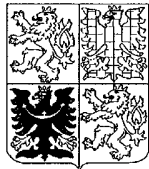


# PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

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

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **21.12.1998**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **07.01.1998 07.08.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/003905 1998/130321**

(33) Země priority: **US US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **13.12.2000**  
(Věstník č. 12/2000)

(86) PCT číslo: **PCT/IB98/02086**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/34841**

(21) Číslo dokumentu:

**2000 -2400**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>:

**A 61 L 15/60**

**A 61 L 15/42**

**A 61 F 13/15**

(71) Přihlašovatel:

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

(72) Původce:

Ashraf Arman, Cincinnati, OH, US;  
Hird Bryn, Cincinnati, OH, US;

(74) Zástupce:

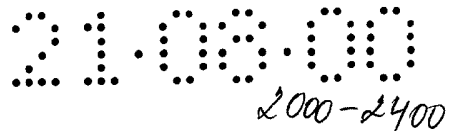
PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1, Praha 4,  
14000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Absorpční polymerní směsi s vysokou sorpční  
kapacitou a s vysokou propustností pro tekutiny  
při aplikovaném tlaku**

(57) Anotace:

Toto řešení poskytuje absorpční materiály vhodné pro zadržování tělesných tekutin, například syntetické moči. Řešení se zvláště týká směsí absorpčního polymeru s vynikajícími absorpčními vlastnostmi, pokud jde o absorpční kapacitu při aplikovaném tlaku 4,8 kPa a 9,6 kPa, a rovněž pokud jde o vynikající propustnost pro tekutiny. Řešení se dále týká absorpčního prvku, který zahrnuje zmíněné směsi absorpčního polymeru, a dále absorpčních výrobků s tímto absorpčním prvkem.



Absorpční polymerní směsi s vysokou sorpční kapacitou a s vysokou propustností pro tekutiny při aplikovaném tlaku

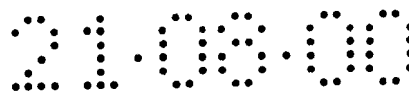
### Oblast techniky

Vynález se týká absorpčních polymerních směsí s vysokou sorpční kapacitou a s vysokou propustností pro tekutiny při aplikovaném tlaku. Tyto směsi jsou zvláště užitečné pro absorpci tělesných tekutin, jakými mohou být například moč a menstruační tekutina. Vynález se rovněž týká absorpčních prvků, které obsahují zmíněné absorpční polymery a stejně tak absorpčních výrobků, které tyto absorpční prvky obsahují.

### Dosavadní stav techniky

Obchodnímu zájmu se neustále těší vývoj vysoce absorpčních výrobků, které se používají jako plenky na jedno použití, jako inkontinenční vložky, menstruační vložky, hygienické vložky a pod. Velmi požadovanou vlastností u takových výrobků je jejich tenkost. Tenké plenky se při nošení neshrnují, lépe se přizpůsobují spodnímu prádlu a uživatel je při nošení ani nevnímá. Jsou v zabaleném stavu velmi kompaktní, což uživateli přináší výhody při přenášení a skladování. Kompaktnost znamená pro výrobce a distributora i snížení skladovacích a dopravních nákladů a mnohem menší prostor potřebný pro skladování.

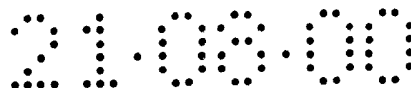
Schopnost poskytovat tenčí absorpční výrobky, například plenky, znamená nutnost vyvíjet relativně tenká absorpční jádra nebo prvky, které dokáží nabrat a udržet velká množství tělesných výměšků, konkrétně moči. V tomto smyslu je použití jistých absorpčních polymerů, které se často uvádí jako „hydrogely“, „superabsorbenty“, „xerogely“ nebo „hydrokoloidy“, velmi důležité. Například U.S. patent 3,699,103 (Harper a spol.) vydaný dne 13. června 1972, U.S. patent 3,770,731 (Harmon), vydaný dne 20. června 1972, uvádí použití takového materiálu (zde uváděný jako absorpční polymer) v absorpčních výrobcích. Vývoj tenčích plenek je přímo závislý na vývoji tenčích absorpčních jader, které mohou využít schopnosti absorpčních polymerů absorbovat velká množství tělesných výměšků, zvláště v kombinaci s vláknitou maticí. U.S. patent 4,673,402 (Weisman a spol.) vydaný dne 16. června 1987, U.S. patent 4,935,022 (Lash a spol.) vydaný dne 19. června 1990 uvádí dvouvrstvou strukturu jádra, která zahrnuje vláknitou maticí a absorpční polymer umožňující vytvoření tenké, kompaktní a objemově malé plenky.



Absorpční polymery se často vyrábí počáteční polymerizací nenasycených karboxylových kyselin nebo jejich derivátů, například kyseliny akrylové, alkalického kovu (například sodíku a/nebo draslíku), nebo amonné soli kyseliny akrylové apod., a to za přítomnosti relativně malého množství di- nebo poly- funkčních monomerů, například N,N'-methylenbisakrylamidů, trimethylpropan triakrylátu, ethylenglykol di(meth)akrylátu, nebo triallylamin. Di- nebo poly-funkční monomery slouží k mírnému zesítnění polymerních řetězců, čímž jim poskytnou nerozpustnost ve vodě při možnosti bobtnání ve vodě. Takové polymery s lehkým zesítněním obsahují mnohočetné karboxylové skupiny připojené k polymernímu základu. Karboxylové skupiny generují osmotickou hnací sílu, která působí na absorpci tělesných tekutin polymerní sítí s křížovou vazbou. Absorpční polymery se mohou rovněž vyrábět polymerizací nenasycených aminů nebo jejich derivátů, a to za přítomnosti relativně malých množství di- nebo poly funkčních monomerů (analogovým způsobem).

Stupeň zesítnění u těchto absorpčních polymerů je důležitým faktorem při stanovování jejich absorpční kapacity a gelové pevnosti. Absorpční polymery použitelné jako absorbenty v absorpčních prvcích a výrobcích, například v plenkách na jedno použití, musí mít vysokou sorpční kapacitu, a stejně tak vysokou gelovou pevnost. Sorpční kapacita musí být dostatečně velká, aby absorpčnímu polymeru v době užívání výrobku umožnila absorbovat značné množství vodnatých tělesných výměšků. Gelová pevnost se týká tendence nabobtnalých částic polymerů se po aplikaci jistého tlaku deformovat, přičemž zmíněná gelová pevnost musí být tak velká, aby se částice polymeru pod tlakem nedeformovaly, a tím v nepříjemné míře nezaplňovaly volné kapilární prostory v absorpčním prvku nebo výrobku, čímž by mohly ve zmíněném prvku nebo výrobku zabránit vztlínání a distribuci tekutiny. Obecně platí, že zvýšení propustnosti oblasti nebo vrstvy, která obsahuje nabobtnalé absorpční polymery, se může realizovat zvýšením hustoty zesítnění polymerního gelu, a tím i zvýšením gelové pevnosti. Přičemž platí, že se tím nechtěně snižuje absorpční kapacita gelu, viz U.S. patent 4,654, 039 (Brandt a spol.) vydaný dne 31. března 1987 (znovu vydaný 19. dubna 1988 jako patent 32,649) a U.S. patent 4,834,735 (Alemany a spol.) vydaný dne 30. května 1989.

Za jistých podmínek může mnoho absorpčních polymerů vykazovat gelovou blokáci. „Gelová blokáce“ se projeví, jestliže se částice absorpčního polymeru deformují tak, že v nepříjemné míře zaplní volné kapilární prostory v absorpčním prvku nebo výrobku, čímž zabrání rychlosti vztlínání nebo distribuci tekutiny ve zmíněném prvku nebo výrobku. Jestliže dojde ke gelové blokáci, je další vztlínání a distribuce realizována pomocí pomalého difusního procesu. Prakticky to znamená, že gelová blokáce může podstatně ovlivnit distribuci tekutin



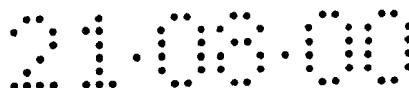
do relativních suchých oblastí nebo zón v a sorpčním prku a výrobku. Prosakování z absorpčního výrobku může probíhat před plným nasycením částic absorpčního polymeru v absorpčním výrobku, nebo před tím, než tekutina může difundovat nebo vzlínat za „blokující“ částice do zbytku absorpčního výrobku, viz U.S. patent 4,834,735 (Alemany a spol.), vydaný 30.května 1989.

Gelová blokáce nutně vyžaduje použití vláknité matrice, ve které jsou rozptýlené částice absorpčního polymeru. Vlákenná matrice odděluje částice absorpčního polymeru od sebe a vytváří kapilární strukturu, která tekutině umožňuje dosáhnout absorpční polymer umístěný v oblastech vzdálených od počátečního bodu plnění tekutinou, viz U.S. patent 4,834,735 (Alemany a spol.) ze dne 30.května 1989. Rozptýlení absorpčního polymeru ve vláknité matrici při relativně nízkých koncentracích, a to za účelem minimalizace nebo vyloučení gelové blokáce, může výrazně zvýšit objem absorpčního výrobku, tejně jako celkovou zadržovací kapacitu tenčí absorpční struktury.

Použitím nízké koncentrace absorpčních polymerů omezuje skutečnou výhodu těchto materiálů, například jejich schopnost absorpce a zadržení většího množství tělesných tekutin vztaheno na daný objem.

Při relativně vysokých koncentracích je důležitou vlastností těchto polymerů jejich vodivost, to znamená propustnost/průtok. Tuto vodivost materiálu lze definovat jeho „vodivostí slaného roztoku“ (Saline Flow Conductivity – SFC). SFC je míra schopnosti materiálu dopravovat slané tekutiny, například schopnost vrstvy obsahující nabobtnalý absorpční polymer vodit (doprovázet tělesné tekutiny). Textilie zhotovená kladením vláknité kaše proudem vzduchu (například s hustotou  $0,15 \text{ cm}^3$ ) bude vykazovat hodnotu SFC okolo  $200 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .

Optimalizace buďto PUP kapacity (Performance Under Pressure-chování/výkonnost při působení tlaku), nebo vodivosti (propustnost/průtok) absorpčního polymeru má za následek zmenšenou propustnost pro tekutinu, je-li polymer v nabobtnalém stavu. Bylo by proto žádoucí poskytnout směs absorpčního polymeru, která by byla schopná pod tlakem (4,8 kPa a větším) absorbovat velká množství roztoku syntetické moči. Bylo by rovněž žádoucí poskytnout směs absorpčního polymeru s vysokou propustností pro tekutiny, je-li polymer v nabobtnalém stavu. Bylo by rovněž žádoucí, aby relativně vysoká kapacita (PUP) byla získána po uplynutí jisté doby, která je menší než doba používání (v noci) výrobku obsahujícího zmíněnou směs absorpčního polymeru. Absorpční polymer by měl dosáhnout vysoké kapacity po uplynutí například 2, 4, 8 nebo 16 hodin.



## Podstata vynálezu

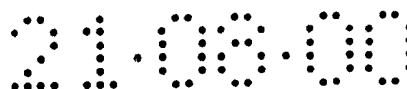
Vynález se týká absorpčních materiálů použitelných jako zadržovací prostředek tělesných výměšků, například moči. Vynález se zvláště týká absorpčních polymerů s vysokou absorpční kapacitou pod tlakem 4,8 kPa a/nebo 9,6 kPa, a dále s vysokou propustností pro tekutinu, je-li polymer v nabobtnalém stavu.

Podle jednoho aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 39 g/g pod tlakem 4,8 kPa po uplynutí 4 hodin a s hodnotou SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . (Způsoby měření PUP kapacity a SFC jsou popsány níže). Podle jiného aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 40 g/g pod tlakem 4,8 kPa po uplynutí 8 hodin a s SFC hodnotou alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . Podle dalšího aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 42 g/g pod tlakem 4,8 kPa po uplynutí 16 hodin a s hodnotou SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . Použitý výraz „po“ znamená okamžitě po.

Podle jiného aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 35 g/g pod tlakem 9,6 kPa po uplynutí 4 hodin a s hodnotou SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . Podle ještě jiného aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 36 g/g pod tlakem 9,6 kPa po uplynutí 8 hodin a s hodnotou SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . Podle jiného aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 37 g/g pod tlakem 9,6 kPa po uplynutí 16 hodin a s hodnotou SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .

Podle dalšího aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 30 g/g pod tlakem 4,8 kPa po uplynutí 4 a 8 hodin a s hodnotou SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . Podle ještě dalšího aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 27 g/g pod tlakem 9,6 kPa po uplynutí 4, 8 a 16 hodin a s hodnotou SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . Podle jiného aspektu se vynález týká směsi absorpčního polymeru s PUP kapacitou alespoň 27 g/g pod tlakem 9,6 kPa po uplynutí 4, 8 a 16 hodin a s hodnotou SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .

U provedení, kterému se dává přednost se vynález týká směsi zahrnující absorpční polymery s kationtovou výměnou a obsahující skupiny slabých kyselin v ne neutralizované formě, dále absorpční polymery s aniontovou výměnou obsahující slabé zásadité skupiny v ne neutralizované formě, přičemž směsi vykazují vysokou absorpčnost roztoku syntetické moči v podmínkách PUP absorpce a při relativně vysokých hodnotách vodivosti tekutiny. Taková směs se týká absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (mixed -



bed-ion-exchange polymer composition) Tato směs vykáže alespoň jednu z PUP kapacit, které již byly popsány.

#### Přehled obrázků na výkrese

Obr. 1 znázorňuje schematický pohled na zařízení, které slouží k měření PUP kapacity absorpčního polymeru,

obr.2 znázorňuje zvětšený řez sestavou píst/válec z obr. 1,

obr.3 graficky popisuje data PUP kapacity směsí absorpčních polymerů podle tohoto vynálezu a podle dosavadního stavu techniky, kde je PUP kapacita měřena pod tlakem 4,8 kPa,

obr.4 graficky popisuje data PUP kapacity směsí absorpčních polymerů podle tohoto vynálezu a podle dosavadního stavu techniky, kde je PUP kapacita měřena pod tlakem 9,6 kPa,

obr.5 schematicky znázorňuje zařízení pro přípravu vzorků směsí absorpčních polymerů, které slouží k měření pevnosti kuličkovou metodou BBS (Ball Burst Strength).

Obr.6 schematicky znázorňuje zařízení, sloužící k BBS měření směsí absorpčních polymerů.

#### Příklady provedení vynálezu

##### *A. Definice*

Použitý výraz „tělesné tekutiny „ zahrnuje moč, krev menstruační a poševní výměšky.

Použitý výraz „roztok syntetické moči“ se týká vodního roztoku připraveného rozpouštěním 2,0 g KCl, 2,0 g Na<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>, 0,85 g NH<sub>4</sub> H<sub>2</sub> PO<sub>4</sub>, 0,15 g (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> HPO<sub>4</sub>, 0,25 g CaCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub> O, a 0,50 g MgCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub> O v destilované vodě, kdy výsledkem je 1 litr roztoku.

Použitý výraz „kapacita iontové výměny“ se týká teoretické nebo vypočítané kapacity iontové výměny polymeru nebo polymerů v miliekvivalentech /g, a to za předpokladu že každá neneutralizovaná skupina kyseliny nebo zásady se během iontové výměny neutralizuje.

Použitý výraz „absorpční polymer“ se týká polymeru, který je schopný absorbovat alespoň desetinásobné množství své hmotnosti v deionizované vodě, a umožňuje úpravu pH systému.



Použitý výraz „absorpční jádro“ se týká složky absorpčního výrobku, která je zodpovědná za manipulaci s tekutinou ve výrobku, to znamená za příjem tekutiny, distribuci tekutiny a její zadržení. Absorpční jádro nebude zahrnovat horní ani spodní vrstvu absorpčního výrobku.

Použitý výraz „absorpční prvek“ se týká složek absorpčního jádra, které poskytují jednu nebo více manipulačních schopností, například příjem tekutiny, distribuci tekutiny, dopravu tekutiny a její zadržení. Absorpční prvek může zahrnovat celé absorpční jádro nebo část absorpčního jádra, což znamená, že absorpční jádro může zahrnovat jeden nebo více absorpčních prvků. Zlepšené směsi absorpčního polymeru, které zde byly popsány, jsou zvláště použitelné v absorpčních prvcích, jejich prvořadou funkcí je zadržování vodnatých tělesných tekutin. Tyto směsi se mohou rovněž použít v jiných absorpčních prvcích.

Použitý výraz „oblast“, nebo „zóna“ se týká částí nebo sekcí, v makroskopickém měřítku, absorpčního prvku.

Použitý výraz „vrstva“ se týká části absorpčního výrobku, jejíž hlavními rozměry jsou délka a šířka. Je zřejmé, že výraz vrstva se neomezuje pouze na jednu vrstvu nebo tenkou látku materiálu. Vrstva se může skládat z laminátu nebo z kombinace několika vrstev požadovaného materiálu. V souladu s uvedeným, výraz „vrstva“ zahrnuje jak vrstvu, tak i vrstvení.

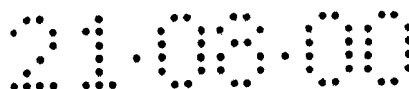
Použitý výraz „zahrnuje“ znamená možnost použít různé komponenty, prvky, kroky apod., podle tohoto vynálezu. V souladu s tím představuje výraz „zahrnuje“ mnohem více omezující výraz „sestavující v podstatě z“ a „sestavující z“, přičemž tyto omezující výrazy mají svůj standardní význam známý v oboru.

Všechna procentní vyjádření, poměry a proporce jsou vztažena na hmotnost, pokud to není specifikováno jinak.

Všechny publikace a odvolávky zmíněné v této přihlášce jsou uvedeny pro porovnání, a to alespoň v rozsahu, který odpovídá výrazům a definicím této přihlášky.

### *B. Směsi absorpčních polymerů*

Tento vynález se týká, alespoň částečně, směsí absorpčních polymerů, které vykazují vysokou schopnost absorpce roztoku syntetické moči pod aplikovaným zatížením, stejně tak vysokou propustnost pro kapaliny, jestliže jsou v nabobtnalém stavu. Směsi absorpčních polymerů, podle tohoto vynálezu, se vyskytují ve formě se smíšeným základem iontové výměny, přičemž zahrnují absorpční polymer s aniontovou výměnou a absorpční



polymer s kationtovou výměnou. Tyto směsi se smíšeným základem iontové výměny, kterým se dává přednost, jsou v následující části popsány podrobněji.

### *1. Absorpční polymery se smíšeným základem iontové výměny*

#### *a) Chemické složení*

##### *i) Absorpční polymery s aniontovou výměnou*

Absorpční polymery s aniontovou výměnou obsahující slabé zásadité skupiny, zahrnují různé a ve vodě nerozpustné polymery schopné nabobtnat. Jsou to především lehce zesítené polymery obsahující mnohé zásadité funkční skupiny, například primární, sekundární a/nebo terciární aminy nebo fosfiny. Příklady vhodných polymerů zahrnují ty polymery, které se připravují z polymerizovatelných monomerů, které obsahují zásadité skupiny nebo skupiny, které se dají po polymerizaci přeměnit na zásadité skupiny. Takové monomery zahrnují primární, sekundární nebo terciární aminy nebo fosfiny. Reprezentativní monomery zahrnují, ale nejsou tím omezeny, ethylenimin (aziridin), allylamin, diallylamin, 4-aminobuten, alkyl oxazolin, vinylformamid, 5-aminopenten, karbodimid, formaldazín, mealmin apod., a dále jejich sekundární nebo terciární deriváty aminu. Reprezentativní funkční skupiny, které mohou být zařazeny po polymerizaci, zahrnují alkylamin, guanidin, triazol, triazin, triamino-triazin apod.

Aby se mohly připravit absorpční polymery s aniontovou výměnou, mohou se rovněž zařadit, v malém množství, některé monomery, které neobsahují zásadité skupiny. Popsané absorpční polymery mohou být homopolymery, kopolymery (včetně terpolymerů a vyšších kopolymerů), nebo směsi různých homopolymerů či kopolymerů. Polymery mohou být nahodilé, graftované nebo blokové polymery, které mohou mít lineární nebo větvenou strukturu. Polymery se považují za ve vodě nerozpustné, ale bobtnatelné látky, a to s poměrně nízkým stupněm zesítení (křížové vazby). Dá se toho dosáhnout přidáním přiměřeného množství vhodného monomeru, který se během polymerizace stává zesíteným monomerem. Příklady takových zesíťujících polymerů zahrnují N,N'-metylenbisakrylamid, ethylen glykol di(meth) akrylát, trimethylpropan tri(meth) akrylát, triallylamin, sloučeniny diaziridinu apod. Alternativně mohou být polymery křížově svázány po polymerizaci reakcí s vhodnou zesíťující látkou, například s di- nebo poly-halogenovanými sloučeninami a/nebo di- nebo poly-epoxy sloučeninami. Příklady zahrnují diiodopropan, dichloropropan, ethylen glykol diglycidyl ether, apod. Zesítení může být homogenním způsobem distribuováno celými částicemi gelu, nebo se může koncentrovat v povrchu nebo poblíž povrchu částic.



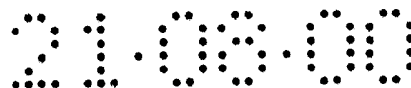
Přednost se dává tomu, aby absorpční polymery byly stejného typu (homogenní), ale použít se v rámci tohoto vynálezu mohou i směsi polymerů s aniontovou výměnou. Například se mohou použít směsi zesíťovaných polyethyleniminu a zesíťovaných polyallylaminu. Pokud se jako část směsi se smíšeným základem iontové výměny použije absorpční polymer s aniontovou vazbou, začíná ve formě ne neutralizované zásady s hodnotou od 50% do 100%, lépe od 80% do 100% ještě lépe od 90% do 100%.

Za účelem minimalizace kapacity iontové výměny směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny je žádoucí, aby absorpční polymer měl vysokou kapacitu iontové výměny vztahenou na gram suchého polymeru. Přednost se dává tomu, aby kapacita iontové výměny absorpčního polymeru s aniontovou výměnou měla hodnotu alespoň 10 meq/g, lépe alespoň 15 meq/g, nejlépe alespoň 20 meq/g.

#### ii) *Absorpční polymery s kationtovou výměnou*

Absorpční polymery vhodné pro realizaci kationtové výměny zahrnují množství kyselých akčních skupin, například skupin kyseliny karboxylové. Příklady polymerů s kationtovou výměnou zahrnují polymery připravované z polymerizovatelných, kyselinu obsahujících monomerů, nebo monomerů obsahujících funkční skupiny, které se mohou změnit po polymerizaci na skupiny kyselin. Takové monomery zahrnují olefinicky nenasycené karboxylové kyseliny, anhydridy a jejich sloučeniny. Polymery s kationtovou výměnou mohou rovněž zahrnovat polymery, které se nepřipravují z olefinicky nenasycených monomerů. Příklady takových polymerů zahrnují polymery na bázi polysacharidů, například karboxymethylový škrob, a karboxymethylovou buničinu, a dále polymery na bázi poly(kyseliny aminové), například poly(kyselinu asparagovou). Popis poly(kyseliny aminové) je uveden v U.S. patentu 5,247,068 vydaný na jméno Donachy a spol., dne 21. září 1993. Patent se uvádí pro porovnání.

K přípravě absorpčních polymerů se mohou použít i nekyselé monomery, avšak obvykle v malém množství. Nekyselé monomery mohou zahrnovat například monomery obsahující následující typy funkčních skupin: karboxylát nebo sulfonan estery, hydroxylové skupiny, amidové skupiny, amino skupiny, nitrilové skupiny, kvartérní skupiny solí čpavku, a arylové skupiny (například fenylové skupiny, a to například ty, které jsou odvozené z monomeru styrenu). Jiné nepovinné nekyselé monomery zahrnují nenasycené uhlovodíky, například ethylen, propylen, 1-buten, butadien a izoprén. Nekyselé monomery jsou známé materiály popsané velmi podrobně v U.S. patentu 4,062,817 (Westerman) vydaném dne



13. prosince 1977 a v U.S. patentu 4,076,663 (Masuda a spol.) vydaném dne 28. února 1978. Oba patenty jsou zařazeny pro porovnání.

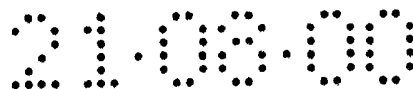
Olefinicky nenasycená kyselina karboxylová a monomery anhydridu zahrnují kyseliny akrylové reprezentující samotnou kyselinu akrylovou, kyselinu methakrylovou,  $\alpha$ -kyselinu chlorakrylovou,  $\beta$ -kyselinu methylakrylovou (kyselina krotonová),  $\alpha$ -kyselinu fenylakrylovou,  $\beta$ -kyselinu akryloxypropionovou, kyselinu sorbovou,  $\alpha$ -kyselinu chlorsorbovou, kyselinu angelikovou, kyselinu skořicovou, p-kyselinu chlorskořicovou,  $\beta$ -kyselinu stearylakrylovou, kyselinu itakonovou, kyselinu citrokonovou, kyselinu masakonovou, kyselinu glutakonovou, kyselinu, kyselinu akonitovou, kyselinu maleinovou, kyselinu fumarovou, trikarboxyethylen, anhydrid maleinu.

Absorpční polymery s kationtovou výměnou, kterým se dává přednost, obsahují karboxylové skupiny. Tyto polymery zahrnují hydrolyzované graftované škrobové-akrylonitrilové kopolymery, částečně neutralizované hydrolyzované graftované škrobové-akrylonitrilové kopolymery, hydrolyzované vinyl-acetát-akrylové esterové kopolymery, hydrolyzované akrylonitrilové nebo akrylamidové kopolymery, polymery s lehkou síťovou křížovou vazbou všech zmíněných kopolymerů, kyselinu polyakrylovou, a dále polymery s lehkou síťovou křížovou vazbou kyseliny polyakrylové. Tyto polymery se mohou použít buďto samostatně, nebo ve formě směsi dvou a více různých polymerů. Příklady takových polymerů jsou uvedeny v U.S. patentu 3,661,875, v U.S. patentu 4,076,663, v U.S. patentu 4,093,776, v U.S. patentu 4,666,983 a v U.S. patentu 4,734,478.

Polymery, kterým se nejvíce dává přednost, určené pro zhotovení absorpčních polymerů s kationtovou výměnou, jsou polymery s lehkou síťovou vazbou polyakrylových kyselin a jejich škrobových derivátů. Síťová vazba poskytuje v podstatě ve vodě nerozpustný polymer a částečně určuje absorpční kapacitu a obsahové charakteristiky extrahovatelného polymeru absorpčních polymerů. Postup při zesíťování těchto polymerů a rovněž zesíťující látky jsou popsány v U.S. patentu 4,076,663.

Zatímco absorpční polymery s kationtovou výměnou jsou obvykle jednoho typu, (homogenní), mohou se použít, podle tohoto vynálezu, i směsi těchto polymerů. Tak se například mohou použít směsi graftových kopolymerů kyseliny škrobové-akrylové a polymery lehce zesíťené kyseliny polyakrylové.

Pokud se použije jako část směsi se smíšeným základem iontové výměny, absorpční polymer s kationtovou výměnou začíná s hodnotou od 50% do 100%, lépe od 80% do 100%, ještě lépe od 90% do 100%, a to ve formě neutralizované kyseliny.



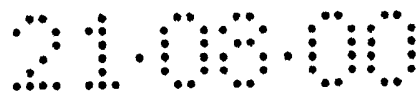
Z důvodu minimalizace kapacity iontové výměny směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny je žádoucí, aby polymer s kationtovou výměnou měl velkou kapacitu iontové výměny, vztaženou na gram suchého polymeru. Přednost se dává tomu, aby kapacita iontové výměny absorpčního polymeru s kationtovou výměnou měla hodnotu alespoň 4 meq/g, lépe okolo 8 meq/g, ještě lépe okolo 10 meq/g, a vůbec nejlépe okolo 13 meq/g.

### *iii) Směs a společné vlastnosti materiálu*

Ekvivalenty kapacity aniontové a kationtové výměny by se měly, ve směsi absorpčních polymerů se smíšeným základem iontové výměny, rovnat nebo lišit. Mohlo by být například žádoucí mít více ekvivalentů absorpčních polymerů s aniontovou nebo kationtovou vazbou, to je kompenzovat rozdíly v pK, kompenzovat rozdíly v neutralizaci, měnit pH (například do kyselosti) u moči s iontovou výměnou apod.

U směsi polymeru se smíšeným základem iontové výměny v absorpčním jádru s vysokou koncentrací nelze spoléhat na průtok roztoku, míchání apod., aby se ulehčil pohyb iontů mezi částicemi, a tím i rychlost iontové výměny. Je žádoucí mít morfologie vhodné ke zvýšení kinetiky iontové výměny. Vhodné morfologie zahrnují i) agregáty částic se smíšeným základem s vysokou hodnotou plochy povrchu (to znamená malé a/nebo pórovité) a s širokým nebo úzkým rozdělením velikosti částic, ii) částice, například absorpčního polymeru s aniontovou výměnou, které například obsahují, v rámci menší diskontinuální (neplynulé) domény, absorpční polymer s kationtovou výměnou, iii) částice, které obsahují bikontinuální domény jak absorpčních polymerů s aniontovou, tak i kationtovou výměnou, iv) směsi, ve kterých se absorpční polymery s aniontovou nebo kationtovou výměnou vyskytují ve formě vláken, v) vlákna, která obsahují diskontinuální a/nebo bikontinuální domény absorpčních polymerů s aniontovou a/nebo kationtovou výměnou, vi) směsi zmíněných částic a/nebo vláken. Jiné formy zahrnují kuličky, krychle, tyče, filmy nebo tenké látky, pěny, vločky atd.

Absorpční polymery mohou rovněž zahrnovat směsi s nízkou úrovní jednoho nebo více přísad, kterými mohou například být práškový křemík, lepidla, pojiva a pod. Složky v těchto směsích se mohou fyzicky a/nebo chemicky spojit tak, že se složky absorpčního polymeru a neabsorpční polymer ve formě přísady nedají od sebe snadno fyzicky oddělit. Absorpční polymery mohou být v podstatě nepórovité (bez vnitřní pórovitosti), nebo mohou mít vnitřní pórovitost. Ve směsích se smíšeným základem iontové výměny může mít absorpční polymer jednoho typu vyšší hustotu křížové vazby než absorpční polymer jiného typu.



Částice absorpčních polymerů, použitelné u tohoto vynálezu, mohou mít velikost v rozmezí od jednoho do 2000  $\mu$ , lépe od 20 do 1000  $\mu$ . Střední velikost částice hmoty by měla mít hodnotu od 20 do 1500  $\mu$ , lépe od 50 do 1000  $\mu$  a ještě lépe od 100 do 800  $\mu$ .

Důležitou vlastností absorpčního polymeru, použitelného u tohoto vynálezu, je úroveň extraktů přítomných v samotném polymeru, viz U.S. patent 4,654,039 (Brandt a spol.), vydaný dne 31. března 1987 (znovu vydaný dne 19. dubna 1988 jako patent 32,649), přitom oba jsou zahrnuta pro porovnání. Mnoho absorpčních polymerů obsahuje významné množství extrahovatelných polymerních materiálů, které se mohou vyuluhovaly z nabobtnalých matric polymeru tělesnými tekutinami (močí), a to během doby, kdy tělesné tekutiny zůstávají v kontaktu s absorpčním polymerem. Takový polymerní materiál, extrahovaný tělesnými tekutinami zmíněným způsobem, může měnit jak chemické, tak i fyzikální vlastnosti tělesné tekutiny do té míry, že je tekutina mnohem pomaleji absorpční polymerem v absorpčním výrobku absorbována a obtížněji zadržována. Má se zato, že extrahovatelné polymery jsou v systému absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny škodlivé, jelikož rozpustitelný polymer má tendenci migrovat do částic gelu obsažených v opačně nabitým polymeru. Oba polymery se budou neutralizovat, čímž sníží kapacitu iontové výměny systému. Jelikož extrahovatelný polymer zahrnuje polyvalentní iont s opačným nábojem než opačně nabitý polymer, může rovněž vytvářet iontové síťové vazby, což potlačuje schopnost gelu bobtnat.

V souladu s tím se u absorpčního polymeru dává přednost tomu, aby úroveň extrahovatelného polymeru měla hodnotu okolo 15 % a méně, lépe 10 % a méně, ještě lépe 7 % a méně hmotnosti celého polymeru.

#### *b. Fyzikální vlastnosti*

##### *i) Chování/ výkonnost při působení tlaku*

Měření požadované smáčivosti, nebo gravimetrické absorpce, může poskytnout informace o schopnosti vysoce koncentrovaných zón nebo vrstev absorpčního polymeru a o schopnosti absorbovat tělesné tekutiny při působení použitého tlaku. Viz například U.S. patent 5,562,646 (Goldman a spol.) vydaný dne 8. října 1996, U.S. patent 5,599,335 (Goldman a spol.), vydaný dne 4. února 1997, kde je požadovaná smáčivost nebo gravimetrická absorpce uváděna jako PUP. Při měření PUP je počáteční směs suchého absorpčního polymeru s koncentrací 100 % umístěna do zařízení s válcem a pístem (dno válce je pro roztok propustné, ale nepropouští absorpční polymer) a je zatížena mechanickým tlakem a je jí umožněno absorbovat syntetickou moč, při zachování požadovaných podmínek



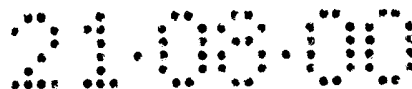
při nulovém hydrostatickém sání a vysokém mechanickém tlaku. PUP kapacita je definována jako g/g absorpce roztoku syntetické moči při 0,032 g/cm<sup>2</sup> vrstvy absorpčního polymeru, a to při zatížení specifickým tlakem po konkrétní dobu. Vysoká PUP kapacita je významnou kritickou vlastností absorpčního polymeru, jestliže se v absorpčním prvku použije s vysokou hodnotou koncentrace.

Použitý tlak na absorpční polymery se týká jak mechanického tlaku, (vyvolaný váhou a pohyby uživatele, dotykovými silami atd.), tak i kapilárního tlaku (tlak kapilární desorpce získaných složek v absorpčním jádru, které dočasně zadržuje tekutiny, dokud nejsou absorbovány absorpčním polymerem). Celkový tlak okolo 4,8 kPa reflektuje součet obou tlaků na směs absorpčního polymeru při absorpci tělesných tekutin a při daných provozních podmínkách. Použit se může, v běžných podmínkách, jak nízký, tak i vysoký tlak. Přednost se dává tomu, aby absorpční polymer, podle tohoto vynálezu, vykazoval vysokou kapacitu PUP, a to při tlacích nad 9,6 kPa, a při vysoké hodnotě SFC. Přednost se dává tomu, aby relativně vysoké PUP kapacity bylo dosaženo během doby, která by byla kratší, než doba používání výrobků zahrnujících absorpční směsi. Absorpční výrobky prokáží zlepšenou kapacitu tehdy, když PUP kapacita je měřena po uplynutí 2, 4, 8 a /nebo 16 hodin.

Způsob určení kapacit PUP těchto absorpčních polymerů je popsán v sekci „*Testování polymerů*“. Způsob je založen na postupu popsáném v U.S. patentu 5,562,646 (Goldman a spol.) vydaném dne 8.října 1996 a je modifikován pro delší časová období při různých tlacích, a to s cílem bližší simulace provozních podmínek.

#### *ii) Propustnost zón nebo vrstev, které zahrnují absorpční polymer*

Požadovanou vlastností absorpčních polymerů, podle tohoto vynálezu, je jejich vysoká propustnost pro tekutiny. V absorpčním prvku či výrobku je propustnost přímo ovlivněna schopností materiálu, například vrstvy zahrnující nabobtnalý absorpční polymer, transportovat tělesné tekutiny z přijímacích oblastí přijatelnou rychlostí. Vodivost propustnosti/průtoku může být definována jako SFC (vodivost slané tekutiny) která je mírou schopnosti materiálu transportovat slanou tekutinu. Způsob měření SFC je popsán v U.S. patentu 5,562,646 (Goldman a spol.), vydaném dne 8.října 1996. Tento způsob je modifikován pro výpočet odtékání gelového základu během měření absorpčních polymerů se smíšeným základem iontové výměny, tak jak to bude popsáno v sekci „*Způsoby testování*“. Aniž bychom se cítili svázáni teorií věříme, že během měření absorpčních polymerů se smíšeným základem iontové výměny bude vzorek polymeru pokračovat ve výměně iontů ze slané roztoku. Kapacita iontové výměny absorpčního polymeru je nakonec překročena a



iontová pevnost roztoku obklopujícího nabobtnalý polymer se zvyšuje, což má za následek odtékání gelového základu (lože). Množství tekutiny, která vlivem odtékání opustila gelový základ je podstatně menší než množství tekutiny procházející gelovým základem v průběhu měření SFC. Jelikož je konečná tloušťka gelového základu výrazně menší než počáteční tloušťka, je hodnota konečné tloušťky použita k výpočtu hodnot SFC. Použití hodnoty konečné tloušťky gelového základu pro výpočet, poskytuje minimální hodnotu SFC získanou během měření. Použitím počáteční hodnoty nebo prostřední hodnoty tloušťky gelového základu získáme vyšší hodnoty SFC.

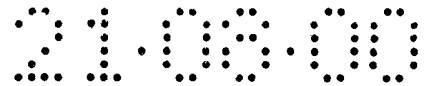
### *iii) Pórovitost zóny/ vrstvy zahrnující absorpční polymer*

Jinou důležitou vlastností absorpčních polymerů, podle tohoto vynálezu, je jejich otevřenost/ pórovitost zóny nebo vrstvy zahrnující absorpční polymery, a to tehdy, jsou-li polymery nabobtnalé tělesnými tekutinami a jsou vystaveny jistému tlaku. Má se zato, že jsou-li použité absorpční polymery přítomny v absorpčních prvcích nebo v absorpčních výrobcích ve vysokých koncentracích, nabobtnají při jistém tlaku, přičemž hraniční části částic se dostanou do styku a prázdné prostory v těchto oblastech s vysokou koncentrací budou ohraničeny nabobtnalým polymerem. Jestliže se tak stane, vlastnosti otevřenosti/pórovitosti této oblasti budou odrazem pórovitosti zóny neb vrstvy, vytvořené ze samotného nabobtnalého polymeru. Použitý výraz „pórovitost“ se týká zanedbatelného objemu, který není obsazen pevným materiálem. Viz J. M. Coulson a spol., *Chemical Engineering*, díl 2, třetí vydání, Pergamon Press, 1978, str. 126.

Pórovitost je efektivní měření schopnosti zóny nebo vrstvy, zahrnující nabobtnalý polymer, zůstat otevřenou a být tak schopnou přijímat a distribuovat tělesné tekutiny, které jsou vystaveny jistému tlaku. Má se zato, že zvýšením pórovitosti nabobtnalých a vysoce koncentrovaných oblastí lze poskytnout vynikající absorpci a možnosti manipulace s tekutinou u absorpčního jádra, čímž se snižuje možnost prosakování, a to konkrétně při vysokém zatížení tekutinou. Pórovitost zóny nebo vrstvy zahrnující nabobtnalý absorpční polymer se blíží, ale přesahuje, pórovitostí obvyklých materiálů schopných přijímat a distribuovat tekutiny, například chomáče dřevěné buničiny. Viz U.S. patent 5,562,646 vydaný na jméno Goldman dne 8. října 1996.

### *iv) Integrita zóny nebo vrstvy hydrogelu*

Jiným důležitým faktorem, který ovlivňuje dopravu tekutiny v absorpčním prvku je integrita oblastí, nebo oblastí, obsahujících zmíněný polymer. Taková oblast, nebo oblasti,

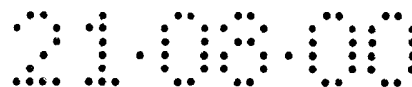


kteřá má vysokou koncentraci absorpčního polymeru, by měla mít dostatečnou integritu ve stavu částečného nebo úplného zvlhčení, takže fyzická kontinuita (a tím i schopnost získat a transportovat tekutinu do a přes volný prostor/kapiláry) absorpčního prvku není vážně narušena nebo změněna, jestliže je provozován v normálních podmínkách. Během normálního používání jsou absorpční jádra v absorpčních výrobcích vystavena napětí v tahu, a rovněž torzním silám s různou intenzitou a v různém směru. Tato napětí a torzní síly způsobují nahromadění a nařasení vrstvy v rozkroku, napínání a výskyt kroutících sil v době nošení, stejně tak při chůzi a ohýbání. Jestliže není integrita za vlhka adekvátní, tyto napínací a torzní síly mohou způsobit podstatnou změnu a/nebo přetržení fyzické kontinuity absorpčního prvku, takže schopnost získání a transport tekutin do a přes sousední prázdné prostory a kapiláry je snížena. Vrstva obsahující absorpční polymer se může částečně oddělit, úplně oddělit, může obsahovat mezery a oblasti, které jsou podstatně zúženy a/nebo rozpadlé do množství podstatně menších segmentů. Taková změna může minimalizovat, nebo zcela negovat, jakoukoliv pórovitost a vlastnosti propustné/průtočné vodivosti absorpčního polymeru.

Dobře integrity zóny nebo vrstvy, zahrnující absorpční polymer, lze dosáhnout, podle tohoto vynálezu, různou konstrukcí, uspořádáním, složením a pod., a to v absorpčním prvku s velkou koncentrací absorpčního polymeru, jinými složkami v absorpčním jádře ( to znamená v prvcích přijímajících tekutinu), jinými složkami v absorpčním výrobku ( to znamená jinou horní a/nebo spodní vrstvou a kombinací těchto složek). Viz U.S. patent 5,562,646 vydaný na jméno Goldman a spol., dne 8. října 1996.

V systému se smíšeným základem iontové výměny, kterému se dává přednost, složky s kationtovou výměnou a složky s aniontovou výměnou mají tendenci k sobě lnout. Aniž bychom se chtěli vázat teorií, domníváme se, že je to způsobeno opačným nábojem polyiontů a kyselých/zásaditých druhů u povrchů gelových částic polymerů, které jsou z podstaty přitahovány k opačně nabitým druhům v sousedních částicích. Způsobuje to vytvoření trojrozměrné sítě sousedních částic polymeru, a to v zóně / vrstvě obsahující absorpční polymer, přičemž se značně u takové zóny / vrstvy zvyšuje její integrita.

Integrita oblastí (oblastí), která zahrnuje směsi polymerů, podle tohoto vynálezu, se může měřit pomocí testu pevnosti v protlačení kuličkou (BBS – Ball Burst Strength Test), která bude popsána později. BBS test je síla (v grams force) potřebná k roztržení vrstvy směsi absorpčního polymeru, který je nabobtnalý v syntetické moči. Směs absorpčního polymeru, podle tohoto vynálezu, bude pravděpodobně mít, i když nikoliv nutně, hodnotu



BBS alespoň 50 gf, lépe alespoň 100 gf, ještě lépe alespoň 150 gf, a vůbec nejlépe alespoň 200 gf. Obvykle bude mít BBS hodnotu od 150 do 400 gf, typicky okolo 200 až 300 gf.

*c) Provedení absorpčního polymeru*

Jak to již bylo uvedeno, požadovanou vlastností absorpčních polymerů, podle tohoto vynálezu, je jejich schopnost absorbovat relativně velká množství tělesných tekutin pod tlakem (definováno jako PUP kapacita) a jejich schopnost umožnit transport tekutin z přijímací oblasti přijatelnou rychlostí (to znamená propustnost definovaná jako hodnoty SFC). Různá provedení podle tohoto vynálezu budou probrána později z hlediska hodnot SFC a PUP. Hodnoty PUP při tlaku 4,8 kPa a 9,6 kPa budou popsány samostatně. Je nutné si uvědomit, že jisté absorpční materiály vykazují popsané absorpční vlastnosti jak při tlaku 4,8 kPa, tak i při tlaku 9,6 kPa.

*i) SFC s hodnotou alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$*

Tento vynález zahrnuje směsi absorpčních polymerů s hodnotami SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . U těchto provedení budou mít absorpční polymery hodnotu SFC alespoň  $70 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ , lépe alespoň  $70 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . Typické absorpční polymeru budou mít hodnotu SFC v rozmezí od 50 do  $100 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ , lépe od 60 do  $90 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$  a ještě lépe od 70 do  $80 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .

Směsi absorpčních polymerů jsou popsány, podle jednoho aspektu, z hlediska jejich schopnosti absorbovat syntetickou moč při tlaku 4,8 kPa. Vzhledem k uvedenému se tento vynález týká směsi absorpčních polymerů s kapacitou PUP v roztoku syntetické moči s hodnotou alespoň 39 g/g, při tlaku 4,8 kPa po uplynutí 4 hodin. Přednost se dává tomu, aby směs polymeru měla hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči alespoň 41 g/g, lépe alespoň 43 g/g, ještě lépe 44 g/g, a to po 4 hodinách působení zmíněného tlaku 4,8 kPa. Obvykle bude mít směs polymeru kapacitu PUP od 39 g/g do 58 g/g, lépe od 41 g/g do 55 g/g, a ještě lépe od 43 g/g do 50 g/g, a to po 4 hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Podle stejného hlediska bude mít směs absorpčního polymeru hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči alespoň 40 g/g po 8 hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Přednost se dává tomu, aby měla směs absorpčního polymeru hodnotu PUP kapacity alespoň 42 g/g, lépe alespoň 44 g/g a nejlépe alespoň 46 g/g po 8 hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Obvykle bude mít směs polymeru hodnotu PUP kapacity v rozmezí od 40 g/g do 55 g/g, lépe od 42 g/g do 57 g/g a ještě lépe od 44 g/g do 55 g/g, a vůbec nejlépe od 46 g/g do 52 g/g, a to po 8 hodinách působení tlaku 4,8 kPa. U jiného podobného hlediska bude mít směs absorpčního polymeru hodnotu PUP kapacity alespoň 42 g/g po 16-ti hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Přednost se



dává tomu, aby směs absorpčního polymeru měla hodnotu PUP kapacity alespoň 44 g/g, lépe alespoň 46 g/g, ještě lépe alespoň 48 g/g po 16-ti hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Obvykle má směs absorpčního polymeru kapacitu PUP od 42 g/g do 61 g/g, lépe od 44 g/g do 59 g/g, ještě lépe od 46 g/g do 57 g/g, a nejlépe od 48 g/g do 54 g/g, a to po 16-ti hodinách působení tlaku 4,8 kPa.

Tato provedení se týkají směsi absorpčního polymeru s kapacitou PUP alespoň 35 g/g po 4 hodinách působení tlaku 9,6 kPa. Přednost se dává tomu, aby směs absorpčního polymeru měla hodnotu PUP kapacity alespoň 36 g/g po 4 hodinách působení tlaku 9,6 kPa, lépe alespoň 37 g/g při tlaku 9,6 kPa. Obvykle bude mít směs absorpčního polymeru PUP kapacitu v rozmezí od 35 g/g do 50 g/g, lépe od 36 g/g do 45 g/g, ještě lépe od 37 g/g do 42 g/g po 4 hodinách působení tlaku 9,6 kPa.

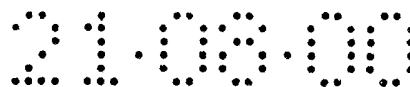
Podle stejného hlediska bude mít směs absorpčního polymeru kapacitu PUP hodnotu alespoň 36 g/g po 8 hodinách působení tlaku 9,6 kPa. 8 g/g, lépe 40 g/g po 8 hodinách působení tlaku 9,6 kPa. Obvykle bude mít směs absorpčního polymeru hodnotu PUP kapacity v rozmezí od 36 g/g do 54 g/g, lépe od 38 g/g do 50 g/g, ještě lépe od 40 g/g do 46 g/g, a to po 8 hodinách působení tlaku 9,6 kPa. Podle jiného stejného hlediska bude mít směs absorpčního polymeru hodnotu PUP kapacity alespoň 37 g/g po 16-ti hodinách působení tlaku 9,6 kPa. Přednost se dává tomu, aby směs absorpčního polymeru měla hodnotu PUP kapacity alespoň 39 g/g, lépe alespoň 41 g/g, a to po 16-ti hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Obvykle bude mít směs absorpčního polymeru hodnotu PUP kapacity v rozmezí od 37 g/g do 56 g/g, lépe od 39 g/g do 52 g/g, ještě lépe od 41 g/g do 48 g/g, a to po 16-ti hodinovém působení tlaku 9,6 kPa.

*ii) SFC s hodnotou alespoň  $500 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$*

Tento vynález rovněž uvádí směs absorpčního polymeru s hodnotou SFC okolo  $500 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . U těchto provedení by se dávala přednost tomu, aby absorpční polymery měly hodnotu SFC alespoň  $700 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ , ještě lépe okolo  $800 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ . Obvykle mají absorpční polymery hodnotu SFC okolo  $500 \times 1100^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ , lépe okolo  $600 \times 1100^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ , ještě lépe okolo  $700 \times 1100^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .

Tyto směsi absorpčního polymeru jsou popsány, podle jednoho aspektu, ve vztahu k jejich schopnosti absorbovat syntetickou moč při působení tlaku 4,8 kPa.

Vzhledem k uvedenému se vynález týká směsi absorpčního polymeru s kapacitou PUP v roztoku syntetické moči s hodnotou alespoň 30 g/g po 4 hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Obvykle bude mít směs kapacitu PUP v rozmezí od 30 g/g do 50 g/g, obvykleji od 35

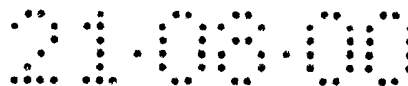


g/g do 45 g/g, a to po 4 hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Podle stejného aspektu může mít směs absorpčního polymeru kapacitu PUP v roztoku syntetické moči alespoň 30 g/g, a to po 8 hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Přednost se dává tomu, aby směs polymeru měla kapacitu PUP alespoň 36 g/g, lépe alespoň 42 g/g, a to po 8 hodinách působení tlaku 4,8 kPa. Obvykle bude mít směs polymeru kapacitu PUP v rozmezí od 30 g/g do 55 g/g, obvykleji od 35 g/g do 50 g/g, a to po 8 hodinovém působení tlaku 4,8 kPa. Podle jiného stejného aspektu bude mít směs absorpčního polymeru kapacitu PUP alespoň 30 g/g, a to po 16-ti hodinovém působení tlaku 4,8 kPa. Přednost se dává tomu, aby směs polymeru měla kapacitu PUP alespoň 37 g/g, lépe alespoň 45 g/g, a to po 16-ti hodinovém působení tlaku 4,8 kPa. Obvykle bude mít směs polymeru kapacitu PUP v rozmezí od 30 g/g do 58 g/g, obvykleji od 38 g/g do 53 g/g, a to po 16-ti hodinovém působení tlaku 4,8 kPa.

Tato provedení se rovněž týkají směsi polymeru s kapacitou PUP alespoň 25 g/g po 2 hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Směs absorpčního polymeru bude mít dále kapacitu PUP alespoň 27 g/g po 4 hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Přednost se dává tomu, aby směs polymeru měla kapacitu PUP 33 g/g, lépe 37 g/g, a to po 4 hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Obvykle bude mít směs polymeru kapacitu PUP v rozmezí od 27 g/g do 47 g/g, obvykleji od 33 g/g do 42 g/g, a to po 4 hodinách působení tlaku 9,6 kPa. Podle stejného aspektu bude mít směs absorpčního polymeru kapacitu PUP alespoň 27 g/g, a to po 8 hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Přednost se dává tomu, aby měla směs polymeru kapacitu PUP alespoň 33 g/g, lépe 39 g/g, a to po 8 hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Obvykle bude mít směs polymeru kapacitu PUP v rozmezí od 27 g/g do 52 g/g, obvykleji od 33 g/g do 47 g/g, a to po 8 hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Podle jiného podobného aspektu bude mít směs absorpčního polymeru kapacitu PUP alespoň 27 g/g, a to po 16-ti hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Přednost se dává tomu, aby směs polymeru měla kapacitu PUP alespoň 34 g/g, lépe alespoň 42 g/g, a to po 16-ti hodinovém působení tlaku 9,6 kPa. Obvykle bude mít směs polymeru kapacitu PUP v rozmezí od 27 g/g do 55 g/g, obvykleji od 35 g/g do 50 g/g, a to po 16-ti hodinovém působení tlaku 9,6 kPa.

#### *d. Způsoby výroby absorpčního polymeru*

Absorpční polymer využitelný u tohoto vynálezu může být vytvořen polymerizací a/nebo technikou zesílení. Typický proces výroby těchto polymerů je popsán v U.S. znovu vydaném patentu 32649 (Brandt a spol.), vydaný dne 19. dubna 1988, v U.S. patentu 4,666,983 (Tsubakimoto a spol.) vydaný dne 19. května 1987, a dále v U.S. patentu



(Tsubakimoto a spol.), vydaný dne 25. listopadu 1986, přičemž všechny zmíněné vynálezu jsou zde zahrnuty pro porovnání.

Způsoby polymerizace pro přípravu polymerů s iontovou výměnou, vhodné pro tento vynález, zahrnují volný radikál, otevření uzavřeného řetězce, kondenzaci, anionty, kationty, nebo ozařovací techniky. Polymery mohou být připraveny v neutralizované, ne neutralizované, či částečně neutralizované formě, i když požadovaný výrobek má ne neutralizovanou formu. Absorpční polymer se může připravit pomocí procesu polymerizace homogenního roztoku, nebo pomocí vícefázových polymerizačních technik, například inverzních procedur polymerizace emulze nebo suspenze.

Během polymerizace lze dosáhnout zesílení polymeru, a to zahrnutím vhodných monomerů se schopností zesílení. Alternativně mohou být polymery zesíleny po polymerizaci, a to pomocí reakce s vhodnou zesíťovací reaktivní látkou. Povrchové zesílení nejdříve vytvářených polymerů je procesem, kterému se dává přednost, a který poskytuje absorpční polymer s relativně vysokou kapacitou PUP, pórovitostí a propustností. Aniž bychom se vážali na teorii věříme, že povrchové zesílení polymeru zvyšuje odpor proti deformacím povrchu nabobtnalých částic absorpčního polymeru, čímž se redukuje stupeň kontaktu mezi sousedními částicemi polymeru, jestliže jsou nabobtnalé částice deformovány vnějším tlakem. Povrchově zesílené absorpční polymery mají vyšší úroveň zesílení v blízkosti povrchu než uvnitř. Použitý výraz „povrch“ popisuje vně obrácené hranice/rozmezí částic. U pórovitých absorpčních polymerů (pórovitých částic atd.) mohou být zahrnuty i vnitřní exponované hranice/rozmezí. Vysokou úroveň zesílení v blízkosti povrchu se míní to, že úroveň funkčního zesílení absorpčního polymeru v blízkosti povrchu je obecně vyšší než úroveň funkčního zesílení uvnitř polymeru. Gradace zesílení od povrchu dovnitř polymery se mění, a to jak do hloubky, tak i v profilu.

Množství postupů realizace zesílení je uvedeno v dosavadním stavu techniky. Vhodné způsoby zesílení povrchu zahrnují takové způsoby, u kterých i) di nebo polyfunkční činidla, schopná reakce s existujícími funkčními skupinami v absorpčních polymerech, jsou aplikována na povrch absorpčního polymeru; ii) di nebo polyfunkční činidla, která jsou schopna reakce s jinými přidanými činidly a možnými funkčními skupinami v absorpčním polymeru, například pro zvýšení úrovně zesílení u povrchu, jsou aplikována na povrch (to znamená přidání monomeru plus prostředku zesílení a inicializace druhé polymerizační reakce; iii) nepřidávají se žádná další polyfunkční činidla, ale vyvolá se přídavná reakce mezi existujícími složkami u absorpčního polymeru, a to během nebo po primárním procesu polymerizace, aby se generovala vyšší úroveň zesílení u nebo v blízkosti povrchu ( proces



přerušené polymerizace, u kterého je z podstaty přítomen prostředek zesítnění, a to na vysoké úrovni v blízkosti povrchu); iv) na povrch se přidávají jiné materiály k vyvolání vyšší úrovně zesítnění, nebo jiným způsobem se redukuje deformovatelnost povrchu výsledného hydrogelu. Vhodné obecné způsoby realizace zesítnění absorpčního polymeru, podle tohoto vynálezu, jsou uvedeny v U.S. patentu 4,541,871 (Obayashi), vydaném dne 17.září 1985, v PCT přihlášce WO92/16565 (Stanley) publikované 1.října 1992, v patentové přihlášce WO90/08789 (Tai) publikované 9.srpna 1990, v patentové přihlášce WO93/05080 (Stanley), publikované 18.března 1993, v U.S. patentu 4,824,901 (Alexander), vydaném 25.dubna 1989, v U.S. patentu 4,789,861 (Johnson), vydaném 17.ledna 1989, v U.S. patentu 4,587,308 (Makita), vydaném 6.května 1986, v U.S. patentu 4,734,478 (Tsubakimoto), vydaném 29.března 1988, v U.S. patentu 5,164,459 (Kimura a spol.) vydaném 17.listopadu 1992, v německé patentové přihlášce 4,020,780 (Dahmen) publikované 29.srpna 1991, v evropské patentové přihlášce 509,708 (Gartner, publikované 21.října 1992, přičemž všechny zmíněné dokumenty jsou uvedeny pro porovnání. U kationtových absorpčních polymerů zahrnují vhodná di-nebo polyfunkční zesíťovací činidla di/poly – haloalkany, di/poly epoxidy, di/poly kyseliny chloridy, di/poly-tosyl alkany, di/poly-aldehydy, di/poly kyseliny apod.

### *C. Způsoby testování*

#### *1. PUP kapacita*

Tento test je založen na způsobu popsáném v U.S. patentu 5,599,335 (Goldman a spol.) vydaném dne 4.února 1997. Test stanovuje množství roztoku syntetické moči absorbované absorpčními polymery (včetně směsí absorpčních polymerů se smíšeným základem iontové výměny), které jsou příčně uloženy v sestavě píst/válec pod tlakem 4,8 kPa, nebo pod tlakem 9,6 kPa. Cílem tohoto testu je zjistit schopnost absorpčního polymeru absorbovat tělesné tekutiny po uplynutí doby, která je srovnatelná s dobou používání (přes noc) výrobků zahrnujících směs absorpčního polymeru (t.j. 1, 21, 4, 8, 16 hodin), přičemž polymery jsou přítomny v absorpčním prvku ve vysoké koncentraci a jsou přitom vystaveny provoznímu tlaku. Provozní tlak, proti kterému jsou absorpční polymery nuceny absorbovat tekutiny, zahrnuje mechanické tlaky vzniklé hmotností a/nebo pohybem uživatele, mechanické tlaky od pružného a upevňovacího systému, a dále hydrostatické desorpční tlaky sousedních vrstev a/nebo prvků.

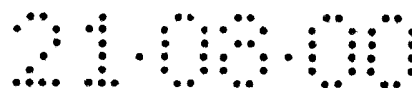
Testovací tekutinou pro test PUP kapacity je roztok syntetické moči. Tekutina je absorbována absorpčním polymerem za požadovaných absorpčních podmínek a za působení téměř nulového hydrostatického tlaku.



Vhodné zařízení pro tento test je znázorněno na obr. 1. Na jednom konci tohoto zařízení se nachází nádrž 712 (jako petriho miska) s víčkem 714. Nádrž 712 spočívá na analytických vahách 716. Na druhém konci zařízení 710 je umístěný fritovaný trychtýř 718, sestava píst/válec 720, která zapadá do trychtýře, a dále válcovité fritované víko 722 trychtýře které těsně zakrývá trychtýř 718, které je u dna otevřené a nahoře zavřené, kde v horní části je vytvořena malá dírka. Zařízení 710 zahrnuje systém k vedení tekutiny všemi směry, který sestává ze sekce skleněných trubek 724 a 731a z pružného plastického potrubí 731b (1/4 palcové a 3/8 palcové obchodní značka Tygon potrubí), dále ze sestavy kohoutu 726 a 738 a konektorů Teflon® 748, 750 a 752, které spojují skleněné trubky 724, 731 a sestavu kohoutů 726, 738. Sestava kohoutu 726 sestává z trojcestného ventilu 728, skleněné kapilární trubky 730, 734 umístěné v hlavním systému tekutiny, a dále ze sekce skleněných kapilárních trubek 732 sloužících k vyprázdnění nádrže 712 a k dopřednému oplachování fritovaného kotouče ve fritovaném trychtýři 718. Sestava kohoutu 738 podobně zahrnuje trojcestný ventil 740, skleněné kapilární trubky 742 a 746 v hlavním vedení tekutiny, a dále sekci skleněných kapilárních trubek 744, které slouží k odvodu tekutin ze systému.

Na obr. 1 znázorněná sestava 720 sestává z válce 754, z pístu ve tvaru poháru 756 a ze závaží 758, které je umístěno uvnitř pístu 756. Ke dnu válce 754 je upevněna síťovina 759 z nerezové oceli č. 400, která je roztažena ve sběru dvou os, a to ještě před upevněním. Na síťovině 759 je umístěna směs absorpčního polymeru 760. Válec 754 je vytvořen vyvrtáním tyče z průhledného Lexanu® (nebo ekvivalentu) na vnitřní průměr 6,0 cm (plocha 28,27 cm<sup>2</sup>), přičemž tloušťka stěny válce má hodnotu přibližně 5 mm a výška válce se rovná přibližně 5 cm. Píst 756 má tvar poháru z Teflonu® nebo Kel-F® a je opracován tak, aby přesně zapadal do válce 754, s mezerou mezi válcem a pístem v rozmezí od 0,114 do 0,191 mm. Válcovité závaží 758 z nerezové oceli je vytvořeno tak, že snadno zapadá do pístu 756 a je opatřeno na horní straně rukojetí pro snadné vyjmutí z pístu. Pro dosažení tlaku 4,8 kPa má kombinovaná hmotnost pístu 756 a závaží 758 hodnotu 1390 g, což odpovídá tlaku 9,6 kPa na plochu 28,27 cm<sup>2</sup>. Pro dosažení tlaku 9,6 kPa má zmíněná kombinovaná hmotnost hodnotu 2780 g.

Složky zařízení 710 mají takový rozměr, že průtok syntetické moči složkami fritovaného kotouče fritovaného trychtýře 718, při hydrostatické výšce 10 cm, má hodnotu 36 g/hod/cm<sup>2</sup>. Mezi faktory, které výrazně ovlivňují průtok, patří propustnost fritovaného kotouče ve fritovaném trychtýři 718, a rovněž vnitřní průměry skleněných trubek 724, 730, 734, 742 a 731a a ventilů kohoutků 728 a 740.

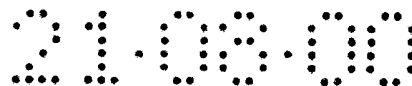


Nádrž 712 je umístěná na analytických vahách 716 (s přesností 0,01 g a posunem menším jak 0,1 g/hod). Váhy jsou spojeny s počítačem, který má software, který může: i) monitorovat změny ve hmotnosti v předem stanovených intervalech, a to od počátku testu PUP; ii) nastavit automatickou inicializaci sběru dat při změnách 0,01 – 0,05 g, a to v závislosti na citlivosti vah. Trubka 724 vstupující do nádrže 712 by se neměla dotýkat dna nádrže ani víka 714. Objem tekutiny v nádrži 712 by měl být tak velký, aby se při měření do trubky 724 nedostal vzduch. Hladina tekutiny v nádrži 712 by na počátku měření měla být 2 mm pod horním povrchem fritovaného kotouče fritovaného trychtýře 718. Lze to realizovat umístěním malého množství kapek na fritovaný disk, a přitom gravimetricky monitorovat tok tohoto množství tekutiny zpět do nádrže 712. Výška hladiny by se neměla podstatně měnit, jestliže sestava píst/válec 720 je umístěná uvnitř trychtýře 718. Nádrž 712 by měla mít dostatečně velký průměr (asi 14 cm), přičemž odstranění asi 40 ml tekutiny by mělo za následek změnu výšky hladiny o méně jak 3 mm.

Před měřením je sestava naplněna roztokem syntetické moči a fritovaný kotouč fritovaného trychtýře se vypláchne tak, že je zaplněn čerstvým roztokem syntetické moči. Pokud to jde, jsou ze spodního povrchu fritovaného kotouče a ze systému spojujícího trychtýř s nádrží odstraněny bubliny. Následující procedury se realizují pomocí sekvenčních operací trojcestného kohoutku:

1. Odstraní se nadbytečná tekutina na horním povrchu fritovaného kotouče z fritovaného trychtýře 718.
2. Výška/hmotnost roztoku v nádrži 712 se nastaví na správnou úroveň/hodnotu.
3. Fritovaná trychtýř 718 se umístí vůči nádrži do správné výšky.
4. Fritovaný trychtýř 718 se zakryje víkem fritovaného trychtýře 722.
5. Nádrž 712 a fritovaný trychtýř 718 se vyváží pomocí ventilů 728 a 740 sestavy kohoutků 726 a 738 v otevřeném stavu.
6. Ventily 728 a 740 se zavřou.
7. Ventil 740 se natočí tak, že se trychtýř otevře směrem do odtokové trubky 744.
8. Systému je dovoleno se v této poloze vyvažovat, a to po uplynutí 5 min.
9. Ventil 740 se vrátí do uzavřené polohy.

Kroky 7-9 dočasně vysuší povrch fritovaného trychtýře 718 tím, že nechají působit malé hydrostatické sání –5 cm. Toto sání se realizuje, jestliže se otevřený konec trubky 744 dostane 5 cm pod úroveň fritovaného kotouče ve fritovaném trychtýři 718, a je přitom naplněný syntetickou močí. Obvykle se během této procedury ze systému odvede 0,2 g tekutiny. Tato procedura zabrání předčasné absorpci syntetické moči, jestliže je sestava



píst/válec 720 umístěná uvnitř fritovaného trychtýře 718. Množství tekutiny, která odtéká z fritovaného trychtýře v průběhu procedury (nazývané korekční hmotnost fritovaného trychtýře) se měří v testu PUP (viz níže) po dobu 15 minut bez sestavy píst/válec 720. Veškerá tekutina odvedená z fritovaného trychtýře během procedury je velmi rychle, při zahájení testu, fritou reabsorbována. Proto je nutné odečíst tuto korekční hmotnost od hmotností tekutiny odstraněné z nádrže během testu PUP (viz níže).

Směs absorpčního polymeru 760 se suší pomocí vhodných postupů, například vysušením při vysoké vakuu, které odpovídají teplotě a dostatečně dlouhé době, čímž se redukuje množství vlhkosti, tak jak je to stanoveno příslušnými technikami, například titrací podle Karla Fischera, nebo termogravimetrickou analýzou, kdy hodnota vlhkosti by měla být menší jak 5 %, lépe menší jak 3 %. Přibližně 0,9 g ( $W_{a p}$ ) vysušované sloučeniny absorpčního polymeru 760 (odpovídající plošné hmotnosti  $0,032 \text{ g/cm}^2$ ) se přidává do válce 754 a stejnoměrně se rozděluje na zmíněnou síťovinu 759. Péče se věnuje tomu, aby se absorpčnímu polymeru 760 zabránilo v ulpívání na vnitřních stěnách válce 754. Píst 756 se vsune do válce 754 a umístí se na povrch absorpčního polymeru 760, přitom je nutné dbát na to, aby píst mohl uvnitř válce volně klouzat. Píst se může jemně natočit, a tím pomoci absorpční polymer distribuovat. Sestava píst/válec 720 se umístí na horní část fritové části trychtýře 718, závaží 758 se zasune do pístu 756 a horní část trychtýře 718 se přikryje víkem 722 fritovaného trychtýře. Po zjištění vyváženého stavu odstartuje se test otevřením ventilů 728 a 740, čímž se spojí trychtýř 718 s nádrží 712. Při automatickém zahájení se data objeví okamžitě, jakmile trychtýř začne znovu absorbovat tekutinu.

Hmotnost tekutiny, která zůstala v nádrži 712 se zaznamenává po jistých časových intervalech po celou dobu trvání testu. PUP kapacita je vypočítávána v kterémkoliv čase  $t$  podle následující rovnice:

$$\text{PUP kapacita}(\text{g/g}, t) = [W_r(t=0) - W_{f c}] / W_{a p},$$

kde  $W_r(t=0)$  je hmotnost v gramech nádrže 712 před její instalací,  $W_r(t)$  je hmotnost nádrže v gramech po uplynutí času  $t$  (1, 2, 4, 8, 16 hodin),  $W_{f c}$  je korekční hmotnost fritovaného trychtýře v gramech (měřeno odděleně) a  $W_{a p}$  je počáteční suchá hmotnost v gramech absorpčního polymeru.

## 2. Test BBS

Tento test stanovuje pevnost směsi absorpčního polymeru vůči roztržení pomocí kuličky. BBS představuje sílu (špičkového zatížení v gram síle) potřebnou k protržení vrstvy směsi absorpčního polymeru, který nabobtnal v roztoku syntetické moči podle procedur



specifikovaných v kapitole způsobu testování. BBS je mírou integrity vrstvy směsi absorpčního polymeru v nabobtnalém stavu.

Vhodné zařízení k realizaci měření BBS je znázorněno na obr.5. Toto zařízení zahrnuje vnitřní válec 270, který se používá k uložení vrstvy absorpčního polymeru 260, dále zahrnuje vnější válec 230, teflonovou plochou spodní miskou 240, krycí desku vnitřního válce 220 a závaží z nerezové oceli 210. Vnitřní válec je zhotoven vyvrtáním tyče z průhledného Lexanu<sup>®</sup> a má vnitřní průměr 6,0 cm (plochu 28,27 cm<sup>2</sup>) a tloušťku stěny kolem 0,5 cm a výšku okolo 1,5 cm. Vnější válec 230 se rovněž zhotoví vyvrtáním tyče z Lexanu<sup>®</sup> a má vnitřní průměr, který je o něco větší než vnější průměr vnitřního válce 270, takže vnitřní válec zapadá do vnějšího válce 230, kde může volně klouzat. Vnější válec 230 má tloušťku stěny okolo 0,5 cm a výšku okolo 1,0 cm. Dno vnějšího válce 230 je pokryto síťovinou 400 z nerezové oceli 250, která je roztažena v směru dvou os ještě před připojením ke dnu válce. Krycí deska vnitřního válce 220 je vyrobena ze skleněné desky o tloušťce 0,8 cm, která má hmotnost 500 g. Závaží z nerezové oceli má hmotnost 1700 g.

U tohoto druhu testu se používá testovací přístroj na tah s testovací zatěžovací buňkou (k dispozici u Intellect-II-Std Tensile Tester vyrobený u Thwing-Albert Instrument Co., Pennsylvania). Podle obr.6 toto zařízení zahrnuje zatěžovací buňku, citlivou na aplikovanou sílu 330, která je vybavena leštěnou sondou ve tvaru koule 290, pohyblivou křížovou hlavou 320, stacionární křížovou hlavou 310, kruhovou spodní tlakovou deskou 280 a horní upínací tlakovou deskou 300, která se používá k pneumatickému upnutí vzorku 260. Spodní upínací tlaková deska 280 je namontována na stacionární křížovou hlavu 310. Obě tlakové desky 280, 300 mají průměr 115 mm, tloušťku 2,9 mm a kruhovitý otvor o průměru 18,65 mm. Sonda z nerezové oceli ve tvaru koule 290 má průměr 15,84 mm. Během testovací procedury BBS se pohyblivá křížová hlava 320 pohybuje směrem nahoru, což má za následek to, že se sonda 290 dotýká vzorku 260 a posléze vzorkem proniká. Při průniku sondy vzorkem se považuje test za ukončený a příslušná data se zaznamenají.

Na obr.5 znázorněné vzorkovací zařízení ukazuje, že vnitřní válec 270 je vložen do vnějšího válce 230. Vzorek směsi absorpčního polymeru o hmotnosti 1,0 g je vložen do vnitřního válce 270, kde je stejnoměrně rozptýlen na 400 síťovině z nerezové oceli 250. Sestavené válce s absorpčním polymerem se přenesou do spodní ploché misky 240 z teflonu, a vnitřní válcovitý krací deska se položí na vnitřní válec 270. Do ploché teflonové misky 240 se nalije 30,0 ml roztoku syntetické moči. Roztok syntetické moči prochází přes síto z nerezové oceli a je absorbován směsí absorpčního polymeru 260. Závaží z nerezové oceli 210 se umístí na krycí desku vnitřního válce 220, a to pět minut po přidání tekutiny. Po



dalších 25-ti minutách se závaží 210 a krycí deska vnitřního válce 220 odstraní. Aby byla celá procedura platná, musí být celé množství roztoku syntetické moči, po uplynutí zmíněné doby, absorbováno směsí absorpčního polymeru. Vnitřní válec 270 s vrstvou nabobtnalého absorpčního polymeru 260 se okamžitě přenáší do testovacího zařízení k provedení měření BBS.

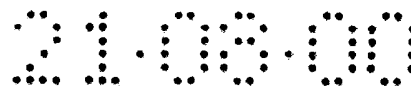
U testovacího zařízení zobrazeného na obr.6 je vnitřní válec 270 s nabobtnalou vrstvou absorpčního polymeru 260 centrálně umístěn na spodní upínací tlakovou desku 280 a je pneumaticky spojen s horní upínací tlakovou deskou 300. Měření se provádí při citlivosti na roztržení 10,00 g a testovací rychlosti 12,7 cm/min. Začne se s měřením, přičemž křížová hlava 320 se pohybuje směrem nahoru až do okamžiku, kdy leštěná kulovitá sonda z nerezové oceli 290 pronikne vrstvou gelu absorpčního materiálu 260. Jakmile je protržení vzorku zaregistrováno, pohybující se křížová hlava 320 se vrátí do výchozí polohy. BBS je vyjádřeno jako špičkové zatížení v gramsíle. Průměr ze tří měření je uveden jako BBS pro danou směs absorpčního polymeru.

### 3. Vodivost slaného roztoku (SFC)

Měření propustnosti a indikace pórovitosti se provádí prostřednictvím vodivosti slaného roztoku gelového základu, tak jak je to popsáno v U.S. patentu 5,562,646 (Goldman a spol.) vydaném 8.října 1996. Tento způsob je modifikován pro systémy absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny, tak to bude popsáno později.

Má se za to, že vzorek absorpčního polymeru, se smíšeným základem iontové výměny, pokračuje v průběhu měření SFC v iontové výměně ze slaného roztoku. Nakonec se kapacita iontové výměny absorpčního polymeru překročí a iontová pevnost roztoku obklopujícího nabobtnalý polymer se zvýší, což má za následek jisté zmenšení nabobtnalosti gelového základu. Množství tekutiny vypuzené z gelu v důsledku zmenšení nabobtnalosti je, ve srovnání s množstvím tekutiny protékající gelovým základem během měření SFC, malé. Jelikož je konečná tloušťka gelového základu podstatně menší než počáteční tloušťka, je konečná tloušťka gelového základu použita k výpočtu hodnot SFC. Použitím hodnot konečné tloušťky gelového základu při výpočtu poskytuje minimální hodnoty SFC dosažené při měření.

I když SFC není přímým měřením pórovitosti, vysoká propustnost pro tekutiny u systému částicových absorpčních polymerů rovněž vyžaduje vysoký stupeň pórovitosti. Tím relativně vysoká hodnota SFC, u směsi absorpčních polymerů se smíšeným základem iontové výměny, ukazuje i na relativně vysokou úroveň pórovitosti.



#### *D. Absorpční prvky*

Absorpční prvky podle tohoto vynálezu zahrnují již dříve popsání směsi absorpčních polymerů, a to s, nebo bez, jiných nepovinných složek, například vláken, termoplastických materiálů a pod. Materiály, kterým se dává přednost, jsou podrobně popsány v odst. 23, řádek 13 až odst.29, řádek 16, v U.S. patentu 5,562,646 (Goldman a spol.). Tyto absorpční prvky zahrnující tyto absorpční polymery mohou fungovat jako prvky skladování tekutiny v absorpčním jádře. Základní funkcí takových prvků skladování tekutiny je absorpce tekutých tělesných výměšků, a to přímo, nebo z jiných absorpčních prvků (z prvků které tekutinu přijímají a dál distribuují), dále jejich zadržování i v případě působení tlaků vyvolaných pohyby uživatele. Je nutné si uvědomit, že absorpční prvky obsahující takový absorpční polymer mohou mít i jiné funkce než zadržování tekutin.

U provedení, kterému se dává přednost, absorpční prvky, podle tohoto vynálezu, obsahují jednu nebo i více oblastí s relativně vysokou koncentrací těchto absorpčních polymerů. Pro poskytnutí relativně tenkých absorpčních výrobků, schopných absorbovat a zadržovat velká množství tělesných tekutin, je žádoucí maximalizovat úroveň těchto absorpčních polymerů a minimalizovat úroveň jiných složek, konkrétně vláknitých složek. Pro udržení těchto absorpčních polymerů ve vysoké koncentraci je důležité, aby tyto polymery měly relativně vysokou požadovanou absorpční kapacitu při působení relativně vysokém tlaku (PUP kapacitu) a vysokou propustnost při působení tlaku (SFC). Je to tak, že polymer, je-li v přítomnosti tekutiny nabobtnalý, poskytuje adekvátní schopnost přijímat tělesné tekutiny, jejich transport zónami nebo vrstvami, s relativně vysokou koncentrací gelu, do jiných oblastí absorpčního prvku a/nebo absorpčního jádra a/nebo tyto tekutiny zadržovat.

Při měření koncentrace směsi absorpčního polymeru v dané oblasti absorpčního prvku, váhové procento absorpčního polymeru vůči kombinované hmotnosti absorpčního polymeru a jiných složek (vláken, termoplastického materiálu atd.), které jsou v dané oblasti absorpčního prvku přítomné. Koncentrace směsi absorpčního polymeru v dané oblasti absorpčního prvku, podle tohoto vynálezu, má hodnotu v rozmezí od 40 do 100 %, nebo od 90 do 100 %. Obecně platí, že čím je koncentrace absorpčního polymeru vyšší, tím je absorpční prvek tenčí a je méně objemný.

#### *E. Absorpční jádra a absorpční výrobky*

Směsi absorpčního polymeru, podle tohoto vynálezu, se mohou použít jako obvyklý absorpční polymer v jakémkoliv absorpčním jádru a/nebo absorpčním výrobku, který se

používá k absorpci tělesných tekutin, tak jak je to popsáno v U.S. patentu 5,562,646 (Goldman a spol.). Tento patent podrobně popisuje absorpční jádra v odst.52, řádek 24, stejně tak absorpční výrobky v odst.52, řádek 25 až odst.54, řádek 9. Takové výrobky zahrnují plenky, výrobky používané při menstruaci a/nebo inkontinenční výrobky pro dospělé osoby. Nahrazením konvenčních absorpčních polymerů, za absorpční polymery se smíšeným základem iontové výměny se stejnou hmotností, lze získat výrobky se zvýšenou absorpční kapacitou. Alternativně platí, že absorpční polymer s nízkou hmotností se může nahradit, aniž by se zvýšila absorpční kapacita výrobku, ale může se získat lehčí, tenčí a méně objemný výrobek.

Zařazení absorpčního polymeru, podle tohoto vynálezu, do jakéhokoliv již popsaného výrobku je pro odborníka v oboru zřejmé. Takové výrobky se vyznačují znaky jako například prodyšností spodní vrstvy, upevňovacími prvky ve formě háček/smyčka (suchý zip), dvousložkovou vláknitou maticí apod.

Absorpční výrobky mohou zahrnovat směsi absorpčního polymeru popsané a uvedené například v U.S. patentu 3.224,926 (Bernardin), vydanému 21.prosince 1965, v U.S. patentu 3,440,135 (Chung), vydanému 22.dubna 1969, v U.S. patentu 3,932,209 (Chatterjee), vydanému 13.ledna 1976, v U.S. patentu 4,035,147 (Sangenis a spol.), vydanému 12.července 1977. Zpevněná vlákna, kterým se dává větší přednost jsou uvedena v U.S. patentu 4,822,453 (Dean a spol.) vydaném 18.dubna 1989, v U.S. patentu 4,888,093 (Dean a spol.), vydanému 19.prosince 1989, v U.S. patentu 5,137,537 (Herrow a spol. ), vydanému 11.dubna 1992, v U.S. patentu 4,818,598 (Wong ), vydanému 4.dubna 1989, v U.S. patentu 5,562,646 (Goldman a spol.), vydanému 8.října 1996, v U.S. patentu 5,217, 445 (Young a spol.), vydanému 8.června 1993, v U.S. patentu 5,360,420 (Lash a spol.), v U.S., patentové přihlášce 08/153,739 (Dragoo a spol.), podané 16.listopadu 1993, v U.S. patentové přihlášce 08/164,049 (Dragoo a spol.), podané 8.prosince 1993, v U.S. patentu 4,260,443 (Lindsay a spol.), v U.S. patentu 4,467,012 (Pedersen a spol.), vydanému 21.srpna 1984, v U.S. patentu 4,715,918 (Lang), vydanému dne 29.prosince 1987, v U.S. patentu 4,851,069 (Packard a spol.), vydanému 25.července 1989, v U.S. patentu 4,950,264 (Osborn), vydanému 21.srpna 1990, v U.S. patentu 4,994,037 (Bernardin , vydanému 19.února 1991, v U.S. patentu 5,009,650 (Bernardin), vydanému 23.dubna 1991, v U.S. patentu (Osborn), vydanému 23.dubna 1991, v U.S. patentu 5,128,082 (Makoui), vydanému 7.července 1992, v U.S. patentu 5,149,335 (Kellenberger a spol.), vydanému 22.září 1992, v U.S. patentu 5,176,668 (Bernardin), vydanému 5.ledna 1993, v U.S patentové přihlášce 141,156 (Richards a spol.), podané 21.října 1993, v U.S. patentu 4,429,001 (Kolpin a spol.), vydanému 31.ledna 1984, v U.S. patentové přihlášce 07/794,745

(Aziz a spol.), podané 19. listopadu 1991, přičemž všechny tyto dokumenty jsou zařazeny pro porovnání.

#### *F. Specifické příklady*

Mírně zesíťovaný, částečně neutralizovaný absorpční polymer poly (kyseliny akrylové) s poměrně vysokou kapacitou PUP ( 33 g/g při tlaku 4,8 kPa, 60 minut) lze získat od Chemdal Corporation of Palantine, Illinois (ASAP-2300 skup. Číslo 426.152). (Podobné vzorky jako AS/PA-2300 jsou k dispozici u The Procter & Gamble CO., Paper technology Division, Cincinnati, OH.) Tento materiál slouží jako kontrolní vzorek a je zde veden jako „kontrolní vzorek“.

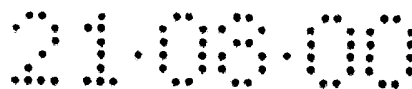
Vzorek absorpčního polymeru, který poskytuje zvýšenou integritu vůči obvyklým polyakrylátovým absorpčním polymerům, lze získat od Nippon Shokubai (skup. # TN37408). Je to polyakrylát s povrchem upraveným polyethyleniminem. Polymer je podrobně popsán v U.S. patentu 5,382,610 podaném 17. ledna 1995 Tento materiál je zde veden pod názvem „vzorek ST“.

#### *Příklad 1*

##### *Příprava absorpčních polymerů s iontovou výměnou*

###### *i) Absorpční polymer s kationtovou výměnou*

Při přípravě absorpčního polymeru s kationtovou výměnou se část kontrolního vzorku přeseje přes síto U.S.A standard 50, čímž se odstraní částice, které mají větší průměr jak 300  $\mu$ . Okolo 50 g přesátého absorpčního polymeru s částicemi menšími jak 300  $\mu$  se převede do tvaru kyseliny, a to rozpuštěním polymeru v zředěném roztoku kyseliny solné, který se připraví přidáním okolo 46,5 g koncentrovaného HCl (Baker, 36,5-38 % HCl) v 900 ml destilované deionizované vody.. Suspenze se opatrně míchá po dobu asi 1,5 hodiny, po uplynutí této doby se absorpční polymer nechá usadit a tekutina se odstraní stáčením. Odstraněná tekutina se nahradí stejným dílem destilované deionizované vody, suspenze se asi hodinu mírně míchá, absorpční polymer se nechá usadit a tekutina se opět odstraní. Proces výměny se opakuje (asi osmkrát) se stejným objemem destilované a deionizované vody tolikrát, až pH odstraňované vody dosáhne hodnoty 5-6. Proces výměny se potom opakuje třikrát s isopropanolem (třída činidla VWR, West Chester, PA), dále třikrát s acetonem (třída činidla VWR), a jednou s bezvodným etherem (třída činidla EM Science, Gibbstown, NJ), Produkt se jemně rozprostře na vrstvu polytetrafluorethylenu a nechá se přes noc uschnout. Po jemném rozrušení stěrkou je produkt vysoušen ve vysokém vakuu po dobu 96-ti hodin při pokojové teplotě, aby se tím odstranila jakákoliv zbytková rozpouštědla. Vzorek se přeseje



přes síto U.S.A. 20, čímž se odstraní jakékoliv větší částice nebo aglomeráty. Přibližně se získá 30 g zesítěného absorpčního polymeru poly (kyseliny akrylové) s iontovou výměnou, který se skladuje v suché atmosféře (vzorek PAA).

*ii) Absorpční polymer s aniontovou výměnou*

Větvený polyethylenimin s průměrnou molekulovou vahou 750,000 g/mol se získá 50-ti % vodním roztokem od Aldrich Chemical Co., Milwaukee, Wisconsin (katalogové číslo 18,917-8, čís.pol. 12922PQ). 20 gramů tohoto roztoku se dále zředí 37 gramy destilované vody a míchá se po dobu 30-ti minut v 250 mililitrové kádince, čímž se dosáhne úplného rozpuštění. Ethylen glykol diglycidyl ether (50 % roztok) v množství 2,14 g se přidá do roztoku polyethyleniminu, získaná směs se míchá při pokojové teplotě po dobu přibližně dvou minut a potom se vloží do odvětrávané pece s teplotou 65°C a ponechá se v ní asi tři hodiny. Výsledkem je gel, který se nechá vychladnout a potom se rozdrťí na menší kousky o průměru asi 1 až 5 mm. Směs se přenese do kádinky s obsahem 4000 ml, která obsahuje dva litry destilované vody, a zde se přes noc míchá. Přebytečná voda se odstraní a zbývající vzorek se ve vysokém vakuu suší po dobu přibližně 96 hodin, čímž se získá lehce zesítěný absorpční polymer polyethyleniminu se smíšeným základem iontové výměny, který se skladuje v suché atmosféře (vzorek BPEI).

*iii) Absorpční polymer se smíšeným základem iontové výměny*

Zesítěný absorpční polymer s aniontovou výměnou (vzorek BPEI) se ochladí na nízkou teplotu a přesívá se v suchém dusíku. Jednotlivé částice velikostní frakce se shromažďují a prosívají se sítem U.S.A standard 25, ale nikoliv sítem U.S.A standard 70 (to znamená frakce s částicemi s průměrem v rozmezí 200 do 700  $\mu$ ).

Smíchá se přibližně stejné hmotnosti přesátého zesítěného absorpčního polymeru poly (kyseliny akrylové) s kationtovou výměnou (vzorek PAA) s přesátým zesítěným absorpčním polymerem polyethyleniminu s aniontovou výměnou (vzorek BPEI), a to z důvodu stejnoměrného rozdělení částic obou typů polymerů ve směsi. Výsledná směs zahrnuje směs absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-1) podle tohoto vynálezu.

*iv) Měření PUP kapacity*

Přibližně 0,9 g absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-1) se převede do válce PUP (popsáno v sekci „Způsob testování“) a jemně se

rozprostře po celé ploše síta zahrnujícího základnu válce. PUP kapacity se stanovují na jednotlivých vzorcích při tlaku 4,8 a 9,6 kPa, s množstvím absorbované tekutiny měřeném v pravidelných intervalech po dobu 16-ti hodin. Změřené PUP kapacity při tlaku 4,8 a 9,6 kPa jsou znázorněny jako funkce času na obr.3 a 4. Vybrané hodnoty dat po 2, 4, 8 a 16 –ti hodinách jsou uvedeny v tab.1

Tab.1  
PUP kapacity směsi absorpčního polymeru

	4,8 kPa 4 hod	4,8 kPa 4 hod	4,8 kPa 4 hod	9,6 kPa 2 hod	9,6 kPa 8 hod	9,6 kPa 16 hod
Vzorek MB-1	44 /g	48 g/g	50 g/g	32 g/g	40 g/g	42 g/g
Kontrolní vzorek	33 g/g	33 g/g	33 g/g	20 g/g	20 g/g	20 g/g

Porovnání kapacit PUP naznačuje, že směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-1) vykazují přibližně 100% nárůst PUP kapacity při tlaku 9,6 kPa a přibližně 40% nárůst PUP kapacity při tlaku 4,8 kPa po 8 hodinách, a to vzhledem ke kapacitám částečně neutralizovaných absorpčních polymerů polyakrylátu, a to při analogických testovacích podmínkách (kontrolní vzorek).

#### v) Měření propustnosti

Měření propustnosti a indikace pórovitosti poskytuje SFC gelového základu, tak jak je to popsáno v U.S. patentu 5,562,646 (Goldman a spol.) vydaném 8.října 1996. Tento způsob je modifikován pro systémy absorpčních polymerů se smíšeným základem iontové výměny, tak jak to již bylo popsáno v sekci „Způsoby testování“. Přibližně 0,9 g směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-1) se přeneso do válce určeného pro měření vodivosti slané roztoku (SFC), kde se jemně rozprostře po celé ploše síta zahrnujícího základnu válce. Hodnoty SFC jsou uvedeny v tab.2

Tab.2

Hodnoty SFC směsí absorpčního polymeru

	Hodnoty SFC
Vzorek MB-1	$\sim 68 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$
Kontrolní vzorek	$\sim 10 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$

Porovnání hodnot SFC ukazuje na to, že pórovitost a propustnost směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-1) je podstatně větší, než je tomu u částečně neutralizované absorpční polymery polyakrylátu (kontrolní vzorek), a to při analogických podmínkách testování

vi) *Integrita gelového základu*

Měření integrity vrstvy směsi absorpčního polymeru v nabobtnalém stavu se provádí pomocí testu BBS, tak jak to již bylo uvedeno. Hodnoty tohoto testu BBS pro vzorek MB-1, vzorek ST a kontrolní vzorek jsou uvedeny v tab.3

Tab.3

Hodnoty BBS směsí absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny

	BBS
Vzorek MB-1	225 gf
Vzorek ST	133 gf
Kontrolní vzorek	17 gf

Porovnání hodnot testu BBS v tab.3 ukazuje na to, že směs absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-1) vykazuje podstatně zvýšenou hodnotu integrity gelové vrstvy při srovnání s hodnotami částečně neutralizovaného absorpčního polymeru akrylátu (kontrolní vzorek) a vzorku ST, a to při analogických testovacích podmínkách.

## *Příklad 2*

### *i) Absorpční polymery s kationtovou výměnou*

Absorpční polymer s kationtovou výměnou se připravuje tak, jak je to popsáno u příkladu 1, sekce i), (vzorek PAA).

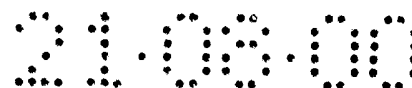
### *ii) Absorpční polymer s aniontovou výměnou*

#### *a) Příprava zesíťovaného polyallylamínu*

Polyallylamin hydrochlorid s nominální průměrnou molekulovou vahou 60,000 g/mol lze získat od Polysciences, Inc. Warrington, Pennsylvania (katalogové číslo 18378, čís. part. 455913). Roztok polyallylamin hydrochloridu se připraví rozpuštěním 16,4 g polymeru v 165 ml destilované vody. Po kapkách se přidává 15,6 g 50% vodného roztoku hydroxydu sodíku za stálého míchání. Do polyallylaminového roztoku se dále, za stálého míchání po dobu dvou minut a při pokojové teplotě, přidává ethylen glykol diglycidyl ether (50% roztok), 2,0 g (Aldrich Chemical Co., katalog. čís. E2,720-3, čís. part. 07405DN), přičemž se výsledný roztok vloží do ventilační pece s teplotou přibližně 65<sup>0</sup>C a ponechá se v ní asi tři hodiny. Výsledný gel se rozdrtí na menší kousky o průměru 5 mm a přenesení se do kádinky s obsahem 4000 ml, ve které se nachází litr destilované vody. Směs se lehce promíchá a nadbytečná tekutiny se vylije. Zbývající vzorek se suší ve vysokém vakuu při teplotě při pokojové teplotě po dobu přibližně 96 hodin, čímž se získá lehce zesíťovaný polyallylaminový absorpční polymer s aniontovou výměnou, který se skladuje v suché atmosféře.

#### *b) Methylace vzorku PAAM*

Do 800g destilované vody se přidá kyselina mravenčí (96% roztok), 21,02 g (Aldrich Chemical Co., katalog. číslo 25,136-4), formaldehyd (37% roztok), 36,56 g (Aldrich Chemical Co., katalog. čís. 25,254-9, čís. part. 04717TZ). 10 gramů zesíťovaného polyallylamínu (vzorek PAAM) se přidá do zmíněného roztoku a nová směs se umístí do pece s teplotou 70<sup>0</sup>C na dobu 24 hodin. Gel se zbaví tekutiny a promíchává se přes noc v 1000 ml vody za účelem odstranění extraktů. Kalový roztok je zbaven tekutiny, která se nahradí jedním litrem 1,7% vodným roztokem hydroxydu sodného, a to z důvodu odstranění nadbytečné kyseliny mravenčí z gelu. Směs se nechá v klidu po dobu asi 24 hodin a polymer se zbaví kalové tekutiny. Proces se opakuje tak dlouho (obvykle třikrát) s jedním litrem 1,7% vodního roztoku hydroxydu sodného, až se dosáhne hodnoty pH 13. Gel se ošetří vakuovou filtrací a



nechá se pře noc nasáknout 3000 ml vody. Přebytečná voda se odstraní a vzorek se suší ve vysokém vakuu při pokojové teplotě po dobu přibližně 96 hodin, čímž se získá lehce zesítený absorpční polymer terciárního polyallylaminu s aniontovou výměnou, který se skladuje v suché atmosféře. NMR spektroskopická analýza indikuje, že přibližně 90% aminových skupin v polymeru jsou methylované skupiny, které tvoří terciární aminové moiety (vzorek t-PAAM).

*iii) Absorpční polymer se smíšeným základem iontové výměny*

Zesítený terciární-polyallylaminový absorpční polymer s aniontovou výměnou (vzorek t-PAAM) se zmrazí a přesívá se v atmosféře suchého dusíku. Shromáždí se frakce s jistou velikostí částic, která prošla sítím U.S.A Series Standard 25, ale neprošla sítím U.S.A. Series Standard 70, (to znamená frakce s částicemi s průměrem v rozmezí od 200 do 700  $\mu$ ).

Smíchá se přibližně 0,29 gramů přesáté směsi zesíteného absorpčního polymeru poly(kyseliny akrylové) s kationtovou výměnou (vzorek PAA) a 0,71 gramů přesátého zesíteného terciárního-polyallylaminového absorpčního polymeru s aniontovou výměnou (vzorek t-PAAM, a získaná směs se rozprostře tak, aby ve směsi byly rovnoměrně rozděleny oba typy částic polymeru. Směs obsahuje absorpční polymer se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-2 podle tohoto vynálezu).

*iv) Měření PUP kapacity*

Přibližně 0,9 gramů směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-2) se přenesou do PUP válce (tak jak je to popsáno v sekci „*Způsoby testování*“) a jemně se rozprostře po celé ploše síta zahrnujícího základnu válce. PUP kapacity se stanoví u jednotlivých vzorků za působení tlaku 4,8 a 9,6 kPa, přičemž se v pravidelných intervalech a po dobu 16-ti hodin měří množství absorbované tekutiny. Naměřené hodnoty PUP kapacity při tlaku 4,8 a 9,6 kPa jsou, jako funkce času, znázorněny na obr.3 a 4. Vybrané hodnoty kapacity v čase 2, 4, 8, 16 hodin jsou uvedeny v tab.4

Tab.4  
PUP kapacity u směsí absorpčního polymeru

	4,8 kPa 4 hod	4,8 kPa 8 hod	4,8 kPa 16 hod	9,6 kPa 2 hod	9,6 kPa 8 hod	9,6 kPa 16 hod
Vzorek MB-2	41 g/g	43 g/g	44 g/g	33 g/g	40 g/g	42 g/g
Kontrolní vzorek	33 g/g	33 g/g	33 g/g	20 g/g	20 g/g	20 g/g

Porovnání kapacit PUP ukazuje, že směsí absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-2) absorbují podstatně více roztoku syntetické moči, než částečně neutralizovaný polyakrylátový absorpční polymer (kontrolní vzorek), a to při testovacích podmínkách, která již byly popsány.

### Příklad 3

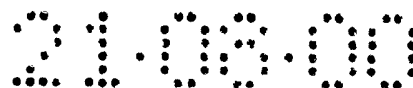
#### i) Absorpční polymer s kationtovou výměnou

Absorpční polymer s kationtovou výměnou se připraví tak, jak je to uvedeno v příkladu 1, sekci i), (vzorek PAA)

#### ii) Absorpční polymer s aniontovou výměnou

##### a) Příprava lineárního polyethyleniminu

Poly(2-ethyl-2-oxazolin) s nominální průměrnou molekulovou vahou 500,000 g/mol lze získat od Aldrich Chemical Co., Milwaukee, Wisconsin (kat. číslo 37,397-4, čís. part. 17223HB). 100 gramů vzorku poly(2-ethyl-2-oxazolinu) se rozpustí v roztoku kyseliny solné, která se připraví smíšením 1000 ml vody a 200 ml koncentrované kyseliny solné. Roztok se zbaví tekutiny při 100°C po dobu 72 hodin a potom se ochladí na pokojovou teplotu. Výrobek se získá usazením roztoku přidáním 256 ml 50% roztoku hydroxidu sodného, a to po kapkách za stálého míchání. Bílá pevná usazenina se vakuově filtruje a omývá se 5000 ml vody. Výrobek se mrazí a suší po dobu 48 hodin, čímž se získá lineární polyethylenimin.



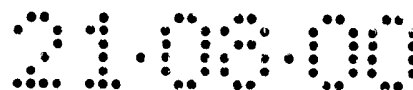
*b) Příprava zesítěného lineárního polyethyleniminu*

5,0 gramů lineárního polyethyleniminu připraveného tak, jak již bylo uvedeno, se rozpustí v 50 ml methanolu. Ethylen glykol diglycidyl ether (50% roztok), 0,5 g (Aldrich Chemical Co., kat. čís. E2,720-3, čís.part. 07405DN) se přidá do roztoku lineárního polyethyleniminu, směs se promíchává při pokojové teplotě po dobu přibližně dvou minut, a potom se umístí do větrané pece s teplotou přibližně 65<sup>0</sup>C po dobu tří hodin. Výsledný gel se rozdrtí na částice s průměrem kolem 5 mm a přes noc se jemně míchá v 500 ml methanolu. Vzorek se zbaví tekutiny, suší se ve vysokém vakuu po dobu přibližně 48 hodin, čímž se získá lehce zesítěný polyethyleniminový absorpční polymer s aniontovou výměnou, který se skladuje v suché atmosféře (vzorek LPRI-1).

*c) Částečná metylace zesíťovaného polyethyleniminu*

5,37 gramů lineárního polyethyleniminu se rozpustí v 45 g methanolu. Ethylen glykol diglycidyl ether (50% roztok), 1,07 gramů (Aldrich Chemical Co., kat. čís. E2,7820-3, čís.part. 07405 DN) se přidá do roztoku lineárního polyethyleniminu, přičemž vzniklá směs se míchá při pokojové teplotě po dobu přibližně dvou minut, dále se vloží do větrané pece s teplotou okolo 65<sup>0</sup>C na dobu tří hodin. Výsledný gel se rozdrtí na částice s průměrem okolo 5 mm, a dále se přes noc míchá v 500 ml methanolu. Vzorek se zbaví tekutiny a suší se ve vysokém vakuu po dobu 48 hodin, čímž se získá lehce zesítěný polyethyleniminový absorpční polymer s aniontovou výměnou, který se skladuje v suché atmosféře (vzorek LPEI-2).

Kyselina mravenčí (96% roztok), 48,44 gramů ((Aldrich Chemical Co., kat. čís.25,136-4), formaldehyd (37% roztok), 81,17 gramů (Aldrich Chemical Co., kat. čís. 25,254-9) se přidá do 370,39 g destilované vody, čímž se získá 500 gramů kompletního roztoku. 46,98 gramů tohoto roztoku se přidá do 5,37 gramů zesítěného lineárního polyethyleniminu (vzorek LPEI-2). Tato směs se naředí 450 ml destilované vody a umístí se na 24 hodin do pece s teplotou 70<sup>0</sup>C. Gel se zbaví tekutiny a přes noc se promíchává v 2500 ml vody, aby se odstranily extrakty. Supernatant se odstraní a nahradí se 20 ml 50% roztokem vodného hydroxidu sodného, čímž se z gelu odstraní nadbytečná kyselina mravenčí. Směs se nechá usazovat po dobu asi tří hodin, polymer se zbaví supernantu. Proces se opakuje (zhruba třikrát) s 20 ml 50% vodného roztoku hydroxidu sodného, až se dosáhne hodnoty pH 13. Gel se ošetří vakuovou filtrací a nechá se přes noc nasáknout v 1000 ml vody. Tekutina supernantu se odstraní a nahradí se 500 ml tetrahydrofuranu. Po 24 hodinách se tetrahydrofuran odstraní a nahradí se 500 ml bezvodného etheru. Po 24 hodinách se ether



odstraní a gel se suší ve vysokém vakuu při pokojové teplotě po dobu 48 hodin.

Spektroskopická analýza NMR výrobku uvádí, že přibližně 65% aminových skupin v polymeru se metylovalo, a tím se vytvořily terciární aminové moiety (vzorek NMEI-65).

### iii) Absorpční polymery se smíšeným základem iontové výměny

Zesítěné lineární polyethyleniminové a poly(N-methylethyleniminové) absorpční polymery s aniontovou výměnou (vzorky LPEI-1 a NMEI-65) jsou odděleně zmrazeny a přesáty v atmosféře suchého dusíku. Shromáždí se frakce jednotlivých materiálů s jistou velikostí, které projdou přes síto U.S.A Series Standard 25, ale neprojdou přes síto U.S.A Series Standard 70 (to znamená frakce s hodnotou průměru částic v rozmezí od 200 do 700  $\mu$ ).

Přibližně jeden gram každého přesátého zesítěného absorpčního polymeru (vzorky LPEI-1 a NMEI-65) se odděleně smíchají s jedním gramem přesátého zesítěného absorpčního polymeru poly(kyseliny akrylové) s kationtovou výměnou (vzorek PAA) tak, aby se částice každého typu polymeru rozdělily rovnoměrně celou směsí. Každá směs zahrnuje směs absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorky MB-3a a MB-3b), podle tohoto vynálezu.

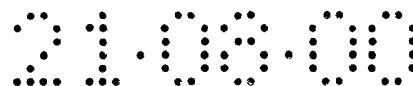
### iv) Měření PUP kapacity

Přibližně 0,9 gramů směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-3a a MB-3b) se přenesou do oddělených PUP válců (tak jak to bylo popsáno v sekci „Způsoby testování“) a jemně se rozloží po celém ploše síta zahrnujícího základnu válce. PUP kapacity se stanoví u jednotlivých vzorků za působení tlaků 4,8 kPa, 9,6 kPa a měření absorbované tekutiny v daných intervalech po dobu 16-ti hodin. Změřené PUP kapacity při tlaku 4,8 a 9,6 kPa jsou znázorněny jako funkce času na obr.3 a 4. Vybrané hodnoty PUP kapacity v čase 4, 8 a 16 hodin jsou uvedeny v tab.5

Tab.5

PUP kapacity absorpčního polymeru s iontovou výměnou

	4,8 kPa	4,8 kPa	4,8 kPa	9,6 kPa	9,6 kPa
Vzorek MB-3a	-	-	-	32	37
Vzorek MB-3b	39 g/g	42 g/g	43 g/g	-	-
Kontrolní vzor.	33 g/g	33 g/g	33 g/g	20 g/g	20 g/g



Porovnání hodnot PUP kapacity naznačuje, že směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-3a a MB-3b) absorbují podstatně více roztoku syntetické moči, než částečně neutralizovaný polyakrylátový absorpční polymer (kontrolní vzorek), a to při testovacích podmínkách popsaných dříve.

#### *Příklad 4*

##### *Příprava absorpčních polymerů s iontovou výměnou*

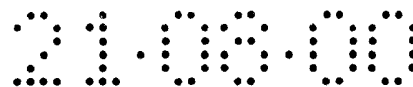
###### *i) Absorpční polymery s kationtovou výměnou*

Homogenně zesíťovaná poly(kyselina akrylová) je syntetizována umístěním 24,03 gramů monomeru kyseliny akrylové (Aldrich Chemical Co., kat.čís. 14,723-0, čís.part.10115JC) v čistém 250 ml kotlíku z pryskyřice. N,N'-methylenbisakrylamid (Aldrich Chemical CO., kat.čís. 14,607-2, čís.part. 0762EQ), 077 g a 2,2' - Azobis (2-amidinopropan) dihydrochlorid (Wako, čís.part. P2197), 0,093 gramů, se rozpustí v 96 gramech vody a přidá se do monomeru kyseliny akrylové v kotlíku z pryskyřice. Kotlík se utěsni a odkaluje dusíkem po dobu 15 minut, a potom se vloží na 16 hodin do pece s teplotou 65°C.

Výsledný gel se ochladí a rozdrtí na kousky s průměrem 1 až 5 mm a suší se ve vakuu při teplotě 70°C po dobu 16 hodin. Vzorek se rozele v mlýnku Wiley a přesaje přes síto U.S.A. 20, čímž se získají homogenně zesíťené částice poly(kyseliny akrylové). Vzorek se dále přesívá přes síto U.S.A Series Standard 25, ale nikoliv přes síto U.S.A Series Standard 70 (frakce s částicemi s průměrem v rozmezí přibližně od 212 do 710 μ) (vzorek PAA-2).

###### *ii) Absorpční polymer s aniontovou výměnou*

0,15 gramů Span 40 (Ruger Chemical Co., čís.part. W4250C12) se přidá do 200 ml cyklohexanu (Aldrich, čís. part. LR00246KR) v 500 ml kotlíku z pryskyřice. Směs se míchá po dobu 30 minut při 60°C, čímž se dosáhne úplného rozpuštění směsi. Rozvětvený polyethylenimin s nominální průměrnou molekulovou vahou 750,000 g/mol je k dispozici jako 50% vodný roztok od Aldrich Chemical Co., Milwaukee, Wiskonsin (kat.čís.18,917-8, čís.part. 12922PQ). 20 gramů tohoto vzorku se dále ředí 30 gramy destilované vody a dále se míchá po dobu 30 minut v 250 ml kádince, aby se směs dokonale rozpustila. Do roztoku polyethyleniminu se přidá ethylen glykol diglycidyl ether (50% roztok), 2,4 g (Aldrich Chemical Co., kat.čís. E2,720-3, čís.part.07405DN) a směs se míchá při pokojové teplotě přibližně jednu minutu, a potom se pomalu za stálého míchání přidává roztoku cyklohexanu. Směs se míchá dvě hodiny při 60°C. Nadbytečný cyklohexan se odfiltruje a zbylé kuličky se opláchnou 200 ml horkým čerstvým cyklohexanem. Kuličky se přes noc nechají nasáknout v



300 ml destilované vody. Nadbytečná voda se potom odfiltruje a zbývající kuličky se omyjí v 1000 ml destilované vody. Zesítené kuličky polyethyleniminu se přenesou do 100 ml nádoby se širokým hrdlem, přidá se 0,005 gramů hydrofóbního křemene (Sipernat D17, CAS čís. 68611-44-9) a směsí se mírně třese, aby se křemík celou směsí rovnoměrně rozdělil. Materiál se suší ve vysokém vakuu přibližně 96 hodin, čímž se získají lehce zesítené polyethyleniminové kuličky absorpčního polymeru, které se skladují v suché atmosféře. Materiál se prosívá, a to z důvodu získání částic, které by prošly sítím U.S.A Series Standard 25, ale které by neprošly sítím U.S.A Series Standard 50 (frakce s částicemi o průměru přibližně v rozmezí od 300 do 700  $\mu$ ) (Vzorek BPEI-2).

*iii) Absorpční polymer se smíšeným základem iontové výměny*

Přibližně stejné váhové množství přesátých a zesítených částic absorpčního polymeru poly(kyseliny akrylové) s kationtovou výměnou (vzorek PAA-2) a přesáté zesítené kuličkovité částice polyethyleniminového absorpčního polymeru s aniontovou výměnou (vzorek BPEI-2) se smísí dohromady, čímž se částice obou typů polymeru stejnoměrně rozptýlí celou směsí. Výsledná směs je směsí absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-4) podle tohoto vynálezu.

*iv) Měření PUP kapacity*

Přibližně 0,9 gramů směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-4) se přenesou do válce PUP (je popsáno v sekci „Způsoby testování“) a jemně se rozprostře po celé ploše síta zahrnujícího základnu válce. PUP kapacity se stanoví pro každý vzorek za působení tlaku 4,8 kPa a 9,6 kPa, a to měřením absorbované tekutiny v pravidelných intervalech po dobu 16-ti hodin. Naměřené hodnoty PUP při zmíněných tlacích jsou uvedeny jako funkce času na obr.xx a obr.yy. Vybrané hodnoty PUP kapacity v čase 2, 4, 8 a 16 jsou uvedeny v tabulce 6



Tab.6  
PUP kapacity směsí absorpčního polymeru

	4,8 kPa 4 hod	4,8 kPa 8 hod	4,8 kPa 16 hod	9,6 kPa 2 hod	9,6 kPa 8 hod	9,6 kPa 16 hod
Vzorek MB-4	30 g/g	33 g/g	36 g/g	25 g/g	30 g/g	32 g/g
Kontrolní vzorek	33 g/g	33 g/g	33 g/g	20 g/g	20 g/g	20 g/g

Porovnání kapacit PUP ukazuje, že směs absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-4) vykazuje přibližně 60% zvýšení hodnot PUP kapacity při tlaku 9,6 kPa a přibližně 9% při tlaku 4,8 kPa po 16-ti hodinách, vůči částečně neutralizovaného polyakrylátového absorpčního polymeru (kontrolní vzorek), a to při analogických podmínkách testování

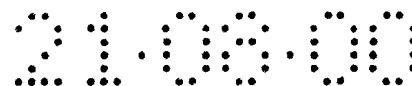
v) *Měření propustnosti*

Měření propustnosti a indikace pórovitosti se provádí pomocí SFC gelového základu, tak jak je to uvedeno v U.S. patentu 5,562,646 (Goldman a spol.) , vydaném 8.října 1996. Tento způsob je modifikován pro systémy absorpčních polymerů se smíšeným základem iontové výměny, tak jak to bylo uvedeno v sekci „*Způsoby testování*“. Přibližně 0,9 gramů směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-4) se přenesou do válce určeného k měření SFC, kde se jemně rozprostře po celé ploše síta zahrnujícího základnu válce. Hodnoty SFC jsou uvedeny v tab. 7

Tab.7  
Hodnoty SFC směsí absorpčního polymeru

	Hodnoty SFC
Vzorek MB4	$\sim 800 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$
Kontrolní vzorek	$\sim 10 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$

Porovnání hodnot SFC ukazuje na to, že hodnoty pórovitosti a propustnosti směsi absorpčního polymeru se smíšeným základem iontové výměny (vzorek MB-4) jsou podstatně vyšší než hodnoty částečně neutralizovaného polyakrylátového absorpčního polymeru (kontrolní vzorek), a to při analogických testovacích podmínkách.



2000-2400

## P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Směs absorpčního polymeru s hodnotou PUP kapacity (chování při působení tlaku), u roztoku syntetické moči při tlaku 4,8 kPa, ve výši alespoň 39 g/g po 4 hodinách a hodnotou SFC (vodivost slané roztoku) ve výši alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
2. Směs absorpčního polymeru podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs má hodnotu SFC alespoň v rozmezí od 50 do  $100 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
3. Směs absorpčního polymeru podle nároku 1 až 2, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa a po 4 hodinách, alespoň 41 g/g.
4. Směs absorpčního polymeru podle kteréhokoliv nároku 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa a po 4 hodinách, alespoň 43 g/g.
5. Směs absorpčního polymeru podle kteréhokoliv nároku 1 až 4, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči při aplikovaném tlaku 4,8 kPa a po 4 hodinách v rozmezí od 39 do 58 g/g.
6. Směs absorpčního polymeru podle kteréhokoliv nároku 1 až 5, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči při aplikovaném tlaku 4,8 kPa a po 4 hodinách v rozmezí od 41 do 55 g/g.
7. Směs absorpčního polymeru podle kteréhokoliv nároku 1 až 6, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa a po 4 hodinách, v rozmezí od 43 do 50 g/g.
8. Směs absorpčního polymeru má i) hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči při aplikovaném tlaku 4,8 kPa a po 4 hodinách alespoň 30 g/g a ii) hodnotu SFC alespoň  $500 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .

9. Směs absorpčního polymeru podle nároku 8, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs má hodnotu SFC alespoň  $500 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
10. Směs absorpčního polymeru podle nároku 8 až 9, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, má po 4 hodinách hodnotu alespoň 35 g/g.
11. Směs absorpčního polymeru podle nároku 8 až 10, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, má po 4 hodinách hodnotu alespoň 40 g/g.
12. Směs absorpčního polymeru podle nároku 8 až 11, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, má po 4 hodinách hodnotu v rozmezí od 30 do 50 g/g.
13. Směs absorpčního polymeru podle nároku 8 až 12, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, má po 4 hodinách hodnotu v rozmezí od 30 do 50 g/g.
14. Směs absorpčního polymeru má i) PUP kapacita v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, má po 8 hodinách hodnotu alespoň 40 g/g a hodnotu SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
15. Směs absorpčního polymeru podle nároku 14, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs má hodnotu SFC alespoň 50 až  $100 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
16. Směs absorpčního polymeru podle nároku 14 až 15, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči má po 8 hodinách a při aplikovaném tlaku 4,8 kPa hodnotu alespoň 42 g/g.
17. Směs absorpčního polymeru podle nároku 14 až 16, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči má po 8 hodinách a při aplikovaném tlaku 4,8 kPa hodnotu alespoň 44 g/g.

18. Směs absorpčního polymeru podle nároku 14 až 17, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči má po 8 hodinách a při aplikovaném tlaku 4,8 kPa hodnotu v rozmezí od 40 do 59 g/g.
19. Směs absorpčního polymeru podle nároku 14 až 18, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči má po 8 hodinách a při aplikovaném tlaku 4,8 kPa hodnotu v rozmezí od 42 do 57 g/g.
20. Směs absorpčního polymeru podle nároku 14 až 19, v y z n a č u j í c í s e t í m , že PUP kapacita v roztoku syntetické moči má po 8 hodinách a při aplikovaném tlaku 4,8 kPa hodnotu v rozmezí od 44 do 55 g/g.
21. Směs absorpčního polymeru má i) PUP kapacita v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, má po 16-ti hodinách hodnotu alespoň 42 g/g a ii) hodnotu SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
22. Směs absorpčního polymeru podle nároku 21, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs má hodnotu SFC v rozmezí od 50 do  $100 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
23. Směs absorpčního polymeru podle nároku 21 až 22, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, alespoň 44 g/g.
24. Směs absorpčního polymeru podle nároku 21 až 23, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, alespoň 46 g/g.
25. Směs absorpčního polymeru podle nároku 21 až 24, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, v rozmezí od 42 do 61 g/g.
26. Směs absorpčního polymeru podle nároku 21 až 25, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, v rozmezí od 44 do 59 g/g.

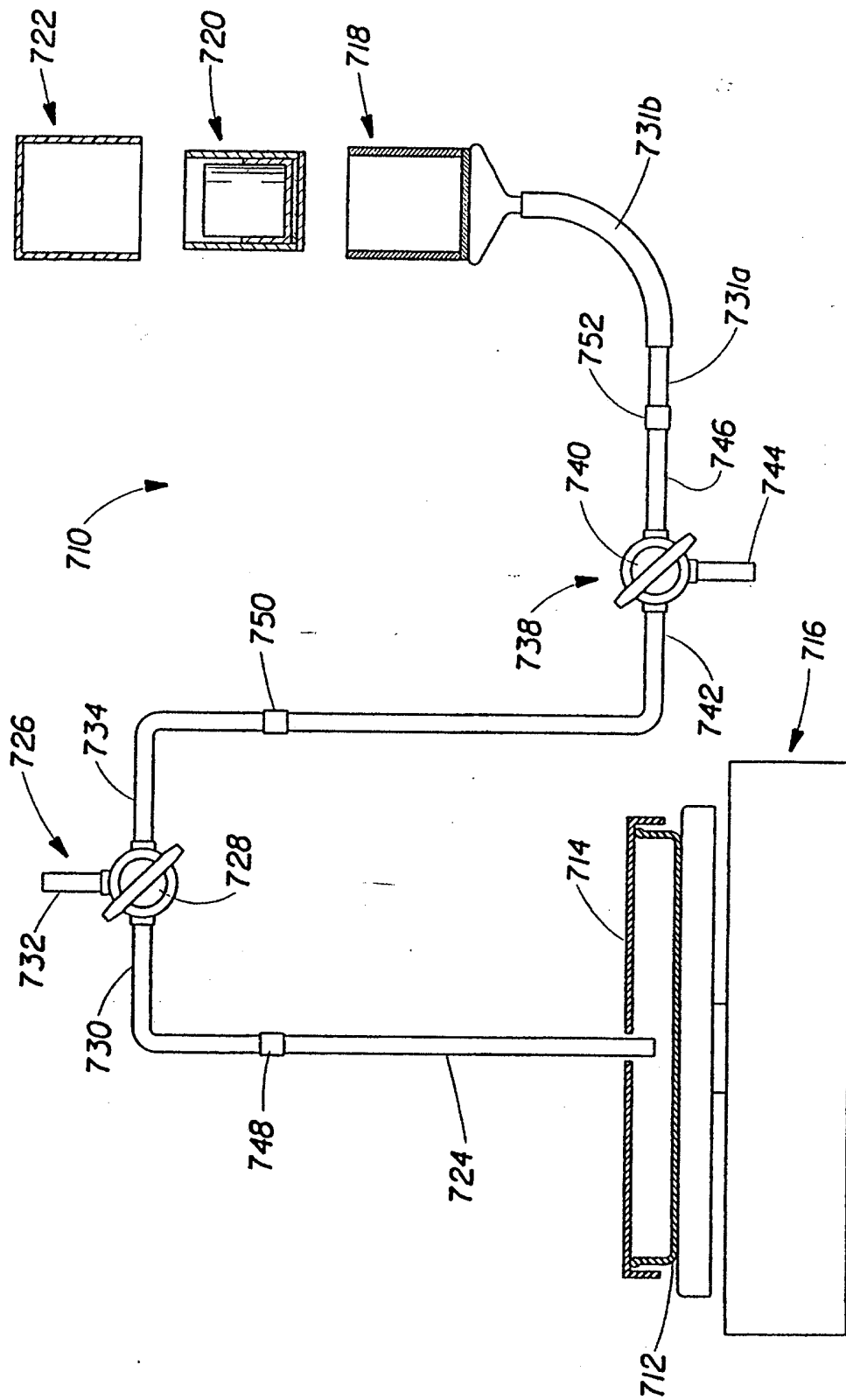
27. Směs absorpčního polymeru podle nároku 21 až 26, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, v rozmezí od 46 do 57 g/g.
28. Směs absorpčního polymeru podle nároku 21 až 27, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 4,8 kPa, v rozmezí od 48 do 54 g/g.
29. Směs absorpčního polymeru má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 35 g/g a ii) hodnotu SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
30. Směs absorpčního polymeru podle nároku 29, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs má hodnotu SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
31. Směs absorpčního polymeru podle nároku 29 až 30, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 36 g/g.
32. Směs absorpčního polymeru podle nároku 29 až 31, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 37 g/g.
33. Směs absorpčního polymeru podle nároku 29 až 32, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 35 do 50 g/g.
34. Směs absorpčního polymeru podle nároku 29 až 33, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 36 do 45 g/g.

35. Směs absorpčního polymeru podle nároku 29 až 34, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči ,při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 37 do 42 g/g.
36. Směs absorpčního polymeru má i)po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči při aplikovaném tlaku 9,6 kPa alespoň 27 g/g a ii) hodnotu SFC alespoň  $500 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
37. Směs absorpčního polymeru podle nároku 36, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs má hodnotu SFC alespoň v rozmezí od 500 do  $1100 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
38. Směs absorpčního polymeru podle nároku 36 až 37, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 33 g/g.
39. Směs absorpčního polymeru podle nároku 36 až 38, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 47 g/g.
40. Směs absorpčního polymeru podle nároku 36 až 39, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 27 do 47 g/g.
41. Směs absorpčního polymeru podle nároku 36 až 40, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 33 do 42 g/g.
42. Směs absorpčního polymeru má i) po 8 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 36 g/g a ii) hodnotu SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
43. Směs absorpčního polymeru podle nároku 42, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs má hodnotu SFC v rozmezí od 50 do  $100 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .



44. Směs absorpčního polymeru podle nároku 42 až 43, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 8 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 38 g/g.
45. Směs absorpčního polymeru podle nároku 42 až 44, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 8 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 40 g/g.
46. Směs absorpčního polymeru podle nároku 42 až 45, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 8 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 36 do 54 g/g.
47. Směs absorpčního polymeru podle nároku 42 až 46, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 38 do 50 g/g.
48. Směs absorpčního polymeru podle nároku 42 až 47, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 4 hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 40 do 46 g/g.
49. Směs absorpčního polymeru má i) po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 37 g/g a ii) hodnotu SFC alespoň  $50 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
50. Směs absorpčního polymeru podle nároku 49, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs má hodnotu SFC v rozmezí od 50 do  $100 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ .
51. Směs absorpčního polymeru podle nároku 49 až 50, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 39 g/g.
52. Směs absorpčního polymeru podle nároku 49 až 51, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, alespoň 41 g/g.

53. Směs absorpčního polymeru podle nároku 49 až 52, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 37 do 56 g/g.
54. Směs absorpčního polymeru podle nároku 49 až 53, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 39 do 52 g/g.
55. Směs absorpčního polymeru podle nároku 49 až 54, v y z n a č u j í c í s e t í m , že má po 16-ti hodinách hodnotu PUP kapacity v roztoku syntetické moči, při aplikovaném tlaku 9,6 kPa, v rozmezí od 41 do 48 g/g.
56. Absorpční prvek sloužící k zadržení vodnatých tělesných výměšků zahrnuje alespoň jednu oblast s absorpčním polymerem podle kteréhokoliv z nároků 1-55.
57. Absorpční výrobek zahrnující pro tekutinu propustnou horní vrstvu, spodní vrstvu a absorpční jádro umístěné mezi horní a spodní vrstvou, je charakteristický tím, že absorpční jádro zahrnuje absorpční prvek podle kteréhokoliv z nároků 1-56.



Obr.1

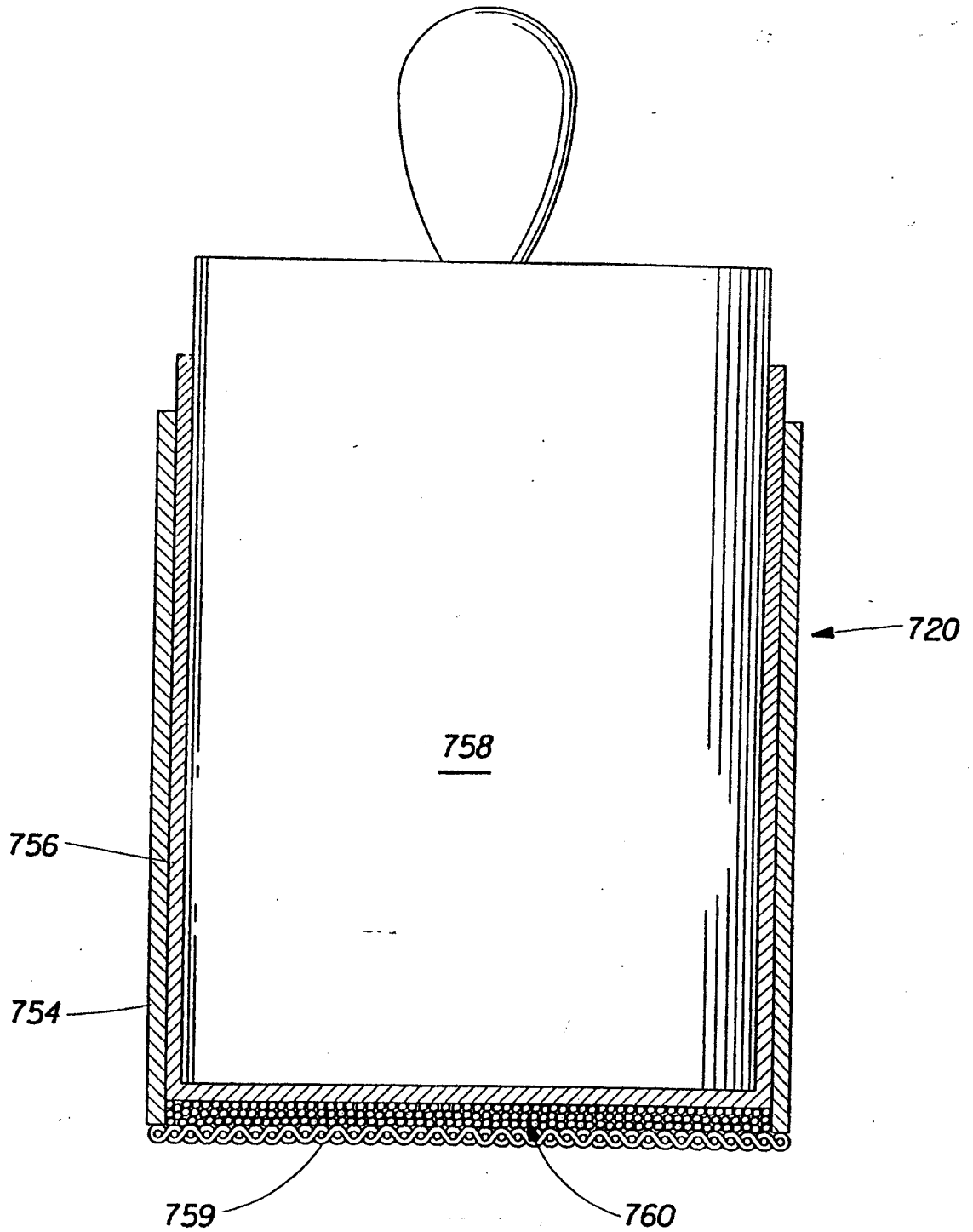
2000-2400

21.08.00

WO 99/34841

PCT/IB98/02086

2/6



Obr.2

2000-2400

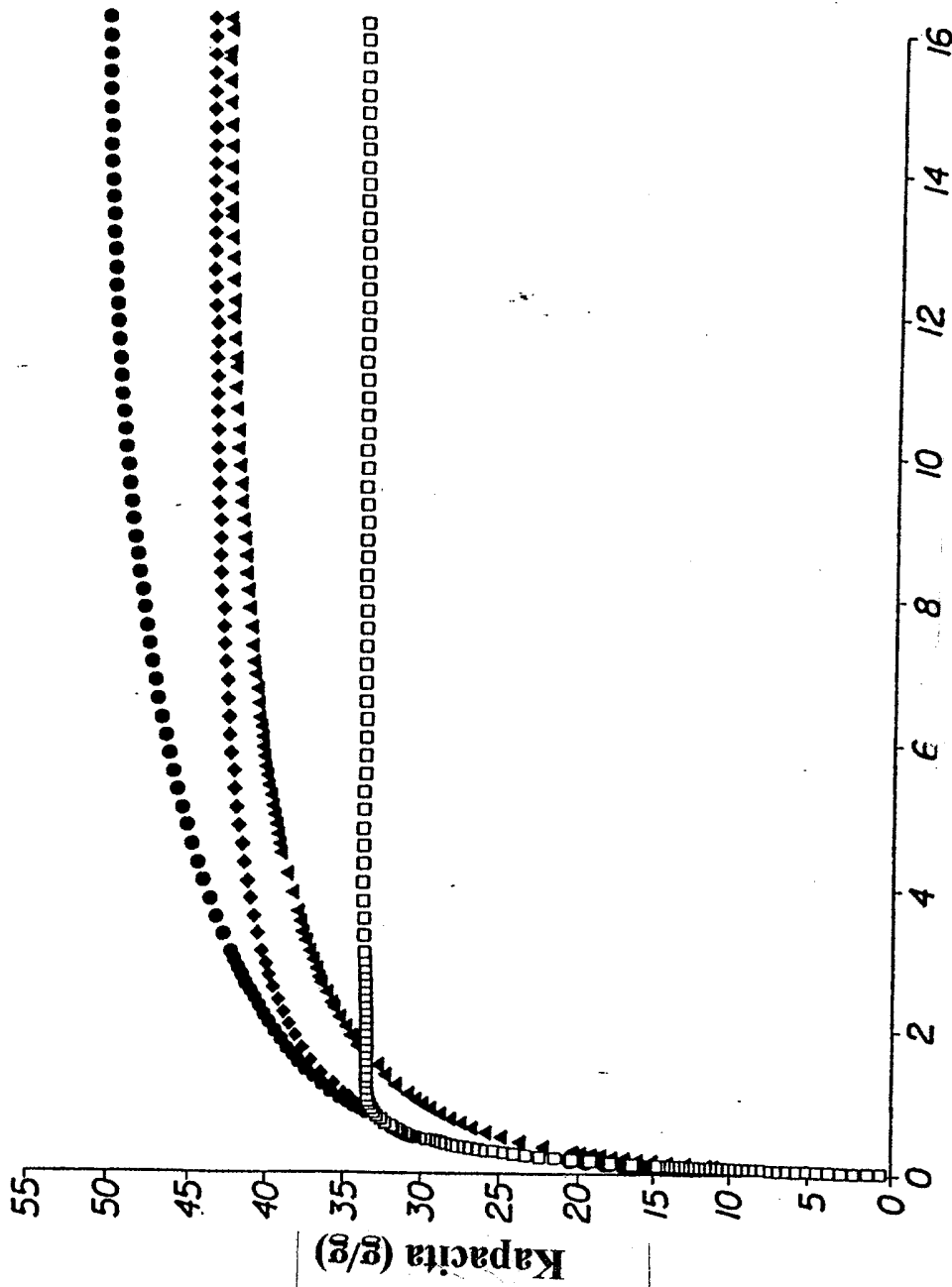
21.09.00

WO 99/34841

PCT/IB98/02086

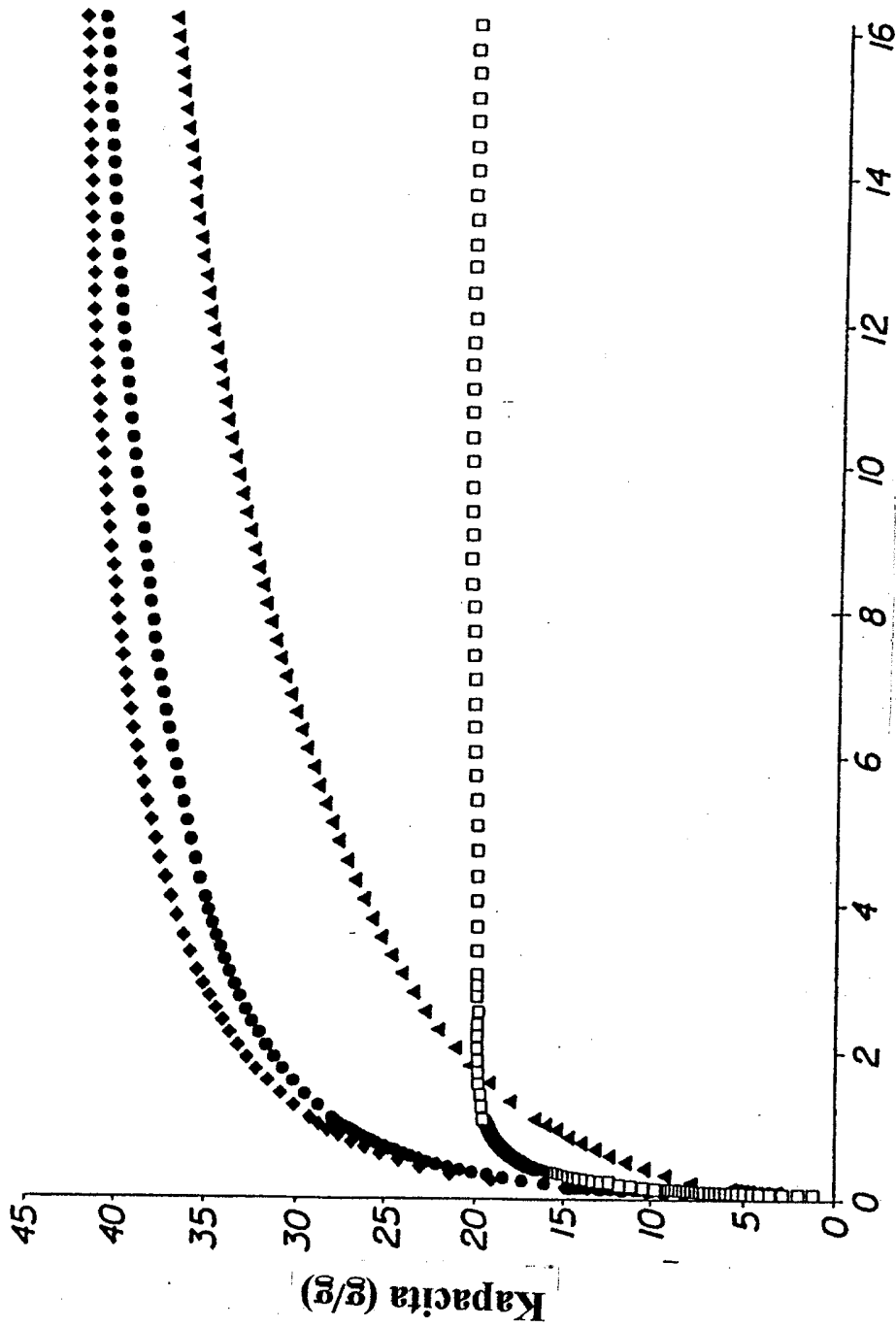
3/6

- Vzorek MB-1
- ◆ Vzorek MB-2
- ▲ Vzorek MB-3b
- Kontrolní vzorek



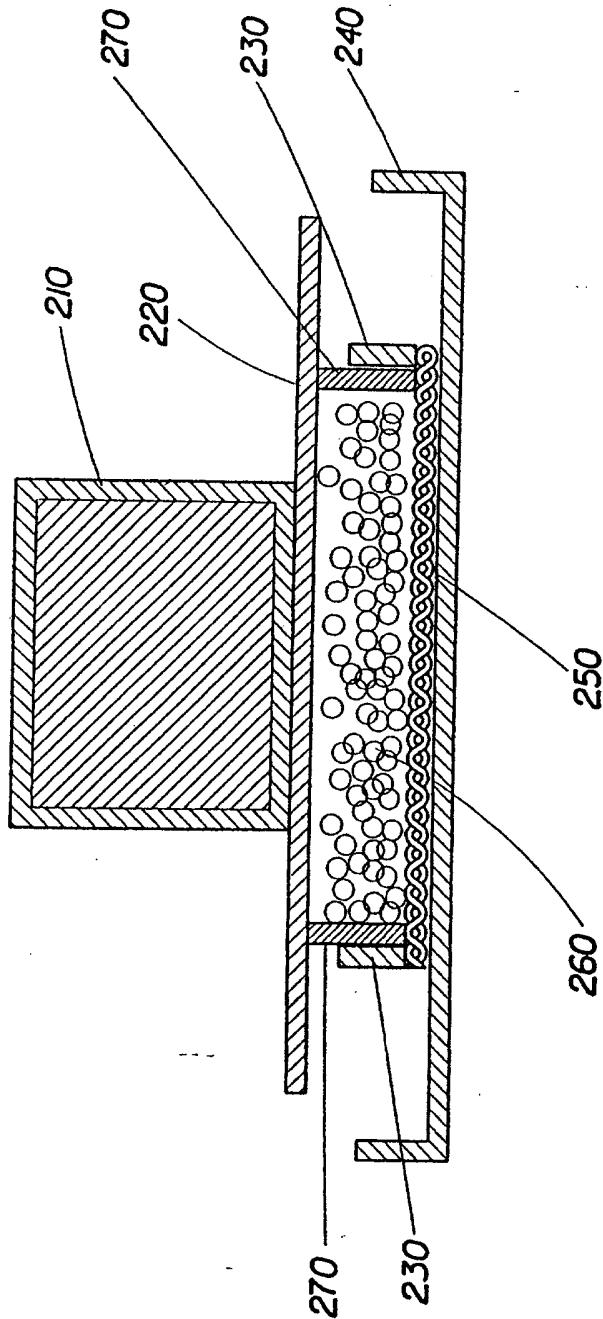
Obr 3.

- Vzorek MB-2
- ◆ Vzorek MB-1
- ▲ Vzorek MB-3a
- Kontrolní vzorek

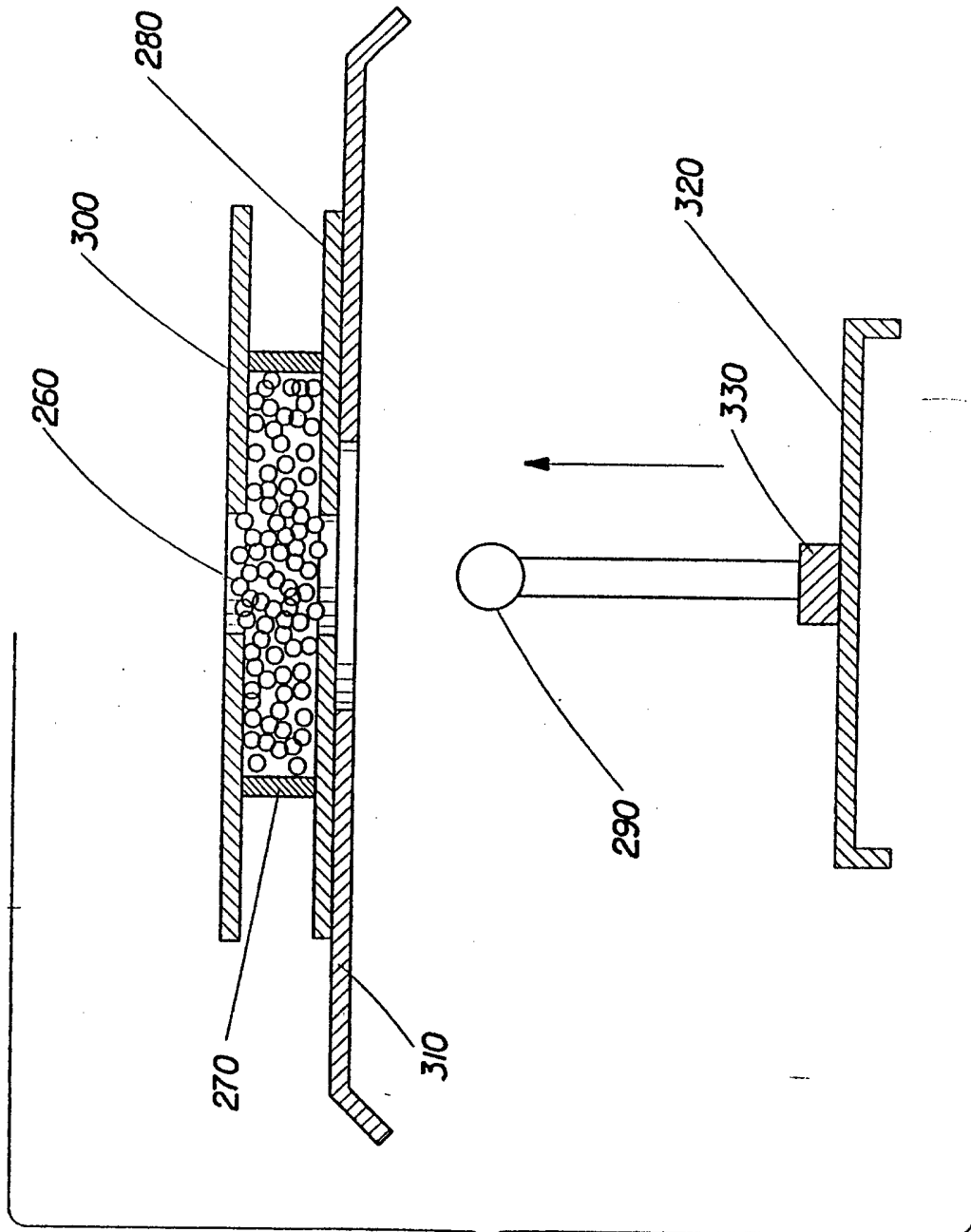


Čas (hod.)

Obr.4



Obr.5



Obr.6