

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 646 127**

51 Int. Cl.:

C08F 2/32 (2006.01)

A61F 13/49 (2006.01)

A61F 13/53 (2006.01)

C08F 8/00 (2006.01)

C08F 20/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.11.2014 PCT/JP2014/079247**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.01.2016 WO16006134**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.11.2014 E 14893695 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.09.2017 EP 2998325**

54 Título: **Resina hidroabsorbente y artículo absorbente**

30 Prioridad:

11.07.2014 JP 2014143719

31.10.2014 JP 2014223726

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

12.12.2017

73 Titular/es:

SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.

(100.0%)

346-1, Miyanishi Harima-cho Kako-gun

Hyogo 675-0145, JP

72 Inventor/es:

HINAYAMA, TETSUHIRO;

MURAKAMI, MASAHIRO;

YABUGUCHI, HIROKI y

YOKOYAMA, HIDEKI

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 646 127 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 hidroabsorbente y artículo absorbente

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una resina hidroabsorbente y a un artículo absorbente y, más específicamente, se refiere a una resina hidroabsorbente que forma un material absorbente usado adecuadamente para materiales higiénicos tales como pañales desechables, compresas higiénicas y pañales para incontinencia y a un artículo absorbente que incluye la hidroabsorbente.

Técnica anterior

10 Las resinas hidroabsorbentes se han usado ampliamente en el campo de los materiales higiénicos, tales como pañales desechables, compresas higiénicas y pañales para incontinencia, al utilizar las características de las resinas hidroabsorbentes de que grandes cantidades de líquidos acuosos, por ejemplo, fluidos corporales tales como orina, sangre y sudor humanos, son rápidamente absorbidos y que los líquidos una vez absorbidos no se liberan incluso bajo cargas.

15 Por ejemplo, productos reticulados de polímeros parcialmente neutralizados se prefieren como resinas hidroabsorbentes debido a que tienen muchas ventajas, incluyendo las siguientes: tienen mejor comportamiento de hidroabsorción; sus materias primas tales como ácido acrílico tienen fácil disponibilidad industrial, y por lo tanto se pueden producir con calidad estable y bajo coste; no muestran desventajas tales como en las que es probable que se produzca descomposición; y son productos más seguros.

20 Se requiere que estas resinas hidroabsorbentes tengan un mejor comportamiento de hidroabsorción. Específicamente, se requiere que tengan una capacidad absorbente de líquido, una velocidad de hidroabsorción, una fuerza de succión de líquido, una capacidad de hidroabsorción bajo una carga, una resistencia a la gelificación, etc. apropiadas. Además de este comportamiento de hidroabsorción, desde el punto de vista de ser usado en artículos absorbentes que requieran limpieza, tales como pañales y artículos higiénicos, se requiere que se decoloren menos y que se decoloren poco con el paso del tiempo. Esto es, las resinas hidroabsorbentes tienen los problemas de que amarillean o pardean fácilmente por factores externos, tales como calor y humedad, durante el almacenamiento. En particular, en el campo de los materiales higiénicos, si una resina hidroabsorbente en un artículo absorbente, tal como un pañal desechable o una compresa higiénica, se decolora, el valor comercial del artículo disminuye significativamente. Por lo tanto, se requiere que la resina hidroabsorbente se decolore poco incluso después del almacenamiento bajo un ambiente duro.

35 Ejemplos de la técnica para preparar una resina hidroabsorbente que tenga mejor comportamiento de hidroabsorción incluyen un método para producir una resina hidroabsorbente al mezclar una resina hidroabsorbente que contiene grupos carboxilo y una pluralidad de agentes de reticulación que tienen diferentes parámetros de solubilidad y calentar la mezcla (véase el Documento de patente 1), un método para producir partículas de resina hidroabsorbente mediante polimerización usando un iniciador de la polimerización por radicales azoicos hidrosoluble en presencia de un compuesto glicidílico multivalente como un agente de reticulación interna (véase el Documento de patente 2) y un método para producir una resina hidroabsorbente al realizar una reacción de polimerización en presencia de un compuesto diamínico o su sal y realizar una reacción de reticulación al añadir un agente de reticulación después de la polimerización (véase el Documento de patente 3). Ejemplos de la resina hidroabsorbente que tiene un efecto preventivo de la decoloración incluyen una composición polimérica muy hidroabsorbente compuesta por un polímero muy hidroabsorbente y un compuesto de organofosfato o sus sal (véase el Documento de patente 4), una composición de agente hidroabsorbente que incluye un polímero reticulado ácido que se hincha con agua, un polímero reticulado básico que se hincha con agua y un agente preventivo de la decoloración y/o un antioxidante y/o un compuesto de boro (véase el Documento de patente 5) y una composición de agente hidroabsorbente que incluye una resina hidroabsorbente, un ácido carboxílico orgánico y/o su sal (véase el Documento de patente 6).

50 Documento de patente 1: Solicitud de Patente Japonesa No Examinada, Publicación N° H6-184320

Documento de patente 2: Solicitud de Patente Japonesa No Examinada, Publicación N° 2006-176570

Documento de patente 3: Publicación Internacional PCT N° WO2008/13339

55 Documento de patente 4: Solicitud de Patente Japonesa No Examinada, Publicación N° H5-86251

Documento de patente 5: Solicitud de Patente Japonesa No Examinada, Publicación N° 2000-230129

Documento de patente 6: Solicitud de Patente Japonesa No Examinada, Publicación N° 2000-327926

5 El documento EP0288865 detalla polímeros hidroabsorbentes que contienen pequeñas cantidades de oligómeros extraíbles con agua o solución salina fisiológica y un método para la producción de los mismos. Un método para la producción de resinas hidroabsorbentes a partir de monómeros etilénicamente insaturados se divulga en el documento JP2012236898 que utiliza un iniciador de la polimerización radicalica, mientras que el documento WO03/059961 detalla un método para la prevención de una resina hidroabsorbente obtenida usando un ácido carboxílico insaturado como un monómero esencial. Una composición de resina hidroabsorbente que contiene un agente quelante aminoacético, adecuada para resistencia a la orina, se divulga en el documento US6469080 y el documento WO2006109882 detalla un agente hidroabsorbente que tiene ciertas propiedades tales como una permeabilidad bajo presión de entre 50 y 100%. Un agente hidroabsorbente particular compuesto principalmente por una resina hidroabsorbente basada en poli(ácido acrílico) o poli(acrilato) se detalla en el documento US2009275470 y el documento EP0942014 divulga una resina hidrófila y un artículo absorbente, presentando tanto la resina como el artículo menos decoloración cuando se conserva durante un período de tiempo prolongado.

15 **Divulgación de la invención**

Problemas a resolver por la invención

20 La presente invención se ha propuesto en vista de las situaciones precedentes, y tiene el objeto de proporcionar una resina hidroabsorbente que tenga mejor comportamiento de hidroabsorción y que esté protegida de la decoloración antes y después del almacenamiento durante un tiempo prolongado bajo alta temperatura y alta humedad y un artículo absorbente que incluya la resina absorbente.

Medios para resolver los problemas

(1) La presente invención proporciona una resina hidroabsorbente según la reivindicación 1, satisfaciendo la resina hidroabsorbente todas las propiedades siguientes:

25 (A) una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica de 55 g/g o más, una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa de 15 ml/g o más, y un contenido de monómero residual de 300 ppm o menos; y

(B) un índice de amarillez de 5,0 o menos y una relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después de dejar durante 10 días bajo 70°C y 90% de HR de 10 o menos.

30 (2) La presente invención también proporciona la resina hidroabsorbente según el aspecto (1), en donde el monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en ácido (met)acrílico o sus sales, (met)acrilamida y N,N-dimetilacrilamida.

(3) La presente invención también proporciona la resina hidroabsorbente según el aspecto (1) o (2), que tiene un diámetro de partícula mediano de 100 a 600 μm .

35 (4) La presente invención también proporciona una resina hidroabsorbente preparada al combinar adicionalmente un compuesto de ácido aminocarboxílico en la resina hidroabsorbente según uno cualquiera de los aspectos (1) a (3).

40 (5) La presente invención también proporciona la resina hidroabsorbente según el aspecto (4), en donde el compuesto de ácido aminocarboxílico es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en ácido dietilentriaminopentaacético, ácido trietilentetraminohexaacético, ácido trans-1,2-diaminociclohexanotetraacético, ácido etilendiaminotetraacético y sales de los mismos.

(6) La presente invención proporciona un artículo absorbente que comprende la resina hidroabsorbente según uno cualquiera de los aspectos (1) a (5).

Efectos de la invención

45 La presente invención puede proporcionar una resina hidroabsorbente que tenga mejor comportamiento de hidroabsorción y que esté protegida de la decoloración antes y después del almacenamiento durante un tiempo prolongado bajo alta temperatura y alta humedad y un artículo absorbente que incluya la resina absorbente.

Breve descripción de los dibujos

[Fig. 1] Un diagrama modélico que muestra la disposición esquemática de un aparato para medir, en una resina hidroabsorbente, una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa

Modo preferido para llevar a cabo la invención

5 La presente invención se describirá con detalle posteriormente.

1. Resina hidroabsorbente

La resina hidroabsorbente según la presente invención tiene las siguientes propiedades.

10 Esto es, la resina hidroabsorbente según la presente invención se prepara al polimerizar un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en presencia de un agente de reticulación interna y realizar una posreticulación con un agente de posreticulación. La resina hidroabsorbente satisface todas las propiedades siguientes:

15 (A) una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica de 55 g/g o más, una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa de 15 ml/g o más y un contenido de monómero residual de 300 ppm o menos; y

(B) un índice de amarillez de 5,0 o menos y una relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después de dejar durante 10 días bajo 70°C y 90% de HR de 10 o menos.

(A) Comportamiento de hidroabsorción

20 La resina hidroabsorbente según la presente invención tiene una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica de 55 g/g o más. La capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica se refiere a la masa de solución salina fisiológica que puede ser absorbida por una resina hidroabsorbente por unidad de masa e indica el grado de capacidad absorbente de líquido de la resina hidroabsorbente. La resina hidroabsorbente según la presente invención tiene una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica de 55 g/g o más, preferiblemente 58 g/g o más, más preferiblemente 60 g/g o más y aún más preferiblemente 62 g/g o más, según esto el artículo absorbente al que se aplica la resina hidroabsorbente puede tener un gran volumen de absorción. Puesto que una capacidad de hidroabsorción demasiado alta tiende a incrementar la sensación viscosa después de la hidroabsorción, el límite superior de la capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica es preferiblemente 100 g/g o menos, más preferiblemente 90 g/g o menos, aún más preferiblemente 85 g/g o menos, y todavía más preferiblemente 80 g/g o menos.

30 La resina hidroabsorbente según la presente invención tiene una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa de 15 ml/g o más, preferiblemente 18 ml/g o más y más preferiblemente 20 ml/g o más. En general, cuando se aplica una presión a un material absorbente que incluye una resina hidroabsorbente (por ejemplo, cuando un niño que lleva un pañal para el que se ha empleado el material absorbente se sienta inmediatamente después de la micción), la cantidad rezumada de líquido absorbido tiende a incrementarse. Esto significa que una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa superior reduce la cantidad rezumada cuando se aplica una presión a un material higiénico que contiene la resina hidroabsorbente. La capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa es preferiblemente 50 ml/g o menos y más preferiblemente 40 ml/g o menos.

40 La resina hidroabsorbente según la presente invención tiene un contenido de monómero residual de 300 ppm o menos, preferiblemente 200 ppm o menos, más preferiblemente 150 ppm o menos, aún más preferiblemente 100 ppm o menos y aún más preferiblemente 80 ppm o menos. En una resina polimerizada, puede quedar un monómero sin reaccionar. Cuando se usa una resina hidroabsorbente como una materia prima de un material higiénico, el residuo tiene una posibilidad de afectar adversamente a la piel del usuario, tal como provocando un sarpullido. Según esto, es deseable reducir tanto como sea posible el contenido de monómero residual en una resina polimerizada.

(B) Índice de amarillez y relación del cambio del índice de amarillez

50 La resina hidroabsorbente según la presente invención tiene un índice de amarillez de 5,0 o menos y una relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después de dejarla durante 10 días bajo 70°C y 90% de HR de 10 o menos.

El índice de amarillez se puede medir con un medidor de la diferencia de color del que los índices tricromáticos, X, Y y Z, se corregían con una hoja blanca para la calibración. A partir de los X, Y y Z de la resina hidroabsorbente de un objeto medido, se puede calcular el índice de amarillez (valor YI) mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Índice de amarillez} = 100 (1,28X - 1,06Z)/Y.$$

5 La resina hidroabsorbente según la presente invención tiene un índice de amarillez de 5,0 o menos, que es más blanco que una resina convencional, calculado en la medida del índice de amarillez (valor YI) según se describe anteriormente. Cuando un artículo absorbente, tal como un pañal o un artículo higiénico, se fabrica usando una resina hidroabsorbente, la blancura de su apariencia externa da una impresión limpia al usuario y puede mejorar el valor comercial de un artículo absorbente.

10 Además, según se describe anteriormente, la resina hidroabsorbente según la presente invención tiene un índice de amarillez de 5,0 o menos y una relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después de dejarla durante 10 días bajo 70°C y 90% de HR de 10 o menos.

15 En general, si la resina hidroabsorbente en un artículo absorbente tal como una compresa higiénica se decolora, el valor comercial del artículo absorbente disminuye significativamente. Según esto, se requiere que la resina hidroabsorbente que se va a aplicar a un artículo absorbente esté protegida de la decoloración con el paso del tiempo, aun cuando la resina se almacene bajo un ambiente duro de alta temperatura y alta humedad, tal como el interior de un almacén en verano.

20 En la resina hidroabsorbente según la presente invención, según se describe anteriormente, la capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica es 55 g/g o más; la capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa es 15 ml/g o más; el contenido de monómero residual es 300 ppm o menos; el índice de amarillez es 5,0 o menos; y la relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después de dejarla durante 10 días bajo 70°C y 90% de HR es 10 o menos. Esto es, la resina hidroabsorbente según la presente invención muestra una alta capacidad de hidroabsorción bajo condiciones tanto sin carga como con carga y tiene un contenido de monómero residual significativamente reducido y por lo tanto está protegida de la decoloración antes y después del almacenamiento durante un tiempo prolongado bajo alta temperatura y alta humedad (70°C, 90% de HR). El índice de amarillez después del almacenamiento durante 10 días bajo 70°C y 90% de HR es preferiblemente 8 o menos, más preferiblemente 6 o menos y aún más preferiblemente 4 o menos. La relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después del almacenamiento durante 14 días bajo 70°C y 90% de HR es preferiblemente 20 o menos and más preferiblemente 17 o menos. Por otra parte, la relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después del almacenamiento durante 21 días bajo 70°C y 90% de HR es preferiblemente 30 o menos y más preferiblemente 25 o menos.

35 (C) Diámetro de partícula mediano

La resina hidroabsorbente según la presente invención tiene preferiblemente un diámetro de partícula mediano de 100 a 600 μm . Esta resina hidroabsorbente tiene preferiblemente un diámetro de partícula mediano de 200 a 500 μm , más preferiblemente de 250 a 450 μm y aún más preferiblemente de 300 a 400 μm . En la resina hidroabsorbente según la presente invención, la cantidad de partículas de resina gruesas es relativamente bajo al formar el diámetro de partícula mediano dentro de un intervalo de 100 a 600 μm , y la propiedad formativa de un material absorbente tal como un material higiénico, por ejemplo, un pañal, es alta. Según esto, la resina hidroabsorbente can se puede usar adecuadamente como un material higiénico, por ejemplo. Además, la resina hidroabsorbente que satisface este intervalo numérico puede evitar, por ejemplo, una reducción de la resistencia a la aglomeración de partículas secundarias y una reducción en la velocidad de absorción.

45 Las partículas de la resina hidroabsorbente pueden estar en un estado de partículas individuales o un estado aglomerado (partículas secundarias) de partículas más pequeñas (partículas primarias). Ejemplos de la conformación de la partícula primaria incluyen conformaciones sustancialmente esféricas, irregularmente pulverizadas y laminares. Cuando las partículas primarias se fabrican mediante polimerización en suspensión en fase inversa, las partículas tienen, por ejemplo, una conformación de partículas individuales sustancialmente esféricas que tiene una superficie lisa, tal como una conformación esférica u ovalada. En las partículas primarias en estas conformaciones, la conformación superficial es lisa, lo que da una fluidez mejorada como un polvo y también permite que las partículas aglomeradas se empaqueten densamente de forma fácil. Por consiguiente, la resina hidroabsorbente, aunque reciba un choque, se rompe difícilmente y tiene gran resistencia de partícula.

55 La capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica, la capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa, el contenido de monómero residual, el índice de amarillez (prueba de decoloración) y el diámetro de partícula mediano de la resina hidroabsorbente descrita anteriormente se pueden medir todos mediante los métodos descritos en la Ejemplos posteriormente.

60

A fin de impartir diversas propiedades a la resina hidroabsorbente resultante, un aditivo correspondiente al propósito se puede combinar para proporcionar una composición de resina hidroabsorbente. Ejemplos de este aditivo incluyen polvos inorgánicos, tensioactivos, agentes oxidantes, agentes reductores, inhibidores de cadena radicálicos, antioxidantes, agentes antibacterianos y desodorantes. Por ejemplo, la fluidez de una resina hidroabsorbente se puede mejorar al añadir de 0,05 a 5 partes en masa de sílice amorfa como un polvo inorgánico a 100 partes en masa de la resina hidroabsorbente.

2. Método para producir resina hidroabsorbente

La resina hidroabsorbente según la presente invención se puede fabricar al polimerizar un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en presencia de un agente de reticulación interna.

La polimerización de un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble se realiza mediante un método de polimerización típico, tal como polimerización en solución acuosa, polimerización en emulsión o polimerización en suspensión en fase inversa. La polimerización en solución acuosa se realiza al calentar una solución acuosa de un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble con agitación según sea necesario. La polimerización en suspensión en fase inversa se realiza al calentar un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble con agitación en un medio de dispersión hidrocarbonado. En la presente invención, desde el punto de vista de poder controlar estrictamente la reacción de polimerización y controlar ampliamente el diámetro de partícula, se prefiere la polimerización en suspensión en fase inversa.

En cuanto a la resina hidroabsorbente según la presente invención, un ejemplo del método de producción se describirá posteriormente.

Un método para producir a resina hidroabsorbente mediante la polimerización en suspensión en fase inversa de un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en un medio de dispersión hidrocarbonado como un ejemplo del método para producir la resina hidroabsorbente según la presente invención comprende, para un ejemplo concreto, un paso de realizar la polimerización en presencia de un agente de reticulación interna y en presencia de al menos un compuesto azoico y un peróxido, y un paso de posreticulación del producto de gel hidratado que tiene una estructura de reticulación interna obtenida mediante la polimerización con un agente de posreticulación.

Paso de polimerización

Monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble

Monómeros etilénicamente insaturados hidrosolubles incluyen, por ejemplo, ácido (met)acrílico ("(met)acri" se refiere en la presente tanto a "acri" como a "metacri". Lo mismo se aplicará posteriormente en la presente) y sales del mismo; ácido 2-(met)acrilamido-2-metilpropanosulfónico y sales del mismo; monómeros no iónicos tales como (met)acrilamida, N,N-dimetil(met)acrilamida, (met)acrilato de 2-hidroxietilo, N-metilol(met)acrilamida, mono(met)acrilato de polietilenglicol; monómeros insaturados que contienen grupos amino tales como (met)acrilato de N,N-dietilaminoetilo, (met)acrilato de N,N-dietilaminopropilo, dietilaminopropil(met)acrilamida y compuestos cuaternarios de la misma. Entre estos monómeros etilénicamente insaturados hidrosolubles, se prefieren el ácido (met)acrílico o las sales del mismo, la (met)acrilamida, la N,N-dimetilacrilamida en vista de la fácil disponibilidad industrial, y se prefieren más el ácido (met)acrílico y las sales del mismo. Nótese que estos monómeros etilénicamente insaturados hidrosolubles se pueden usar solos o en combinación de dos o más.

Entre estos monómeros, el ácido acrílico y sus sales se usan ampliamente como las materias primas para resinas hidroabsorbentes. Estas sales de ácido acrílico parcialmente neutralizadas también se pueden copolimerizar con otro monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble descrito anteriormente. En este caso, la cantidad de las sales de ácido acrílico parcialmente neutralizadas usadas como un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble principal es preferiblemente de 70 a 100% en moles basada en la cantidad total de los monómeros etilénicamente insaturados hidrosolubles.

El monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en una forma de una solución acuosa se dispersa en un medio de dispersión hidrocarbonado, y la dispersión se somete a polimerización en suspensión en fase inversa. Un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en forma de una solución acuosa puede incrementar la eficacia de dispersión en un medio de dispersión hidrocarbonado. La concentración del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en la solución acuosa está preferiblemente en un intervalo de 20% en masa hasta la concentración de saturación o menos. Puesto que la velocidad de polimerización en presencia de un compuesto azoico tiende a incrementar, desde el punto de vista de evitar un almacenamiento de calor excesivo, la concentración del monómero es preferiblemente 55% en masa o menos, más preferiblemente 50% en masa o menos y aún más preferiblemente 45% en masa o menos. Por otra parte, para mantener una productividad satisfactoria, la concentración del monómero es preferiblemente 25% en masa o más, más preferiblemente 28% en masa o más y aún más preferiblemente 30% en masa o más.

5 Cuando un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble tiene un grupo ácido como ácido (met)acrílico, ácido 2-(met)acrilamido-2-metilpropanosulfónico, los que tienen el grupo ácido preneutralizado con un neutralizador alcalino se pueden usar si se desea. Estos neutralizadores alcalinos incluyen sales de metales alcalinos tales como hidróxido sódico, carbonato sódico, hidrogenocarbonato sódico, hidróxido potásico, carbonato potásico, amoníaco y similares. Además, estos neutralizadores alcalinos se pueden usar en la forma de una solución acuosa a fin de simplificar los procedimientos de neutralización. Nótese que los susodichos neutralizadores alcalinos se pueden usar solos o en una combinación de dos o más.

10 El grado de neutralización de un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble con un neutralizador alcalino generalmente es preferiblemente de 10 a 100% en moles para todos los grupos ácidos del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble, más preferiblemente de 30 a 90% en moles, aún más preferiblemente de 40 a 85% en moles y todavía más preferiblemente de 50 a 80% en moles, a fin de mejorar el comportamiento de hidroabsorción al incrementar la presión osmótica de la resina hidroabsorbente resultante y evitar la presencia de problemas tales como un problema en la seguridad debido a la presencia de una cantidad excesiva de un neutralizador alcalino.

15 Agente de reticulación interna

20 Ejemplos del agente de reticulación interna incluyen agentes de reticulación interna que pueden reticular el polímero de monómeros etilénicamente insaturados hidrosolubles que se va a usar, incluyendo, por ejemplo, poliésteres insaturados obtenidos al hacer reaccionar un poliol incluyendo un diol y un triol tal como (poli)etilenglicol ("poli") se refiere a un caso en el que existe un prefijo "poli" y a un caso en el que el prefijo no existe. Lo mismo se aplicará posteriormente en la presente.), (poli)propilenglicol, 1,4-butanodiol, trimetilolpropano y (poli)glicerina, con un ácido insaturado tal como ácido (met)acrílico, ácido maleico y ácido fumárico; bisacrilamidas tales como N,N-metilenbisacrilamida; ésteres de ácido di(met)acrílico o ésteres de ácido tri(met)acrílico obtenidos al dejar reaccionar poliepóxido con ácido (met)acrílico; ésteres carbamílicos de ácido di(met)acrílico obtenidos al dejar reaccionar poliisocianato tal como diisocianato de tolieno, diisocianato de hexametileno con ácido (met)acrilato de hidroxietilo; compuestos que tienen dos o más grupos insaturados polimerizables, por ejemplo, almidón alilado, celulosa alilada, ftalato de dialilo, isocianato de N,N,N"-trialilo, divinilbenceno y similares; compuestos poliglicídlicos, por ejemplo, compuestos diglicídlicos tales como éter diglicídlico de (poli)etilenglicol, éter diglicídlico de (poli)propilenglicol, éter diglicídlico de (poli)glicerina, compuestos triglicídlicos y similares; compuestos de epihalohidrina tales como epiclorhidrina, epibromhidrina, α -metilepiclorhidrina; compuestos que tienen dos o más grupos funcionales reactivos, por ejemplo, compuestos de isocianato tales como diisocianato de 2,4-tolileno, diisocianato de hexametileno; compuestos de oxetano tales como 3-metil-3-oxetanometanol, 3-etil-3-oxetanometanol, 3-butil-3-oxetanometanol, 3-metil-3-oxetanoetanol, 3-etil-3-oxetanoetanol, 3-butil-3-oxetanoetanol. Entre estos agentes de reticulación interna, se usan preferiblemente compuestos poliglicídlicos, y se usan de forma particularmente preferible compuestos diglicídlicos tales como éter diglicídlico de (poli)etilenglicol, éter diglicídlico de (poli)propilenglicol, éter diglicídlico de (poli)glicerina. Estos agentes de reticulación interna se pueden usar solos o en una combinación de dos o más.

40 La cantidad usada del agente de reticulación interna es preferiblemente de 0,000001 a 0,02 moles, más preferiblemente de 0,00001 a 0,01 moles, aún más preferiblemente de 0,00001 a 0,005 mol y todavía más preferiblemente de 0,00005 a 0,002 moles, basada en 1 mol del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble, desde el punto de vista de la reducción de la propiedad hidrosoluble mediante la reticulación apropiada en el polímero resultante para mostrar un comportamiento de hidroabsorción suficiente.

45 Medio de dispersión hidrocarbonado

50 Ejemplos del medio de dispersión hidrocarbonado incluyen hidrocarburos alifáticos que tienen de 6 a 8 átomos de carbono, 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. Entre estos medios de dispersión hidrocarbonados, en particular, el n-hexano, el n-heptano y el ciclohexano se usan adecuadamente desde el punto de vista de una disponibilidad industrial fácil, una calidad estable y un bajo coste. Estos medios de dispersión hidrocarbonados se pueden usar solos o en combinación de dos o más de los mismos. Como ejemplos de la mezcla del medio de dispersión hidrocarbonado, también se pueden usar productos disponibles comercialmente, tales como el heptano EXXSOL (fabricado por Exxon Mobil Corporation, contenido de hidrocarburo: de 75 a 85% en masa de heptano y sus isómeros), para dar resultados adecuados.

60 La cantidad usada del medio de dispersión hidrocarbonado es preferiblemente de 100 a 1500 partes en masa y más preferiblemente de 200 a 1400 partes en masa basada en 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en la primera etapa, desde el punto de vista de dispersar uniformemente el monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble y el control fácil de la temperatura de polimerización. Nótese que la polimerización en suspensión en fase inversa se realiza en una etapa (una sola etapa) o multietapa de dos o más etapas según se describe posteriormente. La anteriormente descrita polimerización de la primera etapa se refiere a una polimerización en una sola etapa o a la reacción de polimerización de la primera etapa en la polimerización multietápica (lo mismo se aplicará posteriormente en la presente).

Estabilizador de la dispersión

Tensioactivo

- 5 En la polimerización en suspensión en fase inversa, a fin de mejorar la estabilidad de la dispersión del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en un medio de dispersión hidrocarbonado, se puede usar un estabilizador de la dispersión. El estabilizador de la dispersión puede ser un tensioactivo.

10 Ejemplos utilizables del tensioactivo incluyen ésteres de ácido graso de sacarosa, ésteres de ácido graso de poliglicerina, ésteres de ácido graso de sorbitano, ésteres de ácido graso de polioxietilensorbitano, ésteres de ácido graso de polioxietilenglicerina, ésteres de ácido graso de sorbitol, ésteres de ácido graso de polioxietilensorbitol, polioxietilen-alquil-éteres, polioxietilentalquil-fenil-éteres, aceite de ricino polioxietilénico, aceite de ricino hidrogenado polioxietilénico, éteres polioxietilénicos condensados al alquil-alil-formaldehído, copolímeros de bloques de polioxietileno-polioxipropileno, polioxietileno-polioxipropil-alquil-éteres, ésteres de ácido graso de polietilenglicol, alquil-glucósidos, N-alquilgluconamidas, amidas de ácido graso de polioxietileno, polioxietilentalquilaminas, ésteres de fosfato de polioxietilentalquil-éteres y ésteres de fosfato de polioxietilen-alquil-aril-éteres. Entre estos tensioactivos, en particular, se usan preferiblemente ésteres de ácido graso de sorbitano, ésteres de ácido graso de poliglicerina y ésteres de ácido graso de sacarosa, desde el punto de vista de la estabilidad de dispersión del monómero. Estos tensioactivos se pueden usar solos o en una combinación de dos o más de los mismos.

20 La cantidad usada del tensioactivo es preferiblemente de 0,1 a 30 partes en masa y más preferiblemente de 0,3 a 20 partes en masa basada en 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en la primera etapa, a fin de mantener el estado de dispersión satisfactorio del monómero en el medio de dispersión hidrocarbonado y alcanzar un efecto de dispersión correspondiente a la cantidad usada.

25 Agente de dispersión polimérico

Como el estabilizador de dispersión que se va a usar en la polimerización en suspensión en fase inversa, también se puede usar un agente de dispersión polimérico junto con el susodicho tensioactivo.

30 Ejemplos del agente de dispersión polimérico incluyen polietilenos modificados con anhídrido maleico, polipropilenos modificados con anhídrido maleico, copolímeros de etileno-propileno modificados con anhídrido maleico, terpolímeros de etileno-propileno-dieno (EPDMs) modificados con anhídrido maleico, polibutadienos modificados con anhídrido maleico, copolímeros de anhídrido maleico-etileno, copolímeros de anhídrido maleico-propileno, copolímeros de anhídrido maleico-etileno-propileno, copolímeros de anhídrido maleico-butadieno, polietilenos, polipropilenos, copolímeros de etileno-propileno, polietilenos oxidados, polipropilenos oxidados, copolímeros de etileno-propileno oxidados, copolímeros de etileno-ácido acrílico, etilcelulosa y etilhidroxietilcelulosa. Entre estos agentes de dispersión poliméricos, se prefieren particularmente desde el punto de vista de la estabilidad de dispersión del monómero polietilenos modificados con anhídrido maleico, polipropilenos modificados con anhídrido maleico, copolímeros de etileno-propileno modificados con anhídrido maleico, copolímeros de anhídrido maleico-etileno, copolímeros de anhídrido maleico-propileno, copolímeros de anhídrido maleico-etileno-propileno, polietilenos, polipropilenos, copolímeros de etileno-propileno, polietilenos oxidados, polipropilenos oxidados y copolímeros de etileno-propileno oxidados. Estos agentes de dispersión poliméricos se pueden usar solos o en una combinación de dos o más de los mismos.

45 La cantidad usada del agente de dispersión polimérico es preferiblemente de 0,1 a 30 partes en masa y más preferiblemente de 0,3 a 20 partes en masa basada en 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en la primera etapa.

50 Compuesto azoico y peróxido

En un ejemplo del método de producción de una resina hidroabsorbente, una solución acuosa que contiene un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble se somete a polimerización en suspensión en fase inversa en presencia de un compuesto azoico y un peróxido.

55 En este paso de polimerización, el término "en presencia de un compuesto azoico y un peróxido" no significa necesariamente que el compuesto azoico y el peróxido estén presentes en la solución en el momento de empezar la reacción de polimerización, sino que significa que cuando la relación de conversión de monómero mediante escisión radicalica de uno de ellos esté dentro de 10% en moles, el otro también está presente en la solución. Sin embargo, ambos están presentes preferiblemente en la solución acuosa que contiene un monómero antes del inicio de la reacción de polimerización. El compuesto azoico y el peróxido se pueden añadir al sistema de reacción de polimerización a través de diferentes canales de flujo o se pueden añadir secuencialmente al sistema de reacción de polimerización a través de un solo canal de flujo. Nótese que un compuesto azoico y un peróxido que se van a usar pueden estar en forma de polvo o una solución acuosa.

65

Compuesto azoico

Compuestos azoicos incluyen, por ejemplo, compuestos azoicos tales como 1-((1-ciano-1-metiletil)azo)formamida, dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(N-fenilamidino)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-[N-(4-clorofenil)amidino]propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(N-bencilamidino)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(N-alilamidino)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano), dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-[N-(2-hidroxi)etil]amidino]propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(5-metil-2-imidazolin-2-il)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(2-imidazolin-2-il)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(4,5,6,7-tetrahidro-1H-1,3-diazepin-2-il)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-(5-hidroxi-3,4,5,6-tetrahidropirimidin-2-il)propano], dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-[1-(2-hidroxi)etil]-2-imidazolin-2-il]propano], 2,2'-azobis[2-(2-imidazolin-2-il)propano], 2,2'-azobis[2-metil-N-[1,1-bis(hidroxi)metil]-2-hidroxi)etil]propionamida}, 2,2'-azobis[2-metil-N-[1,1-bis(hidroxi)metil]etil]propionamida}, 2,2'-azobis[2-metil-N-(2-hidroxi)etil]propionamida}, dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-metilpropionamida), ácido 4,4'-azobis-4-cianovaleínico, 2,2'-azobis[2-(hidroximetil)propionitrilo], dihidrato de disulfato de 2,2'-azobis[2-(2-imidazolin-2-il)propano], tetrahidrato de 2,2'-azobis[N-(2-carboxi)etil]-2-metilpropionamida], 2,2'-azobis[2-metil-N-(2-hidroxi)etil]propionamida]. Entre estos compuestos, se prefieren el dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano), el dihidrocloruro de 2,2'-azobis[2-[1-(2-hidroxi)etil]-2-imidazolin-2-il]propano] y el tetrahidrato de 2,2'-azobis[N-(2-carboxi)etil]-2-metilpropionamida]. Estos compuestos azoicos se pueden usar solos o en una combinación de dos o más.

20 Peróxido

Los peróxidos incluyen, por ejemplo, persulfatos tales como persulfato potásico, persulfato amónico, persulfato sódico; peróxidos tales como peróxido de metil-etil-cetona, peróxido de metil-isobutil-cetona, peróxido de di-t-butilo, peróxido de t-butilcumilo, peroxiacetato de t-butilo, peroxiisobutirato de t-butilo, peroxipivalato de t-butilo, peróxido de hidrógeno. Entre estos peróxidos, se usan preferiblemente persulfato potásico, persulfato amónico, persulfato sódico y peróxido de hidrógeno; y se usan más preferiblemente persulfato potásico, persulfato amónico y persulfato sódico. Estos peróxidos se pueden usar solos o en una combinación de dos o más.

Cantidad usada y proporción usada de compuesto azoico y peróxido

La cantidad usada del compuesto azoico y el peróxido generalmente es preferiblemente 0,00005 moles o más, más preferiblemente 0,0001 mol o más, basada en 1 mol del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble, desde el punto de vista de la reducción del tiempo de la reacción de polimerización. Además, desde el punto de vista de la prevención de una reacción de polimerización rápida, la cantidad es preferiblemente 0,005 moles o menos, más preferiblemente 0,001 moles o menos, basada en 1 mol del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble.

La proporción usada de la cantidad del compuesto azoico a la cantidad total del compuesto azoico y el peróxido es preferiblemente 40% en masa o más, más preferiblemente 50% en masa o más, aún más preferiblemente 60% en masa o más y todavía más preferiblemente 70% en masa o más. Al mismo tiempo, la proporción de la cantidad usada del compuesto azoico a la cantidad total del compuesto azoico y el peróxido es preferiblemente 95% en masa o menos, más preferiblemente 90% en masa o menos, aún más preferiblemente 85% en masa o menos y todavía más preferiblemente 80% en masa o menos. El intervalo de relación de masas (compuesto azoico : peróxido) es preferiblemente de 8 : 12 a 19 : 1.

45 Compuesto de ácido aminocarboxílico

En la resina hidroabsorbente según la presente invención, es deseable combinar adicionalmente un compuesto de ácido aminocarboxílico en la resina.

Ejemplos del compuesto de ácido aminocarboxílico incluyen ácido aminocarboxílicos, tales como ácido iminodiacético, ácido hidroxietiliminodiacético, ácido nitrilotriacético, ácido nitrilotripropiónico, ácido etilendiaminotetraacético, ácido dietilentriaminopentaacético, ácido triilentetraminohexaacético, ácido trans-1,2-diaminociclohexanotetraacético, N,N-bis(2-hidroxi)etilglicina, ácido diaminopropanoltetraacético, ácido etilendiaminodipropiónico, ácido hidroxietilendiaminotriacético, ácido glicol-éter-diaminotetraacético, ácido diaminopropanotetraacético, ácido N,N'-bis(2-hidroxi)etilendiamino-N,N'-diacético y ácido 1,6-hexametilendiamino-N,N,N',N'-tetraacético; y sales de los mismos. Entre estos compuestos, se usan más adecuadamente ácido dietilentriaminopentaacético, ácido triilentetraminohexaacético, ácido trans-1,2-diaminociclohexanotetraacético, ácido etilendiaminotetraacético y sales de los mismos, desde el punto de vista de la reducción adicional de la relación del cambio del índice de amarillez de la resina hidroabsorbente. Estos compuestos de ácido aminocarboxílico se pueden usar solos o en una combinación de dos o más de los mismos.

Ejemplos del método de combinación del compuesto de ácido aminocarboxílico en la resina hidroabsorbente incluyen (1) un método mediante la adición a una solución acuosa del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble antes de la polimerización, (2) un método mediante la adición al producto de gel hidratado resultante durante el secado, (4) un método mediante la mezclado en polvo con la resina hidroabsorbente después del

secado, y (5) un método mediante la adición a la resina hidroabsorbente dispersada en un disolvente orgánico y a continuación calentamiento para la retirada del disolvente.

5 En la combinación del compuesto de ácido aminocarboxílico, a fin de dispersar el compuesto de ácido aminocarboxílico en la resina hidroabsorbente, se prefiere la adición de una solución preparada al disolver el compuesto de ácido aminocarboxílico de una forma líquida o en polvo en un disolvente hidrófilo tal como agua o la adición del compuesto de ácido aminocarboxílico en forma de polvo.

10 La cantidad del compuesto de ácido aminocarboxílico que se va a combinar es preferiblemente de 0,001 a 10 partes en masa basada en 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble, más preferiblemente de 0,005 a 5 partes en masa, aún más preferiblemente de 0,01 a 3 partes en masa y aún más preferiblemente de 0,05 a 2 partes en masa.

15 Otros componentes

En el método para producir la resina hidroabsorbente, se pueden añadir otros componentes a una solución acuosa que contiene un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble para realizar la polimerización en suspensión en fase inversa si se desea. Como otros componentes, se pueden añadir agentes de transferencia de cadena, un espesante, varios otros aditivos y similares.

20 Agente de transferencia de cadena

Específicamente, en el método para producir la resina hidroabsorbente, a fin de controlar el comportamiento de hidratación de la resina hidroabsorbente, el monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble se puede polimerizar en presencia de un agente de transferencia de cadena.

25 Ejemplos del agente de transferencia de cadena incluyen: tioles tales como etanotiol, propanotiol y dodecanotiol; ácidos tiólicos tales como ácido tioglicólico, ácido tiomálico, ditiocarbamato de dimetilo, ditiocarbamato de dietilo y sales de los mismos; alcoholes secundarios tales como isopropanol; compuestos de fosforoso, tales como las sales normales de ácido fosforoso (por ejemplo, como ácido fosforoso, sal disódica de ácido fosforoso, fosfito dipotásico y sal diamónica de ácido fosforoso, etc.), y tales como sales ácidas de ácido fosforoso (por ejemplo, como hidrogenofosfito sódico, hidrogenofosfito potásico y sal hidrogenoamónica de ácido fosforoso, etc.); compuestos de ácido fosfórico, tales como sales normales de ácido fosfórico (por ejemplo, como ácido fosfórico, fosfato sódico, fosfato potásico y fosfato amónico, etc.), y tales como sales ácidas de ácido fosfórico (por ejemplo, como dihidrogenofosfato sódico, dihidrogenofosfato potásico, dihidrogenofosfato amónico, hidrogenofosfato disódico, hidrogenofosfato potásico dibásico e hidrogenofosfato diamónico, etc.); compuestos de ácido hipofosforoso tales como sales de ácido hipofosforoso (por ejemplo, como ácido hipofosforoso, hipofosfito sódico, hipofosfito potásico e hipofosfito amónico, etc.); ácido pirofosfórico, tripolifosfato, ácido polifosfórico y las sales de los mismos; y fosfato de trimetilo, ácido nitrilotrimetilentrifosfónico y similares. Estos agentes de transferencia de cadena se pueden usar solos o en una combinación de dos o más. Como el agente de transferencia de cadena, se puede usar el hidrato del mismo.

35 La cantidad usada de agente de transferencia de cadena es preferiblemente de 0,00001 a 0,0005 moles, más preferiblemente de 0,000025 a 0,00012 moles, basada en 1 mol del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble. Una cantidad usada del agente de transferencia de cadena de menos de 0,00001 moles basada en 1 mol del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble tiende a no proporcionar una resina hidroabsorbente que tenga una alta capacidad de hidratación y una alta resistencia a la gelificación. En contraste, una cantidad usada de más de 0,0005 moles tiende a no proporcionar un efecto correspondiente a la cantidad usada.

50 Espesante

En el método para producir la resina hidroabsorbente, la polimerización en suspensión en fase inversa se puede realizar al añadir un espesante a una solución acuosa que contiene un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble. El diámetro de partícula mediano obtenido mediante polimerización en suspensión en fase inversa se puede controlar al ajustar la viscosidad de la solución acuosa mediante la adición de un espesante.

60 Específicamente, como un espesante, se puede usar, por ejemplo, hidroxietilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, metilcelulosa, carboximetilcelulosa, poli(ácido acrílico), poli(ácido acrílico) (parcialmente) neutralizado, polietilenglicol, poli(acrilamida), polietilenimina, dextrina, alginato sódico, poli(alcohol vinílico), polivinilpirrolidona, poli(óxido de etileno) y similares. Nótese que en caso de que las velocidades de agitación en el momento de la polimerización sean las mismas, existe una tendencia a que cuanto mayor sea la viscosidad de una solución acuosa de un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble, mayor sea el diámetro de partícula mediano de las partículas resultantes.

Polimerización en suspensión en fase inversa

5 Cuando se realiza la polimerización en suspensión en fase inversa, por ejemplo, una solución acuosa de monómero que contiene un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble se dispersa en un medio de dispersión hidrocarbonado en presencia de un tensioactivo y/o un agente de dispersión polimérico. En esta ocasión, el momento de añadir un tensioactivo y un agente de dispersión polimérico puede ser bien anterior o bien posterior a la adición de la solución acuosa de monómero con la condición de que se añadan antes del comienzo de la reacción de polimerización.

10 En particular, en vista de la fácil reducción de la cantidad de un medio de dispersión hidrocarbonado residual en la resina hidroabsorbente resultante, se prefiere que la polimerización se realice después de que una solución acuosa de monómero se añada y a continuación se disperse en un medio de dispersión hidrocarbonado en el que se ha dispersado un agente de dispersión polimérico, y a continuación se dispersa además un tensioactivo.

15 Esta polimerización en suspensión en fase inversa se puede realizar mediante una sola etapa o una multietapa de dos o más etapas. Además, desde el punto de vista del incremento en la productividad, se prefiere más la polimerización mediante dos o tres etapas.

20 En el caso de la polimerización en suspensión en fase inversa multietápica mediante dos o más etapas, se realiza la polimerización en suspensión en fase inversa de la primera etapa, y a continuación un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble se añade a y se mezcla con la mezcla de reacción obtenida mediante la reacción de polimerización de la primera etapa para realizar una polimerización en suspensión en fase inversa de la segunda etapa como en la primera etapa. En la polimerización en suspensión en fase inversa en las etapas segunda y posteriores, la polimerización en suspensión en fase inversa se realiza preferiblemente al añadir, además del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble, un agente de reticulación interna y el compuesto azoico y el peróxido anteriormente descritos al monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble dentro de los susodichos intervalos de relaciones molares basados en la cantidad del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble que se va a añadir en la polimerización en suspensión en fase inversa en cada etapa de las etapas segunda y posteriores.

30 Para la temperatura de reacción para una reacción de polimerización, es preferiblemente de 20 a 110°C, más preferiblemente de 40 a 90°C desde el punto de vista de que la rentabilidad se pueda mejorar al permitir el avance inmediato de una polimerización para reducir un tiempo de polimerización, y el calor de polimerización se pueda retirar para realizar una reacción uniforme. Además, el primer tiempo de reacción es preferiblemente de 0,5 a 4 horas.

Paso de posreticulación

40 A continuación, el producto gelificado hidratado que tiene una estructura de reticulación interna preparado mediante la polimerización del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble se posreticula (reacción de posreticulación) con un agente de posreticulación para obtener la resina hidroabsorbente según la presente invención. Esta reacción de posreticulación se realiza preferiblemente en presencia del agente de posreticulación después de la polimerización del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble. Al realizar así la reacción de posreticulación del producto gelificado hidratado que tiene una estructura de reticulación interna después de la polimerización, la densidad de reticulación se puede incrementar en la proximidad de la superficie de la resina hidroabsorbente y puede mejorar diversas propiedades, tales como la capacidad de hidroabsorción bajo una condición tanto de ausencia de carga como de carga.

50 Específicamente, los agentes de posreticulación pueden incluir los compuestos que tienen dos o más grupos funcionales reactivos. Incluyen, por ejemplo, polioles tales como etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, trimetilolpropano, glicerina, polioxietilenglicol, polioxipropilenglicol, poliglicerina; compuestos poliglicídlicos tales como éter diglicídlico de (poli)etilenglicol, éter diglicídlico de (poli)glicerina, éter triglicídlico de (poli)glicerina, éter triglicídlico de trimetilolpropano, éter poliglicídlico de (poli)propilenglicol, éter poliglicídlico de (poli)glicerol; compuestos haloepóxídicos tales como epiclorhidrina, epibromhidrina, α -metilepiclorhidrina; compuestos de isocianato tales como diisocianato de 2,4-tolileno, diisocianato de hexametileno; compuestos de oxetano tales como 3-metil-3-oxetanometanol, 3-etil-3-oxetanometanol, 3-butil-3-oxetanometanol, 3-metil-3-oxetanoetanol, 3-etil-3-oxetano etanol, 3-butil-3-oxetanoetanol; compuestos de oxazolina tales como 1,2-etilenbisoxazolina; compuestos de carbonato tales como carbonato de etileno; compuestos de hidroxialquilamida tales como bis[N,N-di(β -hidroxietil)]adipamida. Entre estos agentes de posreticulación, se prefieren particularmente compuestos poliglicídlicos tales como éter diglicídlico de (poli)etilenglicol, éter diglicídlico de (poli)glicerina, éter triglicídlico de (poli)glicerol, éter triglicídlico de trimetilolpropano, éter poliglicídlico de (poli)propilenglicol, éter poliglicídlico de (poli)glicerol. Estos agentes de posreticulación se pueden usar solos o en una combinación de dos.

65 La cantidad usada del agente de posreticulación es preferiblemente de 0,00001 a 0,01 moles basada en 1 mol de la cantidad total del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble usado para la polimerización, más preferiblemente de 0,00005 a 0,005 moles, y aún más preferiblemente de 0,0001 a 0,002 moles. La cantidad usada

del agente de posreticulación es preferiblemente de 0,00001 moles o más desde el punto de vista de incrementar suficientemente la densidad de reticulación de la superficie de la resina hidroabsorbente y es preferiblemente de 0,01 mol o menos desde el punto de vista de incrementar la capacidad de hidroabsorción de la resina hidroabsorbente.

5 Como un método para añadir un agente de posreticulación, el agente de posreticulación se puede añadir como tal o como una solución acuosa. Un agente de posreticulación también se puede añadir como una solución en la que, si se desea, se usa un disolvente orgánico hidrófilo como un disolvente. Disolventes orgánicos hidrófilos incluyen, por ejemplo, alcoholes inferiores tales como alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol n-propílico, alcohol isopropílico; cetonas tales como acetona, metil-etil-cetona; éteres tales como éter dietílico, dioxano, tetrahidrofurano; amidas tales como N,N-dimetilformamida; sulfóxidos tales como dimetilsulfóxido. Estos disolventes orgánicos hidrófilos se pueden usar solos o en una combinación de dos o más, o se pueden usar como un disolvente mezclado con agua.

15 El agente de posreticulación se puede añadir después de que casi se haya finalizado la reacción de polimerización del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble, y se añade preferiblemente en presencia de agua en un intervalo de 1 a 400 partes en masa basado en 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble, más preferiblemente en un intervalo de 5 a 200 partes en masa, aún más preferiblemente en un intervalo de 10 a 100 partes en masa y todavía más preferiblemente en un intervalo de 20 a 60 partes en masa. Por ejemplo, esto puede mejorar la capacidad de hidroabsorción bajo una carga. Nótese que la cantidad de agua significa la suma de la cantidad de agua en un sistema de reacción de polimerización y la cantidad de agua usada según sea necesario con motivo de añadir un agente de posreticulación.

20 La temperatura de reacción de la reacción de posreticulación es preferiblemente de 50°C a 250°C, más preferiblemente de 60°C a 180°C, aún más preferiblemente de 60°C a 140°C y aún más preferiblemente de 70°C a 120°C. El tiempo para la reacción de posreticulación es preferiblemente de 1 a 300 minutos y más preferiblemente de 5 a 200 minutos.

Paso de secado

30 Se puede incluir un paso de secado para la retirada de agua, un medio de dispersión hidrocarbonado y similares usando destilación al aplicar energía tal como calor desde el exterior después de realizar la susodicha polimerización en suspensión en fase inversa. Cuando se realiza la deshidratación de un gel hidratado después de la polimerización en suspensión en fase inversa, un sistema en el que el gel hidratado se dispersa en un medio de dispersión hidrocarbonado se calienta para evaporar temporalmente agua y el medio de dispersión hidrocarbonado del sistema mediante destilación azeotrópica. En este momento, solamente se deja volver al sistema el medio de dispersión hidrocarbonado evaporado, permitiendo una destilación azeotrópica continua. En ese caso, la temperatura del sistema durante el tratamiento de secado se mantiene a o por debajo de la temperatura azeotrópica del medio de dispersión hidrocarbonado. Por lo tanto, esto se prefiere desde el punto de vista de que, por ejemplo, la resina sea menos sensible al deterioro. El agua y el medio de dispersión hidrocarbonado se evapora continuamente para obtener partículas de una resina hidroabsorbente. Al controlar las condiciones de procesamiento de este paso de secado después de la polimerización para ajustar la cantidad de agua hidratada, se pueden controlar diversas propiedades de la resina hidroabsorbente resultante.

45 En el paso de secado, el tratamiento de secado se puede realizar mediante destilación bajo una presión ordinaria o bajo una presión reducida. Además, el tratamiento de secado se puede realizar en un flujo de gas tal como nitrógeno, desde el punto de vista de incrementar la eficacia del secado. Cuando el tratamiento de secado se realiza bajo una presión ordinaria, la temperatura de secado es preferiblemente de 70°C a 250°C, más preferiblemente de 80°C a 180°C, aún más preferiblemente de 80°C a 140°C y aún más preferiblemente de 90°C a 130°C. Cuando el tratamiento de secado se realiza bajo una presión reducida, la temperatura de secado es preferiblemente de 40°C a 160°C y más preferiblemente de 50°C a 110°C.

50 Cuando el paso de posreticulación se realiza con un agente de posreticulación después de la polimerización en suspensión en fase inversa de un monómero, el paso de secado mediante destilación descrito anteriormente se realiza después de la finalización del paso de posreticulación. Alternativamente, el paso de posreticulación y el paso de secado se pueden realizar simultáneamente.

Además, diversos aditivos, tales como un agente reductor, un agente oxidante, un agente antibacteriano y un desodorante, se añaden opcionalmente a la resina hidroabsorbente después del paso de polimerización y durante o después del paso de secado.

60 3. Material absorbente y artículo absorbente

La resina hidroabsorbente de la presente invención tiene características, según se describe anteriormente, (A) una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica de 55 g/g o más, una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa de 15 ml/g o más y un contenido de monómero residual de

300 ppm o menos; y (B) un índice de amarillez de 5,0 o menos y una relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después de dejarla durante 10 días bajo 70°C y 90% de HR de 10 o menos. Según esto, la resina hidroabsorbente se puede usar adecuadamente como un material higiénico que se aplica a un artículo sanitario, un pañal desechable o similares, por ejemplo.

5 Aquí, un material absorbente que incluye la resina hidroabsorbente está compuesto por, por ejemplo, la resina hidroabsorbente y una fibra hidrófila. Ejemplos de la estructura del material absorbente incluyen, pero no se limitan a, una mezcla en dispersión preparada al mezclar una resina hidroabsorbente y una fibra hidrófila para dar una composición uniforme; una estructura tipo sándwich que incluye una resina hidroabsorbente dispuesta entre fibras hidrófilas estratificadas; y una estructura que incluye una resina hidroabsorbente y una fibra hidrófila envuelta por tejido. Además, el material absorbente puede incluir también otros componentes, por ejemplo, un aglutinante adhesivo, tal como una fibra sintética de adhesivo térmico, un adhesivo de fusión en caliente o una emulsión adhesiva, para mejorar la propiedad de retención de la conformación del material absorbente.

15 El contenido de la resina hidroabsorbente en el material absorbente es preferiblemente de 25 a 98% en masa, más preferiblemente de 35 a 95% en masa y aún más preferiblemente de 45 a 90% en masa, desde el punto de vista de usarse adecuadamente en productos más delgados que incluyen cantidades menores de fibras hidrófilas, etc. que los productos convencionales. Si el contenido de la resina hidroabsorbente es menor de 25% en masa, el material absorbente tiene un volumen de absorción reducido y de ese modo tiene la posibilidad de provocar fuga de líquido o el rezumado de un líquido. En contraste, si el contenido de la resina hidroabsorbente es mayor que 98% en masa, el coste del material absorbente se incrementa y el tacto del material absorbente se hace más duro.

20 Fibras hidrófilas incluyen fibras de celulosa tales como pasta papelera algodónosa obtenida de madera, pasta papelera mecánica, pasta papelera química, pasta papelera semiquímica; fibras de celulosa artificiales tales como rayón, acetato; fibras que comprenden resina sintética tales como poliamida, poliéster y poliolefina hidrofílicos.

25 Por otra parte, un material absorbente en el que se usa una resina hidroabsorbente se puede mantener entre una lámina permeable a los líquidos (lámina superior) a través de la cual puede penetrar un líquido y una lámina impermeable a los líquidos (lámina inferior) a través de la cual no puede penetrar un líquido para dar un artículo absorbente. La lámina permeable a los líquidos está dispuesta sobre la cara que se va a poner en contacto con el cuerpo mientras que la lámina impermeable a los líquidos está dispuesta opuesta a la cara que se va a poner en contacto con el cuerpo.

35 Láminas permeables a los líquidos incluyen materiales no tejidos de un tipo unido por aire, un tipo unido por hilado, un tipo unido químicamente, un tipo punzonado y similares que comprende fibra tal como polietileno, polipropileno, poliéster, etc. y láminas de resina sintética porosas y similares. Además, láminas impermeables a los líquidos incluyen películas de resina sintética que comprenden una resina tal como polietileno, polipropileno, poli(cloruro de vinilo) y similares.

40 Ejemplos típicos del artículo absorbente incluyen materiales higiénicos tales como pañales desechables, compresas higiénicas y pañales para incontinencia; materiales absorbentes de orina para mascotas; materiales para ingeniería civil y construcción, tales como materiales de relleno; materiales para mantener la frescura de los alimentos, tales como absorbentes de goteo y refrigerantes; y artículos agrícolas y hortícolas, tales como materiales de retención de agua para el suelo.

45 **Ejemplos**

4. Ejemplo

Posteriormente, la presente invención se describirá con detalle con referencia a Ejemplos y Ejemplos comparativos. Sin embargo, la presente invención no se debe limitar de ningún a los siguientes Ejemplos y similares.

4-1. Método de la prueba de evaluación

50 Las resinas hidroabsorbentes preparadas mediante los siguientes Ejemplos y Ejemplos comparativos se evaluaron mediante diversas pruebas descritas posteriormente. El método de cada prueba de evaluación se describirá posteriormente.

(1) Capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica

55 En un vaso de precipitados de 500 ml, se pesaron 500 g de una solución acuosa de cloruro sódico al 0,9% en masa (solución salina fisiológica) y se dispersaron en el mismo 2,0 g de una resina hidroabsorbente con agitación a 600 r/min a fin de evitar la generación de grumos. La mezcla se dejó reposar durante 60 minutos en estado agitado para

5 hinchar suficientemente la resina hidroabsorbente. La masa W_a (g) de un tamiz estándar con aberturas de $75 \mu\text{m}$ se midió por adelantado, y el contenido del vaso de precipitados se filtró a través de este tamiz. El tamiz se inclinó para formar un ángulo de aproximadamente 30 grados con respecto a la horizontal y se dejó reposar en este estado durante 30 minutos para separar por filtración en agua en exceso. La masa W_b (g) del tamiz que contenía el gen con agua absorbida se midió y la capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica se determinó mediante la siguiente fórmula.

Capacidad de absorción de agua de la solución salina fisiológica (g/g) = $[W_b - W_a]$ (g)/masa (g) de resina absorbente de agua

(2) Capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa

10 Se midió una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa de una resina hidroabsorbente usando un aparato X de medida. Una disposición esquemática del aparato X de medida se muestra en la Fig. 1.

15 El aparato X de medida mostrado en la Fig. 1 comprende una parte 1 de bureta, un conducto 2, una plataforma 3 de medida, una parte 4 de medida situada sobre la plataforma 3 de medida. En la parte 1 de bureta, un tapón 14 de caucho está conectado a la parte superior de una bureta 10, y un tubo 11 de introducción de aire y una espita 12 está conectado a la parte inferior de la bureta 10. Además, una espita 13 está unida a la parte superior del tubo 11 de introducción de aire. Un conducto 2 conecta la parte 1 de bureta y la plataforma 3 de medida. El diámetro del conducto 2 es 6 mm. La plataforma 3 de medida tiene un orificio con un diámetro de 2 mm en el centro, al que está conectado el conducto 2. La parte 4 de medida está provista de un cilindro 40 y una malla 41 de nailon ajustada en el fondo del cilindro 40, así como una pesa 42. El diámetro interno del cilindro 40 es 2,0 cm. La malla 41 de nailon está formada como una malla 200 (aberturas de $75 \mu\text{m}$). Además, está configurada de modo que una cantidad predeterminada de una resina 5 hidroabsorbente esté uniformemente distribuida sobre la malla 41 de nailon. La pesa 42 tiene un diámetro de 1,9 cm y una masa de 119,6 g. La pesa 42 se ha de situar sobre la resina 5 hidroabsorbente para aplicar uniformemente una carga de 4,14 kPa a la resina 5 hidroabsorbente.

20 Usando el aparato X de medida que tiene una estructura según se describe anteriormente, en primer lugar, la espita 12 y la espita 13 en la parte 1 de bureta estaban cerradas, y la solución salina fisiológica ajustada hasta 25°C se introdujo en la bureta 10 desde el tapón. Posteriormente, la parte superior de la bureta se tapó con el tapón 14 de caucho, y a continuación la espita 12 y la espita 13 en la parte 1 de bureta se abrieron. Posteriormente, la altura de la plataforma 3 de medida se ajustó de modo que el extremo del conducto 2 en el centro de plataforma 3 de medida se nivelara con la entrada de aire del tubo 11 de introducción de aire.

25 Mientras tanto, 0,10 g de la resina 5 hidroabsorbente se distribuyeron uniformemente sobre la malla 41 de nailon en el cilindro 40, y a continuación la pesa 42 se puso sobre esa resina 5 hidroabsorbente. La parte 4 de medida estaba dispuesta de modo que su centro coincidiera con la entrada del conducto en el centro de la plataforma 3 de medida.

30 La cantidad de solución salina fisiológica reducida en la bureta 10 (la cantidad de solución salina fisiológica absorbida por la resina 5 hidroabsorbente) W_a (ml) se midió continuamente desde el momento en el que la resina 5 hidroabsorbente empezaba a absorber agua. En un tiempo transcurrido de 60 minutos desde el inicio de la absorción de agua, una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa de la resina hidroabsorbente se calculó mediante la siguiente fórmula.

Capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa (ml/g) = $W_c/0,10$ (g).

35 (3) Contenido de monómero residual (contenido de monómero residual en la resina hidroabsorbente)

40 En un vaso de precipitados de 500 ml, se pusieron 500 g de solución salina fisiológica, y se añadieron a esto 2,0 g de una resina hidroabsorbente, seguido por agitación durante 60 minutos. El contenido en el vaso de precipitados se filtró a través de un tamiz estándar JIS con aberturas de $75 \mu\text{m}$ y a continuación a través de un papel de filtro (fabricado por ADVANTEC MFS, Inc., Filter Paper No. 3) para separar el gel con agua absorbida del extracto. El contenido del monómero disuelto en el extracto resultante se midió mediante cromatografía de líquidos de alta resolución. El valor medido se convirtió en el valor por masa de las partículas de resina hidroabsorbente para determinar el contenido de monómero residual (ppm).

45 La cromatografía de líquidos de alta resolución se realizó bajo las siguientes condiciones:

Modelo: SCL-10AVP + CTO-10A+LC-10AD + DGU-4A + SIL-10A, fabricado por Shimadzu Corporation,

Detector: SPD-10A (longitud de onda UV: 210 nm), fabricado por Shimadzu Corporation,

Columna: Shodex KC-811, fabricada por Showa Denko K.K.,

Temperatura de la columna: 45°C, y

5 Vehículo: Agua destilada ajustada hasta pH 2 con ácido fosfórico.

(4) Diámetro de partícula mediano

10 Como un lubricante, 0,25 g de sílice amorfa (Carplex #80, fabricada por Evonik Degussa Japan, Inc.) se mezclaron con 50 g de una resina hidroabsorbente. Se dejó que la mezcla pasara a través de un tamiz estándar JIS con aberturas de 250 µm. Cuando la cantidad residual sobre el tamiz era 50% en masa o más de la mezcla, el diámetro de partícula mediano se midió usando la siguiente combinación [A] de tamices. Cuando la cantidad residual era menor de 50% en masa, el diámetro de partícula mediano se midió usando la siguiente combinación [B] de tamices.

15 Combinación [A] de tamices estándar JIS: un tamiz de aberturas de 850 µm, un tamiz de aberturas de 600 µm, un tamiz de aberturas de 500 µm, un tamiz de aberturas de 400 µm, un tamiz de aberturas de 300 µm, un tamiz de aberturas de 250 µm y un tamiz de aberturas de 150 µm, y una bandeja receptora, en este orden desde la parte superior.

20 Combinación [B] de tamices estándar JIS: un tamiz de aberturas de 400 µm, un tamiz de aberturas de 250 µm, un tamiz de aberturas de 180 µm, un tamiz de aberturas de 150 µm, un tamiz de aberturas de 106 µm, un tamiz de aberturas de 75 µm, y una bandeja receptora, en este orden desde la parte superior.

25 La resina hidroabsorbente se puso sobre el tamiz de la parte superior de la combinación de tamices, seguido por clasificación mediante vibración con una vibradora de bajo golpeteo durante 20 minutos. Después de la clasificación, la masa de la resina hidroabsorbente que queda sobre cada tamiz se calculó como la proporción en masa sobre la masa total. Al integrar las masas a fin de disminuir el diámetro de partícula, la relación entre las aberturas de los tamices y el valor integrado de la proporción en masa de la resina hidroabsorbente que queda en los tamices se representó en papel probabilístico logarítmico. Las gráficas en el papel probabilístico se conectaron con una línea recta para determinar el diámetro de partícula correspondiente a 50% en masa en la proporción en masa integrada como el diámetro de partícula mediano.

30 (5) Índice de amarillez y relación del cambio del índice de amarillez de la resina hidroabsorbente (prueba de decoloración)

35 En un recipiente de medida de vidrio con un diámetro interno de 3 cm, se pusieron 2,0 g de una resina hidroabsorbente. El índice de amarillez de la resina hidroabsorbente se midió con un medidor de la diferencia de color (Color Meter ZE2000, fabricado por Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.) del que los índices tricromáticos, X, Y y Z, se corrigieron con una hoja blanca para la calibración. El índice de amarillez se calculó como el valor inicial a partir de los índices tricromáticos resultantes, X, Y y Z, de la resina hidroabsorbente mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Índice de amarillez} = 100(1,28X - 1,06Z)/Y$$

40 La decoloración de la resina hidroabsorbente con el paso del tiempo se probó como sigue. Esto es, 2,0 g de una resina hidroabsorbente se pusieron uniformemente en un recipiente de polipropileno que tenía un diámetro interno de 3 cm y una altura de 1 cm, y el recipiente se almacenó en una cámara de sobremesa de temperatura y humedad constantes graduada a una temperatura de 70°C±2°C y una humedad relativa de 90%±2% de HR durante un número de días predeterminado. Después del transcurso del número de días predeterminado, el recipiente se extrajo de la cámara de temperatura y humedad constantes y se dejó reposar durante un rato para enfriar hasta temperatura ambiente. Toda la cantidad de la resina hidroabsorbente del recipiente se introdujo en un recipiente de medida de vidrio que tiene un diámetro interno de 3 cm, y el índice de amarillez de la resina hidroabsorbente se midió con un medidor de la diferencia de color (Color Meter ZE2000, fabricado por Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.). El índice de amarillez se calculó a partir de los índices tricromáticos resultantes, X, Y y Z, de la resina hidroabsorbente mediante la siguiente fórmula. El índice de amarillez se midió para las resinas hidroabsorbentes almacenadas durante 7 días, durante 10 días, durante 14 días y durante 21 días en la cámara de temperatura y humedad constantes para examinar la decoloración de la resina hidroabsorbente con el paso del tiempo.

$$\text{Índice de amarillez} = 100(1,28X - 1,06Z)/Y$$

55 La relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) de la resina hidroabsorbente se calcula como la relación del cambio en el índice de amarillez después del almacenamiento bajo 70°C y 90% de HR durante 10 días mediante la siguiente fórmula:

Relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) = [(índice de amarillez después del almacenamiento durante un número de días predeterminado) - (índice de amarillez antes del almacenamiento)] / (índice de amarillez antes del almacenamiento)

4-2. Ejemplos y Ejemplos comparativos

5 Ejemplo 1

Se preparó un matraz separable cilíndrico de fondo redondo de 2 l que tenía un diámetro interno de 110 mm y equipado con un condensador de reflujo, un embudo de goteo, un tubo para introducir nitrógeno gaseoso y un agitador que tenía álabes de agitación compuesto por dos grupos de 4 hojas de paleta inclinadas con un diámetro de paleta de 50 mm. Se añadieron a este matraz 300 g de n-heptano, 0,74 g de éster de ácido esteárico de sacarosa de HLB3 (fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto sugar ester S-370) como un tensioactivo y 0,74 g de copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., High Wax 1105A) como un agente de dispersión polimérico. La mezcla se calentó hasta 80°C con agitación para disolver el tensioactivo y a continuación se enfrió hasta 50°C.

Mientras tanto, 92 g (1,02 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa se introdujeron en un matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 146,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 21% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se dispersaron 0,092 g de hidroxietilcelulosa (fabricada por Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd., HEC AW-15F) como un espesante, 0,092 g (0,339 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico, 0,041 g (0,172 mmol) de persulfato sódico como un peróxido y 0,01012 g (0,058 mmol) de éter diglicidílico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero.

La solución acuosa de monómero preparada como se describe anteriormente se añadió al matraz separable, y la atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar la polimerización durante 60 minutos para preparar una suspensión polimerizada de la primera etapa.

Mientras tanto, se introdujeron 128,8 g (1,43 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa en otro matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 159,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 27% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se disolvieron 0,129 g (0,475 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico, 0,058 g (0,244 mmol) de persulfato sódico como un peróxido y 0,0116 g (0,067 mmol) de éter diglicidílico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero de la segunda fase.

El interior del sistema de matraz separable descrito anteriormente se enfrió hasta 25°C y la cantidad total de la solución acuosa de monómero de la segunda fase se añadió a continuación a la suspensión polimerizada de la primera fase. La atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno, y a continuación el matraz se sumergió de nuevo en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar una polimerización de la segunda etapa durante 30 minutos.

Después de la polimerización de la segunda fase, la temperatura de la solución de reacción se elevó con un baño de aceite de 125°C y se retiraron del sistema 240 g de agua mediante destilación azeotrópica de n-heptano y agua mientras se sometía a reflujo el n-heptano. Posteriormente, se añadieron a esto 4,42 g (0,51 mmol) de una solución acuosa de éter diglicidílico de etilenglicol al 2% en masa como un agente de posreticulación y la mezcla se mantuvo a 80°C durante 2 horas. Posteriormente, el paso de secado se realizó al evaporar el n-heptano para obtener una resina secada. Se dejó que esta resina secada pasara a través de un tamiz con aberturas de 1000 μm para obtener 231,4 g de una resina hidroabsorbente en forma de partículas esféricas aglomeradas. La resina hidroabsorbente así preparada se evaluó según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 380 μm .

Ejemplo 2

El Ejemplo 2 se realizó como en el Ejemplo 1, excepto que se disolvieron 0,058 g (0,215 mmol) de persulfato potásico en la solución acuosa de monómero de la primera etapa como el peróxido y que se disolvieron 0,081 g (0,300 mmol) de peróxido potásico en la solución acuosa de monómero de la segunda etapa como el peróxido. Los 231,8 g de resina hidroabsorbente así preparados se evaluaron según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 365 μm .

60

Ejemplo 3

Se preparó un matraz separable cilíndrico de fondo redondo de 2 l que tenía un diámetro interno de 110 mm y equipado con un condensador de reflujo, un embudo de goteo, un tubo para introducir nitrógeno gaseoso y un agitador que tenía álabes de agitación compuesto por dos grupos de 4 hojas de paleta inclinadas con un diámetro de paleta de 50 mm. Se añadieron a este matraz 300 g de n-heptano, 0,74 g de éster de ácido esteárico de sacarosa HLB3 (fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto sugar ester S-370) como un tensioactivo y 0,74 g de copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., High Wax 1105A) como un agente de dispersión polimérico. La mezcla se calentó hasta 80°C con agitación para disolver el tensioactivo y a continuación se enfrió hasta 50°C.

Mientras tanto, 92 g (1,02 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa se introdujeron en un matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 146,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 21% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se dispersaron 0,092 g de hidroxietilcelulosa (fabricada por Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd., HEC AW-15F) como un espesante, 0,092 g (0,339 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico, 0,037 g (0,137 mmol) de persulfato sódico como un peróxido y 0,01012 g (0,058 mmol) de éter diglicidílico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero.

La solución acuosa de monómero preparada como se describe anteriormente se añadió al matraz separable, y la atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar la polimerización durante 60 minutos para preparar una suspensión polimerizada de la primera etapa.

Mientras tanto, se introdujeron 128,8 g (1,43 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa en otro matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 159,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 27% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se disolvieron 0,129 g (0,475 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico, 0,052 g (0,191 mmol) de persulfato sódico como un peróxido y 0,0116 g (0,067 mmol) de éter diglicidílico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero de la segunda fase.

El interior del sistema de matraz separable descrito anteriormente se enfrió hasta 25°C y la cantidad total de la solución acuosa de monómero de la segunda fase se añadió a continuación a la suspensión polimerizada de la primera fase. La atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno, y a continuación el matraz se sumergió de nuevo en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar una polimerización de la segunda etapa durante 30 minutos.

Se añadieron con agitación 2,76 g de una solución acuosa de trietilentetraminohexaacetato hexasódico al 40% en masa al gel hidratado después de la polimerización de la segunda fase. Posteriormente, la temperatura de la solución de reacción se elevó con un baño de aceite de 125°C y se retiraron 240 g de agua al exterior del sistema mediante destilación azeotrópica de n-heptano y agua mientras se sometía a reflujo el n-heptano. Posteriormente, se añadieron a esto 4,42 g (0,51 mmol) de una solución acuosa de éter diglicidílico de etilenglicol al 2% en masa como un agente de posreticulación y la mezcla se mantuvo a 80°C durante 2 horas. Posteriormente, el paso de secado se realizó al evaporar el n-heptano para obtener una resina secada. Se dejó que esta resina secada pasara a través de un tamiz con aberturas de 1000 µm para obtener 232,3 g de una resina hidroabsorbente en forma de partículas esféricas aglomeradas. La resina hidroabsorbente así preparada se evaluó según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 395 µm.

Ejemplo 4

El Ejemplo 4 se realizó como en el Ejemplo 3, excepto que la cantidad de la solución acuosa de trietilentetraminohexaacetato hexasódico al 40% en masa que se añadió después de la polimerización de la segunda fase se cambió a 0,83 g. Los 231,8 g de resina hidroabsorbente así preparados se evaluaron según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 375 µm.

Ejemplo 5

Se preparó un matraz separable cilíndrico de fondo redondo de 2 l que tenía un diámetro interno de 110 mm y equipado con un condensador de reflujo, un embudo de goteo, un tubo para introducir nitrógeno gaseoso y un agitador que tenía álabes de agitación compuesto por dos grupos de 4 hojas de paleta inclinadas con un diámetro de paleta de 50 mm. Se añadieron a este matraz 300 g de n-heptano como un medio de dispersión hidrocarbonado, 0,74 g de éster de ácido esteárico de sacarosa HLB3 (fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto

sugar ester S-370) como un tensioactivo y 0,74 g de copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., High Wax 1105A) como un agente de dispersión polimérico. La mezcla se calentó hasta 80°C con agitación para disolver el tensioactivo y a continuación se enfrió hasta 55°C.

5 Mientras tanto, 92 g (1,02 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa se introdujeron en un matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 146,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 21% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se disolvieron, 0,110 g (0,406 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico, 0,037 g (0,137 mmol) de persulfato sódico como un peróxido y 0,014 g (0,080 mmol) de éter diglicídico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero.

10 La solución acuosa de monómero preparada como se describe anteriormente se añadió al matraz separable, y la atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar la polimerización durante 60 minutos.

15 Se añadieron con agitación 1,21 g de una solución acuosa de trietilentetraminohexaacetato hexasódico al 38% en masa al gel hidratado después de la polimerización. Posteriormente, la temperatura de la solución de reacción de polimerización se elevó con un baño de aceite de 125°C y se retiraron 116 g de agua al exterior del sistema mediante destilación azeotrópica de agua y n-heptano mientras se sometía a reflujo el n-heptano. Posteriormente, se añadieron a esto 3,68 g (0,423 mmol) de una solución acuosa de éter diglicídico de etilenglicol al 2% en masa como un agente de posreticulación y la mezcla se mantuvo a 80°C durante 2 horas. Posteriormente, el paso de secado se realizó al evaporar el n-heptano para obtener una resina secada. Se dejó que esta resina secada pasara a través de un tamiz con aberturas de 1000 µm. El medio de dispersión hidrocarbonado y el agua se retiraron al exterior del sistema mediante destilación, seguido por secado bajo un flujo de nitrógeno gaseoso para obtener 95,1 g de una resina hidroabsorbente esférica. La resina hidroabsorbente así preparada se evaluó según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 120 µm.

Ejemplo 6

30 Se preparó un matraz separable cilíndrico de fondo redondo de 2 l que tenía un diámetro interno de 110 mm y equipado con un condensador de reflujo, un embudo de goteo, un tubo para introducir nitrógeno gaseoso y un agitador que tenía álabes de agitación compuesto por dos grupos de 4 hojas de paleta inclinadas con un diámetro de paleta de 50 mm. Se añadieron a este matraz 300 g de n-heptano, 0,74 g de éster de ácido esteárico de sacarosa HLB3 (fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto sugar ester S-370) como un tensioactivo y 0,74 g de copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., High Wax 1105A) como un agente de dispersión polimérico. La mezcla se calentó hasta 80°C con agitación para disolver el tensioactivo y a continuación se enfrió hasta 50°C.

40 Mientras tanto, 92 g (1,02 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa se introdujeron en un matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 146,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 21% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se dispersaron 0,092 g de hidroxietilcelulosa (fabricada por Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd., HEC AW-15F) como un espesante, 0,101 g (0,372 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico, 0,028 g (0,104 mmol) de persulfato sódico como un peróxido y 0,01012 g (0,058 mmol) de éter diglicídico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero.

50 La solución acuosa de monómero preparada como se describe anteriormente se añadió al matraz separable, y la atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar la polimerización durante 60 minutos para preparar una suspensión polimerizada de la primera etapa.

55 Mientras tanto, se introdujeron 128,8 g (1,43 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa en otro matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 159,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 27% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se disolvieron 0,142 g (0,524 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico, 0,039 g (0,144 mmol) de persulfato sódico como un peróxido y 0,0116 g (0,067 mmol) de éter diglicídico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero de la segunda fase.

60 El interior del sistema de matraz separable descrito anteriormente se enfrió hasta 25°C y la cantidad total de la solución acuosa de monómero de la segunda fase se añadió a continuación a la suspensión polimerizada de la primera fase. La atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno, y a continuación el matraz se sumergió de nuevo en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar una polimerización de la segunda etapa durante 30 minutos.

Se añadieron con agitación 0,83 g de una solución acuosa de dietilentriaminopentaacetato pentasódico al 40% en masa al gel hidratado después de la polimerización de la segunda fase. Posteriormente, la temperatura de la solución de reacción se elevó con un baño de aceite de 125°C y se retiraron 242 g de agua al exterior del sistema mediante destilación azeotrópica de n-heptano y agua mientras se sometía a reflujo el n-heptano. Posteriormente, se añadieron a esto 4,42 g (0,51 mmol) de una solución acuosa de éter diglicídico de etilenglicol al 2% en masa como un agente de posreticulación y la mezcla se mantuvo a 80°C durante 2 horas. Posteriormente, el paso de secado se realizó al evaporar el n-heptano para obtener una resina secada. Se dejó que esta resina secada pasara a través de un tamiz con aberturas de 1000 µm para obtener 231,5 g de una resina hidroabsorbente en forma de partículas esféricas aglomeradas. La resina hidroabsorbente así preparada se evaluó según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 360 µm.

Ejemplo 7

El Ejemplo 7 se realizó como en el Ejemplo 6, excepto que el compuesto de ácido aminocarboxílico que se había de añadir después de la polimerización de la segunda fase se cambió por 3,68 g de una solución acuosa de hidroxietilendiaminotriacetato disódico al 40% en masa y que la cantidad de agua que se iba a retirar mediante destilación azeotrópica se cambió por 237 g. Los 233,1 g de resina hidroabsorbente así preparados se evaluaron según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 410 µm.

Ejemplo comparativo 1

En el Ejemplo comparativo 1, se preparó un matraz separable cilíndrico de fondo redondo de 2 l que tenía un diámetro interno de 110 mm y equipado con un condensador de reflujo, un embudo de goteo, un tubo para introducir nitrógeno gaseoso y un agitador que tenía álabes de agitación compuesto por dos grupos de 4 hojas de paleta inclinadas con un diámetro de paleta de 50 mm. Se añadieron a este matraz 300 g de n-heptano, 0,74 g de éster de ácido esteárico de sacarosa de HLB3 (fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation, Ryoto sugar ester S-370) como un tensioactivo y 0,74 g de copolímero de etileno-propileno modificado con anhídrido maleico (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc., High Wax 1105A) como un agente de dispersión polimérico. La mezcla se calentó hasta 80°C con agitación para disolver el tensioactivo y a continuación se enfrió hasta 50°C.

Mientras tanto, 92 g (1,02 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa se introdujeron en un matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 146,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 21% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se disolvieron 0,092 g de hidroxietilcelulosa (fabricada por Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd., HEC AW-15F) como un espesante, 0,110 g (0,407 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico, 0,01012 g (0,058 mmol) de éter diglicídico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero.

La solución acuosa de monómero preparada como se describe anteriormente se añadió al matraz separable, y la atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar la polimerización durante 60 minutos para preparar una suspensión polimerizada de la primera etapa.

Mientras tanto, se introdujeron 128,8 g (1,43 moles) de una solución acuosa de ácido acrílico al 80% en masa en otro matraz Erlenmeyer de 500 ml y se añadieron gota a gota a esto 159,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico al 27% en masa mientras se enfriaba desde el exterior para la neutralización a 75% en moles. Posteriormente, se añadieron a esto y se disolvieron 0,155 g (0,572 mmol) de dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) como un compuesto azoico y 0,0116 g (0,067 mmol) de éter diglicídico de etilenglicol como un agente de reticulación interna para preparar una solución acuosa de monómero de la segunda fase.

El interior del sistema de matraz separable descrito anteriormente se enfrió hasta 25°C y la cantidad total de la solución acuosa de monómero de la segunda fase se añadió a continuación a la suspensión polimerizada de la primera fase. La atmósfera del sistema se reemplazó a fondo por nitrógeno, y a continuación el matraz se sumergió de nuevo en un baño de agua de 70°C para elevar la temperatura para realizar una polimerización de la segunda etapa durante 30 minutos.

Después de la polimerización de la segunda fase, la temperatura de la solución de reacción se elevó con un baño de aceite de 125°C y se retiraron del sistema 240 g de agua mediante destilación azeotrópica de n-heptano y agua mientras se sometía a reflujo el n-heptano. Posteriormente, se añadieron a esto 4,42 g (0,51 mmol) de una solución acuosa de éter diglicídico de etilenglicol al 2% en masa como un agente de posreticulación y la mezcla se mantuvo a 80°C durante 2 horas. Posteriormente, el paso de secado se realizó al evaporar el n-heptano para obtener una resina secada. Se dejó que esta resina secada pasara a través de un tamiz con aberturas de 1000 µm para obtener 231,1 g de una resina hidroabsorbente en forma de partículas esféricas aglomeradas. La resina hidroabsorbente así

preparada se evaluó según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 355 µm.

Ejemplo comparativo 2

5 El Ejemplo comparativo 2 se realizó como en el Ejemplo comparativo 1, excepto que se añadieron 2,76 g de una solución acuosa de trietilentetraminohexaacetato hexasódico al 40% en masa al gel hidratado después de la polimerización de la segunda fase con agitación. Los 232,2 g de resina hidroabsorbente así preparados se evaluaron según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 380 µm.

Ejemplo comparativo 3

15 El Ejemplo comparativo 3 se realizó como en el Ejemplo comparativo 2, excepto que el compuesto de ácido aminocarboxílico que se había de añadir después de la polimerización de la segunda fase se cambió por 0,83 g de una solución acuosa de dietilentriaminopentaacetato pentasódico al 40% en masa y que la cantidad de agua que se había de retirar mediante destilación azeotrópica se cambió por 236 g. Los 231,6 g de resina hidroabsorbente así preparados se evaluaron según cada tipo de los métodos de prueba descritos anteriormente. La resina hidroabsorbente resultante tenía un diámetro de partícula mediano de 365 µm.

20 4-3. Resultados de la evaluación

La Tabla 1 posterior muestra los resultados de la evaluación de las resinas hidroabsorbentes preparadas en los Ejemplos 1 a 7 y los Ejemplos comparativos 1 a 3. La Tabla 1 resume propiedades físicas deseables: capacidad de hidroabsorción bajo una condición tanto de carga como de ausencia de carga, contenido de monómero residual, valor inicial del índice de amarillez y relación del cambio del índice de amarillez (prueba de decoloración bajo 70°C y 90% de HR).

Tabla 1

	una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica (g/g)	una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4, 14 kPa (ml/g)	Contenido de monómero residual (ppm)	Valor inicial del índice de amarillez	Relación del cambio del índice de amarillez (Prueba de decoloración bajo 70°C y 90% de HR)			
					Después de 7 días	Después de 10 días	Después de 14 días	Después de 21 días
Ejemplo 1	62	20	80	2,9	6,7	9,4	16,1	23,5
Ejemplo 2	64	21	75	3,3	5,2	7,7	12,4	17,9
Ejemplo 3	64	22	60	4,7	1,4	1,9	2,9	5,2
Ejemplo 4	63	23	65	4,5	1,4	1,9	3,0	5,4
Ejemplo 5	60	23	80	3,7	2,0	3,0	4,2	7,1
Ejemplo 6	68	16	70	4,4	1,3	2,0	3,0	5,5
Ejemplo 7	61	25	75	4,2	1,6	2,2	3,3	5,7
Ejemplo comparativo 1	59	18	380	0,8	36,3	64,5	92,5	107,4
Ejemplo comparativo 2	61	20	320	1,1	4,8	11,7	17,4	36,5
Ejemplo comparativo 3	57	23	360	0,9	5,8	14,8	22,7	47,0

Explicación de los números de referencia

	X	aparato de medida
	1	parte de bureta
5	2	conducto
	3	plataforma de medida
10	4	parte de medida
	5	resina hidroabsorbente

REIVINDICACIONES

5 1. Una resina hidroabsorbente preparada mediante polimerización en suspensión en fase inversa de un monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble en presencia de un agente de reticulación interna y al menos un compuesto azoico y un peróxido y realizando una posreticulación con un agente de posreticulación en presencia de agua en un intervalo de 1 a 400 partes en masa basado en 100 partes en masa del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble; en donde la cantidad usada del agente de reticulación interna es de 0,000001 a 0,02 moles, basada en 1 mol del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble; la cantidad usada del agente de posreticulación es de 0,00001 a 0,01 moles, basada en 1 mol de la cantidad total del monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble; el agente de posreticulación es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en éter diglicidílico de (poli)etilenglicol, éter diglicidílico de (poli)glicerina, éter triglicidílico de (poli)glicerol, éter triglicidílico de trimetilolpropano, éter poliglicidílico de (poli)propilenglicol y éter poliglicidílico de (poli)glicerol; y

10 en donde la resina hidroabsorbente satisface todas las propiedades siguientes:

15 (A) una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica de 55 g/g o más, una capacidad de hidroabsorción de solución salina fisiológica bajo una carga de 4,14 kPa de 15 ml/g o más, y un contenido de monómero residual de 300 ppm o menos; y

(B) un índice de amarillez de 5,0 o menos y una relación del cambio del índice de amarillez (ΔYI) después de dejar durante 10 días bajo 70°C y 90% de HR de 10 o menos.

20 2. La resina hidroabsorbente según la reivindicación 1, en la que el monómero etilénicamente insaturado hidrosoluble es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en ácido (met)acrílico o sus sales, (met)acrilamida y N,N-dimetilacrilamida.

25 3. La resina hidroabsorbente según la reivindicación 1 o 2, que tiene un diámetro de partícula mediano de 100 a 600 μm .

4. Una resina hidroabsorbente preparada al combinar adicionalmente un compuesto de ácido aminocarboxílico en la resina hidroabsorbente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.

30 5. La resina hidroabsorbente según la reivindicación 4, en la que el compuesto de ácido aminocarboxílico es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en ácido dietilentriaminopentaacético, ácido trietilentetraminohexaacético, ácido trans-1,2-diaminociclohexanotetraacético, ácido etilendiaminotetraacético y sales de los mismos.

35 6. Un artículo absorbente que comprende un material absorbente que incluye la resina hidroabsorbente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

FIG. 1

