



INPI
Assinado
Digitalmente

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, COMÉRCIO EXTERIOR E SERVIÇOS
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 0920905-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 0920905-0

(22) Data do Depósito: 27/11/2009

(43) Data da Publicação do Pedido: 03/06/2010

(51) Classificação Internacional: A61L 15/28; A61L 15/46; C08B 11/04; C08B 11/10

(30) Prioridade Unionista: US 12/574,322 de 06/10/2009; EP 08171355.4 de 11/12/2008; GB 0821675.6 de 27/11/2008

(54) Título: MATERIAL ABSORVENTE

(73) Titular: SPECIALITY FIBRES AND MATERIALS LIMITED. Endereço: The Broadgate Tower 3RD Floor, 20 Primrose ST, London, REINO UNIDO(GB)

(72) Inventor: STEPHEN LAW

Prazo de Validade: 20 (vinte) anos contados a partir de 27/11/2009, observadas as condições legais

Expedida em: 30/10/2018

Assinado digitalmente por:
Liane Elizabeth Caldeira Lage
Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para: **"MATERIAL ABSORVENTE"**.

Antecedentes da Técnica

Fibras absorventes usadas como componentes em
5 curativos de cuidados com ferimento avançado são conhecidas na técnica, particularmente fibras baseadas em ácido algínico, carboximetilcelulose, e carboximetilquitosano, e sais dos mesmos.

Os curativos baseados em fibras de ácido algínico ou
10 seus sais têm boa absorvância geral de fluido de ferimentos, mas experimentam baixa absorção devido à necessidade de troca de íons multivalentes ligando a estrutura fibrosa junto com íons de sódio presentes no fluido do ferimento. Embora esta troca iônica torne as
15 fibras intumescíveis em meios aquosos contendo íon, permitindo absorção significativa de fluido, a resistência mecânica das fibras gelificadas é comprometida, e não é rotineiramente possível remover um curativo saturado por inteiro. Frequentemente, o curativo precisa ser irrigado
20 com solução salina para retirar o mesmo por lavagem e isto pode ser traumático para o paciente.

Fibras de carboximetil celulose também são usadas como o componente principal em curativos de cuidados com ferimentos avançados e estas também têm capacidade de

absorção significativa para o fluido do ferimento. Sua vantagem sobre os curativos do tipo alginato é que a absorção de fluido é virtualmente instantânea desde que nenhuma troca iônica seja requerida para tornar as fibras gelificáveis. Além disso, estas fibras baseadas em uma celulose altamente cristalina, tal como liocel, e em particular as descritas nos documentos EP0616650 e EP0680344, tendem a reter um nível mais alto de resistência mecânica e, portanto, podem ser removidas do sítio do ferimento por inteiro. No entanto, a capacidade de absorção desta classe de material é fortemente dependente do pH do fluido do ferimento, reduzindo dramaticamente em pH ácido. Isto é um sério inconveniente, desde que o pH do fluido de ferimento crônico pode estar na faixa de entre 4 e 8 dependendo do estado de cicatrização. Além disso, é reconhecido que diminuir artificialmente o pH do ambiente do ferimento pode levar a resultados de cicatrização melhorados. Por exemplo, verifica-se (Tsioras et al., artigo apresentado no *19th Annual Symposium on Advanced Wound Care*, San Antonio, TX, 30 de abril de 2006 - 3 de maio de 2006) que aplicando um curativo de ferimento contendo um creme de ajuste de pH, cujo pH é de 2,8, diminuiu o tempo que leva para o ferimento fechar. Em outro estudo, ferimentos de queimadura cicatrizaram mais

rapidamente quando tratados com fluido tendo um pH de 3,5 (Kaufinan et al., Burns Inel Therm Inj. 12(2) 84-90 (1985)). De fato, as preparações estão disponíveis comercialmente para uso em conjunto com curativos
5 absorventes para reduzir o pH do ambiente do ferimento. Por exemplo, CADESORB® disponível de Smith & Nephew tem um pH de cerca de 4,35.

É desejável para um curativo absorvente desempenhar bem em um pH ácido, e, preferivelmente, desempenhar bem
10 em uma ampla faixa de pH. Desde que os curativos absorventes baseados em carboximetilcelulose não desempenhem bem em ambientes de pH baixo, existe uma necessidade de um curativo de absorção, gelificando instantaneamente, que continue a absorver em um bom nível
15 de pH reduzido.

É desejável para as fibras absorventes para uso em curativos absorventes que sejam obtidas de um recurso renovável, para serem baratas e também biodegradáveis. Portanto, existe um interesse considerável como uma fonte
20 renovável e biodegradável de material absorvente. A polpa da felpa de pinheiro do sul dos Estados Unidos é usada como um material absorvente na indústria de cuidados pessoais. No entanto, ela é comumente usada em conjunto com outros materiais absorventes, e comumente materiais que não são

renováveis e biodegradáveis, por exemplo, polímeros de ácido acrílico. A razão para isto é que o líquido absorvido não é eficazmente retido em materiais que são feitos exclusivamente de fibras celulósicas.

5 A fibra de celulose pode ser modificada por sulfonação, por exemplo, por substituição com um sulfonato de alquila em um ou mais dos grupos hidroxila nos monômeros de glicose anidra que compõem a estrutura dorsal da celulose, formando ligações de éter. Os derivados de
10 celulose deste tipo são conhecidos como sulfonatos de celulose ou alquil sulfonatos de celulose.

Éteres de celulose disponíveis comercialmente são, como uma regra, os compostos solúveis em água. Sabe-se, em particular, que etil sulfonato de celulose é solúvel em
15 água.

O documento de patente norte-americano No. 4,990,609, de Herzog et al., descreve etil sulfonatos de celulose de alta qualidade em solução, que são preparados pela adição à celulose de um agente de alquilação e subsequentemente
20 adição de álcali. O processo é comparado ao processo de dois estágios para a produção do etil sulfonato de celulose descrito no documento SU757540.

Os éteres sulfonatos de celulose são ainda modificados a fim de produzir produtos insolúveis em água. Por exemplo,

o Pedido de Patente Publicado norte-americano nº 2006/0142560, de Glasser et al., refere-se a fibras absorventes baseadas em alquilsulfonatos de celulose misturados em que a celulose é substituída por dois grupos diferentes, um sulfonato e um hidroxialquil sulfonato, especificamente etil sulfonato e 2-hidroxipropil sulfonato. Acredita-se que a insolubilidade em água da celulose modificada resulte da presença do grupo 2-hidroxipropil sulfonato.

10 A Patente US nº 5,703,225, de Shet et al., refere-se a uma celulose sulfonada insolúvel em água que é uma hidróxi celulose sulfônica em que tanto o átomo de enxofre de um grupo sulfônico como um grupo hidroxila são diretamente fixados a um átomo de carbono na cadeia de celulose.

15 Para serem apropriados para uso em curativos de ferimento, os materiais absorventes precisam reter sua integridade e, portanto, serem insolúveis em água. A desvantagem principal de alquilsulfonatos de celulose insolúveis em água que são desenvolvidos para uso como
20 materiais absorventes até agora é o requisito de substituição de celulose com pelo menos dois grupos diferentes. Comparadas à substituição com um substituinte único, os reagentes adicionais e as etapas de processamento adicionais não são desejáveis, e são prováveis de aumentar

o custo e fabricação. Além disso, como a celulose é crescentemente modificada, os benefícios associados com a fibra natural, tal como sua biodegradabilidade, podem ser requeridos.

5 Sumário da Invenção

Verificou-se surpreendentemente que os alquil sulfonatos de celulose insolúveis em água podem ser preparados pela substituição de celulose somente com um tipo de alquil sulfonato.

10 Será claro aos peritos na técnica que outros substratos polissacarídeos podem ser convertidos em um derivado de alquil sulfonato de acordo com a invenção. Por exemplo, quitina e quitosano são polissacarídeos naturais baseados em unidades de D-glicosamina, que têm grupos
15 hidroxila nas posições em C3 e C5 onde a substituição da reação com grupos alquil sulfonatos pode ocorrer. Além disso, é possível substituir no grupo amina na posição C2, fixando o alquil sulfonato através de nitrogênio.

Assim, de acordo com um primeiro aspecto da invenção,
20 é fornecido um artigo absorvente compreendendo, como um material absorvente, um alquil sulfonato de polissacarídeo insolúvel em água, sendo que o polissacarídeo é substituído com um tipo de alquil sulfonato.

Os polissacarídeos modificados da invenção são

altamente vantajosos para uso como materiais absorventes em curativos de ferimento porque eles demonstram excelente absorção e retenção de fluido enquanto mantendo sua integridade suficientemente para ser removido do sítio do ferimento por inteiro, sem irrigação, e com mínima dor e desprendimento de pele. Como com a carboximetil celulose, a absorção de fluido é virtualmente instantânea desde que a troca iônica não seja requerida para as fibras tornarem-se gelificáveis. No entanto, os alquil sulfonatos de polissacarídeo insolúveis em água da presente invenção são vantajosos comparados à carboximetil celulose porque a capacidade de absorção pode ser afetada em uma extensão menor por trocas em pH. Os curativos de ferimento contendo estes materiais podem continuar a absorver em um bom nível e baixo pH.

Em muitas modalidades dos artigos absorventes de acordo com a invenção o alquil sulfonato de polissacarídeo insolúvel em água é o único material absorvente presente. Tais modalidades não contêm outros materiais absorventes tais como hidrogéis, resinas de troca aniônica ou combinações dos mesmos.

O alquil sulfonato de polissacarídeo pode ser usado na forma de fibras. As fibras podem ser usadas em uma ampla faixa de extensão, por exemplo alguns mm, tal como 2 mm ou

5 mm, a várias dezenas de mm, por exemplo, 100 mm, ou mais. No entanto, para muitas aplicações, as fibras têm de 20 a 50 mm em extensão. As fibras têm preferivelmente uma densidade linear de na faixa de 0,1 a 30 decitex, mais 5 preferivelmente cerca de 0,5 a 20 decitex, e mais preferivelmente 0,9 a 3 decitex.

Quando se referindo à “absorvância” de um alquil sulfonato de polissacarídeo os requerentes referem-se à capacidade do alquil sulfonato de polissacarídeo absorver 10 fluido. Nas modalidades preferidas onde o etil sulfonato de polissacarídeo é uma fibra, o fluido é absorvido na estrutura da fibra interna e a fibra intumesce.

No entanto, quando se mede a absorvância de um artigo da presente invenção (compreendendo um alquil sulfonato de 15 polissacarídeo), os requerentes medem a capacidade de absorção total do artigo para absorver fluido e seu valor incluirá a capacidade de absorção diretamente atribuível à absorção de fluido pelas fibras individuais bem como absorção devido à estrutura aberta do artigo. Por exemplo, 20 os fluidos serão tirados de dentro de espaços aéreos ou volumes interfibras entre as fibras. Assim, a capacidade de absorção total é sensível aos tamanhos e interconectividade dos volumes de fibra interna dentro do tecido, e, portanto, seu método de fabricação.

Por essa razão, as fibras podem ser úteis como materiais absorventes qualquer que seja a natureza química do material de fibra. Mesmo os materiais absorventes feitos de polímeros não absorventes podem demonstrar alguma
5 absorvência, porque o fluido é tirado de dentro de volumes interfibras.

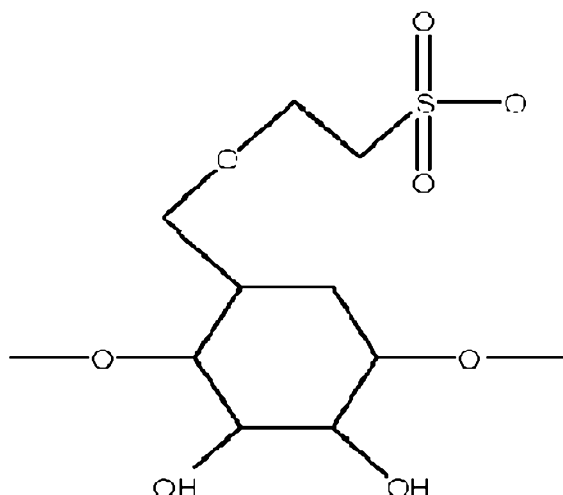
As medições da capacidade de absorção total de um artigo é um método conveniente e eficaz de determinar a eficácia do artigo como um material absorvente para
10 aplicações tais como curativos de ferimento. Contudo, as vantagens dos materiais absorventes que são descritos na presente invenção, comparados aos materiais absorventes descritos na técnica anterior, são primeiramente devido à natureza química e absorvência resultante do material usado
15 e, em particular, ao uso de alquil sulfonato de polissacarídeo, sendo que o polissacarídeo é substituído com um tipo de alquil sulfonato.

O alquil sulfonato de polissacarídeo pode ser um alquil sulfonato de celulose e a seguinte descrição refere-
20 se primeiramente a tais modalidades da invenção. Será notado, no entanto, que outros polissacarídeos podem ser utilizados.

A porção alquila do grupo substituinte alquil sulfonato é preferivelmente uma alquila inferior tendo de 1

a 6 átomos de carbono, preferivelmente metila, etila, propila ou butila. De preferência, a porção alquila não é substituída por quaisquer outros substituintes, por exemplo, grupos hidroxila. A porção alquila pode ser
5 ramificada ou não ramificada, e, portanto, os substituintes de propil sulfonato apropriados podem ser 1- ou 2-metil-etilsulfonato. Os substituintes de butil sulfonato podem ser 2-etil-etilsulfonato, 2,2-dimetil-etilsulfonato ou 1,2-dimetil-etilsulfonato. O grupo substituinte de alquil
10 sulfonato que é mais preferido é etil sulfonato. A presente invenção não é pretendida para cobrir alquil sulfonatos de celulose tendo um grupo substituinte de alquil sulfonato que é 2-hidroxipropil sulfonato.

Assim, um alquil sulfonato de celulose preferido da
15 presente invenção é etil sulfonato de celulose, onde o etil sulfonato ou um de seus sais é fixado através de um ou mais dos grupos hidroxila nas unidades de glicose anidra de celulose. A estrutura de uma unidade de glicose anidra substituída por um grupo etil sulfonato é representada pela
20 fórmula (I)



A fórmula (I) não pretende representar a estrutura química exata de etil sulfonato de celulose preparado de acordo com a invenção, porque a substituição pode ocorrer em qualquer uma das posições hidroxila na macromolécula de
 5 celulose, em qualquer distribuição até o grau máximo de substituição que é possível.

O grau médio de substituição refere-se ao número médio de posições hidroxila substituídas com um grupo substituinte de alquil sulfonato, ou, posto de outro modo,
 10 o número médio de moles de grupos alquil sulfonatos por mol de unidade de glicose anidra no polímero de celulose. O grau máximo de substituição é, portanto, 3, quando a unidade de glicose anidra é substituída em todas as três posições hidroxila. O grau de substituição quando uma média
 15 de um grupo hidroxila é substituída por unidade de glicose anidra, como mostrado na fórmula (I), é 1.

As propriedades funcionais dos alquil sulfonatos de celulose da presente invenção dependem do grau de substituição, do comprimento de cadeia da estrutura da estrutura dorsal de celulose, e da estrutura do substituinte de alquil sulfonato. A solubilidade e absorvância são grandemente dependentes do grau de substituição: à medida que o grau de substituição é aumentado, o alquil sulfonato de celulose torna-se crescentemente solúvel. Segue que, à medida que a solubilidade aumenta, a absorvância diminui.

Para ser útil em um curativo de ferimento avançado, absorvente, as fibras do material absorvente têm de preferência uma absorvância de pelo menos 8 gramas por grama (g/g) de solução salina a 0,9%, como medido pelo método descrito abaixo no exemplo 1. As fibras de etil sulfonatos de celulose preferidas da presente invenção têm uma absorvância (solução salina a 0,9%) de pelo menos 8 g/g, mais preferivelmente pelo menos 9 g/g, mais preferivelmente pelo menos 10 g/g.

Outra classe de curativos de cuidados com ferimento, os que simplesmente fornecem uma camada adesiva de contato com o ferimento, algumas vezes conhecida como Tulle, não requer este alto nível de absorvância desde que eles podem ser usados em ferimentos que demonstram um nível mais baixo

de geração de exsudato de ferimento, ou uma camada mais absorvente é usada na superfície de topo da camada de contato. No entanto, o atributo chave de tais camadas de contato é que elas não aderem à camada do ferimento. Um
5 material de tecido compreendendo fibras de alquil sulfonato de celulose com uma absorvância de tecido maior do que 2 g/g fornece um bom curativo de camada de contato na medida em que as fibras absorvem exsudato suficiente, formando assim um material gelificado para fornecer uma superfície
10 não adesiva. Assim, em outro aspecto, os alquil sulfonatos de celulose da presente invenção têm uma absorvância (de solução salina a 0,9%) de mais do que 2 g/g, 4 g/g ou 6 g/g.

Verificou-se que o grau médio de substituição deveria
15 ser de preferência menos do que 0,4 para o alquil sulfonato de celulose para ser substancialmente insolúvel em água. Por “substancialmente” entende-se, neste contexto, que quando o alquil sulfonato de celulose é exposto a um excesso de um meio aquoso ele não dissolve em solução, ou
20 pelo menos que a dissolução é tão baixa como para ter nenhum efeito significativo sobre as propriedades do polímero.

O grau médio de substituição é de preferência menos do que 0,4, mais preferivelmente menos do que 0,3. Em algumas

modalidades da invenção, o grau médio de substituição de alquil sulfonato de celulose é de cerca de 0,05 a cerca de 0,4, mais preferivelmente de cerca de 0,1 a cerca de 0,3.

Os alquil sulfonatos de celulose com o grupo alquila tendo 2 a 6 átomos de carbono de acordo com a presente invenção podem ser formados pela reação de celulose com um alquenil sulfonato ou um de seus sais na presença de uma base, preferivelmente um hidróxido de metal alcalino, tanto em meio aquoso ou não aquoso. O alquil sulfonato de celulose com 1 átomo de carbono, isto é, metilsulfonato de celulose, pode ser formado por reação com ácido clorometano sulfônico ou um de seus sais na presença de uma base, de preferência um hidróxido de metal alcalino, tanto em meio aquoso ou não aquoso.

A alcalinização e sulfonação de alquila (que neste caso é uma etapa de eterificação) podem ser realizadas como uma etapa única em que a base e alquenil sulfonato ou clorometilsulfonato são adicionados ao mesmo tempo em um vaso de reação (um processo de "um pote"). Alternativamente, a alcalinização e sulfonação de alquila podem ser realizadas em duas etapas de reação separadas, tratando a celulose primeiramente com álcali e depois com agente de sulfonação de alquila, ou com agente de sulfonação de alquila e depois álcali.

De preferência, a alcalinização e sulfonação de alquila (se realizadas em uma etapa de reação única ou separada) são realizadas em um meio aquoso. Mais preferivelmente, a alcalinização e sulfonação de alquila
5 são realizadas em água. Geralmente, é preferido evitar o uso de solventes orgânicos, tais como isopropanol, n-propanol, butanol, metanol, etanol, acetona, dioxano, benzeno, tolueno, tetraidrofurano, etileno glicol e éter dietílico.

10 Os processos de um pote são frequentemente desejáveis porque eles podem ser mais fáceis e mais rápidos, e, minimizando o número de etapas de reação, um rendimento mais alto pode ser obtido.

Quando o agente alcalino e de sulfonação de alquila
15 são usados simultaneamente em um processo de um pote para produzir um alquil sulfonato de celulose da presente invenção, a taxa de reação é mais alta do que a observada para a reação equivalente em que a alcalinização e sulfonação de alquila são realizadas em etapas separadas.
20 Como mencionado acima, quanto maior o grau de substituição, maior a absorvância do material de alquil sulfonato de celulose. Assim, a taxa de reação pode ser determinada medindo o tempo tomado para a reação de sulfonação de alquila para dar um produto tendo um grau particular de

absorvância. Na prática, não é fácil parar uma reação em um nível de absorvância específico. Contudo, é claro que uma reação que leva 90 minutos para alcançar uma absorvância de 14,2 g/g é significativamente mais rápida do que um que
5 leva 120 minutos para alcançar uma absorvância de somente 9,7 g/g.

A quantidade de água na mistura da reação também é mostrada afetar a taxa de reação. Diminuindo o teor de água em uma reação em que a alcalinização e sulfonação de
10 alquila são realizadas simultaneamente em um aumento significativo na taxa de reação. Diminuir o teor de água na etapa de sulfonação de alquila de uma reação em que a alcalinização e sulfonação de alquila são realizadas separadamente aumenta a taxa, mas em uma extensão menor.

15 Um processo de um pote também pode ser esperado de modo a minimizar a exposição da celulose à base, portanto, mantendo a degeneração alcalina, oxidativa da celulose em um mínimo. É necessário minimizar a degeneração da celulose durante o processamento a fim de assegurar que a celulose
20 modificada é suficientemente forte para ser útil como um material absorvente em um curativo de ferimento, e, certamente, para maximizar tanto a resistência a seco como a resistência a úmido do produto.

No entanto, verificou-se que a resistência das fibras

preparadas por um processo de um pote pode ser surpreendentemente e significativamente mais fraca do que as fibras preparadas realizando a alcalinização e sulfonação de alquila em etapas separadas, dependendo do
5 nível de água usado na mistura da reação.

Quando níveis mais altos de água são usados na reação, os alquil sulfonatos de celulose produzidos por um processo de um pote têm uma resistência de fibra surpreendentemente baixa comparados aos alquil sulfonatos de celulose
10 produzidos pelo processo de duas etapas análogo. As fibras são muito fracas para serem apropriadas para processamento usando os métodos de processamento de têxteis não tecidos normais. Se o nível de água usado na reação é reduzido, a taxa de reação aumenta e também a resistência da fibra
15 aumenta para um nível utilizável. No entanto, uma certa quantidade de diluente é requerida para ser praticável, particularmente na umectação de celulose e assegurando uma reação uniforme e completa.

De acordo com outro aspecto da invenção, é fornecido
20 um processo para a preparação de alquil sulfonato de celulose insolúvel em água compreendendo a reação simultânea de celulose com um agente alcalino e de sulfonação de alquila, sendo que o único solvente é água, e sendo que o peso da água presente na reação é menos do que

1070%, de preferência menos do que 1050%, de preferência menos do que 1030%, do peso (seco) de celulose. As absorvências da fibra de cerca de 15 g/g foram obtidas a 1027% de água em uma base de peso seco.

5 O peso da água presente na reação é de preferência mais do que 200%, de preferência mais do que 300%, preferivelmente mais do que 400% do peso (seco) de celulose. Portanto, o peso da água presente na reação está de preferência entre 200 e 1070%, de preferência entre 300
10 e 1050%, e mais preferivelmente entre 400 e 1030% do peso (seco) de celulose. Mais preferivelmente, o peso da água presente na reação é cerca de 1027% do peso (seco) de celulose.

De acordo com outro aspecto da invenção, é fornecido
15 um processo para a preparação de alquil sulfonato de celulose insolúvel em água, cujo processo compreende as etapas separadas de:

(a) tratar uma celulose com álcali;
(b) reagir o produto da etapa (a) com um alquenil
20 sulfonato ou seu sal, ou ácido clorometano sulfônico ou seu sal; e

(c) isolar o produto da etapa (b);

sendo que o único solvente é água.

Este processo em suas etapas é surpreendentemente

benéfico quando o nível de água usado na etapa (b) é mais do que 1070% do peso (seco) de celulose.

Em outro aspecto da presente invenção, é fornecido um artigo absorvente compreendendo as fibras de alquil sulfonato de celulose. Quando completamente hidratado, o artigo absorvente é substancialmente transparente. Isto é vantajoso na aplicação de cuidados com ferimentos desde que o estado do ferimento subjacente possa ser determinado sem remover o curativo.

Em outro aspecto, a presente invenção é dirigida a um artigo de tecido absorvente compreendendo o alquil sulfonato de celulose da presente invenção que é reforçado com uma fibra de reforço ou ligada ao alquil sulfonato de polissacarídeo insolúvel em água. O uso de fibras de bicomponentes de revestimento/núcleo é particularmente vantajoso porque o material de cobertura funde em uma temperatura mais baixa do que o núcleo, e assim por diante, a ligação deixa uma superestrutura de núcleo forte, não fundida. Na presente invenção, verificou-se inesperadamente que quando as fibras de bicomponentes termoplásticas baseadas em poliolefinas (preferivelmente um núcleo de polipropileno/cobertura de polietileno) são usados para reforçar fibras de etil sulfonato de celulose, mesmo até um nível de 20% em peso, a absorvância do tecido resultante

não está comprometida pelo componente de reforço hidrofóbico substancialmente não absorvente. Além disso, usar uma fibra de reforço que tem uma densidade linear mais baixa permite uma redução na quantidade em peso das fibras, resultando na transparência aumentada do artigo absorvente.

Ainda em outro aspecto, os artigos de tecido absorvente compreendendo o alquil sulfonato de celulose da presente invenção demonstram uma absorvância de pelo menos 15 g/g usando uma solução de teste de sódio/cálcio formada dissolvendo 16,6 g de NaCl e 0,74 g de CaCl diidratado em 2 l de água. A absorvância é de preferência não comprometida usando uma fibra de reforço, enquanto a resistência à umidade é melhorada. Assim, a absorvância do produto compósito compreendendo as fibras de alquil sulfonato de celulose e as fibras de reforço é preferivelmente pelo menos 15, 16, 17, 18, 19, ou 20 g/g usando a solução de teste de sódio/cálcio. A resistência à umidade do produto compósito é preferivelmente pelo menos 1, 2, 3, 4, 5 ou 6 N/cm/100 gsm (onde GSM são gramas por centímetro quadrado) quando se usa a solução de teste de sódio/cálcio e máquina de teste de tração Instron como descrito no exemplo 9.

Ainda em outro aspecto, um ou mais agentes antimicrobianos são aplicados às fibras de alquil sulfonato de polissacarídeo e aos artigos absorventes da presente

invenção. Os agentes preferidos incluem prata e/ou poliexametileno biguanida ("PHMB"). O peso do cátion de prata no produto é preferivelmente cerca de 0,5 a 10%/p , preferivelmente cerca de 0,5 a 5%/p, preferivelmente cerca 5 de 1 a 3%/p, e ainda mais preferivelmente cerca de 1,5 a 2,0%/p. O peso de PHMB é de preferência cerca de 0,1 a 5%, de preferência 0,1 a 1%, e é preferivelmente cerca de 0,5 a 0,7%/p .

Aspectos adicionais da invenção, juntos com as 10 vantagens e novas características pertinentes à mesma, serão descritos em parte na descrição que se segue, e em parte tornar-se-ão evidentes aos peritos na técnica quando do exame do seguinte, ou podem ser aprendidos a partir da prática da invenção. Os objetos e vantagens da invenção 15 podem ser realizados e obtidos por meio de instrumentalidades e combinações particularmente apontadas nas reivindicações anexas.

Descrição dos Desenhos

A figura 1 mostra a absorvância de fibras de etil 20 sulfonato de celulose ("CES") da presente invenção comparadas às fibras de carboximetil celulose ("CMC") como descrito no exemplo 8.

Descrição Detalhada da Invenção

Os processos para preparar os alquil sulfonatos de

celulose da presente invenção foram comparados usando solução de NaOH a 47%, solução de vinilsulfonato de sódio a 25%, e quantidades diferentes de água na reação de sulfonação de alquila.

5 Quando a água é usada em um nível acima de 1070% do peso (seco) de celulose, a taxa de reação do processo de um pote foi significativamente mais alta, mas a resistência do filamento do produto de etil sulfonato de celulose produzido pelo processo de um pote foi mais baixa do que a
10 resistência da fibra produzida pelo processo de duas etapas com etapas de alcalinização e sulfonação de alquila separadas. De fato, a resistência do filamento do produto do processo de um pote foi muito baixa para o material para ser eficaz para uso, como pretendido, em aplicações de
15 curativos de ferimento.

Em um processo de um pote para a preparação de alquil sulfonato de celulose insolúvel em água compreendendo a reação simultânea de celulose com um agente alcalino e de sulfonação de alquila, o peso da água presente na reação é
20 menos do que 1070% do peso (seco) de celulose, de preferência menos do que 1050% em peso de celulose, e mais preferivelmente menos do que 1030% em peso de celulose.

A redução do nível de água na segunda etapa de sulfonação de alquila no processo de duas etapas mostra

aumentar a taxa de razão. No entanto, não é sempre praticável realizar essa etapa de reação usando níveis mais baixos de água, na medida em que se torna crescentemente difícil umedecer a celulose à medida que o volume de reagente de alquil sulfonato diminui. O peso da água presente na reação é de preferência mais do que 200%, mais preferivelmente mais do que 300%, mais preferivelmente mais do que 400% do peso (seco) de celulose. Em qualquer caso, quando se usa níveis mais baixos de água na reação, o processo de um pote é preferido.

Em níveis mais altos de água, o processo de duas etapas é mais apropriado para produzir os alquil sulfonatos de celulose da presente invenção com resistência da fibra adequada. De preferência, o peso da água presente na etapa de sulfonação de alquila é mais do que 1030% em peso (seco) de celulose, mais preferivelmente mais do que 1050% em peso de celulose, e mais preferivelmente mais do que 1070% em peso de celulose.

Para ser apropriada para uso na presente invenção, a celulose é preferivelmente fibrosa por natureza. As fibras de celulose devem ter um alto grau de cristalinidade e orientação total a fim de que as fibras mantenham resistência suficiente após a derivatização a ser processada, e que o material resultante seja forte o

bastante para seu uso pretendido.

Em particular, o uso de álcali na etapa de alcalinização pode degradar a estrutura de celulose, causando a excisão da cadeia e uma redução no grau de polimerização, deste modo resultando nas fibras que têm uma resistência mais baixa após derivatização. A resistência a seco das fibras derivatizadas precisa ser suficiente para possibilitar o processamento em estruturas de tecido ou não tecido, e, para ser útil como um material absorvente em um curativo de ferimento, a resistência à umidade do material precisa ser suficiente para permitir a remoção por inteiro a partir do sítio.

As celulosas fibrosas com um alto grau de alcalinidade, que são particularmente apropriadas para uso na invenção, incluem fibras de algodão ou de celulose regenerada tais como liocel.

Será claro aos peritos na técnica que é possível sulfonatar celulose particulada tal como fibras de polpa, então dissolver a celulose sulfonatada em um solvente apropriado, tal como um solvente de liocel ou um líquido iônico, e girar a celulose sulfonatada como fibras, ou extrusar a celulose sulfonatada como um filme ou outra extrusão para produzir o material absorvente da invenção. Além disso, um agente de sopro pode ser adicionado à

solução a fim de produzir um material absorvente espumado.

A celulose pode ser alcalinizada por tratamento com um álcali forte, preferivelmente um hidróxido de metal alcalino tal como hidróxido de sódio. Verificou-se que uma
5 solução de hidróxido de sódio a 47% é apropriada. Geralmente, quanto maior a concentração de álcali e maior a temperatura de reação, mais rápida a taxa de reação. A resistência das condições de reação deveria ser equilibrada com a necessidade de evitar a degradação do substrato de
10 celulose. No entanto, o nível de degradação da celulose é consideravelmente mais baixo do que pode ser esperado sob as condições de reação relativamente intensas que são requeridas para alcalinização. Quando realizando o processo de duas etapas, pode ser benéfico remover o excesso de
15 álcali antes de prosseguir com a segunda etapa de sulfonação alcalina, por exemplo, espremendo mecanicamente as fibras alcalinizadas.

No caso da etapa de sulfonação alcalina (ou etapa de eterificação) com 2 a 6 átomos de carbono, a reação envolve
20 a adição nucleofílica de íon de alcóxido e um alquenil sulfonato, especificamente α -alquenil sulfonato ou seu sal. O α -alquenil sulfonato é preferivelmente um alquenil sulfonato inferior, em que a porção alquenila tem 2 a 6 átomos de carbono. De preferência, o α -alquenil sulfonato é

vinil sulfonato (1-propenil sulfonato), isopropenil sulfonato (1-metilvinil sulfonato), 1-butenil sulfonato, 1-metil alil sulfonato (1-metil-1-propenil sulfonato) ou 2-metilalil sulfonato (2-metil-1-propenil sulfonato). Em uma
5 modalidade particularmente preferida, o α -alquenil sulfonato é vinil sulfonato, mais preferivelmente o sal de sódio de vinil sulfonato, e, portanto, o produto de alquil sulfonato de celulose é etil sulfonato de celulose.

O sal de sódio de vinil sulfonato está disponível
10 comercialmente como uma solução aquosa a aproximadamente 30%. Ele pode ser colocado em contato com a celulose ou celulose alcalinizada por métodos conhecidos na técnica, por exemplo, pulverizando sobre a celulose, ou misturando usando agitadores. A conversão para alquil sulfonato de
15 celulose pode ocorrer em qualquer temperatura até o ponto de ebulição da mistura da reação, ou além dela se um sistema pressurizado é usado. A taxa de reação é aumentada se o estágio da reação é realizado em temperatura elevada. A faixa preferida é de 30 a 95°C para dar um grau útil de
20 substituição em um tempo econômico. Além disso, cargas novas de reagente podem ser introduzidas a qualquer tempo por toda a reação. O grau de substituição pode ser controlado pelo controle da temperatura de reação e, em particular, pelo controle do tempo de reação.

É ensinado que vinil sulfonato é menos nocivo do que alguns reagentes halogenados, particularmente reagentes clorados, que são tipicamente usados para preparar os materiais absorventes disponíveis para uso em produtos de cuidados com ferimentos. Certamente, ácido cloroacético, usado na fabricação de carboximetil celulose, é um agente de alquilação potencialmente perigoso. Seu uso durante o processo de fabricação é indesejável, e a retenção de qualquer ácido cloroacético residual no produto absorvente pode ser prejudicial, pelo menos causando irritação na pele. O uso de somente um tipo de alquil sulfonato também apresenta vantagens em termos de segurança e remoção de reagente residual comparado a outros alquil sulfonatos de celulose insolúveis em água que são conhecidos, em que a celulose é substituída com mais do que um tipo de alquil sulfonato, se somente devido à relativa simplicidade da química.

Após a reação ter prosseguido na extensão desejada, a reação pode ser parada por neutralização da mistura da reação, isto é, reduzindo o pH para aproximadamente neutro pela adição de ácido. O ácido pode ser qualquer mineral comum ou ácido orgânico tal como ácido clorídrico ou acético, respectivamente. O produto de alquil sulfonato de celulose pode então ser lavado livre de subprodutos e

impurezas empregando os estágios de lavagem conhecidos na técnica. Tais estágios incluem lavagem com água, líquidos orgânicos ou misturas dos mesmos. Particularmente úteis são misturas de um álcool inferior e água. A eficácia da lavagem pode ser aprimorada lavando em temperatura elevada. 5 Após lavar, pode ser desejável aplicar um auxiliar de processamento, tal como glicerol, como é prática comum na produção de, por exemplo, filme de celulose (celofane). Isto pode ser obtido por métodos conhecidos na técnica, 10 tais como mergulhando, pulverizando, etc.

Finalmente, o artigo de celulose derivatizado deveria ser secado para remover o líquido residual a partir dos estágios anteriores. A secagem pode ser realizada por métodos conhecidos na técnica tal como secagem forçada com 15 ar, secagem com calor radiante, etc.

Os materiais absorventes da presente invenção demonstram gelificação instantânea em meios aquosos, boa absorvência e, crucialmente, boa retenção de absorvência em um ambiente ácido. Isto torna os mesmos ideais para uso 20 como um curativo de ferimento absorvente, ou como parte de um curativo absorvente. Eles são particularmente úteis para ferimentos com moderados a altos níveis de exsudatos, e para ferimentos planos ou com cavidade destes tipos. Exemplos típicos incluem feridas de pressão de úlceras de

perna.

O uso dos materiais absorventes da presente invenção não está limitado a produtos de cuidados com ferimentos, e espera-se que eles sejam úteis para muitas outras
5 aplicações. Suas propriedades absorventes, biodegradabilidade, e o fato de que a celulose é um material renovável, significam que os alil sulfonatos de celulose da invenção também são particularmente desejáveis para uso no setor de cuidados pessoais, particularmente
10 para artigos sanitários descartáveis tais como fraldas, fraldas descartáveis e calças de treinamento, produtos de cuidados femininos, por exemplo, tampões, toalhas sanitárias, ou guardanapos e forros de calça, e produtos de incontinência. A simplicidade da química e a
15 disponibilidade dos reagentes possibilitam que o custo de fabricação de tais artigos seja mantido vantajosamente baixo.

Outros produtos médicos são considerados, por exemplo, esponjas cirúrgicas e dentais. Os materiais também podem
20 ser úteis em embalagem, por exemplo, como chumaços absorventes em recipientes de alimentos.

Os alquil sulfonatos de celulose da presente invenção podem ser processados de acordo com métodos conhecidos em uma ampla variedade de formas, dependendo de seu uso

pretendido. O modo em que a celulose derivada é processada tem um efeito significativo sobre as propriedades do produto final, particularmente a resistência, tempo de gelificação, e absorvência. Os produtos de alil sulfonato de celulose preferidos para uso em artigos de cuidados com ferimentos são cardados, não teciduais ligados com agulha.

Os alquil sulfonatos de celulose podem ser combinados com uma ou mais fibras de reforço como geralmente descrito em Hansen, Patente US nº 5,981,410 intitulada "*Cellulose-Binding Fibers*"; Stendgaard et al., Patente nº 6,811,716 intitulada "*Polyolefin Fibers and Method for the Production Thereof*"; Jensen et al., Patente US nº 5,958,806 intitulada "*Cardable Hydrophobic Polyolefin Fibers Comprising Cationic Spin Finishes*;" que são todas incorporadas por referência.

As fibras de reforço preferidas são fibras de bicomponentes termoplásticas, mais preferivelmente tendo um componente de poliolefina. Assim, as fibras compreendem de preferência um material polimérico contendo poliolefina do qual a maior parte (em peso) consiste de homo- ou copolímeros de monoolefinas tais como etileno, propileno, 1-buteno, 4-metil-1-penteno, etc. Exemplos de tais polímeros são polipropileno isotático ou sindiotático, polietilenos de densidades diferentes, tais como polietileno de alta densidade, polietileno de baixa densidade, e polietileno de

baixa densidade linear e misturas dos mesmos. O material polimérico pode ser misturado com outros polímeros não poliolefínicos tal como poliamida ou poliéster, com a condição de que as poliolefinas ainda constituam a maior parte da composição. As fusões usadas para produzir as fibras contendo poliolefina também podem conter vários aditivos de fibra convencionais, tais como estearato de cálcio, antioxidantes, estabilizadores de processo, compatibilizantes e pigmentos. Métodos para aplicar as fibras de bicomponentes termoplásticas são descritas no documento EP0740554; EP0171806; Ejima et al., Patente US nº 5,456,982; Davies, Patente US nº 3,511,747; e Reiboek et al., Patente US nº 3,597,731, que são incorporadas por referência.

As fibras de bicomponentes termoplásticos podem ser do tipo de núcleo revestido com o núcleo estando localizado tanto excentricamente (fora do centro) ou concentricamente (substancialmente no centro), ou do tipo lado a lado, em que cada um dos dois componentes tem tipicamente uma seção transversa em semicírculo. As fibras de bicomponentes tendo perfis de fibra irregulares também são contempladas, por exemplo, uma seção transversa oval, elíptica, delta, estrela, multilobos, ou outras irregulares, bem como fibras divisíveis. As fibras de bicomponentes terão tipicamente um

componente de poliolefina de alta fusão e de baixa fusão que compreende, respectivamente, polipropileno/polietileno (o polietileno compreendendo HDPE, LDPE e/ou LLDPE); polietileno de alta densidade/ polietileno de baixa
5 densidade linear, copolímero aleatório de polipropileno/polietileno ou copolímero de polipropileno/aleatório de polipropileno. As fibras de bicomponentes termoplásticas preferidas estão comercialmente disponíveis de Fiber Visions (Athens, GA). Fibras de bicomponentes
10 termoplásticas apropriadas compreendem 30, 25, 20, 18, 16, 14, 12, 10, 8, 6 ou 4%/p ou qualquer faixa entre essas do artigo absorvente compósito. As fibras de bicomponentes termoplásticas têm preferivelmente uma densidade linear de cerca de 1,7; 1,9; 2,1; 2,3; 2,4; 2,6; 2,8; 3,0; 3,2; 3,4;
15 3,8; 4,0; 4,2; 4,4; 4,6; 4,8; 5,8 decitex até 16,7 decitex ou qualquer faixa entre essas. No entanto, descobriu-se surpreendentemente que quando fibras de alta densidade (por exemplo, 4,0 decitex) são incorporadas no artigo absorvente compreendendo o alquil sulfonato de celulose em altos
20 níveis (por exemplo, cerca de 20%), a absorvância do artigo não é comprometida. Além do mais, usar uma fibra de reforço que tem uma densidade linear mais baixa permite uma redução na quantidade em peso das fibras, resultando em transparência aumentada. Assim, em um aspecto, as fibras de

bicomponentes termoplásticas compreendem de preferência cerca de 10 a 30%/p (mais preferivelmente cerca de 10 a 20%/p, e ainda mais preferivelmente cerca de 10 a 13/p) do artigo absorvente e têm uma densidade linear de cerca de 1,7 a 4,0 decitex (mais preferivelmente cerca de 1,7 a 1,9 decitex). A temperatura usada para fundir as fibras juntas está tipicamente na faixa de 90 a 162°C, de preferência cerca de 120 a 125°C.

Em outro aspecto, as fibras de reforço compreendem fibras de liocel. Estas fibras compreendem geralmente uma celulose obtida por um processo de enrolamento em solventes orgânicos. De preferência a fibra de liocel é gerada de fibras de celulose usando vários óxidos de amina como solventes. Em particular, N-metilmorfonilo-N-óxido ("NMNO") com água (cerca de 12%) prova ser um solvente particularmente útil. Exemplos de processos para preparar células de liocel são descritos em McCorsley et al., Patentes US. nºs. 4,142,913; 4,144,080; 4,211,574; 4,246,221; e 4,416,698, e outros. Jurkovic et al., Patente US nº 5,252,284 e Michels et al., Patente US nº 5,417,909 lidam especialmente com a geometria de bocais de extrusão para girar celulose dissolvida em NMMO. Brandner et al., Patente US nº 4,426,228, é exemplar de um número de patentes que divulgam o uso de vários compostos para agir

como estabilizadores a fim de prevenir a degradação de
celulose e/ou solvente na solução de NMMO aquecida. Franks
et al., Patente US nº 4,145,532 e 4,196,282, lidam com as
dificuldades de dissolver celulose em solventes de óxido de
5 amina e de obter concentrações mais altas de celulose.
Todas estas patentes são incorporadas ao presente por
referência. Um produto de liocel produzido por Lenzing está
presentemente disponível comercialmente como fibra TENCEL®.
Os métodos para incluir estas fibras de celulose em
10 estruturas não-teciduals para auxiliar na integridade do
produto são bem conhecidos, ver, por exemplo, documento
GB1207352, que é incorporado por referência. Em um aspecto,
as fibras de liocel compreendem 26, 24, 22, 30, 18, 16, 14,
12, 10, 8, 6 ou 4%/p ou qualquer faixa entre essas do
15 artigo absorvente compósito. As fibras de liocel têm de
preferência uma densidade linear de cerca de 0,7; 0,9; 1,1;
1,3; 1,5; 1,7; 1,9; 2,1; 2,3; 2,4; 2,6; 2,8; 3,0; 3,2; 3,4;
3,8; 4,0; 4,2; 4,4; 4,6; 4,8; 5,0; 10; 15; 20; 25 até 30
decitex ou qualquer faixa entre essas. Como mostrado nos
20 exemplos abaixo, descobriu-se surpreendentemente que quando
fibras de baixa densidade (por exemplo, cerca de 1,2 a 1,6
decitex) são incorporadas no artigo absorvente compósito em
altos níveis (por exemplo, cerca de 10 a 30%/p,
preferivelmente cerca de 10 a 20%/p), a resistência à

umidade é melhorada enquanto a absorvância não é comprometida. Em uma modalidade particularmente preferida fibras TENCEL® são incorporadas a cerca de 15 a 20%/p, por exemplo, 20%/p, em materiais não tecidos de etil sulfonato de celulose.

Ainda em outro aspecto, um ou mais agentes antimicrobianos são aplicados ao alquil sulfonato de celulose da presente invenção. Os agentes preferidos incluem prata e/ou polihexametileno biguanida ("PHMB").

A invenção será agora ilustrada pelos seguintes exemplos não limitantes.

Exemplo 1: Método Para Determinação de Absorvância Livre de fibras

A fibra foi cortada em um floco de 2,3 mm, e 0,5 g da fibra cortada foi colocado em um vaso de topo de parafuso de 100 ml. 50 ml do líquido de teste (por exemplo, solução salina a 0,9%, tipicamente usada para simular uma resistência iônica de fluido de ferimento) foram adicionados, e o vaso agitado durante 30 segundos para dispersar o floco. A dispersão foi então filtrada através de um funil Buchner de 47 mm ajustado com um filtro de papel nº 4 Whatman de 42,5 mm de diâmetro, usando uma bomba de vácuo, com vácuo definido para ser maior do que 0,8 bar durante um minuto. Então, a dispersão de fibras foi

removida e pesada. A absorvância livre de fibras foi calculada usando a seguinte fórmula

$$\text{absorvância (g/g)} = \frac{\text{peso_dispersão_úmida (g)} - 1}{\text{peso_floco_seco (g)}}$$

5 Exemplo 2: Método para Determinação de Tenacidade de Ruptura e Alongamento de Filamentos Únicos

A tenacidade e o alongamento na ruptura de filamentos únicos, secos foram realizadas usando uma máquina de teste de tração, ajustados com garras apropriadas para prender os
10 filamentos únicos e célula de carga da faixa apropriada.

As amostras foram condicionadas durante pelo menos quatro horas e foram testadas na atmosfera padrão para testar têxteis (20±2°C e 65±2% de umidade relativa).

A máquina foi equilibrada e calibrada de acordo com as
15 instruções do fabricante. Os filamentos foram tomados aleatoriamente de diferentes partes da amostra. A densidade linear do filamento foi medida por uma técnica apropriada tal como o método Vibraskop. O filamento foi então colocado entre as garras da máquina de teste de tração e o teste
20 iniciado. As seguintes condições foram usadas:

Comprimento de teste	20 mm
Faixa de carga	0-10 cN
Velocidade de cabeça transversa	10 mm/min
Velocidade gráfica (quando aplicável)	10-20 mm/min

Número de testes

10

Após ruptura, a cabeça transversal retornou, e as extremidades rompidas do filamento foram checadas e removidas das garras. Uma anotação foi feita se o número de rupturas de garra excedeu 10%.

A carga de ruptura (cN) e a extensão da ruptura (%) de cada filamento foi geralmente impressa junto com as estatísticas. No caso de cargas de ruptura individuais sendo impressas, os resultados de tenacidade individuais ou uma tenacidade média foram calculados manualmente, como a seguir:

tenacidade média (cN/tex) = carga de ruptura média em cNx10

densidade linear média em dtex

Exemplo 3: Preparação de Etil Sulfonato de Celulose Utilizando um Processo de Duas Etapas

Uma amostra de 3 g de estopa de liocel, conhecida sob a marga registrada TENCEL® (fabricada por Lenzing), foi imersa em hidróxido de sódio a 47% aquoso durante 25 minutos a 25°C. O excesso de hidróxido de sódio foi então removido espremendo. Então, 25 ml de solução de vinil sulfato de sódio a 30% (Fluka Chemicals) foram adicionados à fibra e aquecidos a 91°C durante 90 minutos. Após este

tempo, a mistura da reação foi neutralizada em pH 7 adicionando ácido acético glacial em gotas. Então, o líquido em excesso foi espremido a partir da fibra, e a fibra foi lavada duas vezes em uma mistura de álcool metilado industrial ("IMS") e água (80:20 v/v). Após secar para peso constante de 60°C, o filtro foi testado para absorvância.

Usando o método descrito no exemplo 1, e uma solução aquosa de 0,9% de NaCl como o líquido de teste, um valor de absorvância livre de fibras de 11,1 g/g foi obtido.

Exemplo 4: Preparação de Etil Sulfonato de Celulose
Utilizando um Processo de Duas Etapas (Sfm006/69)

Uma amostra de 2,5 g de fibra TENCEL® foi imersa em hidróxido de sódio a 47% durante 30 minutos a 20°C, após o que o líquido em excesso foi removido espremendo. 21 ml de vinil sulfonato de sódio (solução aquosa a 30%) foram despejados sobre a fibra. O vaso contendo a fibra e o reagente foi então aquecido a 83°C durante duas horas, após esse tempo a amostra foi neutralizada pela adição em gotas de ácido acético glacial até um pH de 7 ser alcançado. O líquido em excesso foi então espremido da fibra, e a fibra foi lavada duas vezes com IMS/água (80:20 v/v), e finalmente em 100% de IMS. Após secar para peso constante a 60°C, a fibra foi testada para absorvância de acordo com o

método do exemplo 1, usando 0,9% de NaCl aquoso como o líquido de teste. Um valor de absorvância livre de fibra de 9,7 g/g foi obtido.

Exemplo 5: Preparação de Éter Sulfonato de Celulose

5 Utilizando um Processo de um Pote com Alto Teor de Água

3 g de fibra TENCEL® foram imersos em uma mistura de 10 ml de NaOH a 47% e 25 ml de solução de vinilsulfonato de sódio a 30%, e aquecidos durante 75 minutos a 83°C. A mistura da reação foi então neutralizada pela adição de
10 ácido acético, após o que a fibra foi removida e lavada em uma mistura de IMS/água (80:20 v/v), e finalmente em 100% de IMS. A secagem foi realizada a 60°C.

Usando o método descrito no exemplo 1, e uma solução aquosa de 0,9% de NaCl como o teste de líquido absorvente,
15 um valor de absorvância livre de fibra de 6,6 g/g foi obtido. As fibras foram visivelmente mais fracas do que as fibras do exemplo 6, a despeito de terem um grau menor de substituição, e evidenciadas pelo valor de absorvância mais baixo.

20 Exemplo 6: Preparação de Etil Sulfonato de Celulose
Utilizando um Processo de um Pote com Baixo Teor de Água
(Sfm006/145a)

3 g de fibra TENCEL® foram imersos em uma mistura de 13 ml de solução de vinilsulfonato de sódio a 30% e 10 ml

de solução de NaOH a 47%, e aquecidos durante 70 minutos a 83°C. A mistura da reação foi então neutralizada pela adição de ácido acético, após o que a fibra foi removida e lavada em uma mistura de IMS/água (80:20 v/v) e finalmente em 100% de IMS. A secagem foi realizada a 60°C.

Usando o método descrito no exemplo 1, e uma solução aquosa de 0,9% de NaCl como o líquido de teste, um valor de absorvância livre de fibra de 11,9 g/g foi obtido.

Exemplo 7: Teste de Absorvância Comparativo para Celulose

10 Não Derivatizada

Fibra TENCEL® da mesma batelada usada como o material de partida para os exemplos 3 e 4 foi submetida ao teste de absorvância descrito no exemplo 1, usando 0,9% de NaCl aquoso como o líquido de teste absorvente. Um valor de absorvância livre de fibra de 0,9 g/g foi obtido.

Exemplo 8: Comparação de Absorvância em Baixo Ph de Fibras de Etil Sulfonato de Celulose da Presente Invenção com Fibras de Carboximetil Celulose da Técnica Anterior

A absorvância de fibras de carboximetil celulose (CMC) feita de acordo com os ensinamentos no documento EP 0616650 foi medida de acordo com o método do exemplo 1 usando solução salina a 0,9% como o líquido absorvente. O pH da solução salina foi então reduzido sucessivamente pela adição de 30% de HCl e a absorvância medida novamente em

cada pH.

As fibras de etil sulfonato de celulose foram produzidas de acordo com a presente invenção a partir de fibra de liocel, e sua absorvância medida do mesmo modo em
5 uma faixa de valores de pH.

Os resultados são mostrados graficamente na figura 1. É claro que a fibra de etil sulfonato de celulose da invenção retém significativamente mais de sua absorvância em baixo pH onde se acredita que a cicatrização do
10 ferimento foi aprimorada.

Exemplo 9: 20% em Peso de Tecido de Etil Sulfonato de Celulose Reforçado com Fibra de Bicomponente de 4,0 Decitex

Neste exemplo, a fibra de etil sulfonato de celulose feita de acordo com a presente invenção foi cortada em
15 feixe de 50 mm e misturada em uma proporção de 20% em peso com feixe de 40 mm de 4,0 decitex de fibra de bicomponente (ES-LOWMELT® fabricada por Fiber Visions) através de uma cartão de amostra. A trama resultante foi ligada com agulha e então ligada termicamente por aquecimento em um forno
20 recirculante ajustado em 125°C durante 10 minutos. O tecido de etil sulfonato de celulose comparativo não contendo nenhuma fibra de reforço foi fabricado de um modo similar, sem uma etapa de ligação térmica.

A resistência a úmido foi medida cortando as amostras

de teste de 2,5 cm de largura x 10 cm de comprimento do tecido. A amostra foi montada em uma máquina de teste de tração Instron 3343 para dar um comprimento de calibre de 5 cm. A amostra foi então umedecida com 2,5 ml de solução. A
 5 (solução de sódio/cálcio), deixada durante um minuto e então testada a 100 mm/min. A solução A de sódio/cálcio é formada dissolvendo 16,6 g de NaCl e 0,74 g de CaCl diidratado em 2 L de água.

A limpidez foi medida subjetivamente colocando embaixo
 10 uma amostra gelificada (solução salina a 0,9%) impressa em negrito em tamanho de caracteres do tipo Times New Roman 12 pontos e subjetivamente classificando a limpidez de 0 (completamente opaca, tamanho de caracteres não visível) a
 10 (completamente clara, tamanho de caracteres não
 15 distorcido).

A absorvância foi medida pesando um quadrado de 5 cm x 5 cm do material de amostra (W_1). Em seguida, a amostra foi colocada na solução A a 37°C durante 30 minutos em uma placa de petri. Então o quadrado foi levantado da placa de
 20 petri retendo o quadrado em um canto, e a amostra deixada drenar durante 30 segundos. A amostra foi então repesada para obter o peso final (W_2). A absorvância do tecido é dada por $(W_2 - W_1) / W_1$.

Tabela 2: Sumário dos Resultados de Teste

	Absorvância do tecido (g/g)	Resistência a úmido (N/cm/100gsm)	Limpidez
Tecido CES	15,9	0,6	9
20% de tecido reforçado com bicomponente 4,0 decitex	19,7	5,1	3

Exemplo 10: 10% em Peso de Tecido de Etil Sulfonato de Celulose Reforçado com Fibra de Bicomponente de 1,7 Decitex

Tecido de etil sulfonato de celulose preparado de acordo com a presente invenção, contendo 10% em peso de fibra de bicomponente (ES-CURE™ fabricado por Fiber Visions) feixe de 40 mm de 1,7 decitex foi fabricado de um modo similar ao exemplo 9, exceto que a etapa de ligação térmica foi conduzida a 135°, devido ao componente de cobertura de fusão mais alta. Um tecido contendo 10% de ES-LOW MELT™ de 4,0 decitex também foi produzido como no exemplo 9. A seguinte tabela mostra os resultados:

Tabela 3: Resultados o Teste

	Resistência a úmido (N/cm/100gsm)	Limpidez
10% tecido reforçado com bicomponente de 1,7 decitex	2,1	6
10% tecido reforçado com bicomponente de 4,0 decitex	0,6	6

Exemplo 11: 20% em Peso de Tecido de Etil Sulfonato de Celulose Reforçado com Liocel 1,4 Decitex

Neste exemplo, fibras TENCEL® foram incorporadas a um nível de 20% em peso em materiais não tecidos de etil sulfonato de celulose. Verificou-se que a resistência a úmido é melhorada significativamente, enquanto a absorvância é pouco comprometida. A fibra de etil sulfonato de celulose de acordo com a presente invenção foi cortada em feixes de 50 mm e misturada em uma proporção de 20% em peso com fibra TENCEL® feixes de 50 mm de 1,4 decitex (fabricado por Lenzing AG) através de um cartão de amostra.

10 A trama resultante foi ligada com agulha. A seguinte tabela mostra os resultados:

Tabela 4: Resultados do Teste

	Resistência (N/cm/100 gsm)	Limpidez	Absorvância do tecido (g/g)
Tecido de etil sulfonato de celulose não reforçado	0,4	8	19,4
Tecido de etil sulfonato de celulose reforçado com TENCEL®	3,3	5	18,8

A resistência, limpidez e absorvância do tecido foram determinadas como descrito no exemplo 9.

15 Exemplo 12: Processo de Mistura de Fibra de Alginato de Prata

Este exemplo descreve uma mistura de fibras de alginato de prata com fibras de etil sulfonato de celulose

usando as técnicas como geralmente descrito no documento WO 02/24240, que é incorporado por referência.

As fibras de alginato de cálcio contendo aproximadamente 25% em peso de prata foram fabricadas imergindo as fibras de alginato de cálcio em uma mistura de água/acetona/nitrato de prata, seguido por lavagem em acetona/água e, finalmente, acetona antes de secar as fibras a 50°C. Estas fibras foram cortadas em feixes de 50 mm e misturadas com fibras do feixe de etil sulfonato de celulose em uma relação para dar aproximadamente 1,5% de prata em peso do curativo, então a mistura foi cardada e ligada com agulha para dar aproximadamente 100 gsm de tecido alfinetado. O tecido tinha uma cor branca indefinida em exposição prolongada à luz.

Em um teste de eficácia antimicrobiana de superfície conhecido como Qualiscreen, verificou-se que o curativo é antimicrobiano, isto é, inibiu a formação de mais do que 99,9% de células filhas (*Staphylococcus aureus* resistente a meticilina).

Exemplo 13: Etil Sulfonato de Celulose com PHMB

Neste exemplo, um tecido de etil sulfonato de celulose carregado com PHMB foi produzido pelo método de pulverização descrito no exemplo 12, usando uma solução aquosa a 20% de PHMB para dar 0,6% de PHMB em peso no

curativo. Uma amostra do curativo foi submetida ao “teste de leite”. O curativo permaneceu antimicrobiano durante 72 horas, enquanto a amostra de controle tornou-se povoada com micróbios após 24 horas.

5 Exemplo 14: Curativo com Camada de Contato Não Aderente com Baixo Teor de Gel

As fibras de etilsulfonato de celulose com uma absorvância de fibra de 4,7 g/g como medido pelo método no exemplo 1 foram cortadas em feixes de 50 mm, então cardadas
10 e alfinetadas para dar um tecido. A absorvância deste tecido foi medida pesando um quadrado de 5 cm x 5 cm do material de amostra (W_1). Em seguida, a amostra foi colocada na solução A (solução de sódio/cálcio) a 37°C durante 30 minutos em uma placa de petri. Então, o quadrado
15 foi levantado da placa de petri retendo o quadrado em um canto, e a amostra deixada drenar durante 30 segundos, então a amostra foi repesada (W_2). A absorvância do tecido foi dada por $(W_2 - W_1) / W_1$.

A resistência a úmido foi medida cortando amostras de
20 teste de 2,5 cm de largura x 10 cm de comprimento a partir do tecido. A amostra foi montada em uma máquina de teste de tração Instron 3343 para dar um comprimento de calibre de 5 cm. A amostra foi então umedecida com 2,5 ml da solução A (solução de sódio/cálcio), deixada durante um minuto e

então testada a 100 mm/min.

Um tecido altamente absorvente do exemplo 11, preparado de fibras de etilsulfonato de celulose com uma absorvância livre de fibra de 12,9 g/g serviu como uma
5 comparação. Os resultados de absorvância e de resistência à tração são mostrados na tabela abaixo:

Tabela 5

	Resistência (N/cm/100gsm)	Absorvância do tecido (g/g)
Tecido de etil sulfonato de celulase com camada de contato não aderente com baixo teor de gel	1,32	16,8
Tecido de etilsulfonato de celulase altamente absorvente (Exemplo 11) - não reforçado	0,4	19,4

Pode-se ver que a absorvância é comprometida no caso do tecido com camada de contato, mas a resistência a úmido
10 é significativamente melhorada. Além disso, o tecido com camada de contato demonstrou uma sensação escorregadia sugerindo uma baixa aderência à pele.

Exemplo 15: Etil Sulfonato de Quitosano

3 g de fibra de quitosano foram imersos em 40 ml de
15 solução de NaOH durante 25 minutos a 25°C, após o que o licor em excesso foi removido espremendo. 25 ml de vinilsulfonato (solução aquosa a 30%) foram despejados sobre a fibra e aquecidos a 83°C durante 120 minutos. A amostra foi então neutralizada pela adição de ácido acético

então lavada em misturas sucessivas de IMS/água (80/20 v/v), e finalmente em 100% de IMS. Após secar a 60°C para peso constante, a fibra foi testada para absorvância pelo método descrito no exemplo 1 usando solução salina a 0,9%.

5 Um valor de 3,7 g/g foi obtido.

Espera-se que a absorvância possa ser melhorada com alguma otimização das condições de reação. Por exemplo, aumentando a concentração da solução de NaOH e/ou usando uma concentração mais alta de vinil sulfonato (por exemplo,
10 solução aquosa a 35%).

Do descrito acima, será visto que esta invenção é uma bem adaptada para obter todas as finalidades e objetivos acima descritos com as outras vantagens que são óbvias e que são inerentes à invenção. Desde que muitas modalidades
15 possíveis podem ser feitas da invenção sem sair do escopo da mesma, deve ser entendido que todas as presentes matérias descritas ou mostradas no desenho anexo devem ser interpretadas como ilustrativas, e não em um sentido limitante. Embora modalidades específicas tenham sido
20 mostradas e discutidas, várias modificações podem, naturalmente, ser feitas, e a invenção não está limitada às formas específicas ou arranjo das partes e etapas descritas no presente, exceto à medida que tais limitações são incluídas nas seguintes reivindicações. Além disso, será

entendido que certas características e subcombinações são de utilidade e podem ser empregadas sem referência a outras características e subcombinações. Isto é contemplado e está dentro do escopo das reivindicações.

REIVINDICAÇÕES

1. Artigo absorvente, **caracterizado pelo** fato de compreender como um material absorvente, fibras de um alquil sulfonato de polissacarídeo insolúvel em água, em que o polissacarídeo é substituído com um tipo de alquil sulfonato e as fibras intumescem quando o fluido é absorvido, em que o material absorvente é isento de hidrogel.

2. Artigo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato de que o polissacarídeo é celulose.

3. Artigo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizado pelo** fato de que a porção alquila do alquil sulfonato é uma alquila inferior.

4. Artigo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado pelo** fato de que a porção alquil sulfonato é etil sulfonato, 1-metil-etil sulfonato ou 2-metil-etil sulfonato.

5. Artigo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pelo** fato de que a porção alquil sulfonato é etil sulfonato.

6. Artigo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizado pelo** fato de que o material absorvente compreende ainda uma fibra de reforço misturada ou ligada com dito alquil sulfonato de polissacarídeo insolúvel em água.

7. Artigo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado pelo** fato de que a fibra de reforço compreende uma fibra de bicomponente termoplástica que é termicamente ligada a dito alquil sulfonato de polissacarídeo.

5 8. Artigo, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado pelo** fato de que a fibra de bicomponente termoplástica compreende um tipo de revestimento-núcleo compreendendo pelo menos duas poliolefinas.

10 9. Artigo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado pelo** fato de que a dita fibra de bicomponente termoplástica compreende 10 a 30% em peso do material absorvente e tem uma densidade linear de 1,7 a 16,7 decitex.

15 10. Artigo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado pelo** fato de que a dita fibra de reforço compreende uma fibra de liocel.

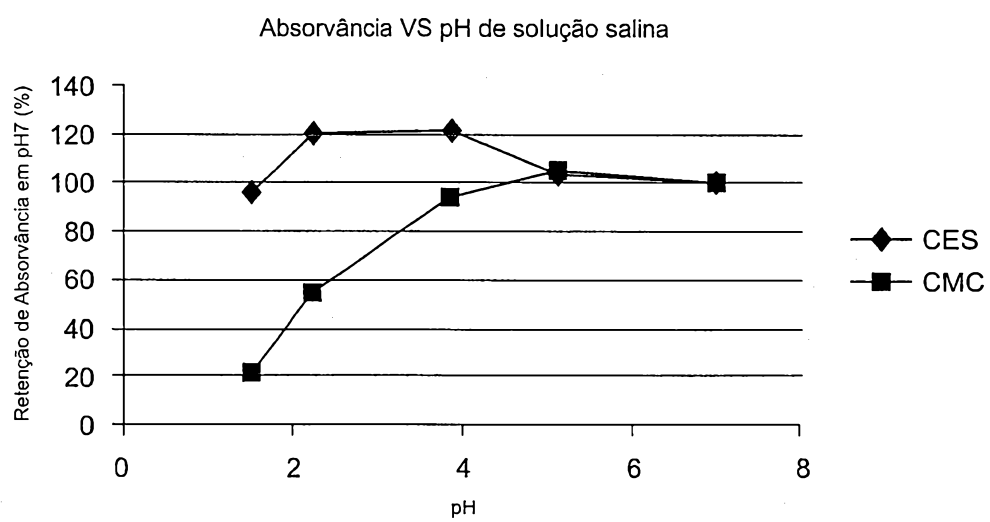
11. Artigo, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado pelo** fato de que a dita fibra de liocel compreende 10 a 30% em peso do material absorvente e tem uma densidade linear de 0,7 a 30 decitex.

20 12. Artigo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, **caracterizado pelo** fato de que compreende ainda um agente antimicrobiano.

13. Artigo, de acordo com a reivindicação 12, **caracterizado pelo** fato de que dito agente antimicrobiano é

selecionado do grupo consistindo de prata e poliexametileno biguanida.

14. Uso de fibras de um alquil sulfonato de celulose insolúvel em água, **caracterizado pelo** fato de ser como um
5 material absorvente, em que a celulose é substituída com um tipo de alquil sulfonato, as fibras intumescem quando o fluido é absorvido.

*FIGURA 1*