml de *n*-heptano y 1,38 g de éster de ácido graso de sacarosa (nombre comercial registrado: Ryoto Sugar Ester 370; valor de HLB: 3; fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods) como disolvente de hidrocarburo basado en petróleo y un surfactante, respectivamente, a un matraz de fondo redondo cilíndrico de cuatro bocas con una capacidad de 1,5 l equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un embudo de goteo y un tubo de introducción de gas nitrógeno, y el sistema se calentó a 50°C. El éster de ácido graso de sacarosa se disolvió en el *n*-heptano mediante calentamiento y, a continuación, se redujo la temperatura interna a 40°C. Después se añadió la solución acuosa de ácido acrílico parcialmente neutralizado mencionada anteriormente, se reemplazó el interior del sistema con gas nitrógeno y se llevó a cabo una reacción de polimerización durante 3 horas a 70°C.

Se retiró el agua de la mezcla azeotrópica de *n*-heptano y agua mediante el recalentamiento del sistema una vez completada la reacción de polimerización. A continuación, se añadieron éter diglicídico de etilenglicol (0,092 g) como agente de reticulación de superficie y se llevó a cabo una reacción de reticulación. Se obtuvo una resina absorbente de agua (100,5 g) calentando y separando por destilación el *n*-heptano y el agua del sistema después de completada la reacción de reticulación.

Se midieron las características de absorción de la resina absorbente de agua resultante de la misma manera que en

el ejemplo 1. Se fabricó un núcleo absorbente utilizando esta resina absorbente de agua según el procedimiento descrito anteriormente y se llevó a cabo una evaluación del rendimiento para la cantidad de reflujo. Los resultados se muestran en las tablas de las figuras 2 y 3.

5 (COMPARACIÓN 2)

Se obtuvieron 72,0 g de resina absorbente de agua mediante el mismo procedimiento que en el ejemplo 1, excepto que el éter diglicídico de etilenglicol añadido como agente de reticulación de superficie después de la polimerización se utilizó en una cantidad de 0,07 g en lugar de 0,2 g.

10 Las características de absorción de la resina absorbente de agua resultante se midieron de la misma manera que en el ejemplo 1. Además, se fabricó un núcleo absorbente utilizando esta resina absorbente de agua según el procedimiento descrito anteriormente y la cantidad de reflujo se evaluó como una característica de rendimiento. Los resultados se muestran en las tablas de las figuras 2 y 3.

15 (COMPARACIÓN 3)

20 Se introdujeron 70 g de una solución acuosa al 80% en peso de ácido acrílico en un matraz cónico con una capacidad de 500 ml y, a continuación, se neutralizó el 75% molar de ácido acrílico mediante la introducción gota a gota de 159,4 g de una solución acuosa al 14,6% en peso de hidróxido de sodio con enfriamiento con hielo. A continuación, se añadieron 0,14 g de *N,N'*-metilbisacrilamida y 0,07 g de persulfato amónico y 0,018 g de hidrogenosulfito de sodio como agente de reticulación e iniciadores de la polimerización redox, respectivamente, a la solución acuosa resultante de ácido acrílico parcialmente neutralizado.

25 A continuación, la solución acuosa parcialmente neutralizada de ácido acrílico se añadió a un matraz cilíndrico de fondo redondo de cuatro bocas, con una capacidad de 1,5 l equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un embudo de goteo y un tubo de introducción de gas nitrógeno, el interior del sistema se sustituyó por gas nitrógeno y se llevó a cabo una reacción de polimerización durante 3 horas a 70°C. Se obtuvieron 72,3 g de una resina absorbente de agua por secado y pulverización del polímero resultante.

30 Se midieron las características de absorción de la resina absorbente de agua resultante de la misma manera que en el ejemplo 1. Se fabricó un núcleo absorbente utilizando esta resina absorbente de agua según el procedimiento descrito anteriormente y se llevó a cabo una evaluación del rendimiento para la cantidad de reflujo. Los resultados se muestran en las tablas de las figuras 2 y 3.

35 [EVALUACIÓN]

40 Un análisis de las tablas de las figuras 2 y 3 indica que la resina absorbente de agua de la presente invención exhibe excelentes propiedades de absorción en relación con los líquidos viscosos que contienen polímeros. Específicamente, puede observarse que puede establecerse una velocidad de absorción alta en relación con los líquidos viscosos que contienen polímeros y que el líquido absorbido, una vez absorbido, fluye mínimamente hacia el exterior, incluso cuando se aplica una carga. Por consiguiente, el núcleo absorbente que utiliza la resina absorbente de agua de la presente invención se puede utilizar con éxito en el campo de productos higiénicos personales, particularmente compresas higiénicas, tampones, pañales desechables y otros artículos absorbentes desechables, o en aplicaciones tales como artículos absorbentes de sangre para utilizaciones médicas o similares.

45

REIVINDICACIONES

- 5 1. Resina absorbente de agua en partículas adecuada para absorber líquidos viscosos que contienen polímeros que se seleccionan entre sangre, fluido corporal que contiene sangre, heces acuosas y otros tipos de materia fecal,
- 10 en la que la resina es un ácido poliacrílico parcialmente neutralizado, en la que la resina tiene un diámetro promedio de partícula de 50 a 500 μm , incluyendo la resina partículas de resina que tienen diámetros entre 180 μm y 355 μm , teniendo la resina una superficie específica no inferior a 0,05 m^2/g cuando se mide para las partículas de resina que tienen diámetros entre 180 μm y 355 μm mediante una técnica multietapa BET que utiliza gas criptón como gas de adsorción, tal como se describe en la sección de la descripción titulada "(1) Superficie específica,
- 15 en la que la resina está reticulada, en la que la resina tiene una capacidad de retención de agua de 5 a 30 g/g para el 0,9% en peso de solución salina fisiológica con una fuerza centrífuga de 167 G, tal como se describe en la sección de la descripción titulada "(3) Capacidad de retención de agua",
- 20 en la que 0,02 g de la resina absorbente de agua presentan una potencia de hinchamiento de no menos de 5 N (newtons) al cabo de 60 segundos después de comenzar a absorber la solución salina fisiológica al 0,9% en peso, tal como se describe en la sección de la descripción titulada "(4) Potencia de hinchamiento", y
- 25 en la que la resina se produce mediante un proceso que comprende neutralizar parcialmente un ácido acrílico como monómero en una solución acuosa alcalina, estando la cantidad del monómero en la solución acuosa comprendida entre el 20% en peso y la concentración de saturación; añadir un iniciador de la polimerización de radicales a la solución acuosa que contiene el monómero parcialmente neutralizado; preparar un medio de dispersión mediante la adición de un surfactante a un disolvente hidrocarburo a base de petróleo; polimerizar el monómero mediante
- 30 polimerización en suspensión en fase inversa que incluye añadir al medio de dispersión la solución acuosa que contiene el monómero parcialmente neutralizado y el iniciador de polimerización de radicales para preparar una suspensión de fase inversa y calentar la suspensión preparada de este modo para formar partículas de resina de ácido poliacrílico; y someter las partículas de resina resultantes a reticulación superficial añadiendo a la suspensión un agente de reticulación superficial en una cantidad del 0,005% molar al 1% molar con relación a la cantidad total de monómero.
- 35 2. Resina absorbente de agua en partículas, según la reivindicación 1, en la que 0,02 g de la resina absorbente de agua exhiben una potencia de hinchamiento de no más de 15 N (newtons) al cabo de 60 segundos después de comenzar a absorber la solución salina fisiológica al 0,9% en peso, tal como se describe en la sección de la descripción titulada "(4) Potencia de hinchamiento".
- 40 3. Núcleo absorbente que comprende una combinación de una resina absorbente de agua en partículas, según la reivindicación 1 ó 2 y un producto fibroso.
4. Núcleo absorbente, según la reivindicación 3, en el que la relación en peso de la resina absorbente de agua y el producto fibroso varía de 1:9 a 9:1.
- 45 5. Artículo absorbente que comprende una lámina permeable a líquidos, una lámina impermeable a líquidos y un núcleo absorbente, según la reivindicación 3 ó 4, dispuesta entre ellas.
6. Artículo absorbente, según la reivindicación 5, que es una compresa higiénica, un pañal desechable u otro producto de higiene personal.
- 50 7. Utilización del artículo absorbente, según la reivindicación 5 ó 6, para absorber un líquido, tal como sangre menstrual y heces acuosas.

FIG. 1

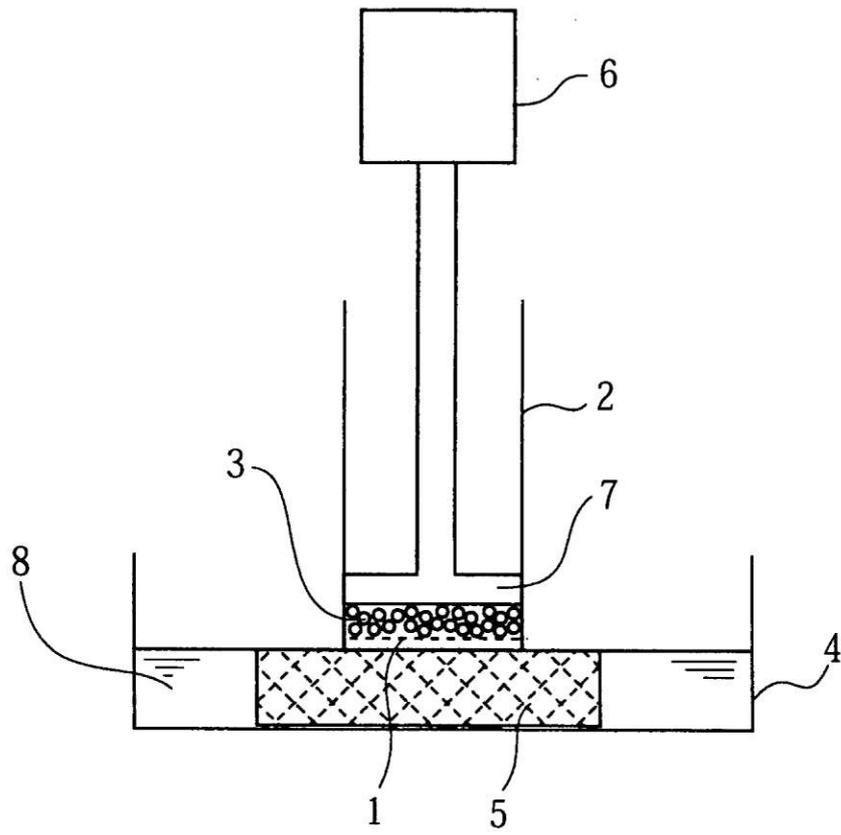


FIG. 2

	Superficie específica (m ² /g)	Capacidad de absorción de agua (g/g)	Capacidad de retención de agua (g/g)	Potencia de hinchamiento (N)	Diámetro promedio de partícula (μm)	Velocidad de absorción (s)
Ejemplo 1	0,148	48	20	8,6	245	4
Ejemplo 2	0,148	55	28	6,5	220	4
Ejemplo 3	0,210	32	17	8,2	197	3
Ejemplo 4	0,180	33	18	8,8	205	2
Comparación 1	0,042	60	40	3,9	195	25
Comparación 2	0,148	60	35	4,6	235	3
Comparación 3	0,027	42	22	4,1	345	35

FIG. 3

	Capacidad de absorción de sangre (g/g)	Propiedades de absorción de sangre (s)		Propiedades de absorción heces artificiales	Cantidad de reflujo (g)
		Primero	Segundo		
Ejemplo 1	35	27	82	○	0,8
Ejemplo 2	32	33	98	○	1,0
Ejemplo 3	38	21	75	○	0,7
Ejemplo 4	38	25	77	○	0,7
Comparación 1	4	600 o más	—	×	4,2
Comparación 2	15	87	515	△	3,2
Comparación 3	15	600 o más	—	×	3,0