

TÍTULO: UN PROCESO PARA LA PREPARACIÓN DE POLÍMERO

SUPERABSORBENTE

CAMPO DE LA INVENCION

5 La presente invención se relaciona con un proceso para la preparación de polímero superabsorbente con alta capacidad de absorción de fluidos. La presente invención también se relaciona con una composición que comprende dicho polímero superabsorbente y su uso para absorber fluidos acuosos, por ejemplo, en la industria agrícola.

10

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los polímeros superabsorbentes absorben agua o fluidos varias veces su peso. El(os) polímero(s) superabsorbente(s) (SAP, por sus siglas en inglés) mejoran el abastecimiento de agua en el suelo y, por lo tanto, se usan en la agricultura.

15 En la técnica, se conocen diversos polímeros superabsorbentes. Tales polímeros superabsorbentes pueden fabricarse a partir de copolímero de poliacrilamida, carboximetilcelulosa reticulada, copolímero de alcohol polivinílico, óxido de polietileno reticulado, copolímero injertado con almidón de poliacrilonitrilo, etc. Se conoce que la absorbancia de agua de la mayoría de los polímeros

20 superabsorbentes disminuye considerablemente en presencia de sales. Se conoce que los polímeros superabsorbentes incorporados en el suelo o los que se mezclan con fertilizantes sufren una capacidad de absorción disminuida debido a la presencia de sales en el suelo o en el fertilizante. Se han llevado a cabo estudios para estudiar el efecto de sales tales como las realizadas por Daniel C. Bowman, Richard Y. Evans,

y J. L. Paul., J. Amer. Soc. Hort. Sci. mayo 1990 115: 382-386, Fertilizer Salts Reduce Hydration of Polyacrylamide Gels and Affect Physical Properties of Gel-amended Container Media. El artículo discute la disminución en la capacidad de absorción del polímero cuando se mezcla con sales. Se observó que las sales solubles afectan
5 dramáticamente la absorción mediante geles hidrofílicos de poliacrilamida.

La agricultura requiere el uso de muchos compuestos para asegurar buenos rendimientos y cultivos sanos. La mayoría de los fertilizantes y nutrientes añadidos al suelo son sales que de alguna manera contribuyen a la mejora de los cultivos. Las sales también están presentes naturalmente en el suelo, lo que también contribuye a
10 un aumento de la salinidad del suelo. En áreas propensas a la sequía y áreas donde el manejo del agua es esencial, la salinidad en el suelo es mayor ya que el agua requerida para lavar estas sales es escasa. En tales suelos, donde el agua es escasa o donde se requiere manejo del agua o incluso donde se agregan sales normales al suelo, la adición de polímeros superabsorbentes no puede producir el efecto deseado,
15 es decir, una mayor disponibilidad de agua. Las sales en el entorno alrededor del polímero superabsorbente influyen en la capacidad del rendimiento del polímero.

El proceso de preparación conocido para tales polímeros superabsorbentes incluye un proceso mediante polimerización en suspensión de fase inversa y un proceso mediante polimerización en solución acuosa.

20 La patente de los EE. UU. núm. 7459501 describe y reivindica un proceso para preparar SAP, en donde el SAP se prepara mediante la polimerización por injerto de un monómero sobre almidón en presencia de un iniciador térmico como persulfato de amonio a 170 °F.

La patente de los EE. UU. núm. 8507607 describe un proceso continuo para
25 polimerizar por injerto un carbohidrato con un derivado de ácido carboxílico α , β -

insaturado en presencia de un catalizador, en donde la polimerización es una polimerización térmicamente iniciada en condiciones sustancialmente adiabáticas.

La patente núm. WO2019/011793 se relaciona con un proceso para producir partículas de polímero superabsorbente, que comprende la posreticulación de superficie, la clasificación de partículas de polímero superabsorbente posreticuladas de superficie, la desaglomeración de la fracción de gran tamaño separada mediante el uso de un triturador de rodillos y el reciclado de la fracción de gran tamaño desintegrada antes o durante la clasificación de las partículas de polímero superabsorbente posreticuladas de superficie.

Por lo tanto, existe una necesidad en la técnica de un proceso simple e industrialmente viable para la preparación de polímero superabsorbente en forma granular. En consecuencia, la presente invención proporciona una ruta factible y económica para la preparación de polímero superabsorbente al superar el problema enfrentado durante la preparación de los SAP. Sorprendentemente, se ha encontrado que la presente invención proporciona un polímero superabsorbente con propiedades deseadas, específicamente las partículas del polímero superabsorbente tienen una alta capacidad de absorción y propiedades de retención para fluidos acuosos.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

En un aspecto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de polímero superabsorbente.

Otro aspecto de la presente invención consiste en proporcionar un método eficaz para la producción de un polímero superabsorbente que muestre un aumento en la capacidad de producción, sea una técnica sencilla, rentable y amigable con el medio ambiente.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un polímero superabsorbente que tenga una alta capacidad de absorción de agua.

En otro aspecto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de polímero superabsorbente que comprende polimerizar por injerto
5 un monómero sobre almidón en presencia de un sistema catalítico redox.

En otro aspecto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de polímero superabsorbente que comprende polimerizar por injerto un monómero sobre almidón en presencia de un sistema catalítico redox a temperatura ambiente.

10 En otro aspecto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de polímero superabsorbente que comprende polimerizar por injerto un monómero de compuesto de ácido acrílico sobre un polisacárido mediante el uso de un sistema catalizador redox que comprende persulfato de amonio, peróxido de hidrógeno y ácido ascórbico.

15 En otro aspecto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de polisacárido-g-poli (2-propenamida-co-2-ácido propenoico) o sales de este.

En otro aspecto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de almidón-g-poli (2-propenamida-co-2-ácido propenoico) o sales de este.

20 En otro aspecto, la presente invención proporciona un método para la producción de polímero superabsorbente que comprende

- a) polimerizar por injerto el monómero sobre la superficie del polisacárido en presencia de un sistema catalítico redox y un agente de reticulación para formar un copolímero y
- 25 b) neutralizar el copolímero para obtener polímero superabsorbente granulado.

En un aspecto, la presente invención proporciona un polímero superabsorbente que tiene un tamaño de partícula, por ejemplo, en el rango de 7500 micrones a 75 micrones, que es aproximadamente malla 3 a malla 200.

En un aspecto, la presente invención proporciona polímero superabsorbente
5 que tienen capacidad de absorción de agua en el rango de 200-2000 g/g.

Típicamente, la capacidad de absorción de agua del polímero superabsorbente puede medirse mediante un método conocido en la técnica y uno de tales métodos se describe en H. Omidiana et al., Polymer 40 (1999) 1753–1761.

En otro aspecto, la presente invención proporciona ácido poliacrílico/acrilamida
10 injertado con almidón que tiene una alta capacidad de absorción de agua que varía de 500 g/g a 980 g/g, preferentemente, en el rango de 650 g/g a 800 g/g.

En un aspecto, la presente invención proporciona una composición que comprende al menos un polímero superabsorbente producido mediante la presente invención.

15 En un aspecto, la presente invención proporciona una composición que comprende al menos un polímero superabsorbente de la presente invención y opcionalmente al menos un aditivo ventajoso para plantas.

En un aspecto, la presente invención proporciona un producto agrícola de paquete múltiple que comprende:

- 20
- i) un recipiente que comprende al menos un polímero superabsorbente de la presente invención y opcionalmente al menos un aditivo ventajoso para plantas.
 - ii) un manual de instrucciones que instruye al usuario a administrar el contenido a un locus.

En un aspecto, la presente invención proporciona un método para aumentar la capacidad de absorción de agua de un polímero superabsorbente, el método comprende poner en contacto el polímero superabsorbente producido mediante la presente invención con una parcela de suelo.

5 En otro aspecto, la presente invención proporciona un polímero superabsorbente producido mediante el presente método que tiene una capacidad de absorbancia de agua que varía de 500 g/g a 980 g/g.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

10

Dentro del contexto de esta especificación, cada término o frase más abajo incluirá el siguiente significado o significados:

Para los propósitos de la siguiente descripción detallada, debe entenderse que la invención puede asumir varias variantes alternativas y secuencias de etapas, excepto donde se especifique expresamente lo contrario. Además, aparte
15 de en cualquier ejemplo operativo, o donde se indique de cualquier otra manera, todos los números que expresan, por ejemplo, cantidades de materiales/ingredientes usados en la especificación se entienden como modificados en todos los casos por el término “aproximadamente”.

20 Por lo tanto, antes de describir la presente invención en detalle, se debe entender que esta invención no se limita a sistemas particularmente ejemplificados o parámetros de proceso que, por supuesto, pueden variar. También se debe entender que la terminología usada en la presente descripción solo tiene el propósito de describir modalidades particulares de la invención y no pretende limitar el alcance de

la invención de ninguna manera. El uso de ejemplos en cualquier parte de esta especificación que incluye ejemplos de cualquiera de los términos discutidos en la presente descripción es solo ilustrativo, y de ninguna manera limita el alcance y el significado de la invención o de cualquier término ejemplificado. Asimismo, la invención no se limita a diversas modalidades dadas en esta especificación. A menos que se defina de cualquier otra manera, todos los términos técnicos y científicos usados en la presente descripción tienen el mismo significado que entiende comúnmente un experto en la técnica a la que pertenece esta invención. En caso de conflicto, prevalecerá el presente documento, incluidas las definiciones.

Los expertos en la técnica reconocerán que los métodos y las composiciones que se describen en la presente descripción pueden llevarse a la práctica sin uno o más de los detalles específicos descritos, o con otros métodos, componentes, materiales, etc. En algunos casos, los materiales, componentes o etapas del método bien conocidos no se muestran ni se describen en detalle. Además, las etapas del método, las composiciones, etc. descritas pueden combinarse de cualquier manera adecuada en una o más modalidades. También se entenderá fácilmente que los métodos y las composiciones de las modalidades como se describen generalmente en la presente descripción podrían disponerse y diseñarse en una amplia variedad de configuraciones diferentes.

El orden de las etapas o acciones de los métodos descritos en relación con las modalidades descritas puede cambiarse como resultará evidente para los expertos en la técnica. Por lo tanto, cualquier orden en la descripción detallada es solo para fines ilustrativos y no pretende implicar un orden requerido.

Debe señalarse que, como se usa en esta especificación, las formas singulares “un”, “una” y “el/la” incluyen los referentes plurales a menos que el

contenido lo indique claramente de cualquier otra manera. Los términos “preferido” y “preferentemente” se refieren a modalidades de la invención que pueden proporcionar ciertos beneficios, bajo ciertas circunstancias.

Como se usa en la presente descripción, los términos “que comprende”, “que incluye”, “que tiene”, “que contiene”, “que implica” y lo similar deben entenderse como abiertos, es decir, significa que incluyen, pero no se limitan a lo incluido.

Como se usa en la presente descripción, el término “temperatura ambiente” se refiere a temperaturas, por ejemplo, de 15 °C a 40 °C, 15 °C a 30 °C, y 15 °C a 24 °C, 16 °C a 21 °C, 20 °C a 30 °C, 30 °C a 35 °C. Tales temperaturas pueden variar de +5 a -5 °C.

El término “SAP”, como se usa en la presente descripción, significa polímero superabsorbente.

El término “absorción de agua”, como se usa en la presente descripción, significa la propiedad de absorber agua cuando el polímero superabsorbente se expone al agua. La capacidad de absorción de agua (WAC, por sus siglas en inglés) consiste en agregar agua o una solución acuosa a un material, seguido del tamizado y la cuantificación del agua retenida por el material gelificado en el tamiz.

En cualquier aspecto o modalidad que se describe más abajo, la frase “que comprende” puede reemplazarse por las frases “que consiste en” o “que consiste esencialmente en” o “que consiste esencialmente en” o “que contiene”. En estos aspectos o modalidad, la combinación o composición descrita incluye o comprende o consiste en o consiste esencialmente en o consiste sustancialmente en componentes específicos mencionados en la presente descripción o adyuvantes o excipientes que no se mencionan específicamente en la presente descripción.

Los términos “polímero superabsorbente” o “SAP” o “gel de polímero” se refieren a polímeros dilatables con agua que pueden absorber muchas veces su peso en una solución acuosa. Sin desear limitarse a la teoría, el término polímeros superabsorbentes también se aplica a los polímeros que absorben el agua y también absorben el agua absorbida. El polímero superabsorbente puede seleccionarse de, pero no se limita a, polímeros dilatables con agua o absorbentes de agua o con retención de agua tales como polímeros reticulados que se dilatan sin disolverse en presencia de agua, y pueden absorber al menos 10, 100, 1000, o más veces su peso en agua.

El término “un sistema catalítico redox” al que se hace referencia en la presente descripción es un sistema catalítico que comprende persulfato de amonio, peróxido de hidrógeno y ácido ascórbico.

En un aspecto, la presente invención proporciona un método para la producción de polímero superabsorbente.

En un aspecto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de polímero superabsorbente que comprende polimerizar por injerto un monómero de ácido acrílico y un polisacárido en presencia de un sistema catalítico redox.

En una modalidad, el proceso comprende polimerizar por injerto un monómero sobre un almidón para formar un copolímero de injerto de almidón, en donde el monómero comprende al menos un derivado de ácido carboxílico o nitrilo α , β -insaturado. Típicamente, el monómero se selecciona de ácido acrílico, acrilamida, metacrilamida, ácido 2-acrilamido-2-metil-propanosulfónico, ácido metacrílico, ácido vinilsulfónico, acrilato de etilo, acrilato de potasio, derivados de estos o mezclas de estos.

Los ejemplos de monómeros usados en la invención incluyen, pero no se limitan a, ácido acrílico o ácido metacrílico, acrilamida o metacrilamida, ácidos sulfónicos, tales como ácido 2-acrilamido-2-metil-propanosulfónico (AMPS, por sus siglas en inglés), ácido vinilsulfónico, acrilatos, tales como acrilato de etilo y acrilato de potasio.

5 En una modalidad, el monómero es ácido acrílico.

En otra modalidad, el monómero es una mezcla de ácido acrílico y acrilamida.

En aplicaciones alternativas, el ácido acrílico puede polimerizarse por injerto sobre un almidón u otro polisacárido sin la ayuda de acrilamida.

En una modalidad, el polisacárido es un polímero superabsorbente.

10 En una modalidad, el polímero superabsorbente es un polímero superabsorbente a base de almidón.

En una modalidad, el polímero superabsorbente es Zeba™.

En una modalidad, el polisacárido es almidón.

El almidón usado en el método descrito anteriormente incluye almidones,
15 harinas y granos molidos. Por ejemplo, los almidones incluyen almidones nativos (p. ej., almidón de maíz (Pure Food Powder, fabricado por A.E. Staley), almidón de maíz ceroso (Waxy 7350, fabricado por A.E. Staley), almidón de trigo (Midsol 50, fabricado por Midwest Grain Products), almidón de papa (Avebe, fabricado por A.E. Staley)), almidones de dextrina (p. ej., Stadex 9, fabricados por A.E. Staley),
20 almidones de dextrano (p. ej., Grade 2P, fabricados por Pharmachem Corp.), harina de maíz, raíz de yuca pelada, raíz de yuca no pelada, harina de avena, harina de plátano y harina de tapioca. El almidón puede gelatinizarse para proporcionar una absorbencia óptima. Un almidón ilustrativo es el almidón de maíz gelatinizado. Además, de acuerdo con una modalidad, la relación molar del almidón al monómero
25 está en el rango de entre aproximadamente 1:1 y aproximadamente 1:7.

En modalidades alternativas, se pueden usar otros polisacáridos, tales como celulosa, en lugar de almidón. Por consiguiente, los monómeros descritos hasta este momento pueden polimerizarse por injerto sobre celulosa con fines de aplicaciones agrícolas.

5 En una modalidad, el sistema catalizador redox puede comprender iniciadores, por ejemplo, sales de cerio (+4), tales como nitrato cérico amónico; persulfato de amonio; persulfato de sodio; persulfato de potasio; peróxido ferroso; sulfato ferroso amónico-peróxido de hidrógeno; ácido L-ascórbico; y permanganato de potasio-ácido ascórbico. Se pueden usar otros iniciadores adecuados conocidos
10 por los expertos en la técnica, tales como persulfatos y peróxidos alternativos, así como vanadio, manganeso, etc. La cantidad de iniciador usada puede variar basada en el iniciador elegido, el monómero seleccionado y el almidón elegido. El iniciador se puede añadir en una o múltiples etapas a temperatura ambiente.

En una modalidad, el proceso para preparar polímero superabsorbente
15 comprende polimerizar por injerto un monómero sobre un almidón en presencia de un sistema catalítico redox para formar el copolímero de injerto de almidón a temperatura ambiente.

En otra modalidad, el proceso para preparar polímero superabsorbente comprende las etapas de

- 20 a) polimerizar por injerto un monómero sobre un almidón en presencia de un sistema catalítico redox para formar el copolímero de injerto de almidón;
b) neutralizar el copolímero de injerto de almidón y
c) aislar el polímero superabsorbente granular.

En una modalidad, el monómero se polimeriza por injerto sobre un almidón
25 en presencia de un sistema catalítico redox a temperatura ambiente.

El proceso de polimerización por injerto comprende además un agente de reticulación.

Los ejemplos de agentes de reticulación incluyen: glicéridos; diepóxidos; diglicidilos; ciclohexdiamida; metilen bis-acrilamida; bis-hidroxiálquilamidas, tales como bis-hidroxiopropil adipamida; formaldehídos, tales como resinas de urea-formaldehído y melamina-formaldehído; isocianatos que incluyen di o triisocianatos; resinas epoxi, típicamente, en presencia de un catalizador base; y derivados y mezclas de estos.

En un aspecto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de polímero superabsorbente que comprende polimerizar por injerto un monómero de ácido acrílico y un polisacárido en presencia de un sistema catalítico redox y un agente de reticulación a temperatura ambiente.

En una modalidad, el sistema catalítico redox comprende persulfato de amonio, peróxido de hidrógeno y ácido ascórbico.

En una modalidad, el agente de reticulación es metilen bis-acrilamida.

En una modalidad, el proceso para la preparación de polímero superabsorbente es un proceso por lotes o un proceso continuo.

Ventajosamente, el sistema catalítico usado en el proceso ayuda a lograr la polimerización a temperatura ambiente y proporciona al producto una mejor resistencia y capacidad de absorbancia de agua.

Otra ventaja asociada con la presente invención es que se evitan totalmente las utilidades necesarias para calentar y enfriar el sistema catalítico térmicamente iniciado, lo que da como resultado una reducción de costos del proceso a escala comercial.

En una modalidad, una vez que se forma un copolímero de injerto de almidón, el pH del copolímero de injerto de almidón se puede ajustar a un valor deseado para la

aplicación agrícola particular. Pueden ser deseables valores de pH alternativos dependiendo del tipo de suelo y del tipo de cultivo al que se aplicarán los SAP resultantes. El pH resultante para la mayoría de aplicaciones agrícolas variará típicamente de aproximadamente 6,0 a aproximadamente 8,0, preferentemente, 7,0.

5 En una modalidad, la neutralización del copolímero de injerto de almidón se realiza mediante el uso de hidróxido de potasio, metóxido de potasio o una mezcla de estos.

En una modalidad, después de la neutralización, se puede aislar el copolímero de injerto de almidón. En un método ilustrativo, la masa neutralizada del polímero que
10 sale se lava con solvente, por ejemplo, alcohol, para obtener un producto granulado.

En un método ilustrativo, la masa neutralizada del polímero que sale se granula al mezclarla con solvente, por ejemplo, metanol, en un reactor de doble tornillo de manera continua para obtener gránulos del producto de SAP.

Por ejemplo, el producto de SAP puede tener un tamaño de partícula menor
15 que aproximadamente malla 200. El tamaño de partícula deseable puede depender de la aplicación agrícola específica prevista. En una modalidad para aplicaciones agrícolas que depositan el copolímero de injerto de almidón directamente en el suelo, el tamaño de partícula puede ser menor que malla 50, más particularmente, entre aproximadamente malla 5 y malla 50, o entre
20 aproximadamente malla 5 y malla 25, o entre aproximadamente malla 8 y aproximadamente malla 25.

En otro aspecto, la presente invención proporciona un método para aumentar la capacidad de absorción de agua de un polímero superabsorbente, el método comprende poner en contacto el polímero superabsorbente producido
25 mediante la presente invención con una parcela de suelo. Típicamente, el

producto de polímero superabsorbente se puede mezclar con un solvente, tal como agua, para formar una suspensión. La suspensión resultante se puede aplicar a un medio agrícola, tal como una planta, raíz, semilla, plántula, o directamente al suelo en el que se plantará una planta, raíz, semilla o plántula.

- 5 En una modalidad, se puede añadir un fertilizante o micronutriente al producto de SAP.

La aplicación agrícola de los SAP elaborados mediante los métodos descritos anteriormente puede dar como resultado una germinación y/o floración más temprana de las semillas, una disminución de los requisitos de riego, una mayor propagación, un mayor crecimiento de los cultivos, un aumento de la producción de cultivos y una disminución de la formación de costras en el suelo. Por lo tanto, los SAP elaborados mediante los métodos descritos en la presente descripción son deseables para formar y usar un SAP en aplicaciones agrícolas a gran escala.

10

La ventaja de la presente invención reside además en retener las propiedades de absorción de agua deseadas sin someterse a condiciones de plastificación.

15

Se comprenderá que la especificación y los ejemplos son ilustrativos pero no limitantes de la presente invención y que otras modalidades dentro del espíritu y alcance de la invención serán evidentes para los expertos en la técnica. Pueden practicarse otras modalidades que también están dentro del alcance de la presente invención. Los siguientes ejemplos ilustran la invención, pero de ninguna manera pretenden limitar el alcance de las reivindicaciones.

20

Ejemplos

Ejemplo 1

Proceso por lotes

Se colocó almidón (82 g) en agua (700 g) en un homogeneizador durante 1
5 hora. Después, la masa resultante se transfirió a una caldera de reacción. La
mezcla de reacción se agitó a 25-30 °C y se añadió ácido acrílico (82 g, 100 %),
seguido de una mezcla de acrilamida (41 g) y metilen bis acrilamida (200 mg) y
persulfato de amonio (200 mg). A la mezcla de reacción se añadió peróxido de
10 hidrógeno (160 mg) y solución de ácido ascórbico (100 mg en 3 ml de agua). La
masa espesa se agitó durante 1 h y, después, se neutralizó con solución de
hidróxido de potasio a un pH de 7,2. La masa se lavó mediante agitación con
metanol (3,0 kg) para producir un producto granulado.

Peso-260 g, rendimiento-97 % con contenido de humedad al 6-7 %

Capacidad de absorción de agua: 562 g/g

15

Ejemplo 2

Proceso continuo

Se colocó almidón (82 g) en agua (700 g) en un homogeneizador durante 1
20 hora. A esta masa resultante se añadió ácido acrílico (82 g) seguido de la adición
de acrilamida (41 g) y metilen bis acrilamida (200 mg) y persulfato de amonio
(200 mg) y peróxido de hidrógeno (160 mg). Esta mezcla se introdujo en un
reactor continuo de doble tornillo a una velocidad de 38,1 ml/min a 25 °C. A través
de otro puerto se introdujo simultáneamente al reactor una solución de ácido

ascórbico (0,0031 M) con una velocidad de alimentación de 10 ml/min. El material que sale del reactor se neutralizó progresivamente en la cámara de neutralización donde una solución de hidróxido de potasio se alimenta a una velocidad de 7 ml/min. Después, la masa neutralizada que sale se granula al mezclarla con metanol en otro reactor de doble tornillo de manera continua.

Peso-260 g/h, rendimiento-97 % con contenido de humedad al 6-7 %

Capacidad de absorción de agua: 540 g/g

Ejemplo 3

Se colocaron 82 g de almidón en 700 g de agua en un homogeneizador durante 1 h. Después, la masa resultante se transfirió a un reactor equipado con cuchillas de paleta de cinta. La mezcla de reacción se agitó a 25-30 °C y se añadieron 82 g (100 %) de ácido acrílico, seguido de una mezcla de 41 g de acrilamida y 200 mg de metilen bis acrilamida y 200 mg de persulfato de amonio. Después, se añadieron 160 mg de peróxido de hidrógeno. Se añadieron 100 mg (en 3 ml de agua) de solución de ácido ascórbico. La masa espesa se agitó durante 1-1,5 h y, después, se neutralizó con solución de KOH a un pH de 7,2. La masa se lavó mediante agitación con metanol (3,0 kg) para producir un producto granulado.

Peso-200 g, rendimiento-74 % con contenido de humedad al 6-7 %

Capacidad de absorción de agua: 445 g/g

Ejemplo 4

Reacción en ausencia de ácido ascórbico.

Se colocaron 82 g de almidón en 700 g de agua en un homogeneizador durante 1 h. Después, la masa resultante se transfirió a una caldera de reacción equipada con una cuchilla revestida con teflón. La mezcla de reacción se agitó a 25-30 °C y se añadieron 82 g (100 %) de ácido acrílico, seguido de la adición de una mezcla de 41 g de acrilamida y 100 mg de metilen bis acrilamida y 200 mg de persulfato de amonio. Después, se añadieron 160 mg de peróxido de hidrógeno y se agitó durante 2 horas. No se produjo polimerización incluso después de 2 h

10 **Ejemplo 5**

Se colocaron 82 g de almidón en 700 g de agua en un homogeneizador durante 1 h. Después, la masa resultante se transfirió a una caldera de reacción. La mezcla de reacción se agitó y se añadieron 82 g (100 %) de ácido acrílico, seguido de la adición de una mezcla de 41 g de acrilamida y 50 mg de metilen bis acrilamida y 200 mg de persulfato de amonio. Después, se añadieron 160 mg de peróxido de hidrógeno bajo agitación de 100 mg (en 3 ml de agua) de solución de ácido ascórbico. La masa espesa se agitó durante 1 h y, después, se neutralizó con solución de KOH a un pH de 7,2. La masa se lavó con metanol (3,0) kg para producir un producto granulado.

Peso: 240 g (rendimiento - 92 %) con contenido de humedad al 6-7 %

20 Capacidad de absorción de agua: 265 g/g

Ejemplo 6

Se colocaron 82 g de almidón en 700 g de agua en un homogeneizador durante 1 h. Después, la masa resultante se transfirió a una caldera de reacción. La mezcla de

reacción se agitó y se añadieron 82 g de ácido acrílico, seguido de una mezcla de 41 g de acrilamida y 100 mg de metilen bis acrilamida y 200 mg de persulfato de amonio. Después, se añadieron 160 mg de peróxido de hidrógeno bajo agitación. Se añadieron 100 mg (en 3 ml de agua) de solución de ácido ascórbico. La masa espesa se agitó durante 1 h y, después, se neutralizó con solución de KOH a un pH de 7,2. La masa se lavó con metanol (3,0 kg) para producir un producto granulado.

Peso: 256 g con contenido de humedad al 6-7 %

Capacidad de absorción de agua: 780 g/g

10 Ejemplo 7

Se colocaron 82 g de almidón en 700 g de agua en un homogeneizador durante 1 h. Después, la masa resultante se transfirió a una caldera de reacción. La mezcla de reacción se agitó a 25-30 °C y se añadieron 82 g de ácido acrílico, seguido de una mezcla de 41 g de acrilamida y 100 mg de metilen bis acrilamida y 240 mg de AIBA (2,2'-Azobis(2-metilpropionamida) diclorhidrato). A esto le sigue la adición de 160 mg de peróxido de hidrógeno bajo agitación. Se añadieron 100 mg (en 3 ml) de solución de ácido ascórbico en agua. La masa espesa se agitó durante 1 h y, después, se neutralizó con solución de KOH hasta un pH de 7,2. La masa se lavó con metanol (3,0 kg) para producir un producto granulado.

Peso 259 g (rendimiento >98 %) con contenido de humedad al 6-7 %

Capacidad de absorción de agua: 700 g/g.

Ejemplo 8

Proceso continuo

Se colocaron 1207 g de almidón en 11.666 g de agua en un homogeneizador durante 1 h. A esta masa resultante se añadieron 1839 g de ácido acrílico seguido de 7,67 g de diacrilato de tetraetilenglicol, 0,345 g de AIBA (2,2'-Azobis(2-
5 metilpropionamidina) diclorhidrato) y 0,16 g de peróxido de hidrógeno. Esta mezcla se introdujo en un reactor continuo de doble tornillo a una velocidad de 38,1 ml/min a 30-32 °C. A través de otro puerto se introdujo simultáneamente una solución de ácido ascórbico (3,658 g disueltos en 5 litros de agua) con una velocidad de alimentación de 10 ml/min. El reactor se mantuvo bajo atmósfera inerte con
10 burbujeo lento de nitrógeno. El material que sale del reactor se neutralizó progresivamente en la siguiente cámara de neutralización donde una solución de hidróxido de potasio al 22,5 % se alimenta a una velocidad de 7 ml/min.

Después, la masa neutralizada que sale se granula al mezclarla con metanol en otro reactor de doble tornillo de manera continua y se seca.

15 Peso-520 g/h, rendimiento-95 % con contenido de humedad al 5-7 %.

Capacidad de absorción de agua (WAC): 540 g/g.