

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

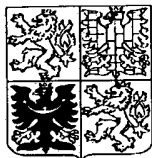
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2181-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **11. 01. 96**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **10.01.95, 13.10.95**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **95/370697, 95/542497**

(33) Země priority: **US, US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17. 12. 97**
(Věstník č. 12/97)

(86) PCT číslo: **PCT/US96/00388**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 96/21682**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 08 F 2/32
A 61 L 15/42
A 61 L 31/00

(71) Přihlášovatel:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY,
Cincinnati, OH, US;

(72) Původce:

Dyer John Collins, Cincinnati, OH, US;
Lloyd Susan Nicole, Middletown, OH, US;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1273,
Praha 4, 14021;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Absorpční pěny vyrobené z emulze voda-olej s velkým poměrem množství vody ku oleji vhodné jako sorbent pro menstruační vložky

(57) Anotace:

Absorpční pěny schopné krevní zejména menstruační tekutiny. Tyto absorpční pěny mají vysoký kapilární absorpční tlak, který je u menstruačních prostředků potřebný, a zároveň dostatečně otevřenou strukturu, která umožňuje pohyb pevných částic krevní zejména menstruační tekutiny. Tyto absorpční pěny se vyrábějí polymerací emulze voda-olej s velkým poměrem množství vody ku oleji (HIPE), kde poměr objemu a hmotnosti vodné fáze ku olejové fázi 20:1 až 125:1. Tyto pěny jsou zejména vhodné jako sorbent pro menstruační vložky.

CZ 2181-97 A3

ABSORPČNÍ PĚNY VYROBENÉ Z EMULZE VODA-OLEJ S VELKÝM POMĚREM MNOŽSTVÍ
VODY KU OLEJI VHODNÉ JAKO SORBENT PRO MENSTRUACNÍ VLOŽKY

PRIL.
VLASTNICTVÍ
PRŮMYŠLOVÉHO
ÚRADU

Tato přihláška je částečně pokračováním US přihlášky č. 08/370 697 z 10. 1.
1995, J. Dyer.

0 7 IX 97

Oblast techniky

00510

Tato přihláška se týká flexibilních, mikroporéznych absorpčních polymerních
pěnových materiálů s otevřenými buňkami vyrobených z emulze voda-olej
s velkým poměrem množství vody ku oleji (HIPE), které jsou schopné
absorbovat krevní zejména menstruační tekutiny. Tato přihláška se konkrétněji
týká absorpčních pěn vhodných jako sorbent pro menstruační vložky, tampóny,
obvazy, materiál pro chirurgii apod.

2.1.

Dosavadní stav techniky

Vývoj vysoce absorpčních materiálů pro menstruační vložky, tampóny, obvazy
a materiál pro chirurgii je náročný. Ve srovnání s vodou a močí je krev a krevní
tekutiny resp. menstruační tekutina poměrně pestrá směs rozpuštěných a
nerozpuštěných složek (např. erytrocyty), která je značně viskóznější než voda
a moč. Tato vyšší viskozita je překážkou použití běžných absorpčních materiálů
v účinném a rychlém transportu těchto krevních tekutin do místa vzdáleného od
bodu primárního výtoku. Nerozpuštěné prvky těchto krevních tekutin mohou
totiž ucpat kapiláry těchto absorpčních materiálů, což činí výrobu vhodného
sorbentu pro krevní a menstruační tekutiny velmi obtížnou.

U menstruačních vložek očekávají ženy velkou účinnost, pohodlí, zadržení
tekutiny a minimální tvorbu skvrn. Především za zcela nepřipustné je
považováno pronikání tekutiny z vložky na prádlo. Zlepšování účinnosti
menstruačních vložek je předmětem velmi intenzivního podnikání, přestože už
u nich byla provedena řada vylepšení. Ale zatím nebyly splněny požadavky žen
na odstranění netěsnosti zejména na vnitřních stranách stehén.

Ženy dále od těchto produktů vyžadují větší čistotu, hygienu a sucho než u
běžných tkaných nebo netkaných dříve používaných materiálů. V současnosti

se menstruační vložky vyrábí z netkaných nebo formovaných propustných fólií, které odvádí menstruační tekutinu rychle do spodní absorpční vrstvy, čehož účelem je zajistit sušší a čistší povrch prostředku přiléhající k tělu.

Sorbenty současných menstruačních vložek typicky obsahují jednu nebo několik vláknitých vrstev pro příjem menstruační tekutiny z propustného obalu a její rozvod do spodní zadržovací složky. Sorbent pro tenké provedení prostředku obvykle obsahuje vrstvu přijímající tekutinu (část označovanou jako „sekundární obal“), která přiléhá k propustnému obalu. Tento „sekundární obal“ se typicky vyrábí ze vzdušného tkaniva nebo umělé netkané látky. Pod tímto sekundárním obalem je hlavní sorbent, který je typicky vyroben ze vzduchem nebo za mokra tkané látky. Sorbent často obsahuje zejména absorpční gelový materiál uzavřen nebo zabalen do uvedené tkaniny. Takové uzavřené nebo zabalené jádro se často označuje jako tkané lamino. Viz. např. US Patent 4 950 264 (Osborn, 21. 8. 1990) a US Patent 5 009 653 (Osborn, 23. 4. 1991), které uvádí použití laminovaných tkaných jader pro menstruační vložky.

Dosavadní menstruační absorpční prostředky mají řadu nevýhod. Jednou z nich je obtížné zajištění suchého obalu. Přijatá menstruační tekutina může potenciálně pronikat zpět přes hlavní obal, což se často označuje jako „zpětné navlhčení“, které může být značně omezeno zvýšením kapilárního absorpčního tlaku absorpčního jádra ve srovnání s hlavním a sekundárním obalem. Čím větší je rozdíl v kapilárním absorpčním tlaku mezi jádrem a obalem, tím sušší je obal, který se dotýká těla. Toho lze ale dosáhnout jen při dostatečné rychlosti převodu tekutiny do jádra.

Tyto dosavadní menstruační absorpční prostředky mají také větší pravděpodobnost vzniku znečištění, protože struktura sorbentu není pružná, což vede k muchlání vložky a následně menšímu pohodlí během použití.

Alternativou běžných menstruačních sorbentů jsou absorpční pěny, které mají dostatečnou soudržnost za mokra a mohou poskytnout pohodlí během celé doby použití s minimálními změnami tvaru (žádné bobtnání a muchlání). Dále se takové prostředky dají snadněji komerčně vyrobit např. vykrojením z plátu pěny a vytvarovat za získání dostatečně velké soudržnosti a rovnoměrnosti než

běžné absorpční vláknité tkaniny. Tyto pěny lze také připravit v jakémkoliv požadovaném tvaru. Příkladem jsou jak menstruační vložky, tak další absorpční menstruační a krevní prostředky jako tampóny, obvazy a chirurgický materiál.

Použití různých typů pěn bylo navrženo pro tampóny, menstruační vložky i materiál pro absorpci krve. Viz. např. U.S. Patent 4,110,276 (DesMarais, 29. 8. 1978 - měkké, pružné pěny s otevřenými buňkami z polyuretanu, celulosy nebo butadienstyrenové gumy pro použití jako tampóny a menstruační vložky), U.S. Patent 4,752,349 (Gebel, 21. 6. 1988 - pěny se střední velikostí buněk hydrofilizované povrchově aktivní látkou s hustotou 0,1 až 0,8 g/cm³), U.S. Patent 4,613,543 (Dabi, 28. 9. 1986 - hydrofilní buničité polymery pro menstruační prostředky), U.S. Patent 3,903,232 (Wood, 2. 9. 1975 - stlačené hydrofilní polyuretanové pěny pro biomedicínské účely např. menstruační prostředky) U.S. Patent 4,049,592 (Marans, 20. 9. 1977 - biologicky odbouratelné hydrofilní polyuretanové pěny s vysokou absorpcí při styku tekutinami, i tělními, pro menstruační vložky apod.). Dosud používané pěny mají ale tendenci k tvorbě poměrně velkých buněk, a proto nevykazují pro krev a krevní tekutiny dostatečně velký kapilární absorpční tlak, nutný pro rychlý příjem menstruační tekutiny z obalu prostředku jako je menstruační vložka. To vede k nežádoucímu zpětnému zvlhčení, protože povrch v přímém kontaktu s tělem drží část tekutiny, která není absorbována do jádra a je schopna přechodu zpět na tělo.

Vhodné absorpční pěny pro absorpční prostředky byly vyrobeny z emulze voda-olej s velkým podílem vody (HIPE). Viz. např. US Patent 5,260,345 (DesMarais a kol., 9. 11. 1993) a US Patent 5,268,224 (DesMarais a kol., 7. 12. 1993). Tyto absorpční HIPE pěny mají pro manipulaci s tekutinou následující žádoucí vlastnosti:

- a) dobře sají a rozvádí tekutinu - vlastnosti pro transport vsáté tělní tekutiny z primárně zasažené zóny do volného zbytku pěny, což umožňuje přijmout další výron tekutiny
- b) velká zadržovací kapacita s poměrně velkou kapacitou při zatížení, tj. stlačení.

Tyto HIPE absorpční pěny jsou také dostatečně flexibilní a měkké pro zajištění vysokého stupně pohodlí uživatele absorpčního prostředku, jenž může být značně tenký, dokud není následně navlhčen absorbovanou tělní tekutinou. Viz. také US Patent 5 147 345 (Young a kol., 15. 8. 1994) a US Patent 5 318 554 (Young, 7. 6. 1994), které uvádí absorpční hmoty s *tekutinu sající/rozdávající složkou*, které mohou být hydrofilní, flexibilní pěny s otevřenými buňkami jako melamin-formaldehydové pěny (např. BASOTECT od firmy BASF), a *tekutinu zadržující/rozdávající složkou*, což je absorpční pěna na bázi HIPE.

HIPE pěny zajišťují kapilární tlak nezbytný pro odstranění většiny menstruační tekutiny z povrchu těla nebo obalu k němu přiléhajícího, a tak minimalizují zpětné zvlhčení. Bylo ale zjištěno, že zbylé hydratovatelné soli jako chlorid vápenatý typicky v dosavadních HIPE pěnách přítomných snižuje rychlost příjmu a zejména rozvod krevní tekutiny pěnou. Jak je uvedeno výše, jsou krevní a menstruační tekutina viskóznější než voda a zejména moč a jejich viskozita je dále zvýšena přítomností uvedených solí. Dosavadní pěny mají dále příliš malou mikrostrukturu, aby snadno přijaly nerozpuštěné složky krevních tekutin.

Proto existuje potřeba výroby HIPE polymerního pěnového sorbentu s otevřenými buňkami, který:

- 1) může rychle absorbovat krevní a menstruační tekutinu
- 2) může být použit jako sorbent do tenkých menstruačních vložek a dalších prostředků (tampóny, obvazy, chirurgický materiál apod.)
- 3) umožní odvádět tekutinu zadržovací složkou s větším kapilárním nebo osmotickým absorpčním tlakem
- 4) brání zpětnému navlhčení zdroje krevní tekutiny i při tlakovém zatížení a opakovaném výronu
- 5) je pro uživatele absorpčního prostředku měkká, flexibilní a přizpůsobivá
- 6) má velkou kapacitu tekutiny pro účinné použití v nákladnějším prostředku

Protože řada žen žádá tenké menstruační prostředky, existuje značná potřeba poměrně hustých prostředků. Hustý prostředek může např. pochopitelně

poskytnout lepší absorpci a zadržení tekutiny i pohodlí. Proto je třeba připravit poměrně tenkou absorpční hmotu pro menstruační vložky, která umožní pro zajištění objemu/tloušťky použít levné plnidlo (např. při nanášení vzduchem).

Podstata vynálezu

Předkládaný vynález se týká polymerních pěnových materiálů schopných absorpce krevních zejména menstruačních tekutin a jejich následného účinného převodu do dalších oblastí pěny. Tyto absorpční polymerní pěnové materiály obsahují hydrofilní, flexibilní, neionogenní polymerní pěnu se spojenými otevřenými buňkami.

Pěna má následující vlastnosti:

- A) nasávat umělou menstruační tekutinu (AFM) svisle do výšky 5 cm za dobu kratší než 60 minut
- B) kapilární specifický povrch 0,008 až 0,040 m²/cm³
- C) odolnost proti tlakové deformaci 5 až 95 % po 15 minutách při teplotě 31 °C a tlaku 5,19 kPa
- D) volnou kapacitu sorbentu 20 až 125 g/g
- E) obsah zbytkové hydratovatelné soli do 2 % hmotn.

Zejména důležitou vlastností pěny v souladu s předkládaným vynálezem je, že otvory mezi buňkami pěny jsou dostatečně velké, aby propustily nerozpustné pevné částice jako erytrocyty (průměrná velikost 8 μm). Toho důsledkem je, že se tyto otvory krevní tekutinou absorbovanou pěnou neucpávají. Přestože jsou buňky a otvory mezi nimi dostatečně velké, aby umožnily volný pohyb pevných částic, jsou zároveň dostatečně malé, aby byl kapilární absorpční tlak pěny dostatečně velký pro sorbent do menstruačního prostředku. Jinými slovy tyto pěny spojují velký kapilární absorpční tlak s dostatečnou otevřeností, aby umožnily volný pohyb pevných částic krve. Buňky pěny mají typický střední průměr 20 až 180 μm a průměrnou velikost otvorů mezi nimi 4 až 30 μm.

Předkládaný vynález se dále týká způsobu získání této absorpční pěny polymerací specifického typu emulze voda-olej nebo HIPE s malým množstvím

olejové fáze a velkým množstvím vodné fáze. Tento proces zahrnuje následující kroky:

A) příprava emulze olej-voda při teplotě 50 °C a vyšší za nízkého smykového míchání do rychlosti 1000 s⁻¹ z:

1/ olejové fáze obsahující:

- a) 85 až 98 % hmotnostních monomeru schopného tvořit kopolymer s T_g do 50 °C, který obsahuje:
 - i) 45 až 70 % hmotnostních alespoň jednoho ve vodě nerozpustného monofunkčního monomeru schopného tvořit ataktický amorfní polymer s T_g do 35 °C
 - ii) 10 až 40 % hmotnostních alespoň jednoho ve vodě nerozpustného monofunkčního ko-monomeru schopného předat pevnost stejnou jako styren
 - iii) 5 až 25 % hmotnostních prvního ve vodě nerozpustného, polyfunkčního zesilujícího činidla ze skupiny: divinylbenzen, trivinylbenzen, divinyltoluen, divinylxylen, divinylnaftalen, divinylalkylbenzen, divinylfenantren, divinylbifenyl, divinyldifenylmethan, divinylbenzyl, divinylfenylether, divinylidifenylsulfid, divinylfuran, divinylsulfid, divinylsulfon a jejich směsi
 - iv) 0 až 15 % hmotnostních prvního ve vodě nerozpustného, polyfunkčního zesilujícího činidla ze skupiny: polyfunkční akryláty, methakryláty, akrylamidy, methakrylamidy a jejich směsi a
- b) 2 až 15 % hmotnostních emulgátoru, což je v oleji rozpustný a pro tvorbu stabilní emulze voda-olej vhodný reagens a emulze obsahuje:
 - i) primární emulgátor obsahující alespoň 40 % hmotnostních emulgační složky ze skupiny: diglycerol monoestery lineárních nenasycených C16-C22 mastných kyselin, diglycerol monoestery rozvětvených C16-C24 mastných kyselin, diglycerol monoalifatické ethery rozvětvených C16-C24 alkoholů, diglycerol monoalifatické ethery lineárních nenasycených C16-C22 mastných alkoholů, diglycerol monoalifatické ethery lineárních nasycených C12-C14 alkoholů, sorbitan monoestery lineárních nenasycených C16-C22

mastných kyselin, sorbitan monoestery rozvětvených C16-C24
mastných kyselin a jejich směsi nebo

- ii) směs primárního emulgátoru mající alespoň 20 % hmotnostních této emulgační složky a některého sekundárního emulgátoru v hmotnostním poměru primárního ku sekundárnímu emulgátoru 50:1 až 1:4 a

2/ vodné fáze, což je vodný roztok obsahující:

0,2 až 20 % hmotnostních ve vodě rozpustného elektrolytu a

3/ objem do hmotnostního poměru vodné ku olejové fázi 12:1 až 125:1 a

B) polymerace monomeru v olejové fázi emulze voda-olej za vzniku polymerního pěnového materiálu

C) promytí polymerního pěnového materiálu za snížení obsahu zbytkového elektrolytu do 2 % hmotn.

D) úprava promyté pěny účinným množstvím vhodné hydrofilizující povrchově aktivní látky a

E) odvodnění promyté pěny na obsah vlhkosti do 40 % hmotn.

Způsob v souladu s předkládaným vynálezem umožňuje absorpčním pěnám mít buňky otvory mezi buňkami dostatečně malé pro zajištění vysokého kapilárního absorpčního tlaku a zároveň dostatečně velké, aby nedocházelo k jejich ucpání pevnými složkami tekutiny. Dále se při tomto způsobu odstraní většina zbytkových elektrolytů (tj. hydratovatelných solí). Zatímco jsou tyto soli typicky nutné během počátečního kroku tvorby HIPE emulze, je jejich přítomnost ve výsledné pěně nežádoucí, protože nepříznivě ovlivňuje schopnost pěny absorbovat krevní a menstruační tekutiny, zejména pokud se jejich koncentrace zvýší, a proto je žádoucí jejich obsah v pěně snížit.

Předkládaný vynález se také týká menstruačních prostředků obsahujících jeden nebo několik pěnových materiálů v souladu s předkládaným vynálezem jako sorbent.

Popis obrázků

Obrázek 1 je pohled shora na menstruační prostředek z HIPE pěny v souladu s předkládaným vynálezem

Obrázek 2 je řez podél čáry 2-2 z obrázku 1

Obrázek 3 je mikrofotografie (250 x zvětšeno) části reprezentativní absorpční polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem vyrobené z HIPE s poměrem voda-olej 50:1 a nalité při 74 °C. Složení monomeru je 5:21:14:60 hmotnostních dílů styrenu (STY): ethylstyrenu (EtS): divinylbenzenu (DVB): 2-ethylhexyl akrylátu (EHA), a kde je použito 5,5 % hmotn. olejové fáze diglycyrol monooleátu (DGMO) a 1 % hmotn. dílů dimethyl amonium methylsulfátu jako emulgátorů.

Obrázek 4 je mikrofotografie (50 x zvětšeno) části reprezentativní absorpční polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem vyrobené z HIPE s poměrem voda-olej 62,4:1 a nalité při 69 °C a 1300 ot/min. Složení monomeru je 19:14:55:12 hmotnostních dílů ethylstyrenu (EtS): divinylbenzenu (DVB): 2-ethylhexyl akrylátu (EHA): 1,6-hexandioldiakrylátu (HDDA), a kde je použito 8 % hmotn. olejové fáze sorbitan myristátu a 1 % hmotn. dílů dimethyl amonium methylsulfátu jako emulgátorů.

Obrázky 5 a 6 jsou mikrofotografie (250x a 1000x zvětšeno) pěny z obrázku 4.

I. Polymerní absorpční pěny

A. Obecné vlastnosti pěny

Polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem vhodné pro absorpční prostředky mají vysoce otevřené buňky. Tzn. že jednotlivé buňky pěny jsou zcela bez přepážek spojeny se svými sousedy. Buňky takto otevřené pěny mají mezibuněčné otvory (okna), které jsou dostatečně velké, aby umožnily rychlý přesun krevních a menstruačních tekutin z jedné buňky do druhé ve struktuře pěny, i když tyto tekutiny obsahují pevné částice. Na druhou stranu jsou otvory mezi buňkami dostatečně malé, aby zajistily nezbytný vysoký kapilární absorpční tlak (resp. kapilární specifický povrch na jednotku objemu) pro účinný rozvod tekutin pěnou.

Tyto pěny s otevřenými buňkami mají mřížkovitý charakter, kdy jsou jednotlivé buňky charakteristické množstvím vzájemných spojení do trojrozměrné zesíťené tkaniny. Jednotlivé řetězce polymerního materiálu, které tvoří tuto mřížku se označují jako „trámky“. Pěny s otevřenými buňkami mající charakteristickou trámovou strukturu jsou uvedeny na mikrofotografii na obr. 3. Pro účely předkládaného vynálezu se za pěnu s otevřenými buňkami pokládá materiál, kde alespoň 80 % buněk pěny o velikosti alespoň 1 μm ve spojení tekutinou s alespoň jednou sousední buňkou.

Kromě otevřených buněk se tyto polymerní pěny vyznačují dostatečnou hydrofilitou, aby mohly absorbovat krev a krevní tekutiny. Vnitřní povrch pěny je činěn hydrofilním působením zbytkové hydrofilizující povrchově aktivní látky ponechané v pění po polymeraci nebo úpravou po polymeraci, jak je popsáno dále.

Polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem mají poněkud vzájemně závislé strukturní a mechanické vlastnosti. Je třeba poznamenat, že tyto pěny mají v různém čase před kontaktem pěny a krve a krevní tekutiny různé vlastnosti. Např. během výroby, dopravy a skladování (např. při skladování ve stavu stlačení při balení) mají hustotu a velikost buněk mimo oblast dříve uvedených parametrů. Tyto pěny ale přesto zůstávají v rámci předkládaného vynálezu, protože později podlehnou fyzikálním změnám, takže mají potřebné hodnoty daných vlastností uvedených dále, a to alespoň v určitém okamžiku před nebo během kontaktu s absorbovanou krví nebo krevní tekutinou.

Pěny v souladu s předkládaným vynálezem se používají ve stlačeném stavu za stejných podmínek jako v US Patentu 5 387 207 (Dyer a kol., 7. 2. 1995). Obecně se jedná o poměrně slabé pěny s jemnější mikrostrukturou (větší kapilární specifický povrch). Tyto pěny zůstávají stlačené po promytí, úpravou smáčivým činidlem i sušení. Na rozdíl od pěn podle US 5 387 207 pěny v souladu s předkládaným vynálezem mohou opět expandovat mírným zahřátím (60 °C po několik hodin), nebo se použijí v tenkém stavu. Po expozici krevní tekutinou stlačené pěny znovu nabudou původní tloušťky a kapacity. Tyto pěny jsou zároveň vhodné pro účinný rozvod krevních tekutin z místa výronu, protože kapilární tlak neexpandované oblasti je větší než mokré expandované oblasti

pěny. Tyto materiály obecně dobře fungují při umístění pod pěnou s velkými buňkami v souladu s předkládaným vynálezem, které slouží pro rychlé nasání krevní tekutiny. Zde uvedené vlastnosti stlačených pěn jsou, pokud není uvedeno jinak, stejné jako v expandovaném stavu.

B. Vlastnosti pěny důležité pro sání a rozvod krevních tekutin

1. Svislá sací kapacita

Svislé sání (tekutiny ve směru proti gravitaci) daného množství tekutiny za danou dobu je zejména důležitou vlastností absorpční pěny. Rychlost sání tekutiny přes porézní strukturu je obecně funkcí její otevřenosti, afinity tekutiny k jejímu povrchu a viskozity tekutiny. Hodnota se měří jako čas potřebný pro nasátí testovací tekutiny, např. umělé menstruační tekutiny (AMF), v zásobníku do svislé výšky 5 cm přes testovaný pruh pěny určité velikosti při 22 °C. Tento test svislého sání je popsán dále v oddíle Testovací metody. Pro menstruační prostředky je zejména vhodná absorpční pěna v souladu s předkládaným vynálezem se svislou sací výškou AMF 5 cm do 60 minut, výhodněji do 20 minut, nejvýhodněji do 15 minut.

Pěnové sorbenty v souladu s předkládaným vynálezem také s výhodou sají do dané výšky v rovnováze velké množství testovací tekutiny. S výhodou tyto pěny sají alespoň 30 g/g AMF (g AMF/g suché pěny) do výšky 5 cm, výhodněji alespoň 40 g/g AMF, nejvýhodněji 45 g/g AMF do výšky 5 cm. Postup pro měření schopnosti sát tekutiny do dané výšky v rovnováze je uveden dále v oddílu Testovací metody.

2. Specifický kapilární povrch

„Kapilární sací specifický povrch“ je část povrchu polymerní mřížky přístupná testovací tekutině. Kapilární sací specifický povrch je dán velikostí buněk pěny a hustotou polymeru, a je proto veličinou vhodnou pro stanovení celkového povrchu mřížky pěny aktivního při absorpci. Pro účely předkládaného vynálezu se kapilární sací specifický povrch stanovuje podle oddílu Testovací metody US Patentu 5,387,207 (Dyer a kol., 7. 2. 1995).

Obecně se povrch pěny s konstantním objemem zvětšuje při klesající velikosti buněk („drobnost“). Velký povrch je velmi žádoucí pro rychlý rozvod krevních a menstruačních tekutin pěnou. Povrch pěny ale může dosáhnout hodnoty, kdy je rychlost absorpce omezená, protože už pěnou nemohou procházet pevné částice tekutiny. Proto je třeba povrch pěny zvolit tak, aby byly oba uvedené faktory v rovnováze. Polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem vhodné jako sorbenty do menstruačních prostředků mají specifický povrch pěny na jednotku objemu $0,008 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ až $0,04 \text{ m}^2/\text{cm}^3$, typicky $0,01$ až $0,03 \text{ m}^2/\text{cm}^3$, s výhodou $0,012$ až $0,026 \text{ m}^2/\text{cm}^3$.

Pro absorpční jádra, kde se používají dvě vrstvy absorpční pěny je výhodné, aby horní vrstva pěny dotýkající se povrchu těla uživatele měla nižší sací specifický povrch $0,012$ až $0,020 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ a dolní vrstva pěny měla vyšší sací specifický povrch $0,020$ až $0,026 \text{ m}^2/\text{cm}^3$. Pak má spodní vrstva pěny vyšší kapilární tlak a odvádí tekutinu z horní vrstvy pěny a udržuje tělo mimo dosah tekutiny. Pokud se použije více vrstev pěny je výhodné, aby kapilární sací povrch rostl se vzdáleností pěny od těla.

3. *Odolnost proti deformaci tlakem*

Důležitou mechanickou vlastností absorpčních pěn v souladu s předkládaným vynálezem je jejich pevnost stanovená jako odolnost proti deformaci tlakem (RTCD). RTCD je funkcí modulu pružnosti polymeru a hustoty a struktury mřížky pěny. Modul pružnosti polymeru je dán následujícími faktory:

- a) složení polymeru
- b) podmínky polymerace (např. její úplnost s ohledem na zesítnění)
- c) míra plasticity polymeru daná zbytkovým materiálem, např. emulgátorem zbylým v pěně po zpracování.

Pro použití jako absorpční složka menstruačních prostředků a dalších absorpčních výrobků, musí být pěny v souladu s předkládaným vynálezem náležitě odolné proti deformaci nebo stlačení silami působícími, když jsou tyto materiály napuštěny po absorpci nebo zadržení tekutiny. RTCD polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem lze stanovit z míry zmáčknutí způsobeného vzorku nasycené pěny určitým tlakem po určitou dobu. Způsob

provedení tohoto speciálního testu je popsán v oddílu Testovací metody. Pěny vhodné jako sorbenty pro menstruační prostředky mají odolnost proti tlakové deformaci takové, že při působení tlaku 5,1 kPa dochází ke stlačení pěny o 5 až 95 %, výhodněji 10 až 85 %, nevýhodněji 15 až 80 %.

4. Kapacita volného sorbentu

Další důležitou vlastností absorpčních pěn v souladu s předkládaným vynálezem je jejich volná kapacita. Kapacita volného sorbentu je pro sorbent pro menstruační prostředky celkové množství testovací tekutiny (umělé moči), které daný vzorek pěny absorbuje do své buněčné struktury na jednotku hmotnosti pevného vzorku. Pěny zejména vhodné pro absorpční prostředky jako jsou menstruační prostředky musí mít alespoň minimální kapacitu volného sorbentu. Volná absorpční kapacita pěny v souladu s předkládaným vynálezem se stanoví podle postupu popsaného v oddílu Testovací metody US Patentu 5 387 207 (Dyer a kol., 7. 2. 1995). Pěny v souladu s předkládaným vynálezem zejména vhodné jako sorbenty pro menstruační prostředky mají kapacitu volného sorbentu 20 až 125 g/g, s výhodou 40 až 70 g/g, nejvýhodněji 50 g/g umělé moči na gram suché pěny.

C. Další důležité vlastnosti polymerní pěny

1. Velikost buněk a otvorů

Vlastnost vhodná pro definici výhodné polymerní pěny je struktura buněk. Buňky pěny zejména tvořené polymerací olejové fáze obsahující monomer, která obklopuje kapky vodní fáze bez monomeru, mají často dokonale kulový tvar. Velikost i „průměr“ takových kulových buněk a průměr otvorů mezi nimi se běžně používají pro obecnou charakterizaci pěny. Protože buňky a otvory mezi nimi v daném vzorku nemusí mít nutně stejnou velikost, uvádí se často průměrná hodnota.

Velikost buněk a otvorů jsou parametry, které ovlivňují řadu důležitých mechanických i jiných vlastností pěny v souladu s předkládaným vynálezem. Protože velikost buněk s hydrofilitou přispívá k ke kapilárnímu sacímu specifickému povrchu, je jí dána kapilarita pěny. Velikost buněk je parametr

struktury pěny, který přímo ovlivňuje sací vlastnosti absorpční pěny i kapilární tlak, který je strukturou pěny vyvíjen.

Pro stanovení průměrné velikosti buněk a otvorů v pěně existuje řada technik. Nejvhodnější technikou je jednoduché měření založené na skenovací elektronové mikrofotografii vzorku pěny. Obrázek 3 ukazuje např. typickou strukturu HIPE pěny v souladu s předkládaným vynálezem, na obrázku je i měřítko reprezentující 20 μm . Toto měřítko lze použít pro stanovení průměrné velikosti buněk při analýze obrazu.

Zde uvedené měření velikosti buněk se týká průměrné velikosti buněk pěny. Pěny vhodné jako sorbenty pro menstruační prostředky v souladu s předkládaným vynálezem mají s výhodou průměrnou velikost buňky 20 až 180 μm , typicky 35 až 130 μm .

Další vlastností vhodnou definici výhodné pěny je velikost otvorů. Otvory v pěně jsou mezi sousedními buňkami a umožňují jejich spojení. Pěny v souladu s předkládaným vynálezem mají velikost otvorů dostatečně velkou pro průchod pevných částic krve, zejména krevních buněk, čímž se zabrání zablokování tohoto průchodu.

Nejvhodnější technikou pro stanovení velikosti otvorů je měření založené na skenovací elektronové mikrofotografii vzorku pěny, jak bylo uvedeno výše u obrázku 3. Zde uvedené hodnoty se týkají průměrné velikosti otvorů. Pěny vhodné jako sorbenty pro menstruační prostředky v souladu s předkládaným vynálezem mají s výhodou průměrnou velikost otvorů 4 až 30 μm , výhodněji 10 až 28 μm . Pěna s velikostí otvorů větší než 30 μm sice propouští krevní buňky, ale nemá mikrostrukturu nezbytnou pro zajištění kapilárního absorpčního tlaku pěny v souladu s předkládaným vynálezem.

2. Hustota pěny

„Hustota pěny“ (tj. počet gramů pěny na cm^3 objemu pěny na vzduchu) se zde myslí v suchém stavu. Hustota pěny stejně jako kapilární sací specifický povrch pěny ovlivňuje účinnost a řadu mechanických vlastností absorpční pěny jako např. RTCD. Hustota pěny definuje i absorpční kapacitu pěny v jednotkách g/g,

což následně ovlivňuje i ekonomičnost a využití pěny jako sorbentu v menstruačních prostředcích.

Pro měření hustoty pěny lze použít jakoukoliv vhodnou gravimetrickou metodu stanovení hmotnosti materiálu na jednotku objemu pěny - např. ASTM gravimetrický postup podrobně popsany v oddílu Testovací metody US Patentu 5 387 207 (Dyer a kol.). Polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem vhodné jako sorbenty mají hustotu v suchém stavu $0,008 \text{ g/cm}^3$ až $0,05 \text{ g/cm}^3$, s výhodou $0,014$ až $0,024 \text{ g/cm}^3$, nejvýhodněji $0,02 \text{ g/cm}^3$.

3. Vodorovné gravimetrické sání

Jeden ze základních užitků pěn v souladu s předkládaným vynálezem je jejich schopnost zadržovat absorbované krevní tekutiny i při určitém stlačení. Pěna nedostatečné pevnosti (RTCD) během použití přebytek tekutiny snadno uvolňuje. Při mechanickém stlačení menstruačního prostředku se tato volná tekutina čerpá mimo absorpční jádro vzhůru skrz horní obal. Toho výsledkem je opětovné zvlhčení horního obalu.

Schopnost pěny v souladu s předkládaným vynálezem minimalizovat opětovné zvlhčení koreluje s její schopností zadržovat absorbovanou tekutinu, která se měří metodou vodorovného gravimetrického sání (HGW), která je popsána v oddílu Testovací metody. Pro účely tohoto vynálezu je HGW vyjádřeno jako procento zadrženého AMF vůči počátečnímu množství AMF resp. „% zadržené / počáteční AMF“. Pěna v souladu s předkládaným vynálezem má tuto hodnotu minimálně 50 %, s výhodou minimálně 65 %.

II. Vrstva pěnové přepážky

Řada žen dává přednost poměrně hustým vložkám, kde je vhodné levné plnidlo, které zajistí poróznost a spojitost sorbentu ve vlhkém stavu. Pokud se ale použije takový materiál, je výsledný prostředek neestetický a méně účinný. Protože absorpční polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem zajišťují vysokou schopnost přijetí/zadržení tekutiny, lze toto plnidlo použít bez snížení účinnosti. Např. pokud plnidlo (vzduch) zůstane bez tekutiny, vede to při použití ke svázání. Toho výsledkem je při použití lepší integrita výrobku i jádra.

Podporou udržení suchého plnidla je ve výhodném provedení předkládaného vynálezu je použití polymerní pěny („vrstva přepážky“) jako nejnižší vrstvy absorpčního prostředku. Tato přepážka je výhodná, protože značně omezuje průchod krevní tekutiny do volitelného plnidla, jako je vzduch, pod absorpční pěnou.

Aby se zbránilo průchodu tekutiny do plnidla, které je hned nad spodním obalem, má přepážka průměrnou velikost buněk 15 až 50 μm , s výhodou 25 až 35 μm a průměrnou velikost otvorů 4 až 9 μm , s výhodou 5 až 7 μm . Tyto malé otvory odfiltrují krevní buňky i tekutiny a brání tak průchodu těchto barevných materiálů do nižší vrstvy plnidla. Tekutina propuštěná do vrstvy přepážky je dále zadržena strukturou s vysokým kapilárním tlakem. Proto pokud se absorpční pěna umístí nad vrstvu vzdušné tkaniny, vrstva přepážky slouží proti její kontaminaci tekutinou, která by způsobila změnu jejích rozměrů, ztrátu integrity a červené zbarvení.

Primární funkcí vrstvy přepážky je bránit tekutině v průchodu do nižších vrstev a sekundárně umožňuje odvádět tekutinu z těla. Proto je výhodné, aby vrstva přepážky měla větší kapilární specifický sací povrch než vrstva absorpční pěny nad ní, která je blíže tělu. Např. pokud dvě vrstvy absorpční pěny v souladu s předkládaným vynálezem mají kapilární specifický povrch podle oddílu I-b, je výhodné, aby vrstva přepážky měla kapilární specifický sací povrch 0,04 až 0,08 m^2/cm^3 . V tom případě má vrstva absorpční pěny dostatečně vyšší kapilární specifický sací povrch pro odvádění z těla. Schopnost vrstvy přepážky přijímat a zadržovat tekutinu vede k lepšímu zadržení tekutiny prostředkem, když materiál absorpční pěny má zvýšenou kapacitu nebo když byla tekutina „vymáčkána“ z vrstvy pěny ležící nad přepážkou.

III. Příprava polymerní pěny z HIPE

A. Obecná část

Polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem se připravují polymerací emulzí voda-olej s velkým poměrem množství vody ku oleji, které se v tomto oboru označují jako „HIPE“. Polymerní pěnové materiály, které vznikají polymerací těchto emulzí se zde označují jako „HIPE pěny“.

Pro ovlivnění struktury, mechanických vlastností a účinnosti výsledné polymerní pěny je kromě řady dalších parametrů důležité relativní množství vodné a olejové fáze použité pro přípravu HIPE. Poměr vodné (W) a olejové (O) fáze souvisí (nepřímě úměrně) s hustotou pěny podle rovnice:

$$\text{hustota} = 1 / (W:O + 1).$$

To ovlivňuje velikost buněk a kapilární sací specifický povrch pěny a rozměry trámů, které tvoří pěnu. Emulze použitá pro přípravu HIPE pěny v souladu s předkládaným vynálezem má obecný poměr objemu vodní fáze ku hmotnosti olejové fáze 20:1 až 125:1, výhodněji 40:1 až 70:1, nejvýhodněji 50:1.

1. Složení olejové fáze

Homogenní olejová fáze HIPE obsahuje monomery, které polymerují za vzniku pevné pěny. Tyto monomery jsou voleny, aby tvořily kopolymery s T_g do 50 °C, s výhodou 15 až 30 °C. Způsob stanovení T_g metodou dynamické mechanické analýzy je popsán v oddílu Testovací metody.

Tato monomerní složka obsahuje:

- a) alespoň jeden ve vodě nerozpustný monofunkční monomer schopný tvořit ataktický amorfnní polymer s T_g 35 °C (viz. Brandup J., Immergut E.H. „Polymer Handbook“, 2. vyd., Wiley-Interscience, NY, 1975, III-139)
- b) alespoň jeden ve vodě nerozpustný monofunkční ko-monomer pro zlepšení pevnosti nebo odolnosti v trhu
- c) první polyfunkční zesíťující činidlo
- d) druhé polyfunkční zesíťující činidlo (volitelně)

Výběr konkrétního typu a množství monofunkčního monomeru a ko-monomeru a polyfunkčního zesíťujícího činidla je důležitý pro přípravu HIPE pěny s požadovanou strukturou, mechanickými vlastnostmi a vlastnostmi vůči tekutině, které umožňují použití těchto materiálů v souladu s předkládaným vynálezem.

Monomer obsahuje jednu nebo více látek, které mají tendenci předávat výsledné polymerní pění vlastnosti gumy. Tyto monomery tvoří vysokomolekulární (nad 10 tis.) ataktické amorfnní polymery s T_g 35 °C.

Monomery tohoto typu jsou (C4-C14) alkyl akryláty jako butyl akrylát, hexyl akrylát, oktyl akrylát, 2-ethylhexyl akrylát, nonyl akrylát, decyl akrylát, dodecyl (lauryl) akrylát, isodecyl akrylát, tetradecyl akrylát, aryl akryláty a alkaryl akryláty jako benzyl akrylát, nonylfenyl akrylát, (C6-C16) alkyl methakryláty jako hexyl methakrylát, oktyl methakrylát, nonyl methakrylát, decyl methakrylát, isodecyl methakrylát, dodecyl (lauryl) methakrylát, tetradecyl methakrylát, (C4-C12) alkyl styreny jako p-n-oktylstyren, akrylamidy jako N-oktadecyl akrylamid, isopren, butadien a jejich směsi. Z těchto monomerů jsou nejvýhodnější isodecyl akrylát, dodecyl akrylát a 2-ethylhexyl akrylát. Monofunkční monomer obecně obsahuje 45 až 40 % hmotn., výhodněji 50 až 65 % hmotnostních monomerní složky.

Monomerní složka v olejové fázi HIPE obsahuje i jeden nebo více monofunkčních ko-monomerů schopných zlepšit tuhost polymerní pěny stejně jako styren. Tužší pěny lze bez porušení deformovat. Tyto monofunkční ko-monomery jsou styrenového typu (např. styren a ethyl styren) nebo jiného typu jako methyl methakrylát, kde příslušný homo-polymer znám svou tuhostí. Výhodné monofunkční ko-monomery jsou styrenového typu, nejvýhodněji styren a ethyl styren. Monofunkční ztužovací ko-monomer je obsažen v množství 10 až 40 % hmotn., s výhodou 15 až 40 % hmotn., nejvýhodněji 18 až 28 % hmotnosti monomerní složky.

V některých případech ztužovací ko-monomer přináší výslednému polymeru i požadované vlastnosti gumy. Takovým příkladem jsou C4-C12 alkyl styreny, zejména p-n-oktylstyren. U těchto ko-monomerů je jejich množství v monomerní složce stejné jako typického monomeru a ko-monomeru dohromady.

Monomerní složka obsahuje i první (a volitelně druhý) polyfunkční zesíťující reagens. Stejně jako u monomeru a ko-monomeru je velmi důležitý výběr konkrétního typu a množství zesíťujícího činidla pro přípravu výhodné polymerní pěny s požadovanou kombinací strukturních, mechanických a dalších vlastností vůči tekutině.

První polyfunkční zesíťující reagens je ze široké skupiny monomerů obsahujících dvě nebo více aktivovaných vinylových skupin jako jsou divinylbenzeny, trivinylbenzeny, divinyltolueny, divinylxyleny, divinylnaftaleny,

divinylalkylbenzeny, divinylfenanthreny, divinylbifenyly, divinyldifenylmethany, divinylbenzyly, divinylfenylethery, divinyldifenylsulfidy, divinylfurany, divinylsulfid, divinyl sulfon a jejich směsi. Vhodný je divinylbenzen ve směsi s ethylstyrenem v poměru 55:45. Tento poměr lze změnit k obohacení olejové fáze jedním nebo druhým činidlem. Obecně je směs výhodné obohatit ethylstyrenem a snížit obsah styrenu. Výhodný poměr divinylbenzenu k ethylstyrenu je 30:70 až 55:45, nejvýhodněji 35:65 až 45:55. Použití většího množství ethylstyrenu způsobí narozdíl od styrenu požadovanou pevnost bez zvýšení T_g výsledného kopolymeru. První zesíťující činidlo je v olejové fázi HIPE v množství 8 až 22 % hmotn., výhodněji 10 až 18 % hmotn., nejvýhodněji 12 až 16 % hmotnosti monomerní složky.

Druhé volitelné zesíťující činidlo je polyfunkční akrylát, methakrylát, akrylamid, methacrylamid a jejich směsi, které zahrnují di-, tri- a tetra-akryláty, di-, tri- a tetra- methakryláty, di-, tri- a tetra-akrylamidy, di-, tri- a tetra-methakrylamidy a jejich směsi. Vhodná akrylátová a methakrylátová zesíťující činidla jsou odvozena od látek jako dioly, triols a tetraoly: 1,10-dekandiol, 1,8-oktandiol, 1,6-hexandiol, 1,4-butandiol, 1,3-butandiol, 1,4-but-2-endiol, ethylenglykol, diethylenglykol, trimethylolpropan, pentaerythritol, hydrochionon, katechol, resorcinol, triethylenglykol, polyethylenglykol, sorbitol apod. Vhodná akrylamidová a methakrylamidová zesíťující činidla jsou odvozena od odpovídajících diaminů, triaminů a tetraaminů. Výhodné dioly mají alespoň 2, výhodně 4, nejvýhodněji 6 uhlíkových atomů. Toto druhé zesíťující činidlo je v olejové fázi HIPE v množství 0 až 15 % hmotn., s výhodou 0 až 13 % hmotnosti monomerní složky.

Má se za to, že druhé zesíťující činidlo vytváří homogennější zesítěnou strukturu, která je pevnější než při použití jen prvního nebo druhého zesíťujícího činidla v podobném množství. Druhé zesíťující činidlo také rozšiřuje T_g oblast, kterou lze upravit změnou množství použitých dvou typů zesíťujícího činidla za získání specifické pevnosti a pružnosti při teplotě použití. Proto pěna obsahující pouze první typ zesíťujícího činidla vykazuje poměrně úzkou oblast T_g . Zvýšení množství druhého zesíťujícího činidla slouží pro rozšíření oblasti T_g , i když se samotná T_g nemusí změnit.

Hlavní podíl olejové fáze HIPE tvoří výše uvedené monomery, ko-monomery a zesíťující činidla. Je nezbytné, aby tyto monomery, ko-monomery a zesíťující činidla byly nerozpustné ve vodě, a tak primárně rozpustné v olejové a nevodné fázi. Použití těchto ve vodě nerozpustných monomerů zajišťuje HIPE správné vlastnosti a stabilitu. Je samozřejmě velmi výhodné, aby použité monomery, ko-monomery a zesíťující činidla byly takové, aby výsledná pěna byla netoxická chemicky stálá. Tyto monomery, ko-monomery a zesíťující činidla jsou s výhodou téměř nebo zcela netoxické, protože jsou během zpracování a použití po polymeraci pěny přítomny ve velmi malé koncentraci.

Další nezbytnou složkou olejové fáze je emulgátor, který umožňuje tvorbu stabilní HIPE. Emulgátor obsahuje primární složku a volitelně sekundární složku. Zejména pokud se použijí samostatně, obsahují tyto primární emulgátory alespoň 40 % hmotn., s výhodou alespoň 70 % hmotnostních emulgační složky jako jsou diglycerol monoestery lineárních nenasycených C16-C22 mastných kyselin, diglycerol monoestery rozvětvených C16-C24 mastných kyselin, diglycerol monoalifatické ethery rozvětvených C16-C24 alkoholů, diglycerol monoalifatické ethery lineárních nenasycených C16-C22 alkoholů, diglycerol monoalifatické ethery lineárních nasycených C12-C14 alkoholů, sorbitan monoestery lineárních nenasycených C16-C22 mastných kyselin, sorbitan monoestery rozvětvených C16-C24 mastných kyselin a jejich směsi. Výhodné primární emulgátory jsou diglycerol monooleat (nad 40 % hmotn., s výhodou nad 50 % hmotn., nejvýhodněji nad 70 % hmotnostních diglycerol monooleat) a sorbitan monooleat (nad 40 % hmotn., s výhodou nad 50 % hmotn., nejvýhodněji nad 70 % hmotnostních sorbitan monooleat) a diglycerol monoisostearat (nad 40 % hmotn., s výhodou nad 50 % hmotn., nejvýhodněji nad 70 % hmotnostních diglycerol monoisostearat).

Diglycerol monoestery lineárních nenasycených a rozvětvených mastných kyselin vhodné jako emulgátory v souladu s předkládaným vynálezem lze připravit esterifikací diglycerolu mastnou kyselinou známým způsobem. Příprava polyglycerol esterů viz. např. US Patent 5,387,207. Diglycerol lze koupit nebo separovat z polyglycerolů. Lineární nenasycené a rozvětvené mastné kyseliny lze koupit. Směs esterů z esterifikace se jednou nebo vícekrát

frakčně destiluje ve vakuu za získání s vysokým obsahem diglycerol monoesterů. Pro frakční destilaci lze např. použít A CMS-15A (C.V.C. Products Inc., Rochester, NY) kontinuální 14 palcovou odstředivou molekulovou destilační aparaturu. Surový polyglycerolový ester se při zahřívání nejdříve odměří a vede přes odplynovací jednotku vyhřívaného odpařovacího kuželu destilátoru, kde se vakuově destiluje. Destilát se jímá do na povrchu zvonu, který lze zahřívát pro usnadnění odvodu destilátu. Destilát i zbytek se plynule odvádí dopravními čerpadly. Složení mastných kyselin ve výsledné směsi esterů lze stanovit pomocí GC. Viz. US Patent 5 387 207 (Dyer a kol., 7. 2. 1995). Obsah polyglycerolu a jeho esteru lze stanovit nadkritickou kapilární chromatografií.

Lineární nasycené a nenasycené nebo rozvětvené monoalifatické ethery diglycerolu lze získat např. podle US Přihlášky v řízení č. 08/514346 (Stephen A. Goldman a kol., 9. 8. 1995, případ 5540C.

Sorbitanové monoestery lineárních nenasycených a rozvětvených mastných kyselin lze koupit nebo připravit např. podle US Patentu 4,103,047 (Zaki a kol., 25. 7. 1978) sloupec 4, řádek 32 až sloupec 5, řádek 13. Směs esterů sorbitanu lze frakčně destilovat za získání podílu s vysokým obsahem sorbitan monoesterů, jehož složení se stanoví gelovou permeační chromatografií pro malé molekuly - viz. přihláška v řízení US Application No. 08/514 346 (P&G), případ 5540C, který popisuje použití této metody pro alifatické ethery polyglycerolu.

Pokud se tyto primární emulgátory použijí ve spojení se sekundárními, obsahuje primární emulgátor malé množství (20 % hmotn.) této složky. Tyto sekundární emulgátory jsou alespoň spolu-rozpustné s primárními emulgátory v olejové fázi. Vhodný sekundární emulgátor je kationová látka, např. C12-C22 dialifatická, C1-C4 dialifatická kvartérní amoniová sůl jako diluž dimethyl amonium chlorid, bistridecyl dimethyl amonium chlorid a diluž dimethyl amonium methylsulfat, C12-C22 dialkoyl(alkenoyl)-2-hydroxyethyl, C1-C4 dialifatická kvartérní amoniová sůl jako diluž-2-hydroxyethyl dimethyl amonium chlorid, C12-C22 dialifatická imidazolinium kvartérní amoniová sůl, soli jako methyl-1-lújamidoethyl-2-lúj imidazolinium methylsulfat a methyl-1-oleylamidoethyl-

2-oleyl imidazolinium methylsulfat, C1-C4 dialifatická, C12-C22 monoalifatické benzyl kvartérní amoniové soli jako dimethylstearylbenzyl amonium chlorid, anionové typy, např. C6-C18 dialifatické estery sodné soli sulfojantorové kyseliny jako dioktyl ester sodné soli sulfojantorové kyseliny a bistridecylester sodné soli sulfojantorové kyseliny a směsi těchto sekundárních emulgátorů. Tyto sekundární emulgátory lze koupit nebo připravit známými metodami. Výhodné sekundární emulgátory jsou dále dimethyl amonium methyl sulfat a dále dimethyl amonium methyl chlorid. Pokud emulgační složka obsahuje tyto sekundární volitelné emulgátory, je poměr hmotnosti primárního emulgátoru ku sekundárnímu 50:1 až 1:4, s výhodou 30:1 až 2:1.

Olejová fáze používaná pro přípravu HIPE obsahuje 85 až 98 % hmotnostních monomeru a 2 až 15 % hmotnostních emulgátoru, s výhodou 90 až 97 % hmotnostních monomeru a 3 až 10 % hmotnostních emulgátoru. Olejová fáze může obsahovat i další volitelné složky jako v oleji rozpustný iniciátor polymerace obecného typu např. podle US Patent 5,290,820 (Bass a kol., 1. 3. 1994) nebo antioxydant jako světelný stabilizátor (bráněný amin a bráněný fenol-HALS a HPS) nebo jiný stabilizátor kompatibilní s použitým iniciátorem. Další volitelné složky jsou plasticizéry, plnidla, berva, činidla pro přenos řetězce, rozpustné polymery apod.

2. Složení vodné fáze

Nehomogenní vodná fáze HIPE je obecně vodný roztok obsahující jednu nebo několik rozpuštěných složek. Nezbytnou rozpuštěnou složkou vodné fáze je elektrolyt. Rozpuštěný elektrolyt snižuje tendenci monomerů, ko-monomerů a zesítujících činidel, které jsou primárně rozpustné v oleji, k rozpouštění ve vodné fázi. Účelem toho je omezit zaplnění oken buněk polymerním materiálem (na rozhraní voda-olej tvořeném kapkami vody) během polymerace. Přítomnost elektrolytu a výsledná iontová síla roztoku vodné fáze tak definují jak dalece má výsledná polymerní pěna buňky otevřené.

Lze použít jakýkoliv elektrolyt schopný zvýšení iontové síly vodné fáze. Výhodné elektrolyty jsou mono, di nebo tri- valentní anorganické soli jako ve vodě rozpustné halogenidy, např. chloridy, dusičnany a sírany alkalických kovů

a kovů alkalických zemin, např. chlorid sodný, chlorid vápenatý, síran sodný a síran hořečnatý. Pro použití v souladu s předkládaným vynálezem je nejvhodnější chlorid vápenatý. Koncentrace elektrolytu ve vodné fázi HIPE je 0,2 až 20 % hmotn., výhodněji 1 až 10 % hmotn. vodné fáze.

HIPE typicky obsahuje iniciátor polymerace, který se přidává do vodné fáze HIPE. Jedná se o jakýkoliv běžný ve vodě rozpustný volný radikálový iniciátor, např. peroxidové iniciátory jako peroxosíran sodný, draselný amonný, peroxid vodíku, peroctan sodný, peroxouhličitan sodný apod. Lze použít i běžné redoxní iniciátory tvořené spojením předchozích peroxidových sloučenin s redukčním činidlem jako je hydrogensířičitan sodný, kyselina L-askorbová nebo železnaté soli.

Iniciátor je přítomen v množství do 20, výhodněji 0,001 až 10 molárních procent celkového látkového množství polymerovatelných monomerů přítomných v olejové fázi.

3. Hydrofilizující povrchově aktivní látky

Polymer tvořící HIPE pěnu s výhodou neobsahuje polární funkční skupiny a je tedy poměrně hydrofobního charakteru. Pokud je účelem těchto pěn absorpce krevních a menstruačních tekutin, vyžadují tyto další úpravu pro získání vyšší hydrofility. Hydrofilizaci lze provést působením hydrofilizující povrchově aktivní látky, jak je popsáno dále.

Hydrofilizující povrchově aktivní látky jsou všechny látky, které zvyšují smáčivost povrchu polymerní pěny vodou. Vhodné povrchově aktivní látky jsou netoxické a nedráždí sliznice a jsou rozpustné v teplé vodě. S výhodou se jedná o látky, které jsou při okolní teplotě tekuté pro snadné zavedení během zpracování. Vhodné povrchově aktivní látky jsou ethoxylované C11-C15 alkoholy, prodávané firmou Shell Chemical Co., zejména NEODOL 25-12 (kondenzační produkt C12-C15 lineárních alkoholů s 12 moly ethvlenoxidu), NEODOL 23-6.5T (kondenzační produkt C12-C13 lineárních alkoholů s 6,5 moly ethvlenoxidu - destilovaného kvůli odstranění nečistot) a NEODOL 23-3 (kondenzační produkt C12-C13 lineárních alkoholů se 3 moly ethvlenoxidu), ethoxylaty C11-C15 mastných kyselin prodáváných jako PEGOSPERSE firmou

Stepan Chemical Corp., Northfield, IL, kondenzační produkty ethylenoxidu a/nebo propylenoxid s molární hmotností nad 2000 a kondenzační produkty propylenoxidu a propylenglykolu prodávané jako PLURONIC firmou BASF Parisspany, NJ; modifikované oxyethylované lineární alkoholy prodávané jako Plurafac firmou BASF, Corp., Parsippany, NJ, sulfatované alkohol-ethoxylaty a alkyl ether sulfaty prodávané firmou Harcos Chemicals, Kansas, KS, rozvětvené a lineární alkylarylethoxylaty jako Triton X-60, Triton X-100, Triton N-57 atd. od firmy Union Carbide, Inc. Danbury, CT, silikon-glykol ko-polymery prodávané jako SILWET firmou OSI Specialties, Danbury, CT a jejich směsi. Zejména výhodné povrchově aktivní látky jsou PEGOSPERSE 200 ML, ethoxylat kyseliny laurové s průměrným počtem ethoxy jednotek 4,5.

Tyto hydrofilizující povrchově aktivní látky lze rozpustit nebo dispergovat v hydrofilizujícím roztoku, který se aplikuje na povrch HIPE pěny. Hydrofilizující povrchově aktivní látky jsou tak absorbovány výhodnou pěnou v množství vhodném pro úplnou hydrofilizaci jejich povrchu, ale bez ovlivnění požadované pružnosti a odolnosti proti stlačení. U výhodných pěn je množství povrchově aktivní látky, která v pěně zůstane 0,05 až 5 % hmotn., s výhodou 0,5 až 1 % hmotn. pěny.

B. Podmínky pro získávání HIPE pěny

Příprava pěny typicky zahrnuje následující kroky:

1. přípravu stabilní HIPE
2. polymeraci za podmínek vhodných pro tvorbu pevné polymerní pěny
3. nařezání polymerní pěny plné vody a následné promytí za odstranění zbytků
4. úprava polymerní pěny hydrofilizující povrchově aktivní látkou a následné odvodnění

1. Příprava HIPE

HIPE se připravuje spojením složek olejové a vodné fáze v dříve uvedených hmotnostních poměrech. Olejová fáze typicky obsahuje potřebné monomery, ko-monomery, zesilující činidla a emulgátory a volitelně plasticizéry, antioxidanty a proti hořlavá řetězce přenášející činidla. Vodná fáze typicky

obsahuje elektrolyty a iniciátory polymerace a/nebo ve vodě rozpustné emulgátory.

HIPE se připravuje ze spojené olejové a vodné fáze smykovým mícháním, které se provádí tak, aby vznikla stabilní emulze. Tento postup se provádí dávkově nebo kontinuálně, a to za podmínek vhodných pro přípravu emulze, kde jsou kapky vodné fáze dispergované tak, aby výsledná polymerní pěna měla požadovanou velikost buněk a další strukturní vlastnosti. Vhodné míchací zařízení musí být schopné tvorby emulze za podmínek nízkého smykového míchání. Emulgace směsi olejové a vodné fáze často vyžaduje použití míchačky jako je stroj se stíracím hřebenem.

Jedním z výhodných způsobů přípravy HIPE je kontinuální proces, kdy se příslušné olejové a vodné fáze spojují a emulgují zároveň (před tím se současně vytvoří proud olejové a vodné fáze). Oba proudy se pak spojí ve vhodné míchací nádobě tak, aby se dosáhlo dříve specifikovaného poměru olejové a vodné fáze.

V míchací nádobě se oba proudy obecně podrobí nízkému smykovému míchání např. pomocí stroje se stíracím hřebenem vhodného uspořádání a rozměrů. Pro rychlost smyku je důležitá rychlost pohonu a vzdálenost mezi hřebenem a stěnou nádoby. Rychlost smyku je zde vyjádřena jako rychlost hřebenu dělená vzdáleností mezi hřebenem a stěnou nádoby. Pro účely předkládaného vynálezu musí být rychlost smyku do 4000 s^{-1} , s výhodou 3000 s^{-1} . Když je HIPE připravena, převede se z míchací nádoby. Tento kontinuální postup přípravy HIPE je podrobně popsán v US Patentu 5 149 720 (22. 8. 1992, DesMarais). Vylepšený postup přípravy HIPE s re-cirkulací emulze viz přihláška v řízení US No. 08/370 694 (10. 1. 1995, DesMarais), P&G č. 5543.

Stupeň smyku a/nebo poměr vody a oleje nemusí být během tvorby HIPE konstantní. HIPE lze připravit pulsní technikou nebo jinak rytmicky, což je zejména vhodné při sběru HIPE ve válcovém zásobníku jako postupné vrstvy za vzniku pěny s heterogenní strukturou. Pulsními podmínkami lze připravit HIPE obsahující střídající se oblasti s většími a menšími buňkami. Po vytvrzení

a nařezání se pak obdrží pěna schopná řídit směr pohybu absorbované tekutiny v pěně. Tok tekutiny pak např. směřuje ve směru nalití pěny.

Jednou z výhod robustnějšího emulgačního systému použitého u HIPE v souladu s předkládaným vynálezem je, že lze během přípravy a přelívání HIPE pracovat při vyšší teplotě okolo 50 °C, s výhodou 60 °C, typicky 60 až 99 °C, typičtěji při 65 až 85 °C.

2. Polymerace/tvrzení HIPE

Připravená HIPE se k polymeraci obecně přelije do reakční nádoby. Jedním z provedení je polyethylenová vana, z které lze hotovou pěnu po polymeraci snadno vyjmout pro další zpracování. Obecně je výhodné, aby teplota při přelívání HIPE do nádoby byla stejná jako teplota polymerace.

Vhodné podmínky polymerace se liší podle monomeru a složení olejové a vodné fáze emulze (zejména použitého emulgátoru) a typu a množství použitého iniciátoru polymerace. Vhodné podmínky polymerace jsou obvykle teplota 50, s výhodou 65, nejvýhodněji 80 °C po dobu 2 až 64, výhodněji 2 až 48 hodin. Pěnu lze polymerovat i postupně např. podle US Patentu 5 189 070 (Brownscombe a kol., 23. 2. 1993).

Pórovitá HIPE pěna naplněná vodou a s otevřenými buňkami se typicky připravuje polymerací v reakční nádobě jako je vana. Polymerovaná pěna se typicky řeže na pláty 0,08 až 2,5 cm, s výhodou 0,15 až 2 cm. V tomto stadiu lze HIPE pěnu kostkovat, řezat na „špagety“, nebo vykrajovat do tvarů jako dlouhý válec pro použití jako tampóny.

3. Řezání a promývání HIPE pěny

Polymerovaná pevná pěna je uvnitř obecně naplněna vodnou fází použitou k její přípravě. Tato zbylá vodná fáze (roztok elektrolytu, zbytek emulgátoru a iniciátoru polymerace) se před dalším zpracováním a použitím pěny musí alespoň částečně odstranit, což se provádí stlačením pěny za vymačkání zbylé tekutiny nebo promytí pěny vodou nebo promývacím roztokem po nařezání pěny na pláty silné 0,15 až 0,4 cm. Tento postup se obvykle provádí opakovaně např. 2 až 4krát.

Při přípravě absorpčních prostředků je nezbytné odstranění veškerého zbylého elektrolytu jako hydratovatelné soli. Jak bylo uvedeno dříve, tyto soli se zavádějí během začátku přípravy HIPE kvůli omezení rozpustnosti ve vodě (monomerů, ko-monomerů a zasilujících činidel rozpustných hlavně v olejové fázi). Po polymeraci je ale přítomnost těchto solí zbytečná a může záporně působit na schopnost pěny absorbovat krevní a menstruační tekutiny, zejména pokud je koncentrace těchto solí vysoká. Proto je nutné promytím snížit jejich obsah na minimální možnou úroveň - do 2 % hmotn., s výhodou do 0,5 % hmotn. Po odstranění těchto solí vyžaduje HIPE pěna úpravu účinným množstvím hydrofilizující povrchově aktivní látky (pro opětovnou hydrofilizaci).

4. Úprava hydrofilizující povrchově aktivní látkou a odvodňování pěny

Po odstranění původní vodné fáze na potřebnou úroveň, upravuje se HIPE účinným množstvím vhodné povrchově aktivní látky, která byla popsána výše. Zejména se jedná o ethoxylaty C11-C15 mastných kyselin jako Pegosperse 200 ML, rozvětvené a lineární alkyl aryl ethoxylaty jako Triton X-100 a ethoxylaty C11-C15 alifatických alkoholů jako NEODOL 23-6.5T. Úprava HIPE pěny pokračuje, dokud tato nevykazuje požadovaný stupeň smáčivosti.

Po úpravě pěny se tato obecně odvodňuje, což se provádí stlačením (s výhodou ve směru osy „z“) za vymačkání zbylé vody, působením teploty 60 až 200 °C, mikrovln, vakua nebo kombinací všech uvedených technik. Odvodnění se obecně provádí, dokud není HIPE pěna připravena pro použití a suchá podle potřeby. Stlačením odvodněná pěna má obsah vody 50 až 500 % hmotn., s výhodou 50 až 200 % hmotn. sušiny. Po stlačení se pěna suší teplem za dosažení obsahu vlhkosti 5 až 40 % hmotn., s výhodou 5 až 15 % hmotn. sušiny.

Po odvodnění se z pěny vyřezávají kusy různých tvarů včetně menstruačních prostředků, ve kterých se pěna použije jako sorbent. Řezání je zejména žádoucí pro zajištění toho, aby menstruační vložka pěkně padla.

IV. Použití polymerní pěny v menstruačních prostředcích

Polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem mají široké použití v absorpčních vrstvách různých prostředků pro absorpci krevních tekutin.

A. Menstruační prostředky

Polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem jsou zejména vhodné jako sorbent do různých menstruačních prostředků jako jsou vložky. Provedení vložky v souladu s předkládaným vynálezem je na obrázku 1 pod číslem 10. „Menstruační vložkou“ se rozumí absorpční prostředek používaný ženami ve stydké oblasti obecně na povrchu urogenitální oblasti, který má za úkol absorbovat a zadržovat menstruační tekutiny i jiný vaginální sekret těla (krev, menstruační tekutina, moč). Do rámce vynálezu patří i interlabiální (mezi pysky) prostředky, které jsou umístěny částečně uvnitř a částečně zevně těla. „Stydká oblast“ znamená vnější ženské genitálie. Předkládaný vynález se týká i dalších dámských hygienických nebo menstruačních prostředků jako jsou esovky, inkontinenční vložky, tampóny apod.

Polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem jsou zejména vhodné jako plátky kvůli snadné výrobě a dopravě i obecnému použití prostředku. Používané plátky mají jakoukoliv potřebnou tloušťku podle požadované kapacity dostupného povrchu. Obecně je tloušťka plátků 0,1 až 1 cm. Tyto plátky jsou perforované nebo se zářezy, aby se zrychlila absorpce tekutiny zvětšením povrchu pěny ve styku s tekutinou nebo aby se zvětšila rozpínavost pěny. Alternativně je pěna ve formě kostek, provázků (jako špagety), tenkých proužků apod., které lze upravit do absorpční vrstvy různých tvarů v závislosti na požadavcích na určitý výrobek.

Jak je uvedeno na obrázku 2, je menstruační vložka 10 složena z primárního horního obalu 12 a absorpčního jádra, které se skládá z volitelné sací vrstvy 14 běžně označované jako „sekundární horní obal“, sorbentu zadržujícího tekutinu 16 vyrobeného z jedné nebo několika polymerních pěn v souladu s předkládaným vynálezem a tekutinou neprostupného spodního obalu 18. Sorbent zadržující tekutinu 16 může obsahovat i přepážku z polymerní pěny v souladu s předkládaným vynálezem. Spodní obal 18 a horní obal 12 vložky 10

přiléhají k povrchu prádla resp. těla a jsou s výhodou vzájemně spojeny např. lepidlem. Vhodná lepidla vyrábí H.B. Fuller Company of St. Paul, Minnesota pod označením HL-1258 nebo H-2031. Alternativou slepení je spojení teplem, tlakem, ultrazvukem, dynamické mechanické spojení nebo jakýkoliv jiný vhodný způsob známý v tomto oboru.

Výhodný způsob spojení horního a spodního obalu 12 a 18 je pomocí těsnění, které tvoří lem 20. Jak ukazuje obrázek 1, vnitřní část tohoto lemu 20 definuje obvod 22. Obvod 22 obepíná sekundární horní obal 14 a sorbent 16. Lem 20 je obecně 0,25 až 6 mm, s výhodou 3 mm široký. Šířka lemu 20 je podél obvodu vložky 10 stejná nebo proměnlivá. Lem 20 zajišťuje podél obvodu 22 tekutinou neprostupné těsnění. Těsnění se s výhodou vytvoří současným působením tlaku s/bez tepla za roztavení horního obalu 12 a spodního obalu 18 za vzniku lemu 20.

Pro zlepšení sání tekutiny sekundární obal 14 zlepšuje integritu prostředku stabilizací (snižuje mačkání) absorpční vrstvy tekutiny 16. Sekundární obal obsahuje tkanou nebo netkanou tkaninu ze syntetického vlákna jako je polyester, polypropylen nebo polyethylen; přírodního vlákna jako je bavlna nebo celulóza a jejich směsi; jakýkoliv rovnocenný materiál nebo jejich směs. Vhodný sekundární obal je vyroben ze směsi vlákna a termoplastu za vzniku teplem spojené matrice. Termoplast je ve formě částic, vláken nebo jejich směsi, kdy je výhodnou formou vlákno, protože tvoří množství míst zesílení. Jinou alternativou sekundárního obalu je papírová drť nastříkaná latexem.

Spodní obal 18 je pro tekutinu nepropustný a s výhodou vyrobený z tenké plastové fólie nebo jiného pružného materiálu. „Pružný“ znamená schopný snadného přizpůsobení tvaru lidského těla. Spodní obal 18 brání výronu zadržené tekutiny ze sorbentu na prádlo, které je s menstruační vložkou v kontaktu. Spodní obal 18 obsahuje tkaný nebo netkaný materiál, polymerní (termoplastovou) fólii z polyethylenu nebo polypropylenu nebo směsný (filmem potažený netkaný) materiál. Výhodný spodní obal je polyetylenová fólie s tloušťkou 0,012 až 0,051 mm vyráběná např. firmou Clopay Corporation of Cincinnati, Ohio pod označením P18-0401 a Ethyl Corporation, Visqueen Division, Terre Haute, Indiana pod označením XP-39385. Spodní obal je

s výhodou vytlačovaný a/nebo matový, aby vypadal jako textil a dále ze sorbentu propouští plyny (dýchá).

Obal 12 je volný, jemný a nedráždí pokožku. Dále snadno propouští tekutinu (např. menstruační). Vhodný horní obal 12 se vyrábí z řady tkaných i netkaných materiálů: polymerů (termoplastová nebo plastická fólie s otvory, hydraulicky tvářená termoplastová fólie), porézních pěn, pěn, mřížkovaných termoplastových fólií a termoplastového mulu. Vhodné tkané a netkané materiály se skládají z přírodních (celulosa, bavlna) a umělých (polyester, polypropylen, polyethylen) vláken nebo jejich směsí.

Výhodný horní obal pro použití v souladu s předkládaným vynálezem je vysoce vyztužený netkaný materiál a perforovaná fólie. Zejména výhodné jsou perforované fólie, protože propouští, ale neabsorbují tělní tekutiny, a omezují jejich zpětný průchod a zvlhčení pokožky. Jejich povrch, který je v kontaktu s pokožkou, tak zůstává suchý, omezuje znečištění a zvyšuje pohodlí. Vhodné fólie popisuje US Patent 3,929,135 (Thompson), 30. 12. 1975, US Patent 4,324,246 (MuHane), 13. 4. 1982, US Patent 4,342,314 (Radel.), 3. 8. 1982, US Patent 4,463,045 (Ahr), 31. 7. 1984 a US 5,006,394 (Baird), 9. 4. 1991. Zejména výhodné jsou fólie podle US Patent 4,609,518 (Curro), 2. 9. 1986 a US Patent 4,629,643 (Curro), 16. 12. 1986. Výhodný horní obal v souladu s předkládaným vynálezem je fólie popsána v jednom nebo několika výše uvedených patentů a prodávána na menstruačních vložkách firmou Procter & Gamble Company, Cincinnati, Ohio jako „DRI-WEAVE“.

Povrch horního obalu z fólie je hydrofilní, aby pomáhal rychlejšímu přestupu tekutiny přes obal, omezil odtok menstruační tekutiny mimo obal a zvýšil její absorpci sorbentem. Ve výhodném provedení vynálezu je v polymeru horního obalu povrchově aktivní látka - viz. např. US Patent 07/794,745, 19. 11. 1991 (Aziz). Alternativně se povrch horního obalu hydrofilizuje podle výše uvedeného US 4,950,254.

Ve výhodném provedení, kdy je požadována tlustá menstruační vložka, se mezi sorbent zadržující tekutinu 16 a spodní obal 18 umístí vrstva plnidla. Vhodné materiály pro plnidlo jsou v oboru známé a zahrnují např. (ale nejen) materiály

nanášené vzduchem (chemicko-tepelná mechanická drť, celulósa, recyklovaná drť), pěny (polyuretan, celulósa, polystyren), piliny, papírové vycpávky, recyklované noviny apod. Alternativně lze pro zvýšení tloušťky produktu nařezat pěnový materiál v souladu s předkládaným vynálezem na plátky dostatečné tloušťky - typicky 1 až 2 cm.

Pro upevnění vložky 10 ve správné poloze během použití jsou k dispozici v tomto oboru známé prostředky (na obrázku nejsou uvedeny). Vložka 10 se s výhodou umístí do prádla a zajistí např. lepidlem. Lepidlo zajistí vložku v rozkroku prádla. Proto je část nebo celý povrch spodního obalu 18 pokryt lepidlem. Použít lze jakékoliv lepidlo v tomto oboru pro tyto účely používané (výhodné je lepidlo působící po stlačení - např. Century A-305-IV od firmy Century Adhesives Corporation of Columbus, Ohio a Instant Lock 34-2823 od firmy National Starch and Chemical Company of Bridgewater, NJ. Vhodná lepidla popisuje i U.S. Patent 4,917,697. Před použitím vložky 10 je lepidlo působící po stlačení typicky překrytou strhovací páskou, která lepidlo chrání před vyschnutím nebo přilepením před použitím jinde než v rozkroku prádla. Vhodné strhovací pásy jsou popsány ve výše uvedené přihlášce U.S. Patent 4,917,697. Použít lze i jakékoliv jiné komerčně dostupné běžně pro tyto účely používané pásy - např. (ale nejen) BL30MG-A Silox E1/O a BL30MG-A Silox 4P/O od firmy Akrosil Corporation, Menasha, WI. Vložka 10 se používá po odstranění strhovací pásky a umístění do prádla tak, aby s ním bylo lepidlo v kontaktu. Lepidlo udržuje vložku 10 během použití na svém místě v prádle.

Absorpční pěna v souladu s předkládaným vynálezem je také vhodná jako horní přijímací/rozváděcí složka vícevrstvých prostředků, které dále obsahují vnitřní zadržovací složku, kde je mezi horním a spodním obalem umístěno absorpční jádro za vzniku menstruační vložky. Pro účely v souladu s předkládaným vynálezem je „vnější“ vrstva vícevrstvých prostředků vrstva, která je blíž těla uživatele např. vrstva nejbližší svrchního obalu prostředku. „Spodní“ vrstva vícevrstvých prostředků je naopak vrstva, která je dál od těla uživatele např. vrstva nejbližší spodního obalu prostředku a je typicky nejbližší spodního obalu prostředku. Tato spodní zadržovací/rozváděcí složka je typicky umístěna v absorpčním jádře pod horní přijímací/rozváděcí složkou, se kterou je ve

spojení (pro tekutinu). Tato spodní vrstva může obsahovat řadu zadržujících/rozdávajících materiálů jako např. materiály podle U.S. Patentu 5,061,259 (Goldman), 29. 10. 1991, U.S. Patent 4,654,039 (Brandt a kol.), 31. 3. 1987 (19. 4. 1988 jako Re. 32,649), U.S. Patent 4,666,983 (Tsubakimoto a kol.), 19. 5. 1987 a U.S. Patent 4,625,001 (Tsubakimoto a kol.), 25. 11. 1986, U.S. Patent 5,102,597 (Roe a kol.), 7. 4. 1992 a U.S. Patent 5,324,561 (Rezai a kol.), 23. 6. 1994, U.S. Patent 4,260,443 (Lindsay a kol.), 7. 4. 1981, U.S. Patent 4,467,012 (Pedersen et al.), 21. 7. 1984, U.S. Patent 4,715,918 (Lang), 29. 12. 1987, U.S. Patent 4,851,069 (Packard a kol.), 25. 7. 1989, U.S. Patent 4,950,264 (Osborn), 21. 7. 1990, U.S. Patent 4,994,037 (Bernardin), 19. 2. 1991, U.S. Patent 5,009,650 (Bernardin), 23. 4. 1991, U.S. Patent 5,009,653 (Osborn), 23. 4. 1991, U.S. Patent 5,128,082 (Makoui), 7. 7. 1992, U.S. Patent 5,149,335 (Keflenberger a kol.), 22. 9. 1992 a U.S. Patent 5,176,668 (Bernardin), 5. 1. 1993.

S ohledem na vzájemnou polohu mezi sající a zadržující složkou vícevrstvého prostředku není žádný omezující vztah (dokud jsou obě složky dostatečně velké pro zadržení nebo přenos vodné tělní tekutiny, která má být do prostředku uvolněna). Nejvýhodnějším uspořádáním je např. umístění těchto dvou vrstev nad sebe. V tom případě je horní vrstva sající/rozdávající pěna, která leží na spodní zadržující/rozdávající vrstvě. Je nutné poznamenat, že tyto dva typy vrstev se týkají pouze označení horní a spodní vrstvy prostředku a nejsou omezením počtu vrstev. Obě vrstvy (např. nižší) mohou obsahovat několik dalších vrstev. Proto termín vrstva označuje umístění a ne strukturu.

B. Zdravotnický materiál pro ošetření zranění

Absorpční pěny v souladu s předkládaným vynálezem jsou vhodné i pro zdravotnický materiál pro ošetření zranění a to od jednoduchých obvazů až po velké chirurgické prostředky. Tyto výrobky obsahují horní obal, absorpční pěnu v souladu s předkládaným vynálezem a pro tekutinu nepropustný spodní obal volitelně spojený s lepivými pásy různých tvarů a velikostí. Pěny v souladu s předkládaným vynálezem jsou zejména vhodné pro absorpci tekutin z hnisavých ran a pro omezení kontaktu léčených oblastí s médii vhodnými pro mikrobiální růst. Zlepšení účinnosti při léčení lze docílit úpravou pěny

antimikrobiálními a/nebo antiseptickými prostředky dobře známými odborníkům v této oblasti.

C. Chirurgické roušky

Absorpční pěny v souladu s předkládaným vynálezem jsou vhodné pro chirurgické roušky, což jsou plátky materiálu zachytávající krev během chirurgické operace. Typicky obsahují tenkou vrstvu absorpčního materiálu, v tomto případě pěny v souladu s předkládaným vynálezem a pro tekutinu nepropustný spodní obal, typicky 1-2 mm silnou polyethylenovou fólii. Polyethylen může nést lepidlo pro zajištění jeho pozice při operaci. Tyto prostředky se velmi snadno vyrábějí z pěny v souladu s předkládaným vynálezem. Charakteristická integrita těchto pěn dále brání kontaminaci při odkrytí, které nastává u tradičních vláknitých absorpčních prostředků. Absorpční vlastnosti jsou vhodné pro rychlé zachycení stříkající krve a prevenci jejího rozlití např. na podlahu a následného nebezpečí uklouznutí. Prostředky menší velikosti lze použít pro stírání krve a krevních tekutin.

IV. Testovací metody

A. Svislá sací kapacita

1. Příprava umělé menstruační tekutiny

Umělá menstruační tekutina (AMF) se připraví spojením stejných podílů roztoku žaludečního mucinu a čerstvé sterilní ovčí krve bez fibrinu (Cleveland Scientific, American Biomedical, Bath, OH). Roztoku žaludečního mucinu se připraví spojením následujících látek v poměrech a pořadí uvedeném níže:

- 450 ml vodného roztoku dihydrogenfosforečnanu sodného (0,138 % hmotn.) obsahujícího chlorid sodný (0,85 % hmotn.) s pH upraveným na $7,2 \pm 0,1$
- 7,5 ml vodného roztoku hydroxidu draselného
- 31 g sterilizovaného žaludečního mucinu (ICN Biomedical Inc., Cleveland, OH) zahříváného 2,5 hodiny do úplného rozpuštění žaludečního mucinu; roztok se nechá zchladnout pod 40 °C
- 2,0 ml vodného roztoku kyseliny mléčné (8 % hmotn.)

Směs se autoklávuje 15 minut při 121 °C a pak nechá ochladnout na teplotu místnosti. Uchovává se zmražená a spotřebuje se do 7 dnů.

2. Příprava vzorku

Pěna se nakrájí na proužky 2,54 cm široké a 25 cm dlouhé. Z každého testovaného materiálu se připraví dva vzorky. Vzorky se uzavřou nahoře a po obou delších stranách pomocí plastického těsnění (model T-7, 115VAC, 65 W Harwil Company, Santa Monica, California). Spodních 5 cm proužku zůstane otevřeno. Plastik se zvenku podélně rozdělí a označí po 1 cm dílech. Začne se odspodu plastiku (ne odspodu vzorku).

3. Příprava zařízení

AMF se míchá 30 minut při 22 °C. Vytemperovaná AMF (300 ml) se nalije do 500 ml krystalizační misky, kde se pomalu míchá magnetickým míchadlem.

Na kruhový stojan se připevní 30,5 cm plexisklová tyčka s alespoň dvěma destičkami 25 x 0,5 x 3 cm připevněnými na konci s nastavitelnou vzdáleností. Upevňovací svorka se zkusmo nastaví 46-51 cm nad základnu stojanu. Mezi plexisklovými destičkami a koncem tyčky se ponechá dostatek místa, které odpovídá tloušťce testovaných vzorků.

4. Postup testu

Utěsněný horní kraj vzorku se umístí mezi plexisklové destičky, které se pak stáhnou, aby byl vzorek dobře upevněn. Podél šířky destiček se ponechá dostatek místa pro upevnění 2-3 vzorků bez toho, aby se dotýkaly. Případně se použije další destička pro umístění jednoho vzorku za druhým. Po upevnění všech vzorků musí být spodní i horní okraj v úrovni plexisklových destiček a spolu vzájemně.

Míchadlo a miska s AMF se umístí přímo pod upevněné vzorky. Všechny se vzorky se ponoří 0,5 cm do AMF. Plastikem krytá část vzorku nesmí být ponořena, protože tekutina má tendenci běžet po těsnění místo do vzorku. Případně se provede seřízení polohy vzorků, aby byly všechny ponořeny v AMF stejně.

Vzorky absorpční pěny se upevní v míchané AMF ke spodní části plastiku. Zaznamená se čas, za který tekutina dosáhne výšky 1 cm (značka). Pak se aproximuje průměrná výška čela tekutiny u těchto vzorků. Heterogenita vzorku způsobí kanálky sítě tekutiny bez ostrého čela. Zaznamená se hodnota středu nasáté výšky. Jako hodnota svislého sání se bere průměr konečných zaznamenaných hodnot sání vzorků ($n=2$). Na konci měření se vzorek nakrájí na 1 cm kousky, u kterých se zváží hmotnost, což po odečtení hmotnosti suchého vzorku poskytne kapacitu materiálu v různých výškách.

B. Vodorovné gravimetrické sání

Jedná se o test absorpce, který stanoví množství tekutiny nasáté 6,35 x 19,05 cm absorpčním jádrem vzorové menstruační vložky jako funkci času. Při tomto postupu se vzorek drží horizontálně obrácený v držáku na elektronických vahách. Spodního povrchu vzorku se dotýká skleněná napájecí trubička obsahující testovací tekutinu (v tomto případě AMF s 22 °C) spojená se zásobníkem tekutiny s nulovým hydrostatickým tlakem vůči testovanému vzorku. Nárůst hmotnosti vzorku se bere jako úbytek tekutiny v závislosti na čase. Test trvá 3900 sekund. Během testu na vzorek působí tlak 1,2 kPa volně vodou naplněného igelitového pytlíku taženého kovovým závažím. Tento volný systém zajišťuje hydrostatický tlak vzorku rovnoměrný přes jeho celý povrch.

„Implicitní úbytek“ je dán jako hmotnost AMF absorbovaná systémem po 3900 sekundách. „Zpětné navlhčení“ je hodnota následného měření absorpčního jádra nebo menstruační vložky za zjištění množství tekutiny, které lze zpětně z vložky vysušit filtračním papírem Whatman při 1,7 kPa, dokud vložka nevydá méně než 0,5 g AMF. „Zadržený úbytek“ je vypočtený rozdíl mezi „implicitním úbytkem“ a „zpětným navlhčením“.

C. Odolnost proti tlakové deformaci

Odolnost proti tlakové deformaci se stanoví měřením míry deformace (% zmenšení tloušťky) pěny nasycené syntetickou močí po působení tlaku 5,1 kPa na vzorek. Měření se typicky provádí současně na stejném vzorku jako níže popsané měření volné kapacity sorbentu.

Umělá Jayco moč použitá v tomto postupu se připraví rozpuštěním směsi 2,0 g KCl; 2,0 g Na₂SO₄; 0,85 g NH₄H₂PO₄; 0,15 g (NH₄)₂HPO₄; 0,19 g CaCl₂ a 0,23 g MgCl₂ v 1,0 litru destilované vody. Tuto směs solí lze koupit od firmy Endovations, Reading, Pa (kat. č. JA-00131-000-01).

Vzorky pěny, umělá Jayco moč a zařízení pro měření se vytemperují na 31 °C, což je teplota pro všechna měření.

Vzorek pěny nasytí svou volnou kapacitu sorbentu namočením do lázně s umělou Jayco močí. Po 3 minutách se pomocí ostrého razidla z nasyceného vzorku vykrojí kolečko s plochou 6,5 cm². Toto kolečko e namočí do umělé moči na dalších 6 minut při 31 °C. Vzorek se pak vyjme z umělé moči a umístí na hladkou žulovou podložku pod měřidlo vhodné pro měření jeho tloušťky. Na měřidlo se působí tak, aby byl vzorek stlačován tlakem 0,55 kPa. Lze použít jakékoliv měřidlo opatřené základnou alespoň 6,5 cm² a schopné měřit tloušťku s přesností 0,025 mm. Příklady takových měřidel jsou Ames model 482 (Ames Co., Waltham, MA) nebo Ono-Sokki model EG-225 (Ono-Sokki Co., Ltd., Japan).

Po 2 až 3 minutách se zaznamená expandovaná tloušťka (X1). Pak se na základnu působí 15 minut takovou silou, aby byl vzorek pod tlakem 5,1 kPa. Po uplynutí této doby se měřidlem změří konečná tloušťka vzorku (X2).

Z počáteční a konečné tloušťky vzorku se podle následujícího vzorce vypočítá % stlačení:

$$[(X1-X2) / X1] \times 100 = \% \text{ zmenšení tloušťky.}$$

D. Volná kapacita sorbentu (FAC)

Volnou kapacitu sorbentu lze zjistit pomocí měření množství umělé moči absorbované ve vzorku pěny, která jí byla nasycena.

Vzorek pěny a Jayco umělá moč se vytemperují na 31 °C. Měření se provádí při teplotě okolí.

Volná kapacita sorbentu se u vzorku pěny nasytí namočením do lázně s umělou Jayco močí. Po 3 minutách se pomocí ostrého razidla z nasyceného vzorku vykrojí kolečko s plochou $6,5 \text{ cm}^2$. Toto kolečko e namočí do umělé moči na další 3 minuty při 31°C . Vzorek se pak vyjme z lázně a umístí na digitální váhy (jakékoliv váhy s vážicí miskou větší než je plocha vzorku a přesností minimální 1 mg) např. Mettler PM 480 a Mettler PC 440 (Mettler Instrument Corp.; Highstown NJ).

Po stanovení hmotnosti vzorku pěny v mokřém stavu (Ww) se tento umístí mezi 2 jemná plastická síťka na 4 jednorázové papírové ručníky. Vzorek se 3krát vymačká silným válením plastického válce na horním sítku. Vzorek se vyjme, namočí na 2 minuty v destilované vodě a opět vymačká mezi sítky jako v předchozím případě. Pak se umístí mezi 8 vrstev jednorázových papírových ručníků (4 na každé straně) a stlačí silou 9 060 kg laboratorního lisu. Vzorek se pak z ručníků vyjme a 20 minut suší v sušárně při 82°C . Potom se zvaží a zaznamená hmotnost v suchém stavu (Wd).

Volná kapacita sorbentu (FAC) je rozdíl mokré a suché váhy dělený suchou váhou, tj.:

$$\text{FAC} = [(Ww - Wd) / Wd]$$

E. Dynamická mechanická analýza

DMA se používá pro stanovení T_g polymerů včetně polymerních pěn. Vzorek pěny se nakrájí na 3-5 mm silné plátky, 3-4krát promyje destilovanou vodou a mezi každým promytím vyválí a nakonec se nechá schnout na vzduchu. Ze suché pěny se vykrájí kolečka o průměru 25 mm. Tyto plátky se pak analyzují na dynamickém mechanickém analyzátoru RSA-II (pro měření elektrických proudů) ve stlačeném stavu s použitím rovnoběžných koleček s průměrem 25 mm. Parametry přístroje byly následující:

- v intervalu 85°C až -40°C teplotní krok $2,5^\circ\text{C}$
- intervaly namáčení mezi teplotními změnami 125 až 160 s
- dynamické stlačení 0,1 % až 1,0 % (obvykle 0,7 %)

- frekvence 1,0 rad/s
- autotenze tahu statických sil táhnoucích dynamických sil s počáteční statickou silou 5 g

Teplota přechodu na sklo byla vzata jako místo maximálního poklesu tangenty proti teplotě.

Příklady provedení vynálezu

VI. Konkrétní příklady

Tyto příklady ilustrují typickou přípravu pevné HIPE pěny v souladu s předkládaným vynálezem.

Příklad 1

Příprava HIPE a pěny z HIPE

A) Příprava HIPE

Bezvodý chlorid vápenatý (36,32 kg) a peroxodisíran draselný (189 g) se rozpustí v 378 litrech vody, čímž se připraví vodná fáze pro použití v kontinuálním způsobu přípravy HIPE emulze.

Ke směsi monomerů obsahující 400 g styrenu, 2900 g divinylbenzenu (40 % hmotn. divinylbenzenu a 60 % hmotn. ethylstyrenu) a 4800 g 2-ethylhexyl akrylátu vysoce čistý diglycerol monooleát (480 g) a 41 g Tinuvinu 765 [bis(1,2,2,5,-pentamethylpiperidiny)sebakát].

Diglycerol monooleátový emulgátor se připraví podle obecného postupu v US Patentu 5 387 207 (Dyer) 7. 2. 1995. Polyglycerolový prostředek obsahující 97 % hmotn. diglycerolu a do 3 % hmotn. triglycerolu (Solvay Performance Chemicals, Greenwich, Conn) se esterifikuje směsí obsahující 71 % hmotn. C18:1, 4 % hmotn. C18:2, 9 % hmotn. C16:1, 5 % hmotn. C16:0 a 11 % hmotn. jiných mastných kyselin (Emersol-233LL, Emery/Henkel) v hmotnostním poměru 62:38 za použití hydroxidu sodného jako katalyzátoru při 225 °C za mechanického míchání, s rozdělovačem dusíku, postupně rostoucím vakuem, následující neutralizací kyselinou fosforečnou, ochlazením na 85 °C a

usazením za snížení obsahu nezreagovaných polyglycerolů. Reakční produkt se nejdříve frakčně destiluje přes dvě odstředivá molekulární destilační zařízení CMS-15A zapojená do série kvůli snížení obsahu nezreagovaných polyglycerolů a mastných kyselin a pak znovu destiluje za získání frakcí s vysokým obsahem diglycerol monoesterů. Typické podmínky pro konečnou destilaci jsou průvody 6,8 kg/h, vakuum-odplynovač 21-26 μm , vakuum-skleněný zvon 6-12 μm , teplota průvodu 170 $^{\circ}\text{C}$, teplota zbytku 180 $^{\circ}\text{C}$. Destilační frakce s vysokým obsahem diglycerol monoesterů se spojí a získá se reakční produkt se složením (podle nadkritické plynové chromatografie) 50 % hmotn. diglycerol monooleátu, 27 % hmotn. jiných monoesterů diglycerolu, 20 % hmotn. polyglycerolů a 3 % hmotn. jiných esterů polyglycerolu. Po promíchání se reakční produkt nechá přes noc usadit. Roztok nad sedimentem se použije jako emulgátor olejové fáze do HIPE. 20 g lepkavého zbytku se vyhodí.

Do běžící míchačky se odděleně přivádí proud olejové (25 $^{\circ}\text{C}$) a vodné (65-70 $^{\circ}\text{C}$) fáze. Důkladného promíchání spojených proudů se v míchačce docílí stíracím hřebenem, který se skládá z 21,6 cm dlouhé hřídele s průměrem 1,9 cm. Hřídel nese 4 řady čepů, 2 řady mají 17 čepů a 2 řady mají 16 čepů každý s průměrem 0,5 cm dosahující vně středové osy hřídele do vzdálenosti 1,6 cm. Hřebenové míchadlo je zamontováno do válcové objímky, která tvoří dynamickou míchačku a čepy mají od stěny objímky světlost 0,8 mm.

Pro zajištění zpětného tlaku v dynamickém směšovací zařízení a zlepšení spojení složek, které tvoří HIPE je u výstupu z dynamické směšovací aparatury namontován spirálový statický směšovač. Statický směšovač je 35,6 cm dlouhý s vnějším průměrem 1,3 cm (TAH Industries model 070-821 modifikovaný uříznutím na 6,1 cm).

Spojená směšovací a re-cirkulační aparatura se naplní olejovou a vodnou fází v poměru 2 díly vody na 1 díl oleje. Aby mohl odcházet vzduch, je ventil dynamické směšovací aparatury během plnění otevřený. Průtok během plnění je 3,78 g/s olejové fáze a 7,56 ml/s vodné fáze.

Když je aparatura naplněna, v dynamickém směšovači se poté zahájí míchání s frekvencí 500 ot/min. Průtok vodné fáze se poté během 30 s rovnoměrně

zvyšuje na hodnotu 44,1 ml/s a průtok olejové fáze se během 1 min sníží na 1,25 g/sec. Re-cirkulační průtok se během 3 min rovnoměrně zvýší na 39 ml/sec. Zpětný tlak vznikající v dynamickém a statickém směšovači je nyní 14 kPa. Výsledná HIPE má poměr vodné ku olejové fázi 50:1.

B) Polymerace/tvrzení HIPE

HIPE vytékající ze statického směšovače se hromadí v propylenové trubce o průměru 43 cm a výšce 10 cm se soustřednou vložkou vyrobenou z Celcon plastu. Tato vložka má na základně průměr 12,7 cm a průměr 12 cm na vrcholu a je 17,1 cm vysoká. Trubky obsahující HIPE se udržují při teplotě 65 °C po dobu 18 hodin za polymerizace a tvorby pěny.

C) Promývání a odvodnění pěny

HIPE pěna se vyjme z trubek. Pěna nyní obsahuje zbytek vodné fáze (obsahující rozpuštěné emulgátory, elektrolyt, zbytky po iniciátoru a iniciátor) v množství asi 32 až 38 násobek (32-38 x) hmotnosti polymerizovaného monomeru. Pěna se poté nařeže pilou na plátky, které jsou 0,38 cm silné. Tyto plátky se poté stlačují v sérii dvou porézních lisovacích válečků opatřených vakuem, které postupně snižuje obsah zbytku vodné fáze v pění asi na 2 násobek (2X) hmotnosti polymerizovaného materiálu. Nyní se plátky znovu nasatí 1 % hmotn. roztokem Pegosperse 200 ML ve vodě při teplotě 60 °C a poté vymačkají v sérii 3 porézních lisovacích válečků opatřených vakuem za snížení obsahu vodné fáze 4 násobek hmotnosti polymerizovaného materiálu. Obsah CaCl_2 v pění je do 2 % hmotn.

HIPE pěna se pak suší na vzduchu 16 hodin za snížení obsahu vlhkosti na 4-10 % hmotn. polymerovaného materiálu.

Příklad 2

Příprava pěn z HIPE

HIPE pěny se připravují při různých teplotách, časech tvrzení, poměrech voda:olej (W:O) a rychlostech míchadla. Tyto pěny a jejich vlastnosti jsou uvedeny v Tabulce 1 a 2.

Tabulka 1 Velikost otvorů a teplota lití

Příklad	Teplota lití (°C)	Rychlost míchadla (ot/min)	Poměr W:O	Teplota tvrzení (°C)	Doba tvrzení (hodin)	Velikost otvorů (μm)
2a	65°	800	45:1	65°	16	11.8
2b	74°	800	50:1	65°	16	13.8
2c	65°	800	50:1	65°	16	11.7
2d	65°	800	55:1	65°	16	11.1
2e	82°	800	50:1	82°	2	17.4
2f	82°	800	45:1	82°	2	16.4

Tabulka 2 Kapacita a pevnost pěny a poměr W:O

Příklad	W:O	RTCD %	FAC g/g
1a	45:1	32.3%	44.7
1b	50:1	55.7%	46.0
1c	50:1	57.0%	50.1
1d	55:1	64.9%	52.7
1e	50:1	68.8%	49.2
1f	45:1	54.5%	43.0

Tabulka 3 uvádí účinek zbytku chloridu vápenatého v pěně na rychlost svislého sání a kapacitu v poměru k promytému vzorku pěny, který byl zpětně hydrofilizován v souladu s předkládaným vynálezem. Vzorek pěny označený jako „nepromytý“ je nepromytá HIPE pěna z příkladu 2b obsahující zbytkový chlorid vápenatý. Vzorek pěny označený jako „promytý“ je promytá HIPE pěna z příkladu 2b, která byla promyta za odstranění zbytku chloridu vápenatého a zpětně hydrofilizována pomocí roztoku Pegosperse 200 ML. Sloupce týkající „rychlosti sání“ uvádí dobu potřebnou pro nasátí AFM do uvedené výšky. Sloupce týkající „kapacity“ uvádí množství AFM nasáté do uvedené výšky po 18 hodinách.

Tabulka 3 Rychlost sání a kapacita v rovnovážné výšce

Výška (cm)	Rychlost sání		Kapacita	
	Nepromytý (min)	Promytý (min)	Nepromytý (g/g)	Promytý (g/g)
1	8.3	5	53.0	45.9
2	15.3	1.2	41.5	50.5
3	25.5	3.5	45.7	48.6
4	40.5	6.5	40.0	42.2
5	85	13	40.3	44.5
6	120	30	39.2	42.4
7			33.3	39.5
8			19.1	22.7
9			4.6	5.4
10			0.8	1.6
11			0.0	0.4
12			0.0	0.0

Výše uvedená Tabulka 3 ukazuje, že odstranění chloridu vápenatého urychluje sání bez snížení kapacity.

Tabulka 4 uvádí účinek na Vodorovné gravimetrické sání (HGW) zbytkového chloridu vápenatého v pěně v poměru ke vzorku promyté pěny, který byl zpětně hydrofilizován v souladu s předkládaným vynálezem. Vzorek pěny označený jako „nepromytý“ je nepromytá HIPE pěna z příkladu 2b obsahující zbytkový chlorid vápenatý. Vzorek pěny označený jako „promytý“ je promytá HIPE pěna z příkladu 2b, která byla promyta za odstranění zbytku chloridu vápenatého a zpětně hydrofilizována pomocí roztoku Pegosperse 200 ML.

Tabulka 4 HGW

Vzorek pěny	Impl. úbytek (g/g)	Zadržený úbytek (g/g)	Impl./zadržený úbytek %
Nepromytý	14	12	86%
Promytý	24	19	79%

Příklad 3*Příprava pěny z HIPE*

HIPE pěny se připravují podle příkladu 1. HIPE se lije při 74 °C a 800 ot/min a tvrdí při 82 °C po dobu 2 hodin. Rozdíly v poměru voda:olej (W:O) a odpovídající změny vlastností uvádí Tabulka 5.

Tabulka 5 Kapacita a pevnost pěny ve vztahu k poměru W:O

Příklad	W:O	RTCD	FAC (g/g)
3a	30:1	5.7%	29.8
3b	40:1	22.5%	39.4
3c	40:1	12.0%	39.6
3d	50:1	59.2%	47.2

Příklad 4*Příprava vrstvy přepážky z HIPE*

HIPE pěny vhodné jako volitelná vrstva přepážky se připravují podle příkladu 1. Jedinou změnou potřebnou pro získání malých buněk a otvorů mezi nimi potřebných pro vrstvu přepážky je smíchání při teplotě 69 °C a rychlosti míchání 1300 ot/min.

Příklad 5*Menstruační vložka s absorpční pěnovou složkou*

Polymerní pěna podle kteréhokoliv příkladu 2a-2f se nařeže na pruhy šíře 6,4 cm; délky 19 cm a tloušťky 0,51 cm (objem 62 cm³). Tento kus pěny se použije jako absorpční složka nebo vrstva mezi nepropustným spodním obalem a perforovanou horní fólií (např. DRI-WEAVE). Volitelně se jako horní obal místo perforované fólie použije netkaný materiál.

Příklad 6

Menstruační vložka se dvěma absorpčními pěnovými složkami

Polymerní pěna podle kteréhokoliv příkladu 2a-2d se nařeže na pruhy šíře 6,4 cm; délky 10 cm a tloušťky 0,19 cm (objem 12 cm³). Druhý kus pěny podle kteréhokoliv příkladu 1e nebo 1f se nařeže na pruhy šíře 6,4 cm; délky 19 cm a tloušťky 0,19 cm (objem 23 cm³). Tyto části se do menstruační vložky složí podle postupu v příkladu 5 tak, že horní vrstva přiléhající k hornímu obalu je z obou částí ta menší. S výhodou jsou obě složky lehce spojeny na určitých místech vhodným lepidlem (zajištění spojení složek bez omezení průtoku tekutiny).

Příklad 7

Menstruační vložka s vrstvou přepážky

Menstruační vložka s absorpčním jádrem obsahujícím tři absorpční pěny v souladu s předkládaným vynálezem a mezi sorbentem a obalem plnidlo se připraví následovně. Polymerní pěna podle příkladu 2a-2d se nařeže na pruhy a použije jako horní vrstva sorbentu přiléhající k hornímu obalu. Druhou část tvoří pěna podle příkladu 1e nebo 1f, která se nařeže na pruhy a použije jako prostřední vrstva sorbentu. Třetí část tvoří pruh pěny podle příkladu 4, který tvoří přepážku (přiléhá k plnidlu, které je volitelně nanášeno vzduchem) sorbentu. Tato přepážka má průměrnou velikost buněk 15 až 50 μm a průměrnou velikost otvorů 4 až 9 μm.

U tlustých prostředků je mezi sorbentem a spodním obalem plnidlo, např. nanášené vzduchem. Složky jsou složeny do menstruační vložky podle příkladu 5. S výhodou jsou všechny složky lehce spojeny na určitých místech vhodným lepidlem (zajištění spojení složek bez omezení průtoku tekutiny).

Příklad 8*Menstruační vložka obsahující pěnu a absorpční gelový materiál*

Polymerní pěna podle kteréhokoliv příkladu 2a-2d se nařeže na pruhy se šířkou 6,4 cm; délkou 10 cm a tloušťkou 0,19 cm (objem 12 cm³). Tento pruh se dá přes tkaninu z celulosy a absorpčního gelového materiálu nebo laminovaného absorpčního gelového materiálu mezi dvě vrstvy tkaniny.

Příklad 9*Obvaz s pěnovou složkou*

Jakákoliv pěna podle příkladu 2 se nařeže na čtverce se stranou 2,5 cm a tloušťkou 0,2 cm. Tento kus se pomocí lepidla upevní do pruhu nepropustného spodního obalu s šířkou 2,8 cm a délkou 7 cm. Nekryté kraje tohoto pruhu se pokryjí vhodným lepidlem, přiloží se strhovací papír a prostředek se zabalí do hygienického obalu. Horní část pěny lze volitelně pokrýt propustným horním obalem jako je DRI-WEAVE nebo netkaný materiál.

Příklad 10*Chirurgická rouška s pěnovou složkou*

Jakákoliv pěna podle příkladu 2 se nařeže na 1 m kusy s tloušťkou 0,13 cm. Tento kus se vhodným lepidlem spojí s 1 m kusem pro tekutinu nepropustného spodního obalu. Obrácenou stranu spodního obalu lze ošetřit jakýmkoliv vhodným lepidlem a přikrýt strhovacím papírem pro zajištění stability při použití na určitém místě.

Příklad 11*Tampón s pěnovou složkou*

Jakákoliv pěna podle příkladu 2 se nařeže na válečky s poloměrem 1,2 cm a délkou 8 cm. Tyto válečky se zabalí do pro tekutinu propustného netkaného obalu a spojí s provázkem pro snadné odstranění.

Průmyslová využitelnost

Předkládaný vynález se týká vývoje vysoce absorpčních materiálů pro použití jako prostředky pro menstruační vložky, tampóny, obvazy, materiál pro chirurgii apod. Získání vysoce účinných absorpčních hmot bylo podmíněno vývojem relativně absorpční hmoty, která může absorbovat, rozvádět a zadržovat velké množství vyměšovaných tělních tekutin zejména krve.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1) Polymerní pěnový materiál schopný absorpce krve a krevních tekutin

v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e jej tvoří hydrofilní, pružná, neionogenní polymerní pěna s propojenými otevřenými buňkami, která má

A) schopnost vertikálního sání umělé menstruační tekutiny (AMF) do výšky 5 cm za dobu do 40 minut, s výhodou do 20 minut

B) kapilární specifický povrch $0,008$ až $0,040 \text{ m}^2/\text{cm}^3$, s výhodou $0,010$ až $0,030 \text{ m}^2/\text{cm}^3$, nejvýhodněji $0,014$ až $0,026 \text{ m}^2/\text{cm}^3$

C) odolnost proti deformaci tlakem 5 až 75% , s výhodou 10 až 65% , nejvýhodněji 15 až 60% , měřeno pro tlak $5,1 \text{ kPa}$ při 31°C po dobu 15 minut

D) volnou kapacitu sorbentu 12 až 125 g/g

E) méně než 2% hmotn., s výhodou méně než $0,5 \%$ hmotn. zbytkových hydratovatelných solí.

2) Pěnový materiál podle nároku 1 v y z n a č u j í c í s e t í m ,

ž e má schopnost nasávat alespoň 30 g/g AFM do výšky 5 cm v rovnováze a má podíl zadrženého ku počátečnímu množství AFM alespoň 50% hmotn.

3) Pěnový materiál podle nároku 1 a 2 v y z n a č u j í c í s e

t í m , ž e má průměrnou velikost buněk 30 až $130 \mu\text{m}$, s výhodou 35 až $60 \mu\text{m}$ a průměrnou velikost otvorů 8 až $30 \mu\text{m}$, s výhodou 10 až $20 \mu\text{m}$.

4) Pěnový materiál podle kteréhokoliv nároku 1 až 3 v y z n a č u j í c í

s e t í m , ž e má hustotu v suchém stavu $0,014$ až $0,024 \text{ g/cm}^3$.

5) Menstruační vložka zejména vhodná pro absorpci menstruační tekutiny

v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e obsahuje

I) horní obal propustný pro tekutinu

II) spodní obal nepropustný pro tekutinu

III) absorpční jádro umístěné mezi uvedený horní a spodní obal a místo výronu tekutiny, které obsahuje absorpční složku vyrobenou z pěnového materiálu podle kteréhokoliv 1 až 5.

- 6) Vložka podle nároku 5 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e
 uvedená absorpční jádro dále obsahuje mezi uvedeným horním obalem a
 absorpční složkou vrstvu pro příjem tekutiny.
- 7) Vložka podle nároku 5 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e
 uvedená absorpční složka má kapilární sací specifický povrch 0,014 až
 0,020 m²/cm³ a spodní pěnová vrstva má kapilární sací specifický povrch
 větší než uvedená horní pěnová vrstva, a to 0,020 až 0,026 m²/cm³.
- 8) Vložka podle nároku 5 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e
 uvedená absorpční jádro je horní přijímací/rozváděcí složka a kde uvedená
 absorpční jádro dále obsahuje spodní zadržovací/rozváděcí služku, která je
 ve spojení tekutinou s uvedenou horní složkou a obsahuje absorpční gelový
 materiál, s výhodou absorpční gelový materiál laminovaný mezi dvě vrstvy
 tkaniny.
- 9) Absorpční prostředek vybraný ze skupiny, kterou tvoří tampóny, obvazy a
 chirurgické roušky v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e obsahuje
 pěnový materiál podle kteréhokoliv nároku 1 až 4.
- 10) Způsob přípravy absorpčního polymerního pěnového materiálu schopného
 absorbovat krev a krevní tekutiny v y z n a č u j í c í s e t í m ,
 ž e jej tvoří kroky:
- A) příprava emulze olej-voda z následujících složek:
- 1/ olejové fáze obsahující:
- a) 85 až 98 % hmotnostních, s výhodou 90 až 97 % hmotn. monomeru
 schopného tvořit kopolymer s T_g do 50 °C, s výhodou 15 až 30 °C,
 který obsahuje:
 - i) 45 až 70 % hmotnostních alespoň jednoho ve vodě nerozpustného
 monofunkčního monomeru schopného tvořit ataktický amorfni
 polymer s T_g do 35 °C
 - ii) 10 až 40 % hmotnostních alespoň jednoho ve vodě nerozpustného
 monofunkčního ko-monomeru schopného předat pevnost stejnou
 jako styren

- iii) 5 až 25 % hmotnostních prvního ve vodě nerozpustného, polyfunkčního zesilujícího činidla ze skupiny: divinylbenzen, trivinylbenzen, divinyltoluen, divinylxylen, divinylnaftalen, divinylalkylbenzen, divinylfenantren, divinylbifenyl, divinylidifenylmethan, divinylbenzyl, divinylfenylether, divinylidifenylsulfid, divinylfuran, divinylsulfid, divinylsulfon a jejich směsi
 - iv) 0 až 15 % hmotnostních prvního ve vodě nerozpustného, polyfunkčního zesilujícího činidla ze skupiny: polyfunkční akryláty, methakryláty, akrylamidy, methakrylamidy a jejich směsi a
- b) 2 až 15 % hmotnostních, s výhodou 3 až 10 % hmotn. emulgátoru, což je v oleji rozpustný a pro tvorbu stabilní emulze voda-olej vhodný reagens a emulze obsahuje:
- i) primární emulgátor obsahující alespoň 40 % hmotnostních emulgační složky ze skupiny: diglycerol monoestery lineárních nenasycených C16-C22 mastných kyselin, diglycerol monoestery rozvětvených C16-C24 mastných kyselin, diglycerol monoalifatické ethery rozvětvených C16-C24 alkoholů, diglycerol monoalifatické ethery lineárních nenasycených C16-C22 mastných alkoholů, diglycerol monoalifatické ethery lineárních nasycených C12-C14 alkoholů, sorbitan monoestery lineárních nenasycených C16-C22 mastných kyselin, sorbitan monoestery rozvětvených C16-C24 mastných kyselin a jejich směsi nebo
 - ii) směs primárního emulgátoru mající alespoň 20 % hmotnostních této emulgační složky a některého sekundárního emulgátoru v hmotnostním poměru primárního ku sekundárnímu emulgátoru 50:1 až 1:4 a uvedený sekundární emulgátor je vybrán ze skupiny, kterou tvoří C12-C22 dialifatická, C1-C4 dialifatická kvartérní amoniová sůl, C12-C22 dialkoyl(alkenoyl)-2-hydroxyethyl, C1-C4 dialifatická kvartérní amoniová sůl, C12-C22 dialifatická imidazolinium kvartérní amoniová sůl, C1-C4 dialifatická, C12-C22 monoalifatické benzyl kvartérní amoniové soli a jejich směsi

2/ vodné fáze, což je vodný roztok obsahující 0,2 až 20 % hmotnostních, s výhodou 1 až 10 % hmotn. ve vodě rozpustného elektrolytu, s výhodou chloridu vápenatého

3/ poměr objemu ku hmotnosti vodné ku olejové fázi je 12:1 až 125:1, s výhodou 40:1 až 70:1 a

B) polymerace monomeru v olejové fázi emulze voda-olej za vzniku polymerního pěnového materiálu schopného přijímat a rozvádět krev a krevní tekutiny

C) promytí polymerního pěnového materiálu za snížení obsahu zbytkového elektrolytu do 2 % hmotn.

D) úprava promyté pěny účinným množstvím vhodné hydrofilizující povrchově aktivní látky a

E) odvodnění promyté pěny na obsah vlhkosti do 40 % hmotn., s výhodou 5 až 15 % hmotn.

11) Způsob podle nároku 10 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e s e polymerní pěna z kroku B) před krokem C) řeže na pláty.

12) Způsob podle kteréhokoliv nároku 10 a 11 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e uvedená monomerní složka obsahuje

i) 50 až 65 % hmotn. monomeru ze skupiny, kterou tvoří C4-C14 alkyl akryláty, aryl akryláty, C6-C16 alkyl methakryláty, akrylamidy, C4-C12 alkylstyreny a jejich směsi

ii) 15 až 40 % hmotn. ko-monomeru ze skupiny, kterou tvoří styren, ethylstyren a jejich směsi a

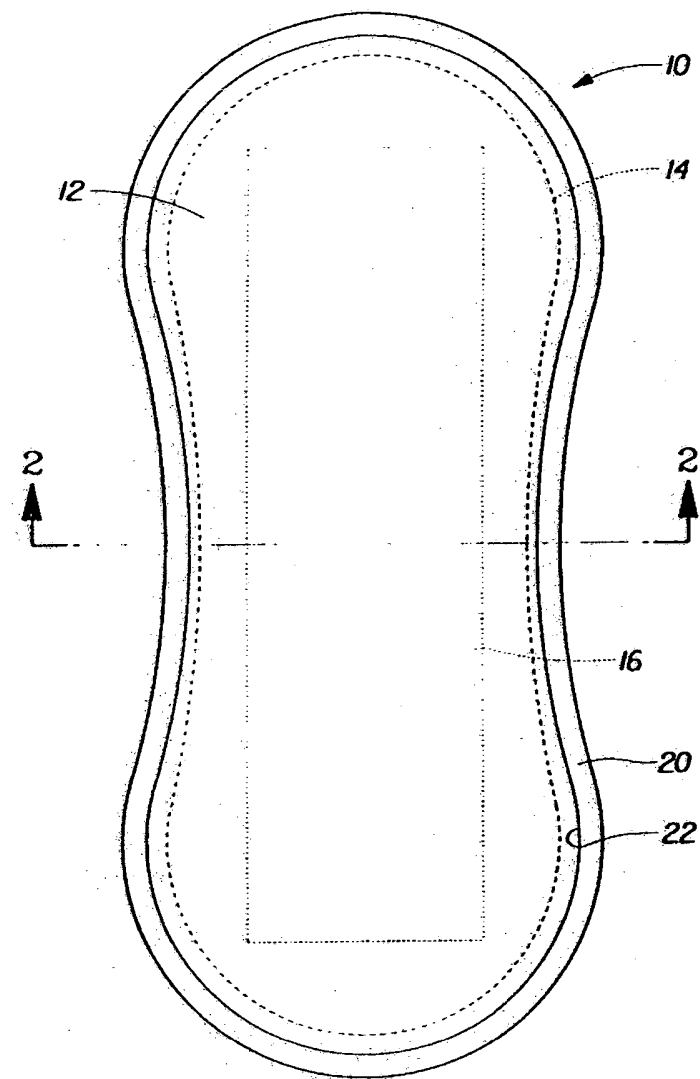
iii) 12 až 18 % hmotn. divinylbenzenu.

13) Způsob podle nároku 12 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e monomer (i) je ze skupiny, kterou tvoří butyl akrylát, hexyl akrylát, oktyl akrylát, 2-ethylhexyl akrylát, nonyl akrylát, decyl akrylát, dodecyl akrylát, isodecyl akrylát, tetradecyl akrylát, benzyl akrylát, nonylfenyl akrylát, hexyl

methakrylát, oktyl methakrylát, nonyl methakrylát, decyl methakrylát, isodecyl methakrylát, dodecyl methakrylát, tetradecyl methakrylát, N-oktadecyl akrylamid, p-n-oktylstyren a jejich směsi.

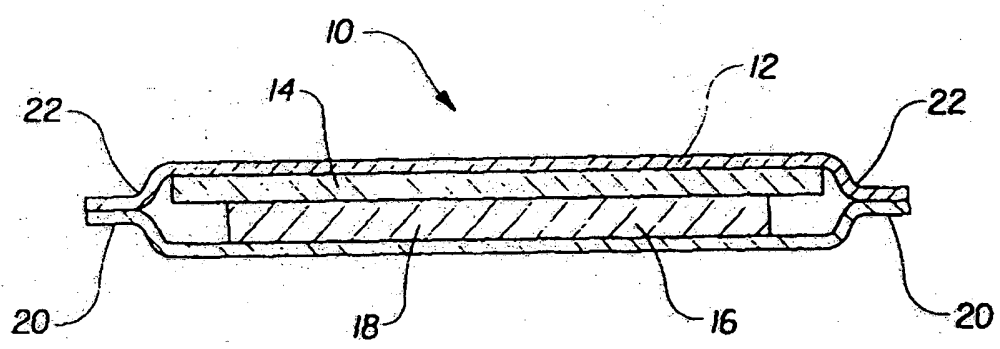
- 14) Způsob podle kteréhokoliv nároku 10 až 13 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e emulgační složka obsahuje primární emulgátor mající alespoň 70 % hmotn. emulgační složky vybrané ze skupiny, kterou tvoří diglycerol monooleát, sorbitan monooleát, diglycerol monoisostearát a jejich směsi.
- 15) Způsob podle kteréhokoliv nároku 10 až 14 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e hydrofilizující povrchově aktivní látka je ze skupiny, kterou tvoří ethoxyláty C11-C15 alkoholů, ethoxyláty C11-C15 mastných kyselin, kondenzační produkty ethylenoxidu, propylenoxidu a jejich směsi s molární hmotností větší než 2000, kondenzační produkty propylenoxidu a propylenglykolu, sulfatované alkohol ethoxyláty, alkylether sulfáty, rozvětvené nebo lineární alkyl aryl ethoxyláty, silikon-glykol ko-polymery a jejich směsi.
- 16) Způsob podle nároku 15 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e po kroku D) zůstává v pěnovém materiálu 0,1 až 5 % hmotn. hydrofilizující povrchově aktivní látky.

51

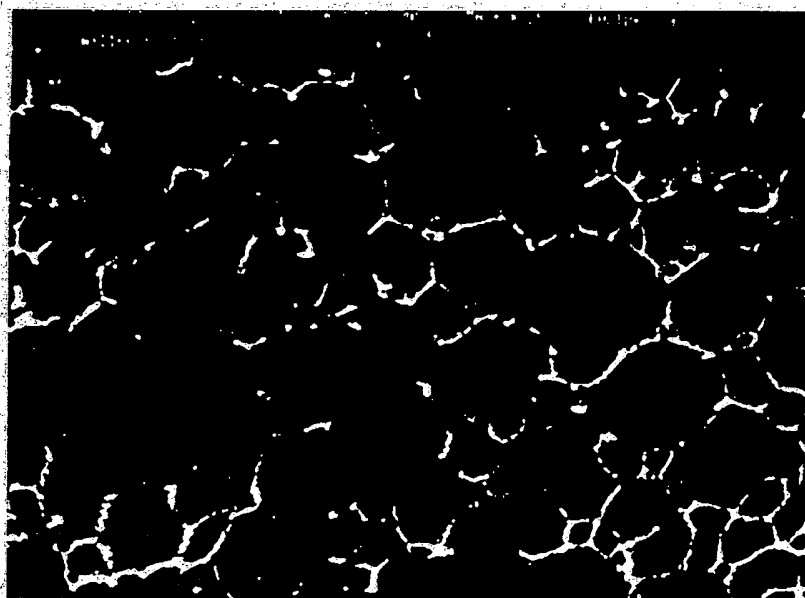


PRIL.
PRŮMYŠLOVÉHO
ÚŘAD
VLAŠTNIČTÍ
0 4 IX 97
DOŠLO
6 6 4 6 8 1
z.j.

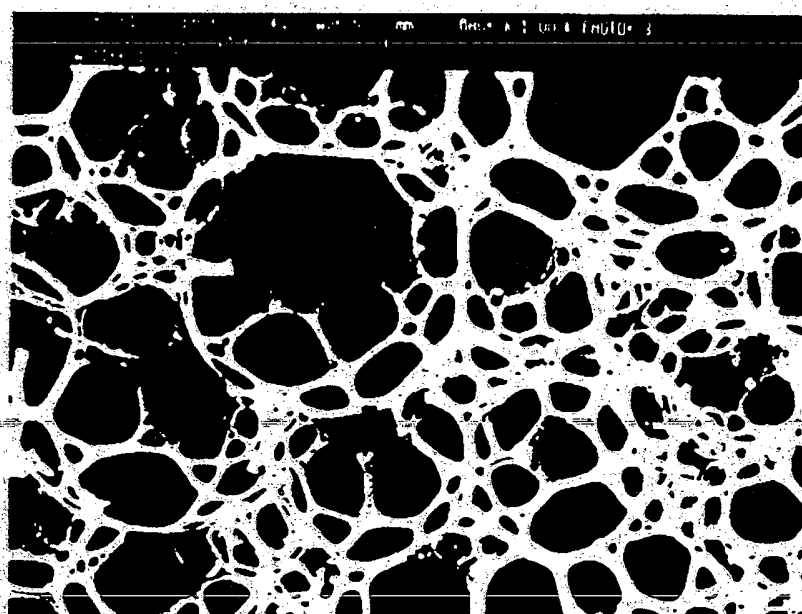
Obr. 1



Obr. 2

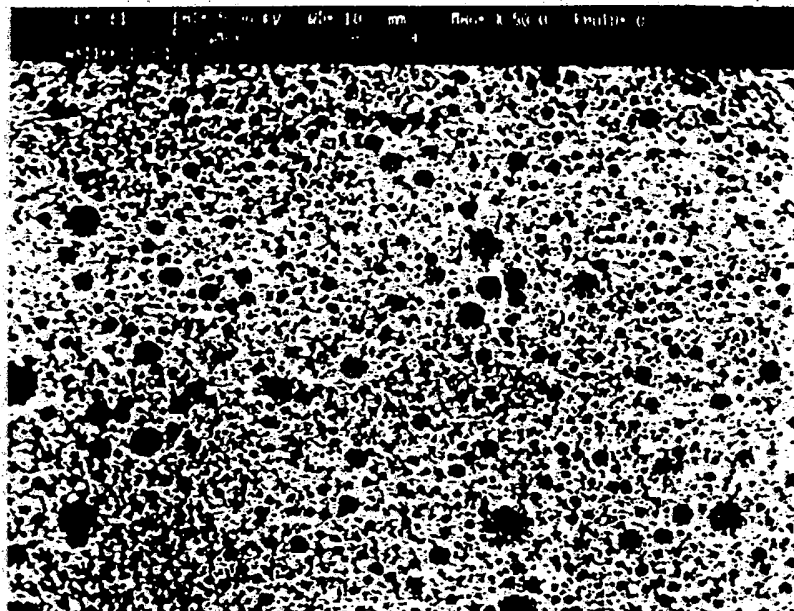


Obr. 3

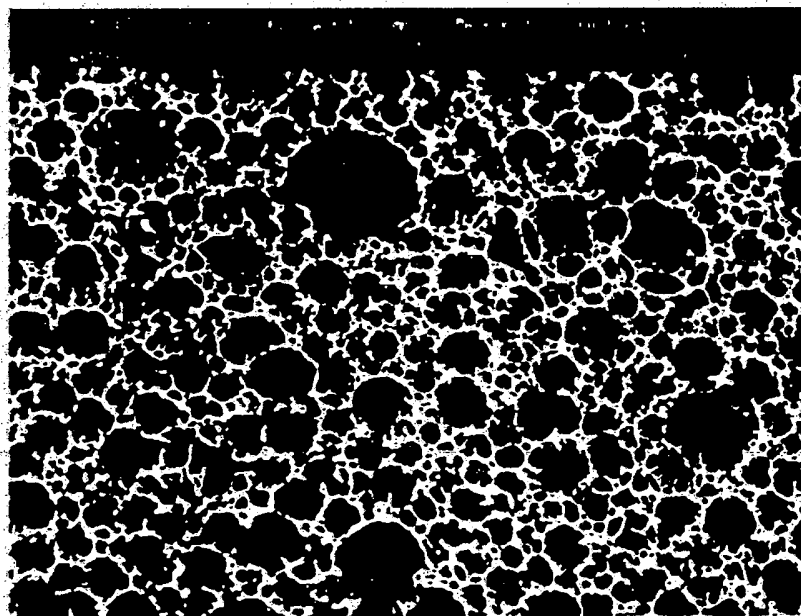


Obr. 6

PRIL.
PLASTICITY
PROSTOVĚHO
U RAD
0 2 IX 97
DOŠLO
0 6 4 6 8 1
2.1.



Obr. 4



Obr. 5

PRIL.
VLASTNOSTI
PRŮMYSLOVÉHO
GRAD
0 2 IX 97
DOŠLO
6 4 6 8 1
2. J.