(19)

SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 954535 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS**
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE PUBLIC

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 954535

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
C08J 9/04
A61L 15/60
A61L 15/24

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **18.03.1994**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **25.09.1995**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **15.11.1995**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(86) Kansainvälinen hakemus - Internationell ansökan - International application **18.03.1994 PCT/US1994/002868**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

26.03.1993 US 038580

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **The Procter & Gamble Company,** One Procter & Gamble Plaza, Cincinnati, OH 45202, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Van Phan, Dean,** West Chester, OH 45069, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
2 • **Trokhan, Paul Dennis,** Hamilton, OH 45013, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention
Superabsorboiva polymeerivaahto
Superabsorberande polymerskum

Suberabsorboiva polymeerivaahto

Keksinnön tausta

A) Keksinnön alue

Tämä keksintö koskee superabsorbenttipolymeerivaahtoja ja erityisemmin parannettua superabsorbenttipolymeerivaahtoa, jolla on morfologia, joka tuottaa parannetut absorptio-ominaisuudet, esim. olennaiselta osin jatkuvia keskenään yhteydessä olevia kanavia olennaiselta osin läpi koko vaahdon, ja suhteellisen suuri pinta-alan suhde massaan. Tämän keksinnön mukaiset superabsorbenttipolymeerivaahdot ovat erityisen käyttökelpoisia absorbenttikappaleissa, joita voidaan sisällyttää sellaisiin absorptiovälineisiin, kuten vaippoihin, aikuisten pidätyskyvyttömyystyynyihin, terveyssiteisiin ja vastaaviin. Tämä keksintö koskee myös menetelmiä tällaisen superabsorboivan polymeerivaahdon valmistamiseksi.

B) Taustatietoa

"Superabsorboivat" polymeerimateriaalit (tunnetaan myös nimillä hydrogeelit, hydrokolloidit, osmoottiset aineet ja absorboivat geeliytyvät materiaalit) kykenevät yleisesti absorboimaan suuria määriä nesteitä, kuten vettä ja kehon eritteitä, ja lisäksi ne kykenevät pidättämään tällaisia nesteitä kevyiden paineiden alaisina. Nämä absorptio-ominaisuudet tekevät tällaiset materiaalit erityisen käyttökelpoisiksi sisällytettäviksi absorbenttikappaleisiin, kuten vaippoihin, terveyssiteisiin ja vastaaviin.

Alalla on kuvattu superabsorboivia vaahtoja, jotka on muodostettu superabsorboivasta polymeerimateriaalista. Esimerkiksi US-patentti 4 529 739, myönnetty Scott et al.:lle 16. heinäkuuta 1985 ja US-patentti 4 649 164, myönnetty Scott et al.:lle 10. maaliskuuta 1987, kuvaavat vaahdotettua, veden vaikutuksesta paisuvaa vettä absorboivaa materiaalia, joka on valmistettu kontaktoimalla polymeeriä, jolla voi olla veden vaikutuksesta paisuvuusomi-

naisuus ja joka sisältää happoryhmiä happomuodossa, vaahdotusaineella, joka kykenee neutraloimaan happamat ryhmät. US-patentti 4 808 637, myönnetty Boardman et al.:lle 28. helmikuuta 1989 ja RP-patenttihakemus 0 295 438, julkaisija Boardman 21. joulukuuta 1988, kuvaavat akrylaattisuperabsorbenttikoostumusta, jolla on parantunut absorptionopeus, alhainen jäännöshapon määrä ja matala akrylaattimonomeeripitoisuus, muodostettuna antamalla seoksen akryylihaposta, karbonihapon alkalimetallisuolasta, alumiiniasetaatista, natriumpersulfaatista ja vedestä, reagoida käyttäen mikroaaltolämmönlähdettä. US-patentti 5 154 713, myönnetty Lindille 13. lokakuuta 1992, kuvaa superabsorbenttipolymeeriä, jolla on kohonnut veden absorptionopeus ja joka on saatu lisäämällä, edullisesti ennen polymerointia, superabsorbenttipolymeerin muodostamisessa käytettävään monomeeriliuokseen karbonaattivaahdotusainetta.

Alalla on kuvattu myös vaahtoja, jotka sisältävät partikkelimaisia, vaahdottamattomia superabsorbenttimateriaaleja. Ks. esimerkiksi US-patentti 4 394 930, myönnetty Korpmanille 26. heinäkuuta 1983; US-patentti 4 415 388, myönnetty Korpmanille 15. marraskuuta 1983; sekä Korpmanin julkaisema GB-patenttihakemus 2 136 813A, 26. syyskuuta 1984. Nämä viitteet kuvaavat vaahtotuotteita, jotka on valmistettu kiinteästä partikkelimaisesta superabsorbenttipolymeeristä, vaahdotusaineesta ja nestemäisestä polyhydroksiyhdisteestä. US-patentti 4 725 629, myönnetty Garvey et al.:lle 16. helmikuuta 1988, kuvaa superabsorboivaa polyuretaanivaahtoa, joka perustuu toisiaan lävistävään polymeeriverkostoon silloitettua polyuretaania ja silloitettua additiopolymeeriä, valmistettuna muodostamalla polyuretaanivaahto additiopolymeroituvien monomeerien, silloittavan aineen ja vapaaradikaali-initiaattorin läsnä ollessa.

Vaikka edellä mainitut vaahdot voivat olla käyttökelpoisia absorbenttimateriaaleina, eivät ne ole osoit-

tautuneet optimaalisiksi käytettäviksi kertakäyttöisissä tuotteissa, koska niiden absorptio-ominaisuudet ovat taipuvaisia olemaan rajalliset. Superabsorbenttimateriaalista muodostetut superabsorbenttivaahdot ovat taipuvaisia olemaan tunnettuja siitä, että niissä on epäjatkuvia kanavia. Tällaisissa vaahdoissa on yleensä suhteellisen suuri solukoko ja laaja solukokojakautuma, eli vaahdoilla on halkaisijaltaan suhteellisen suuri kapillaarirakenne, jossa kapillaarin halkaisija vaihtelee laajalla alueella ja satunnaisesti. Uskotaan, että suuri keskimääräinen solukoko ja epäjatkuvat kanavat tuottavat tuloksena vaahtotuotteen, jolla on suhteellisen pieni pinta-alan suhde massaan siten, että osmoottinen imunopeus ei ole optimaalinen. Lisäksi uskotaan, että vaahtokanavien epäjatkuvuus ja laaja solukokojakautuma rajoittavat nesteiden kykyä virrata kapillaariliikkeen voimalla läpi koko vaahtorakenteen. Tämän kapillaariliikkeen rajoitteen uskotaan rajoittavan tällaisilla vaahdoilla sekä osmoottisia että kapillaariabsorptiivisiä ominaisuuksia, erityisemmin kapillaari-imukykyä ja osmoottista imunopeutta. Täten tällaisten vaahtojen absorptionopeudet ja -kapasiteetit ovat yleensä rajoittuneita.

Koostumuksessa, jossa partikkelimaisia superabsorbenttipolymeerimateriaaleja on läsnä vaahdossa, joka on valmistettu ei-superabsorboivasta materiaalista, kuten polyuretaanista, ei vaahdotettu osa koostumuksesta ole tässä määriteltyä superabsorbenttia koska sillä ei ole riittävää kykyä pidättää absorboituja nesteitä. Tästä syystä, vaikka superabsorbenttipartikkeliosuus rakenteesta pystyy pidättämään nesteitä, on vaahdon kokonaiskapasiteetti absorboida ja pidättää nesteitä rajallinen. Lisäksi vaahdon kokonaisabsorptio-ominaisuudet ovat taipuvaisia olemaan rajalliset johtuen partikkelimaisen osuuden suhteellisen pienestä pinta-alan suhteesta massaan verrattuna vaahto-osaan. Tämän uskotaan olevan erityisen tärkeää absorboi-

taessa sellaisia kehon nesteitä, jotka sisältävät korkean moolimassan komponentteja, esim. verta ja kuukautisia. Tällaisten komponenttien uskotaan deaktivoivan partikkelimaisia superabsorbenttimateriaaleja johtuen niiden suuresta moolimassasta suhteessa partikkelimaiseen materiaaliin. Nämä korkean moolimassan komponentit saattavat myös deaktivoida alueita vaahdosta, jolle on tunnusomaista epäjatkuva kanava. Lisäksi polyuretaanimateriaalien käyttö sovelluksissa, jotka on tarkoitettu kosketukseen ihmisen kanssa, kuten vaipoissa, käsittää huolen polyuretaanin valmistuksessa mahdollisesti käytettyjen materiaalien potentiaalisesta toksisuudesta.

Täten superabsorbenttimateriaalien alalla on olemassa jatkuva tarve tuottaa materiaaleja, joilla on suuremmat absorptionopeudet ja suuremmat absorptiokapasiteetit. Erityisemmin on olemassa tarve saada aikaan absorbenttikappaleita, joilla on tällaiset parantuneet absorptio-ominaisuudet, samalla pienentäen absorbenttikappaleen paksuutta. Absorbenttikappaleissa on toivottavaa käyttää materiaaleja, jotka ovat ihmiselle myrkyttömiä. Lisäksi on toivottavaa tuottaa tällaisia materiaaleja ja absorbenttikappaleita kustannustehokkaalla tavalla, esim. yksinkertaisilla ja turvallisilla valmistustekniikoilla.

Tästä syystä tämän keksinnön kohteena on tuottaa superabsorboiva polymeerivaahto, jolla on parannettu absorptionopeus ja parantuneet nesteen jakautumisominaisuudet. Tämän keksinnön lisäkohteena on tuottaa superabsorbenttipolymeerivaahto, jolla on morfologia, joka tuottaa lisääntyneen absorptionopeuden, ja jolle on erityisesti tunnusomaista suuri pinta-alan suhde massaan. Vielä eräs tämän keksinnön kohde on tuottaa tällainen superabsorbenttipolymeerivaahto, jolla ei ole ei-toivottuja riskejä ihmisen terveydelle. Lisäksi tämän keksinnön kohteena on tuottaa kustannustehokas menetelmä tällaisten vaahtojen tekemiseksi.

Vielä eräs tämän keksinnön kohde on tuottaa absorbenttituotteita, -välineitä ja -kappaleita, joilla on parantuneet absorptionopeudet. Edelleen eräs tämän keksinnön kohde on tuottaa absorbenttivälineitä, joiden imuominaisuudet on räätälöity aiotun sovelluksen vaatimusten mukaisesti. Vielä eräs tämän keksinnön kohde on minimoida absorbenttikappaleiden paksuus samalla tuottaen parantuneet imuominaisuudet.

Keksinnön yhteenveto

Tämä keksintö koskee superabsorbenttipolymeerivaahtoa, joka koostuu superabsorboivasta polymeerimateriaalista. Edullisessa suoritusmuodossa vaahdon superabsorboiva polymeerimateriaali on muodostettu olennaiselta osin veteen liukenevasta tyydyttymättömästä monomeeristä, joka sisältää neutraloituja karboksyyliryhmiä, joiden on annettu reagoida olennaiselta osin veteen liukenevan sisäisen silloitusaineen kanssa. Edullisessa suoritusmuodossa monomeeri ja sisäinen silloitusaine paisutetaan vaahdotusaineen ja liuottimen läsnä ollessa siten muodostaen paisunut rakenne liuottimen ollessa liuotin monomeerille ja sisäiselle silloitusaineelle mutta ei vaahdotusaineelle tai superabsorbenttipolymeerimateriaalille (edullisesti vesi). Tämä paisutettu rakenne altistetaan olosuhteille, joissa monomeeri ja sisäinen silloitusaine reagoivat muodostaen siten superabsorboivan polymeerimateriaalin. Paisumista ja reaktiota säädellään siten, että tuloksena olevalla superabsorbenttipolymeerivaahdolla on morfologia, joka tuottaa parantuneen absorptionopeuden, ja jolle voivat olla tunnusomaisia olennaiselta osin jatkuvat keskenään yhteydessä olevat kanavat olennaiselta osin läpi koko vaahdon, ja suhteellisen suuri pinta-alan suhde massaan, pieni keskimääräinen solukoko ja matala tiheys.

Uskotaan, että tämän keksinnön mukaisilla superabsorbenttipolymeervaahdoilla on parantuneet absorptionopeudet ja kapasiteetit suhteessa tunnettuihin superabsorbent-

tivaahtoihin. On havaittu, että kun tämän keksinnön mukaista vaahtoa kontaktoidaan nesteillä, vaahto paisuu yleisesti isotrooppisesti myös kevyiden jauhavien paineiden alaisena, absorboi ja siirtää tällaiset nesteet keskenään yhteydessä oleviin kanaviin, ja imee tällaiset nesteet vaahdon superabsorbenttipolymeerimateriaaliin, jossa ne pysyvät. Koska vaahdossa on olennaiselta osin jatkuvia keskenään yhteydessä olevia kanavia olennaiselta osin koko vaahtorakenteessa, on se taipuvainen absorboimaan nesteitä nopeasti olennaiselta osin rajoittamattomalla kapillaarisiirtymällä, erityisesti pystysuorassa suunnassa. Lisäksi, koska keskenään yhteydessä olevat kanavat sallivat nesteen jakautumisen koko vaahtoon, tuottavat ne vaahdon muodostavan polymeerin nestettä pidättäville ominaisuuksille (osmoottinen absorptio-ominaisuus) lisääntynyttä käyttöä. Kun tämän keksinnön mukaiset keskenään yhteydessä olevat kanavat ovat kylläisiä osmoottiseen imukykyynsä saakka, uskotaan, että ne tuottavat parantuneen kapillaari-imukapasiteetin. Tämän keksinnön mukaisilla vaahdoilla on suhteellisen suuri pinta-alan suhde massaan, mikä parantaa polymeerin osmoottista imunopeutta. Näin vaahdon kokonaisimunopeus ja -kapasiteetti ovat maksimissaan.

Tämän keksinnön mukaisten vaahtojen morfologia voi myös minimoida vaahdon superabsorbenttimateriaalin deaktivoitumista korkean moolimassan nesteiden vaikutuksesta. Lisäksi näillä vaahdoilla on yleensä suurempi joustavuus verrattuna tunnettuihin vaahtoihin, jotka on muodostettu superabsorboivasta polymeerimateriaalista. Lisäksi tämän keksinnön mukaisilla superabsorboivilla polymeerivaahdoilla ei ole ei-toivottuja riskejä ihmisen terveydelle, kuten saattaa olla joillakin tunnetuilla superabsorbenttivaahdoilla.

Tämä keksintö koskee myös parannettuja absorbenttituotteita, absorbenttivälineitä ja absorbenttikappaleita, jotka sisältävät tämän keksinnön mukaisia superabsorbent-

tipolymeerivaahtoja. Uskotaan, että nämä vaahdot parantavat tällaisten välineiden nesteiden käsittelyominaisuuksia siten, että ne ottavat vastaan nesteitä nopeasti ja jakavat ja varastoivat tällaiset nesteet tehokkaasti, siten mahdollistaen seuraavien nestekuormien vastaanottamisen ja siirtämisen. Tuloksena tästä tällaisten tuotteiden, välineiden ja kappaleiden kokonaisabsorptionopeus ja -kapasiteetti kohoaa.

Tämä keksintö koskee myös menetelmiä superabsorbenttipolymeerivaahtojen tekemiseksi. Edullisessa suoritusmuodossa vaahto valmistetaan seuraavasti:

(I) muodostamalla reaktioseos, joka sisältää monomeerin, sisäisen silloitusaineen ja liuottimen;

(II) dispergoimalla reaktioseokseen vaahdotusainetta;

(III) stabiloimalla vaahdotusaineen dispersio reaktioseoksessa;

(IV) paisuttamalla vaahdotusaine;

(V) antamalla monomeerin ja sisäisen silloitusaineen reagoida keskenään siten, että ne muodostavat superabsorbenttipolymeerimateriaalin; ja

(VI) kontrolloimalla dispergointi-, stabilointi-, paisutus- ja reaktiovaiheita siten, että tuloksena olevalla superabsorbenttipolymeerivaahdolla on morfologia, joka tuottaa parantuneen absorptionopeuden ja nesteenjako-ominaisuudet.

Piirustusten lyhyt kuvaus

Vaikka tämän patenttihakemuksen mukana seuraavat patenttivaatimukset, jotka erityisesti osoittavat ja tarkasti määrittelevät tämän keksinnön, uskotaan, että tämä keksintö on helpompi ymmärtää seuraavasta kuvauksesta, johon liittyvät mukana seuraavat piirustukset, joissa:

Kuvio 1 on mikroskooppikuva, joka esittää näkymää ylhäältäpäin tämän keksinnön mukaisen superabsorbenttipo-

lymeerivaahdon reunasta suurennettuna noin 50 kertaa, sekä myös osaa tästä näkymästä suurennettuna noin 250 kertaa.

Kuvio 2 on mikroskooppikuva, joka esittää näkymää ylhäältäpäin kuvion 2 tämän keksinnön mukaisen superabsorbenttipolymeerivaahdon reunasta, otettuna tasossa, joka on kohtisuorassa kuvion 1 reunaan nähden, suurennettuna noin 50 kertaa, sekä myös osaa tästä näkymästä suurennettuna noin 250 kertaa.

Kuvio 3 on tasonäkymä tämän keksinnön mukaisesta kertakäyttöisen vaipan suoritusmuodosta, jossa osia on leikattu pois paljastaen alla olevan rakenteen, vaipan ulomman pinnan ollessa katsojaa kohti.

Kuvio 4 on osittainen leikkaustasokuva tämän keksinnön mukaisesta terveyssidesuoritusmuodosta.

Kuvio 5 on kuvaaja, joka osoittaa viskositeetin ja lämpötilan suhteen tämän keksinnön mukaiselle reaktioseokselle.

Keksinnön yksityiskohtainen kuvaus

Tämän keksinnön mukaiset superabsorbenttipolymeerivaahdot kykenevät absorboimaan suuria määriä fluideja (eli nesteitä), kuten vettä ja/tai kehon eritteitä (esim. virtsaa tai kuukautisia) ja lisäksi ne kykenevät pidättämään tällaisia nesteitä kevyiden paineiden alaisena, kuten sellaisten, joita esiintyy absorbenttikappaleita käytettäessä. Nämä vaahdot muodostetaan superabsorbenttipolymeerimateriaalista, josta yleisesti käytetään nimitystä hydrogeeli, hydrokolloidi, osmoottinen aine ja absorboiva geeliytyvä materiaali. Tässä käytettynä "superabsorbenttipolymeeri" tarkoittaa olennaiselta osin veteen liukenematonta kevyesti silloitettua osittain neutraloitua hydrogeeliä muodostavaa polymeerimateriaalia, joka kykenee absorboimaan ja pidättämään suuria määriä nesteitä, kuten vettä ja/tai kehon eritteitä. Superabsorbenttipolymeerimateriaaleilla on tyypillisesti kyky absorboida ja pidättää kevyiden paineiden alaisina tällaisia nesteitä määrä, joka on

vähintään noin 10 kertaa, edullisesti vähintään noin 15 kertaa, edullisimmin vähintään 50 kertaa, polymeerimateriaalin kuivapaino. "Polymeerivaahdolla" tarkoitetaan rakennetta, joka on tuloksena, kun suhteellisen monomeeritöntä kaasua tai suhteellisen monomeeritöntä nestettä dispergoidaan kuplina nesteeseen, joka sisältää polymeroituvia superabsorbenttipolymeeriä muodostavia reagensseja, mitä seuraa kuplien paisuttaminen ja reagenssien polymerointi nesteessä, joka ympäröi paisutettuja kuplia. Tuloksena oleva polymeroitu, paisutettu rakenne voi olla sellaisen huokoisen kiinteän rakenteen muodossa, joka on yhteenliittymä soluista, joiden välit tai seinämät muodostuvat kiinteästä polymeroidusta materiaalista. Paisutuksen ja polymeroimisen jälkeen itse solut ovat tyypillisesti vapaita suhteellisen monomeerittömästä kaasusta tai nesteestä, joka ennen paisutusta ja polymerointia oli muodostanut kuplat nestedispersioon. Laajimmassa näkökulmassaan tämän keksinnön mukaiset superabsorbenttipolymeerivaahdot koostuvat superabsorbenttipolymeerimateriaalista, joka on muodostettu reaktioseoksesta, joka sisältää (i) superabsorbenttipolymeeriä sisältäviä reagensseja, jotka voidaan saattaa olennaiselta osin liukoisiksi liuottimeen ja (ii) tällaista liuotinta. Vaahdotusainetta dispergoidaan reaktioseokseen, se stabiloidaan ja paisutetaan siten muodostaen paisutettu rakenne. Paisutetun rakenteen muodostamisen aikana tai sen jälkeen superabsorbenttipolymeerin muodostavien reagenssien annetaan reagoida siten muodostaen polymeerimateriaali, joka on olennaiselta osin liukenematonta liuottimeen. (Polymeerimateriaali voi olla, tai se voi olla olematta, superabsorbenttia sillä hetkellä, kun reaktio on edennyt siihen pisteeseen, jossa muodostuu liukenematonta polymeeriä. Mikäli polymeeri ei ole tässä pisteessä superabsorbenttia, sen annetaan reagoida edelleen sen muuttamiseksi superabsorbentiksi.) Dispergointi-, stabilointi-, paisutus- ja reaktiovaiheita kontrolloidaan si-

ten, että tuloksena olevalla polymeerivaahdolla on morfologia, joka tuottaa parantuneet absorptio-ominaisuudet, jota morfologiaa voidaan luonnehtia olennaiselta osin jatkuvilla keskenään yhteydessä olevilla kanavilla olennaiselta osin läpi koko vaahdon, sekä suhteellisen suurella pinta-alan suhteella massaan.

"Vaahdotusaineen dispersiolla" reaktioseoksessa tarkoitetaan sitä, että vaahdotusaine on läsnä reaktioseoksessa erillisten partikkelien muodossa vaahdotusainepartikkeleiden ollessa suhteellisen vapaita superabsorbenttipolymeeriä muodostavista reagensseista ja liuottimesta. "Olennaiselta osin liukoisella" tarkoitetaan sitä, että superabsorbenttipolymeerin muodostava reagenssi (tai muu komponentti, jota kuvataan täten) voi olla liuenneena tai dispergoituneena liuottimeen siten, että liuottimesta on uutettavissa määritelty minimimäärä reagenssia (tai komponenttia). Olennaiselta osin liukoisia reagensseja tai komponentteja ovat ne, joita voidaan liuottaa tai dispergoida liuottimeen siten, että vähintään noin 50 %, edullisesti vähintään noin 60 %, edullisemmin vähintään noin 75 %, edullisimmin vähintään noin 80 %, reagenssista tai komponentista, joka liuotettiin tai dispergoitiin liuottimeen, on uutettavissa. "Olennaiselta osin liukenemattomalla" tarkoitetaan, että reagenssi, komponentti, reaktiotuote tai muu materiaali (mukaan lukien superabsorbenttipolymeerivaahdon superabsorbenttipolymeerimateriaalin), jota kuvataan täten, voidaan liuottaa liuottimeen siten, että alle noin 50 %, edullisesti alle noin 40 %, edullisemmin alle noin 25 %, edullisimmin alle noin 20 %, tällaisesta reagenssista, komponentista, reaktiotuotteesta tai muusta materiaalista, joka liuotettiin tai dispergoitiin liuottimeen, on uutettavissa. Sopiva menetelmä uutettavien aineiden määrän määrittämiseen on kuvattu jaksossa Koemenetelmät. Tässä muodostetuilla olennaiselta osin liukenemattomilla polymeerimateriaaleilla on tyypillisesti suhteelli-

sen korkea painokeskimääräinen moolimassa, esim. vähintään noin 200 000 g/mol. Tällainen korkea moolimassa on tyypillinen ominaisuus verkkosilloitetuille polymeereille, joissa on tietty verkkosilloittumisen aste. Tätä vastoin "olennaiselta osin liukoiset polymeerit" ovat tyypillisesti olennaiselta osin lineaarisia, eli polymeerimolekyyli on yleisesti kaksiulotteinen ja siinä ei ole lainkaan tai on ainoastaan vähän silloittumista.

Edullisessa suoritusmuodossa superabsorbenttipolymeerivaahto koostuu superabsorbenttipolymeerimateriaalista, joka on muodostettu:

(I) olennaiselta osin vesiliukoisesta tyydyttymättömästä monomeeristä, joka sisältää neutraloituja karboksyyliryhmiä; ja

(II) olennaiselta osin veteen liukenevasta sisäisestä silloitusaineesta, jonka annetaan reagoida monomeerin kanssa.

Edullinen superabsorbenttipolymeerivaahto muodostetaan edullisesti muodostamalla ensin reaktioseos, joka sisältää monomeerin, sisäisen silloitusaineen sekä sopivaa liuotinta (edullisesti vettä). Sitten dispergoidaan vaahdotusaine stabiilisti reaktioseokseen, mitä seuraa vaahdotusaineen paisuttaminen ja monomeerin ja sisäisen silloitusaineen välinen reaktio siten muodostaen vaahto, joka koostuu olennaiselta osin veteen liukenemattomasta polymeerimateriaalista. (Riippuen reagenssien tyypistä ja olosuhteista tämä liukenematon polymeerimateriaali voi olla tai se voi olla olematta superabsorbentti, ja sen vuoksi se saattaa vaatia edelleen reagointia, esim. karboksyyliryhmien neutralointia ja/tai lisää polymeerimateriaalin silloittamista sen muuttamiseksi superabsorbentiksi.) Dispergointi-, stabilointi-, paisutus- ja reaktiovaiheita kontrolloidaan siten, että vaahdolla on morfologia, jota voidaan luonnehtia keskenään yhteydessä olevilla kanavilla sekä suhteellisen suurella pinta-alan suhteella massaan.

Reaktioseoksen muodostaminen

Yksi edullisen reaktioseoksen komponentti on olennaiselta osin veteen liukeneva monomeeri, joka sisältää neutraloituja tai neutraloitavissa olevia karboksyyliryhmiä. Monomeeri sisältää edullisesti riittävästi karboksyyliryhmiä, jotta sen lineaarinen polymeeri on olennaiselta osin vesiliukoista (eli karboksyyliryhmät ovat hydrofiilisiä). Myös seoksia tällaisista monomeereistä voidaan käyttää.

Karboksyyliryhmiä sisältäviä monomeerejä ovat happo-, happoanhydridi- ja esteriryhmiä sisältävät monomeerit. Nämä monomeerit voivat sisältää myös muita hydrofiilisiä ryhmiä, kuten hydroksyyliryhmiä, amidiryhmiä, aminoryhmiä, nitriiliryhmiä tai kvaternäärisiä ammoniumsuolaryhmiä. Edullisesti monomeeri sisältää happotyyppisiä hydrofiilisiä ryhmiä. Edullisemmin monomeeri sisältää ainakin noin 5 mol-%, edullisemmin vähintään noin 10 mol-%, happoryhmiä.

Karboksyyliryhmiä sisältäviä monomeerejä ovat olefiinisesti tyydyttymättömät hapot, niiden esterit ja anhydridit, jotka sisältävät ainakin yhden olefiinisen hiili-hiili-kaksoissidoksen. Erityisemmin nämä monomeerit voidaan valita olefiinisesti tyydyttymättömistä karboksyylihapoista, tällaisten karboksyylihappojen estereistä, happoanhydrideistä, sulfonihapoista, tällaisten sulfonihappojen estereistä, sekä minkä tahansa kahden tai useamman edellä mainituista monomeereistä seoksista.

Olefiinisesti tyydyttymättömiä karboksyylihappo- ja karboksyylihappoanhydridimonomeerejä ovat akryylihapot ja niiden johdannaiset, joista tyypillisiä ovat itse akryylihappo, metakryylihappo, etakryylihappo, alfa-klooriakryylihappo, alfa-syaaniakryylihappo, beeta-metyyliakryylihappo (eli krotonihappo), alfa-fenyyliakryylihappo, beeta-akryylioksipropionihappo ja beeta-stearyyliakryylihappo; maleiinihappo; ja maleiinihappoanhydridi. Muita tämäntyyppi-

siä monomeerejä ovat sorbiinihappo, alfa-kloorisorbiinihappo, angelihappo, kanelihappo, p-kloorikanelihappo, itakonihappo, sitrakonihappo, mesakonihappo, glutakonihappo, akonitiinihappo, fumaarihappo ja trikarboksietyleeni.

Olefiinisesti tyydyttymättömiä sulfonihappomonomeerejä ja niiden johdannaisia ovat alifaattiset tai aromaattiset vinyylisulfonihapot, kuten vinyylisulfonihappo, allyylisulfonihappo, vinyylitolueenisulfonihappo ja styreenisulfonihappo; sekä akryyli- ja metakryylisulfonihappojohdannaiset, kuten sulfoetyyliakrylaatti, sulfoetyylimetakrylaatti, sulfopropyyliakrylaatti, sulfopropyylimetakrylaatti, 2-hydroksi-3-akryyloksipropyylisulfonihappo, 2-hydroksi-3-metakryylioksipropyylisulfonihappo ja 2-akryyliamido-2-metyylipropaanisulfonihappo.

Karboksyyliryhmät (esim. happoryhmät) ovat ainakin osittain neutraloituja kationeilla, jotka kykenevät muodostamaan monomeerin kanssa suolan muodostaen monomeerin, jossa on neutraloituja karboksyyliryhmiä. Tällaisia suolan muodostavia kationeja ovat esimerkiksi alkali- tai maa-alkalimetallit, ammonium, substituoitu ammonium ja amiinit, kuten on yksityiskohtaisemmin kuvattu Re. US-patentissa 32 649, Brandt et al., 19. huhtikuuta 1988, sisällytetään tähän viitteenä. Neutralointi on helppoa suorittaa millä tahansa tavanomaisella tavalla, joka tuottaa tuloksena ainakin 25 mol-%, edullisemmin ainakin noin 50 mol-%, edullisimmin ainakin noin 75 mol-%, karboksyyliryhmien kokonaismäärästä neutraloinnin. Karboksyyliryhmät on edullista neutraloida ennen olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin muodostamista, esim. neutralointi suoritetaan edullisesti monomeerille tai sen vesiliukoiselle polymeerille.

Monomeerejä, joissa on muita hydrofiilisiä ryhmiä kuin karboksyyliryhmiä, voidaan käyttää karboksyyliryhmiä sisältävän monomeerin kanssa. Muita hydrofiilisiä ryhmiä ovat hydroksyyliryhmät, amidiryhmät, aminoryhmät, nitrii-

liryhmät ja kvaternääriset ammoniumsuolaryhmät. Tällaisia ryhmiä sisältävät monomeerit ovat hyvin tunnettuja materiaaleja ja niitä on kuvattu tarkemmin yksityiskohdin esim. US-patentissa 4 076 663, myönnetty Masuda et al.:lle 28. helmikuuta 1978; ja US-patentissa 4 062 817, myönnetty Westermanille 13. joulukuuta 1977; jotka patentit sisällytetään tähän viitteiksi. Monomeerissä voi olla läsnä yksi tai useampia tällaisten hydrofiilisten ryhmien tyyppejä.

Vaikka tämä kuvaus käsittelee yleisesti monomeeriä, edellytetään, että olennaiselta osin veteen liukenevia homopolymeerejä, kopolymeerejä tai monomeerin reaktiotuotteita voidaan myös käyttää monomeerimuodon lisäksi tai sen sijasta. Tällaisia vaihtoehtoisia lähtöaineita ovat olennaiselta osin vesiliukoiset homopolymeerit monomeeristä ja olennaiselta osin vesiliukoiset reaktiotuotteet monomeeristä tai sen homopolymeeristä ja sisäisestä silloitusaineesta. Esimerkiksi olennaiselta osin lineaarinen olennaiselta osin vesiliukoinen homopolymeeri voidaan muodostaa saattamalla monomeeri tunnettuihin polymerointiolosuhteisiin. Olennaiselta osin vesiliukoinen osittain silloitettu polymeeri voidaan myös muodostaa antamalla monomeerin tai sen lineaarisen polymeerin reagoida (esim. lämmittäen) silloitusaineen, kuten tässä kuvattujen sisäisten silloitusaineiden, kanssa. Tällaisella polymeerillä olisi tyypillisesti matala silloittumisen taso, esim. alle noin 5 %.

Edellä kuvatut monomeerin polymeerit (erityisesti monomeerin lineaarinen polymeeri) voivat olla edullisia lähtöaineita reaktioseoksen viskositeetin hallitsemiseksi siten auttaen sellaisen vaahdon muodostumista, jolla on haluttu morfologia, erityisesti suhteellisen pieni solukoko. Yleisesti reaktioseoksella, jossa käytetään tällaisia polymeerejä, on suurempi viskositeetti verrattuna reaktioseokseen, jossa lähdetään itse monomeeristä. Tällaisten polymeerien käyttö voi myös olla erityisen edullista, sil-

loin kun halutaan vaahtoja, joissa on matala jäännösmonomeeripitoisuus, koska jäännösmonomeeri, joka voi olla läsnä monomeerin polymeerissä (esim. monomeerin lineaarisessa polymeerissä), voidaan poistaa tunnetuilla menetelmillä, esim. nopealla paineenalennuksella ennen käyttöä reaktioseoksessa.

Edullinen reaktioseos sisältää lisäksi olennaiselta osin vesiliukoista sisäistä silloitusainetta. Sopivia sisäisiä silloitusaineita ovat yhdisteet, jotka kykenevät reagoimaan monomeerin kanssa muodostaen olennaiselta osin veteen liukenematonta, edullisesti superabsorboivaa polymeerimateriaalia. Edullisesti tämä sisäinen silloitusaine on sellaista, että reaktioseoksella on aktivoitumislämpötila, joka on suurempi kuin vaahdotusaineen höyrystymislämpötila ja kriittinen lämpötila. Aktivoitumislämpötila on se lämpötila tietylle reaktioseokselle, jossa sisäinen silloitusaine reagoi monomeerin kanssa muodostaen korkean moolimassan verkkosilloittuneen polymeerin. Aktivoitumislämpötila voidaan määrittää differentiaalipyyhkäisykalorimetrialla (DSC). DSC-tekniikkaa on yleisesti kuvattu teoksessa Analytical Calorimetry, Vol. 3, Roger S. Porter et al., Plenum Press (1974), sivuilla 17 - 44, sisällytetään tähän viitteeksi. Sopiva DSC-laitteisto on Perkin-Elmer DSC 7 Series Thermal Analysis System, saatavissa Perkin-Elmeriltä, Norwalk, CT, USA. Sopiva menetelmä aktivoitumislämpötilan määrittämiseksi on kuvattu manuaalissa Perkin-Elmer 7 Series Thermal Analysis System, Perkin-Elmer, Jan. 1990, sisällytetään tähän viitteeksi.

Sopivia sisäisiä silloitusaineita ovat yhdisteet, joissa on ainakin kaksi polymeroituvaa kaksoissidosta; yhdisteet, joissa on ainakin yksi polymeroituva kaksoissidos ja ainakin yksi monomeerin kanssa reaktiivinen funktionaalinen ryhmä; yhdisteet, joissa on ainakin kaksi monomeerin kanssa reaktiivista funktionaalista ryhmää; sekä polyvalenttiset metalliyhdisteet, jotka voivat muodostaa ionisia

sidoksia. Voidaan käyttää yhtä tai useampaa sisäistä silloitusainetta. Tyypillisiä sisäisiä silloitusaineita on kuvattu tarkemmin yksityiskohdin edellä mainitussa US-patentissa 4 076 663. Tietyn sisäisen silloitusaineen valinta määräytyy osittain sisäisen silloitusaineen halutusta reaktionopeudesta monomeerin kanssa tietyssä lämpötilassa, jonka nopeuden voi tavallinen alan tuntija helposti määrittää. Sisäinen silloitusaine on edullisesti valittu ryhmästä, johon kuuluvat N,N'-metyleenibisakryyliamidi, triallyyliamiini, triallyylifosfaatti ja di- tai polyglysidyylieetterit alifaattisista polyvalenttisista alkoholeista. Edullisimmin käytetään N,N'-bismetyleenibisakryyliamidia.

Sisäinen silloitusaine on tyypillisesti läsnä reaktioseoksessa määränä, joka on noin 0,001 - noin 5 mol-% perustuen seoksessa olevan monomeerin kokonaismoolimäärään (eli noin 0,01 - noin 20 paino-osaa perustuen 100 paino-osaan monomeerimateriaalia. Reaktioseos sisältää myös liuotinta. Sopivia liuottimia ovat mitkä tahansa, joihin monomeeri ja sisäinen silloitusaine ovat olennaiselta osin liukoisia ja joihin superabsorbenttipolymeeri ja vaahdotusaine ovat olennaiselta osin liukenemattomia. Sopivilla liuottimilla on myös höyrystymislämpötila, joka on suurempi kuin vaahdotusaineen höyrystymislämpötila ja reaktioseoksen kriittinen lämpötila, ja edullisesti korkeampi kuin aktivoitumislämpötila. Edullisessa suoritusmuodossa, jossa käytetään olennaiselta osin vesiliukoisia monomeerejä, liuotin on edullisesti vesi, vesiliukoinen alkoholi (esim. alempi alkoholi, kuten metanoli, etanoli, propanolit ja butanolit), tai seos mistä tahansa kahdesta tai useammasta tällaisesta yhdisteestä. Kaikkein edullisimmin liuotin on vesi. Vaikka eri komponenttien pitoisuuksia reagenssiseoksessa voidaan vaihdella laajalla alueella, kunhan dispergointi-, stabilointi-, paisutus- ja reaktiovaiheet voidaan suorittaa, sisältää reaktioseos yleensä

noin 1 paino-osan monomeeriä noin 1 paino-osaa liuotinta kohti.

Reaktioseos voi sisältää myös erilaisia valinnaisia komponentteja, mukaan lukien pinta-aktiiviset aineet, polymerointi-initiaattorit ja viskositeetin säätöaineet. Absorboivissa geeliytyvissä materiaaleissa tavanomaisia lisäaineita, kuten antioksidantteja ja deodorantteja, voidaan myös lisätä.

On erityisen toivottavaa lisätä reaktioseokseen ainakin yhtä pinta-aktiivista ainetta. Pinta-aktiivinen aine voi olla mitä tahansa vaahtojen alalla yleisesti tunnetuista valittuna sen kyvyn stabiloida vaahdotusaineen dispersio reaktioseoksessa mukaan. Pinta-aktiivinen aine saattaa auttaa sellaisen superabsorbenttipolymeerivaahdon muodostamisessa, jolla on haluttu morfologia. Pinta-aktiivisen aineen uskotaan olevan erityisen käyttökelpoinen tavoiteltaessa suhteellisen pieniä keskimääräisiä solukokoja ja suhteellisen kapeita solukokojakautumia vaikuttamalla vaahdotusaineen partikkelikokoon ja partikkelikokojakautumaan.

Silloin, kun liuotin on vesi tai vesiliukoinen ja vaahdotusaine on olennaiselta osin veteen liukenematon, ovat sopivia pinta-aktiivisia aineita ionittomat pinta-aktiiviset aineet, joissa on sekä hydrofiilisiä että hydrofobisia ryhmiä. Voidaan käyttää yhtä tai useampia pinta-aktiivisia aineita tällaisten ryhmien tuottamiseksi. Sekä hydrofiilisten että hydrofobisten ryhmien läsnäolo voi toimia parantaen stabiloitumista estämällä faasien erottuminen "öljymäiseen" vaahdotusainefaasiin ja reagenssin "vesifaasiin". Tällaisten ryhmien seos mahdollistaa pinta-aktiivisen järjestelmän räätälöimisen dispersion stabiilisuuden parantamiseksi riippuen reaktioseoksen komponenttien vastaavasta hydrofiilisyydestä tai hydrofobisuudesta. Yleisesti hydrofobisten ryhmien suhteen hydrofiilisiin ryhmiin kohotessa stabiilisuus paranee, edellyttäen että

läsnä on riittävästi hydrofiilisiä ryhmiä estämään faasien erottumisen. Edullisesti pinta-aktiivinen aine (tai pinta-aktiivinen seos) valitaan niin, että se sopii vaahdotusaineen hydrofiili-lipofiili-tasapainon (eli HLB) arvoon. Olennaiselta osin veteen liukenemattomien vaahdotusaineiden tapauksessa vaahdotusaine on helpompi stabiloida, kun pinta-aktiivisen aineen HLB-arvo alenee. Järjestelmää emulgointiaineen HLB-arvon sovittamiseksi yhteen tai useampaan emulgoitavaan ainesosaan on kuvattu teknillisessä julkaisussa Meaning of HLB Advantages and Limitations, ICI Americas Inc., 1984, sisällytetään tähän viitteenä.

Ioniton pinta-aktiivinen aine on edullisesti valittu ryhmästä, johon kuuluvat lineaariset alkoksyloidut alkoholit, lineaariset alkyylifenoksyloidut alkoholit sekä näiden esterit. Edullisia ovat etoksyloidut kopolymeerit sorbitaanirasvahappoestereistä, kuten etoksyloidut kopolymeerit sorbitaanimonolauraatista (saatavilla nimellä TWEEN^{R}20, ICI Americas, Inc.) ja sorbitaanimono-oleaatista (saatavilla nimellä TWEEN^{R}80, ICI Americas, Inc.). Seoksia edellä mainituista pinta-aktiivisista aineista olennaiselta osin hydrofobisten (eli lipofiilisten) pinta-aktiivisten aineiden kanssa voidaan myös käyttää. Sopivia hydrofobisia pinta-aktiivisia aineita ovat sorbitaanirasvahappoesterit, kuten sorbitaanimonolauraatti (saatavilla nimellä SPAN^{R}20, ICI Americas, Inc.) ja sorbitaanimono-oleaatti (saatavilla nimellä SPAN^{R}80, ICI Americas, Inc.).

Vaikka pinta-aktiivisen aineen määrää voidaan vaihdella, on yleisesti toivottavaa käyttää tarvittavaa minimimäärää vaahdotusaineen stabiloitumisen aikaansaamiseksi. Minimimäärän käyttäminen voi estää tai minimoida haitallisen vaikutuksen tuloksena olevan vaahdon absorptio-ominaisuuksiin johtuen pinta-aktiivisen aineen jäämästä, ja yleenstä se antaa tuotteelle hintahyötyä. Pinta-aktiivista ainetta käytetään tyypillisesti määrä, joka on noin kymmenesosa vaahdotusaineen määrästä. Pinta-aktiivinen aine

voidaan lisätä reaktioseokseen tai esisekoittaa vaahdotusaineen kanssa ja dispergoida myöhemmin reaktioseokseen.

Valinnainen initiaattori on erityisen käyttökelpoinen initioimaan polymerointia, yleensä monomeerin ja sisäisen silloitusaineen. Initiaattori on tavallisesti edullinen koska se tyypillisesti alentaa sisäisen silloitusaineen aktivoitumislämpötilaa. Initiaattori on erityisen sopiva, silloin kun halutaan suurempi reaktion nopeus, ja sen vuoksi se on yleisesti edullinen kustannustehokkaan valmistuksen kannalta. Lisäksi initiaattori on erityisen käyttökelpoinen, silloin kun vaahto muodostetaan nestettä imevälle alustalle. Initiaattorin aktivoituessa ja siten polymeroitumisen initioituessa dispersion viskositeetti tyypillisesti kohoaa. Viskositeetin kohoaminen saattaa toimia helpottaen halutun vaahtokuvion muodostamista nestettä imevälle alustalle.

Initiaattori voi olla mikä tahansa tavanomainen polymerointi-initiaattori. Initiaattori on edullisesti olennaiselta osin liukoinen liuottimeen ja se valitaan osittain perustuen aiottuun polymeroinnin aikaansaavaan menetelmään. Näin ollen käyttökelpoisia initiaattoreita ovat valon ja lämmön vaikutuksesta aktivoituvat initiaattorit. Esimerkiksi silloin kun halutaan ohuita vaahtokalvoja, voidaan käyttää valon vaikutuksesta aktivoituvaa initiaattoria aikaansaamaan nopea reaktio, silloin kun seos altistetaan valosäteilylähteelle. Vaihtoehtoisia polymerointi-initiaattoreita ovat vapaaradikaali-initiaattorit, mukaan lukien esimerkiksi perhappiyhdisteet, kuten natrium-, kalium- ja ammoniumpersulfaatit, kaprylyyliperoksidi, bentsoyyliperoksidi, vetyperoksidi, kumeenihydroperoksidit, tert-butyylidiperftalaatti, tert-butyyliperbentsoaatti, natriumperasetaatti, natriumperkarbonaatti ja vastaavat. Tavanomaisia redox-initiaattorijärjestelmiä voidaan myös käyttää, esim. järjestelmiä, joissa yhdistetään edellä esitettyjä perhappiyhdisteitä pelkistäviin

aineisiin, kuten natriumbisulfiittiin, L-askorbiinihappoon tai rautasuoloihin. Käytettävä initiaattorin määrä voi olla polymeerialalla tavanomaisesti käytetty määrä. Initiaattoria käytetään tyypillisesti määränä korkeintaan noin 5 mol-%, edullisesti noin 0,001 - 0,5 mol-%, perustuen polymeroituvan monomeerin kokonaismoolimäärään.

Vielä eräs edullinen valinnainen reaktioseoksen komponentti on viskositeetin säätöaine. Viskositeetin säätöaine toimii yleisesti kohottaen reaktioseoksen viskositeettiä ja se on erityisen käyttökelpoinen kontrolloimaan reaktioseokseen dispergoidun vaahdotusaineen partikkelikokoa. Yleisesti reaktioseoksen viskositeetin kohotessa partikkelikokoa on helpompi hallita. Täten viskositeetin säätöainetta voidaan käyttää dispergoimaan ja stabiloimaan vaahdotusaine reaktioseokseen. Viskositeetin säätöaine voi myös helpottaa stabiilin dispersion pinnoittamista tai painamista alustalle, erityisesti nestettä imevälle alustalle. Kohottamalla reaktioseoksen viskositeettiä aine voi helpottaa halutun vaahtokuvion muodostumista alustalle. Viskositeetin säätöaine voi myös estää tai minimoida liuottimen erottumisen reaktioseoksesta (eli partitioitumisen), erityisesti silloin kun stabiili dispersio levitetään nestettä imevälle alustalle, siten edistäen sellaisen tasaisen tuotteen muodostumista, jolla on optimaaliset ominaisuudet. Sopivat viskositeetin säätöaineet ovat edullisesti olennaiselta osin liuottimeen liukenevia. Esimerkkejä veteen liukenevista viskositeetin säätöaineista ovat karboksimetyyliselluloosa, hydroksietyyliselluloosa ja polyakryylihappo. Viskositeetin säätöainetta lisätään tyypillisesti määränä alle noin 2 %, tyypillisemmin alle noin 1 %, monomeerin kokonaispainosta.

Stabiilin dispersion muodostaminen

Reaktioseokseen muodostetaan stabiili dispersio vaahdotusaineesta lisäämällä vaahdotusainetta reaktioseokseen, tyypillisesti joko reaktioseoksen muodostamisen ai-

kana tai sen jälkeen; dispergoimalla vaahdotusaine; ja stabiloimalla dispersio. Vaahdotusaine dispergoidaan reaktioseokseen ja stabiloidaan, jotta muodostuu stabiili epäjatkuva faasi vaahdotusainetta (eli vaahdotusaineen "partikkelit") reaktioseosfaasissa. Nämä vaahdotusainepartikkelit ovat suhteellisen puhtaita monomeeristä, sisäisestä silloitusaineesta ja liuottimesta.

Sopivia vaahdotusaineita ovat mitkä tahansa tavanomaiset vaahdotusaineet, jotka ovat olennaiselta osin liukenemattomia liuottimeen ja joiden partikkelikokoa voidaan kontrolloida ja stabiloida niiden ollessa dispergoituna reaktioseokseen. Lisäksi vaahdotusaine kykenee kontrolloituun paisumiseen. Sopivilla vaahdotusaineilla on siis höyrystymislämpötila (eli kiehumispiste), joka on alempi kuin liuottimen höyrystymislämpötila tietyssä paineessa. Vaahdotusaineella on myös edullisesti kiehumispiste, joka on alempi kuin kriittinen lämpötila, jotta se mahdollistaisi vaahdotusaineen riittävän paisumisen ennen olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin muodostumista. Esimerkkejä vaahdotusaineista on kuvattu teoksessa Chemical Encyclopedia, H. Lasman, National Polychemicals, Inc., Vol 2, sivulla 534, sisällytetään tähän viitteeksi. Edullisessa suoritusmuodossa, jossa liuottimena käytetään vettä, ovat sopivat vaahdotusaineet olennaiselta osin veteen liukenemattomia nesteitä, joiden kiehumispiste on alle noin 100 °C, edullisemmin alle noin 80 °C, edullisimmin alle noin 50 °C. Tyypillisesti vaahdotusaineen kiehumispiste on alueella noin -20 - noin 80 °C, edullisesti noin -20 - noin 50 °C. Tällaisia vaahdotusaineita ovat alifaattiset ja aromaattiset hiilivedyt ja halogeenihiilivedyt, jotka voivat olla syklisiä tai alisyklisiä, lineaarisia tai haaroittuneita ja tyydyttyneitä tai tyydyttymättömiä. Esimerkkejä vaahdotusaineista ovat pentaanit, heksaanit, heptaanit, bentseeni, substituoidut bentseenit, kloorimetaanit, kloorietaanit, kloorifluorimetaanit ja kloorifluore-

taanit, kuten on kuvattu edellä mainitussa teoksessa Chemical Encyclopedia. Edullisesti käytetään pentaania (esim. n-pentaania, 2-metyylibutaania ja/tai 2,2-dimetyylipropaania) tai 1,1,2-triklooritrifluorietaania. Vaikka käytettävä vaahdotusaineen määrä voi vaihdella laajalla alueella liittyen siihen, että saadaan vaahto, jolla on haluttu morfologia, lisätään vaahdotusainetta yleensä määränä noin 5 - noin 50 osaa 100 osaa (painosta) monomeeriä kohti. Tyypillisesti käytetään noin 20 - noin 30 osaa vaahdotusainetta 100 osaa (painosta) monomeeriä kohti.

Vaahdotusaine voidaan dispergoida reaktioseokseen kohdistamalla siihen leikkausvoimia (eli suurleikkausnopeussekoituksella) ja, mikäli tarpeen, kontrolloimalla vaahdotusainefaasin viskositeettisuhdetta reaktioseosfaasiin (tässä käytettynä viskositeettisuhde viittaa vaahdotusainefaasin viskositeettia jaettuna reaktioseosfaasin viskositeetilla) ja/tai käyttämällä pinta-aktiivista ainetta. Dispergoitumisprosessia säädetään siten, että saadaan haluttu vaahdotusainepartikkeleiden koko. Dispergoidun vaahdotusaineen partikkelikoko vaikuttaa solukokoon (mukaan lukien solukokojakautuma), vaahtokanavien keskenään yhteydessä oloon sekä tuloksena saatavan superabsorbenttipolymeerivaahdon pinta-ala/massasuhteeseen. Partikkelikokoon vaikuttavia ilmiöitä ovat leikkausnopeus, pinta-aktiivisen aineen tyyppi, viskositeettisuhde sekä reaktioseoksen isotrooppisuus. Näitä ominaisuuksia kontrolloidaan edullisesti siten, että vaahdotusaineen partikkelikoko minimoidaan. Vaahdotusaine dispergoidaan tyypillisesti partikkelikokoon, joka on alle noin 10 mikronia, edullisesti alle noin 5 mikronia, edullisemmin alle noin 2 mikronia. Partikkelikoon minimi on edullisesti noin 0,1 mikronia.

Suhteellisen pienen vaahdotusaineen partikkelikoon aikaansaamiseksi on edullista käyttää suhteellisen suurta leikkausvoimaa vaahdotusaineen dispergoimiseksi. Yleisesti

mitä suurempi leikkausnopeus, sitä pienempi on vaahdotusaineen keskimääräinen partikkelikoko. Haluttaessa olennaiselta osin tasaisen koon partikkeleita, on tyypillisesti edullista, että koko seoksessa on tasainen leikkausvoima.

Tietyllä reaktioseoksella, vaahdotusaineella, lämpötilalla ja leikkausvoimalla vaahdotusaineen partikkelikoko tyypillisesti pienenee, kun dispergoidun vaahdotusainefaasin viskositeettisuhdetta jatkuvaan reaktioseosfaasiin pienennetään. Viskositeettisuhteen pienentyessä vaahdotusaineen partikkelikokoa on helpompi säätää pienempään partikkelikokoon. Tästä syystä on yleensä edullista minimoida viskositeettisuhde. Tyypillisesti viskositeettisuhde on sellainen, että viskositeettisuhde on pienempi kuin noin 0,5, edullisemmin pienempi kuin noin 0,25.

Viskositeettisuhdetta on edullista alentaa käyttämällä jatkuvassa reaktioseosfaasissa ja/tai matalan viskositeetin vaahdotusaineessa viskositeetin säätöainetta. Viskositeettisuhdetta voidaan myös muutella muuttamalla reaktio-olosuhteita, esimerkiksi reaktioseoksen lämpötilaa tai reagenssipitoisuutta ("reagenssi" viittaa superabsorbenttipolymeeriä muodostaviin materiaaleihin, mukaan lukien monomeerin ja sisäisen silloitusaineen). Yleisesti lämpötilan laskiessa tai reagenssipitoisuuden kohotessa viskositeettisuhde alenee. Viskositeettisuhde muuttuu myös reaktioseoksessa läsnä olevien superabsorbenttipolymeeriä muodostavien materiaalien reaktiivisuuden myötä. Reaktio-olosuhteita ja reagenssityyppejä voidaan sen vuoksi muutella liuoksessa tapahtuvan reaktion nopeuden ja sen myötä liuoksen viskositeetin säätämiseksi. Yleisesti, kun reaktio etenee kohti olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerimateriaalin muodostumista (eli lineaarisen polymeerin muodostuessa monomeeristä), liuoksen viskositeetti kohoaa ja viskositeettisuhde pienenee. Lisäksi viskositeettisuhdetta voidaan alentaa käyttämällä alussa monomeerin olennaiselta osin veteen liukenevaa polymeeriä super-

absorbenttipolymeeriä muodostavana materiaalina. Haluttaessa suhteellisen tasainen partikkelikoko on edullista, että reaktioseos on olennaiselta osin isotrooppista, eli reaktioseoksen komponentit sekoitetaan keskenään siten, että ne ovat olennaiselta osin tasaisesti koko seoksessa.

Dispersio, jossa on haluttu vaahdotusaineen partikkelikoko, stabiloidaan edullisesti ennen paisutus- ja reaktiovaiheita olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerivaahdon muodostamiseksi. Stabilointi tapahtuu edullisesti samanaikaisesti dispergoinnin kanssa. "Stabiililla", "stabiloidulla" jne. tarkoitetaan, että dispergoidun vaahdotusaineen haluttu partikkelikoko säilyy riittävän ajan, jotta se mahdollistaa monomeerin ja sisäisen silloitusaineen reaktion modostaen olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerivaahdon, jolla on haluttu morfologia, esim. olennaiselta osin jatkuvat keskenään yhteydessä olevat kanavat olennaiselta osin läpi koko vaahdon ja suhteellisen pieni solukoko, matala tiheys, ja suuri pinta-alan suhde massaan.

Voidaan käyttää mitä tahansa menetelmää dispersion stabiloimiseksi. Edullisesti dispersion stabiloimiseksi käytetään pinta-aktiivista ainetta. Yleisesti mitä pienempiä ja tasaisempia ovat vaahdotusainepartikkelit, sitä stabiilimpi on dispersio. Tästä syystä stabilointia voidaan auttaa myös säätämällä viskositeettisuhdetta. Yleisesti mitä matalampi on viskositeettisuhde annetulla leikkausvoimalla, sitä pienempi on vaahdotusaineen partikkelikoko ja sitä stabiilimpi dispersio.

Paisutus ja reaktio

Sen jälkeen kun vaahdotusaineesta on muodostettu stabiili dispersio, jolla on haluttu partikkelikoko, vaahdotusaine paisutetaan paisutetun rakenteen muodostamiseksi, ja monomeerin tai monomeerin ja sisäisen silloitusaineen annetaan reagoida muodostaen olennaiselta osin veteen liukenematonta polymeeriä (eli muodostuu paisutettu, olen-

naiselta osin liuottimeen liukenematon polymeerirakenne). Edullisessa suoritusmuodossa, jossa liuotin on vesi, polymeeri on olennaiselta osin veteen liukenematonta.

Paisutusta ja reaktiota säädetään siten, että sillä hetkellä, kun muodostuu olennaiselta osin veteen liukenematonta polymeeriä, paisutetulla rakenteella on morfologia, joka on olennaiselta osin sellainen kuin halutaan superabsorbenttipolymeerivaahdolle (polymeerin ei ole pakko olla superabsorbenttiä liukenemattomuuden saavuttamisen hetkellä). Vaahdotusaineen paisumista säädetään edullisesti yhdessä monomeerin tai monomeerin ja sisäisen silloitusaineen reaktion kanssa siten, että muodostuu superabsorbenttipolymeerivaahto, jossa on olennaiselta osin jatkuvia keskenään yhteydessä olevia kanavia olennaiselta osin läpi koko vaahdon, keskimääräinen solukoko alle noin 100 mikronia, pinta-alan suhde massaan ainakin noin 0,2 m^2/g, ja tiheys alle noin 0,5 g/cm^3.

Yleisesti stabiloidun dispersion vaahdotusainepartikkelit paisutetaan siten, että vältetään vaahdotusaineen liiallista koaguloitumista sen paisuessa, eli vaahdotusainepartikkelit yleensä paisuvat suhteessa niiden alkuperäiseen stabiloidun partikkelin kokoon ja muotoon dispersiossa. Tyypillisesti vaahdotusainepartikkelit paisuvat noin 10 kertaa niiden alkuperäiseen kokoon. Paisutuksen aikana tai sen jälkeen (edullisesti jälkeen) monomeerin tai monomeerin ja sisäisen silloitusaineen annetaan reagoida muodostaen olennaiselta osin veteen liukenematon polymeeri ja siten stabiloiden paisunut rakenne (muodostuu olennaiselta osin veteen liukenematon polymeerivaahto).

Yleisesti vaahdotusaineen paisumisnopeutta ja reaktioseoksen viskoelastisia ominaisuuksia olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin muodostuessa kontrolloidaan samanaikaisesti siten tuottaen avosoluinen vaahto, jolla on haluttu morfologia. Jos paisuminen on liian nopeaa tai liian hidasta suhteessa olennaiselta osin veteen

liukenemattoman polymeerin muodostumiseen, vaahdolla ei ehkä ole haluttua morfologiaa, erityisesti haluttua pinta-alan suhdetta massaan. Reaktioseoksen ja/tai muodostuvan polymeerin elastisuuden tulisi kyetä tukemaan olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerimateriaalin muodostumista yleisesti koossa ja muodossa, jotka ovat verrannollisia paisutetun vaahdotusaineen partikkeleihin. Yleisesti reaktioseoksen ja/tai muodostuvan polymeerin elastisuuden tulisi kyetä kestämään paisuvan vaahdotusaineen höyrynpaine.

Mille tahansa annetulle reaktioseokselle on olemassa kriittinen viskositeetti, jossa vaahtoa, jolla on haluttu morfologia, on vaikea saavuttaa. Kriittinen viskositeetti vastaa jäljempänä kuvattua kriittistä lämpötilaa. Kriittinen viskositeetti saavutetaan tyypillisesti, silloin kun monomeeri tai monomeeri ja sisäinen silloitusaine ovat polymeroituneet siten, että tuloksena olevan polymeerin viskoelastiset ominaisuudet tekevät avosoluisen vaahdon muodostumisen vaikeaksi. Tästä syystä näiden vaahtojen valmistuksessa vaahdotusainepartikkelit edullisesti paisutetaan paisutetun rakenteen muodostamiseksi ennen kuin saavutetaan reaktioseoksen kriittinen viskositeetti. Edullisemmin paisutetulla rakenteella on olennaiselta osin lopullisesti haluttu superabsorbenttipolymeerivaahdon morfologia hetkellä, jolloin kriittinen viskositeetti saavutetaan. Edullisesti ainakin noin 90 %, edullisemmin ainakin noin 95 %, lopullisesti halutuista avoimista soluista on muodostunut ennen kriittisen viskositeetin pistettä.

Kriittisen viskositeetin hetkellä polymeeri on tyypillisesti olennaiselta osin veteen liukenematonta. Olennaiselta osin veteen liukenematon polymeeri voi olla muodostunut pelkän monomeerin polymeroituessa. Tämä reaktio voidaan initioida lämmöllä ja/tai valosäteilyllä. Tuloksena olevan polymeerin voidaan antaa edelleen reagoida superabsorbenttipolymeerimateriaalin muodostamiseksi, esim.

antamalla polymeerin reagoida silloittavan aineen kanssa (ja neutraloimalla tarvittaessa polymeerin karboksyyliryhmät). Edullisessa suoritusmuodossa, jossa reaktioseoksessa on läsnä sisäistä silloitusainetta, polymeeri silloitetaan lämmittämällä paisutettua olennaiselta osin veteen liukenematonta polymeerirakennetta lämpötilaan, joka on korkeampi kuin kriittinen lämpötila, yleisesti ainakin aktivoitumislämpötilaan. Vaihtoehtoisesti tai sisäisen silloitusaineen lisäksi polymeerirakenteen voidaan antaa reagoida ulkoisen silloitusaineen kanssa.

Olennaiselta osin veteen liukenematon polymeeri voidaan myös muodostaa monomeerin (tai sen olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin) ja sisäisen silloitusaineen välisellä reaktiolla. Tämä reaktio initioidaan tyypillisesti lämmöllä, joko suoraan kohdistettuna reagensseihin tai sen muodostuessa valosäteilyn aikaansaamassa monomeerin polymeroitumisreaktiossa. Tuloksena olevan polymeerin voidaan edelleen antaa reagoida, mikäli se on tarpeen superabsorbenttipolymeerimateriaalin muodostamiseksi, esim. altistamalla paisutettu polymeerirakenne korkeammille lämpötiloille tai antamalla rakenteen polymeerin reagoida uuden silloitusaineen kanssa (ja neutraloimalla tarvittaessa polymeerin karboksyyliryhmät).

Silloin kun reaktio olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin muodostamiseksi initioidaan lämmöllä, on olemassa kriittinen lämpötila, jossa reaktio tyypillisesti tapahtuu. Kriittinen lämpötila vastaa kriittistä viskositeettiä ja on siten tyypillinen olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin muodostumiselle. Kriittinen lämpötila ja kriittinen viskositeetti vaihtelevat käytetyn reaktioseoksen koostumuksen mukaan, esim. monomeerin, sisäisen silloitusaineen ja valinnaisen initiaattorin mukaan.

Kriitinen lämpötila voidaan määrittää annetulle reaktioseokselle määrittämällä reaktioseoksen viskositee-

tin muutoksen maksiminopeus lämpötilan funktiona. Reaktioseoksen viskositeetti eri lämpötiloissa voidaan määrittää tunnetuilla reometrisillä menetelmillä. Tässä käytettynä viskositeetti viittaa näennäiseen viskositeettiin, eli viskositeetin tarkoitetaan luonnehtivan koko fluidien tai dispersioiden kirjoa. Tämä koko kirjo käsittää yksinkertaiset Newtoniset fluidit, joilla viskositeetti on leikkausvoiman verrannollisuuskerroin paikallisen nopeusgradientin pinta-alayksikön vastalukuun nähden, ja muut fluidit, jotka eivät tyypillisesti sisälly tähän yksinkertaiseen lakiin (eli pastat, slurryt, korkean moolimassan polymeerit ja liukenemattomien materiaalien dispersiot sekoitettuna liukeneviin materiaaleihin. Näitä käsitteitä on kuvattu tarkemmin yksityiskohdin teoksessa Transport Phenomenon, Bird et al., John Wiley & Sons, Inc. (1966), luku 1, sisällytetään tähän viitteeksi.

Koska kriittinen lämpötila saattaa vaihdella annetun reaktioseoksen reaktionopeuden mukaan ja tästä syystä sen ajan mukaan, joka reaktioseosta pidetään tietyssä lämpötilassa, mitataan viskositeetit reaktioseoksista, joita on pidetty eri lämpötiloissa vakioajanjakso kullekin lämpötilalle. Tämä on helpointa tehdä käyttäen reometriä, joka kykenee lämmittämään reaktioseosnäytettä kontrolloidulla nopeudella. Sopivia reometrejä ovat Sangamo Visco-Elastic Analyzer ja Brabender-sekoitin ja -reometri. Sekoittimen ja reometrin, kuten Brabender-järjestelmän, toimintaperiaate on kuvattu teoksessa Handbook of Polymer Science and Technology, Vol 3; Applications and Processing Operation, Cheremisinoff, Marcel Dekker Inc. (1989), sivuilla 373 - 419. Vaihtoehtoisesti voidaan määrittää viskositeetti erillisistä annetun reaktioseoksen näytteistä mittaamalla erillisten näytteiden viskositeetti sen jälkeen, kun niitä on pidetty vakioaika annetussa lämpötilassa annetulle näytteelle.

Viskositeetti piirretään lämpötilan funktiona, ja tyypillisesti tuloksena saatava käyrä on esitetty kuviossa 5. Kuten kuviosta 5 näkyy, on tuloksena saatavassa käyrässä alussa olennaiselta osin lineaarinen hieman kohoava osa 5a, joka vastaa pientä muutosta viskositeetissä lämpötilan muutosyksikköä kohti, ja toinen osa 5b, jossa kulmakerroin on nopeasti kasvava, mikä vastaa nopeaa nousua viskositeetissä lämpötilan muutosyksikköä kohti. Ainakin ensimmäistä osaa 5c tästä toisesta osasta 5b voidaan kuvata paraboliksi, mikä vastaa eksponentiaalista nousua viskositeetissä lämpötilan muutosyksikköä kohti. Tätä paraboloidiosaa 5c seuraa olennaiselta osin lineaarinen, jyrkästi nouseva osa 5d.

Kuten kuviosta 5 näkyy, on kriittinen lämpötila (T_c) ja kriittinen viskositeetti (V_c) määritetty olennaiselta osin lineaarisen, loivasti kohoavan osan 5a tangenttisuoran ja olennaiselta osin lineaarisen, jyrkästi kohoavan osan 5d tangenttisuoran leikkauskohdassa. Kriittinen lämpötila ja kriittinen viskositeetti määritetään ekstrapoloimalla leikkauspisteestä x-akselin leikkauspisteeseen (T_c) ja y-akselin leikkauspisteeseen (V_c).

Joissakin tapauksissa parabolista osaa 5c ei ehkä seuraa olennaiselta osin lineaarinen osa, vaan käyrä voi esimerkiksi jatkua parabolisena. Lisäksi joissakin järjestelmissä saattaa olla vaikeaa mitata viskositeettiä kaikissa parabolisen käyrän pisteissä (eli tietyn lämpötilan yläpuolella). Tällaisissa tapauksissa kriittinen lämpötila voidaan määrittää differentiaalilaskennallisella menetelmällä. Määritetään käyrän (viskositeetti lämpötilan funktiona) ensimmäinen derivaatta eri lämpötiloissa ja se piirretään näiden lämpötilojen funktiona. Tuloksena olevalle käyrälle on tyypillisesti luonteenomaista maksimikäännepiste, joka vastaa reaktioseoksen viskositeetin muutoksen maksiminopeutta lämpötilan funktiona. Lämpötila,

joka vastaa tätä maksimimuutosnopeutta, voidaan määrittää graafisesti ja se on kriittinen lämpötila.

Paisutusvaiheen suorittamiseksi, ennen kuin kriittinen viskositeetti saavutetaan, stabiilin dispersion vaahdotusainepartikkelit tyypillisesti paisutetaan lämmittämällä stabiili dispersio lämpötilaan, joka on korkeampi tai sama kuin vaahdotusaineen höyrystymislämpötila ja matalampi tai sama kuin kriittinen lämpötila, edullisesti matalampi kuin kriittinen lämpötila, edullisimmin noin 5 - noin 10 °C matalammalle kuin kriittinen lämpötila. Tästä syystä vaahdotusaine on edullista valita siten, että se haihtuu (höyrystyy) tällaisessa lämpötilassa. Tämän keksinnön vaihtoehtoisessa suoritusmuodossa paisuminen aiheutetaan alentamalla stabiilin dispersion painetta. Lisäksi voidaan valita erilaisia yhdistelmiä paineista ja lämpötiloista dispersion paisuttamiseksi.

Silloin kun pelkkää paineen alentamista käytetään vaahdotusaineen paisuttamiseksi, ei kriittistä viskositeettiä yleensä saavuteta paisutusvaiheessa. Tällaisessa tapauksessa on tärkeää muodostaa olennaiselta osin veteen liukenematon polymeeri noin siinä pisteessä, jossa paisutetulla rakenteella on olennaiselta osin sama morfologia, jota halutaan lopulliselta vaahdolta. Tämä saadaan tyypillisesti aikaan kohottamalla paisutetun rakenteen lämpötila vähintään kriittiseen lämpötilaan monomeerin tai monomeerin ja sisäisen silloitusaineen reaktion aiheuttamiseksi olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin muodostamiseksi.

Yleisesti on edullista paisuttaa vaahdotusaine niin hitaasti kuin mahdollista. Tyypillisesti vaahdotusaine paisutetaan lämmittämällä stabiili dispersio vaahdotusaineen höyrystymislämpötilaan nopeudella, joka on alle 1 °C/min, edullisemmin alle 0,5 °C/min, edullisimmin alle noin 0,1 - noin 0,2 °C/min. Lämmitysnopeutta voidaan kohottaa, mikäli dispersioon kohdistetaan vastapainetta, jotta saa-

vutettaisiin olennaiselta osin sama paisumisnopeus kuin jos vain kohotettaisiin lämpötilaa edullisilla nopeuksilla. Vaihtoehtoisesti, silloin kun käytetään paineen alentamista vaahdotusaineen paisuttamiseksi, voidaan käyttää vastaavaa (tietyssä lämpötilassa) kontrolloitua paineen alentamisnopeutta paisutetun rakenteen muodostamiseksi.

Kuten edellä esitettiin, paisutetun rakenteen monomeerin tai monomeerin ja sisäisen silloitusaineen annetaan reagoida siten muodostaen paisutettu rakenne, joka koostuu olennaiselta osin veteen liukenemattomasta polymeeristä (eli muodostuu olennaiselta osin veteen liukenematon vaahto). Reaktio voidaan aiheuttaa lämmittämällä paisutettu rakenne ainakin kriittiseen lämpötilaan. Edullisesti paisutettu rakenne lämmitetään kriittiseen lämpötilaan. Sitten monomeerin ja sisäisen sillotusaineen annetaan reagoida muodostaen verkkosilloittunut, tyypillisesti superabsorboiva polymeeri. Tällainen reaktio aiheutetaan lämmittämällä rakenne ainakin aktivoitumislämpötilaan. Aktivoitumislämpötila voi olla sama tai korkeampi kuin kriittinen lämpötila. Reaktioseos suunnitellaan edullisesti siten (erityisemmin sisäinen silloitusaine ja/tai initiaattori valitaan siten), että aktivoitumislämpötila on korkeampi kuin kriittinen lämpötila, edullisemmin ainakin noin 10 - noin 20 °C yli kriittisen lämpötilan. Verkkosilloittumista on kuvattu tarkemmin yksityiskohdin jäljempänä.

Lämmitysnopeus monomeerin (tai sen polymeerin) ja sisäisen silloitusaineen välisen reaktion aiheuttamiseksi verkkosilloittuneen polymeerin muodostamiseksi on edullisesti hidas, jotta vältetään mahdollisesti jäljellä olevan vaahdotusaineen nopea haihtuminen ja estetään tai minimoidaan paisutetun rakenteen kokoonpainuminen. Silloin kun aktivoitumislämpötila on korkeampi kuin kriittinen lämpötila, lämmitysnopeuden reaktion aiheuttamiseksi ei tarvitse olla yhtä hidas kuin lämmitysnopeuden paisumisen aiheuttamiseksi. Lämmitysnopeus reaktion aikaansaamiseksi on

edullisesti alle noin 10 °C/min, edullisemmin noin 5 - noin 10 °C/min, edullisimmin noin 8 - noin 10 °C/min.

Vaikka stabiilin dispersion eri komponentit voivat olla valitut siten, että vaahdotusaineen höyrystymislämpötila, kriittinen lämpötila ja aktivoitumislämpötila ovat samat, ovat nämä komponentit tässä edullisia vaahtoja varten valittuja siten, että vaahdotusaineen höyrystymislämpötila on alempi kuin kriittinen lämpötila, joka taas on alempi kuin aktivoitumislämpötila. Kaikkein edullisimmin nämä komponentit ovat sellaisia, että vaahdotusaineen höyrystymislämpötila on noin 5 - 10 °C alempi kuin kriittinen lämpötila, joka taas on noin 10 - noin 20 °C alempi kuin aktivoitumislämpötila.

Paisutus- ja reaktio-olosuhteet ovat edullisesti tasaiset läpi koko dispersion ja/tai paisutetun rakenteen. Tasaisuus saadaan yleisesti aikaan varmistamalla suhteellisen isotrooppinen reaktioseos ja tasainen lämpötila ja/tai paine läpi koko dispersion ja/tai paisutetun rakenteen. Lämpötilan ja paineen tasaisuuteen vaikuttavat lämmityskeino, reagoivan dispersion tilavuus ja/tai syvyys, lämpövuo (eli lämmitysnopeus) ja reagoivan dispersion eksoterminen lämmönkehityksen määrä. Edullisesti näitä tekijöitä säädetään siten, että varmistetaan tasainen lämmönsiirto (eli lämpötilagradientit paisuvan materiaalin sisällä minimoidaan) koko dispersiossa ja/tai paisutetussa rakenteessa. Bulkkivaahtomateriaalin muodostamiseksi erityisen sopiva reaktori tasaisen lämmönsiirron varmistamiseksi on sekoitettu putkireaktori. Muodostettaessa ohuita kalvoja (joiden paksuus on esim. noin 1 - noin 500 mil) vaahdosta, on yleensä sopivaa käyttää ultravioletti-, infrapuna-, mikroaalto ja/tai elektronisädesäteilyä paisumisen ja/tai reaktion aiheuttamiseksi. Nopean reaktion saavuttamiseksi tällaisissa kalvoissa on yleensä edullista käyttää ultraviolettisäteilyä. Muodostettavan vaahdon paksuuden kohotessa yli 500 mil:iin on kuitenkin edullista

käyttää infrapuna- ja/tai elektronisädesäteilyä epätasaisen solurakenteen estämiseksi tai minimoimiseksi.

Paisutus- ja/tai reaktiovaiheet voivat tapahtua suljetussa tai avoimessa ympäristössä. Esimerkiksi paisutus voi tapahtua suljetussa muotissa. Paisutus- ja/tai reaktiovaihe voivat tapahtua myös avoimessa järjestelmässä, kuten verkolla, jolle stabiili dispersio on levitetty, esimerkiksi ekstruusiolla tai painamalla. Dispersio voidaan levittää väliaikaiselle tai pysyvälle alustalle ennen sen paisutusta ja reaktiota polymeerivaahdon muodostamiseksi.

Kuten edellä esitettiin, olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin annetaan reagoida muodostaen olennaiselta osin veteen liukenematon verkkosilloittunut polymeeri. Reaktio aiheutetaan tyypillisesti lämmittämällä paisutettu olennaiselta osin veteen liukenematon polymeerirakenne aktivoitumislämpötilaan. Kuten edellä huomautettiin, voi aktivoitumislämpötila olla sama kuin kriittinen lämpötila, missä tapauksessa silloittuminen tapahtuu yhtäaikaisesti liukenemattoman polymeerin muodostumisen kanssa. Tällaisessa tapauksessa lisäreaktiota ei yleensä tarvita (vaikka lisäsilloitusta voidaan käyttää absorptioominaisuuksien modifioimiseksi).

Olosuhteet olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin reaktiolle verkkosilloittuneen polymeerin muodostamiseksi voidaan valita edellä olleen esityksen polymerointi-olosuhteista mukaisesti, kuten yleisesti on kuvattu edellä viitatussa US-patentissa Re 32 649 ja US-patentissa 4 666 983, myönnetty Tsubakimoto et al.:lle ja US-patentissa 4 625 001, myönnetty Tsubakimoto et al.:lle. Tällaisia reaktio-olosuhteita ovat yleisesti polymeerin lämmittäminen (eli termiset aktivointitekniikat) lämpötilaan, joka on välillä noin 0 - noin 100 °C, edullisemmin noin 20 - noin 80 °C, edullisimmin noin 50 - noin 80 °C. Lämpötilat alle noin 80 °C ovat edullisia, jotta saadaan

sellaisia vaahtoja, joissa on matala uutettavissa olevan polymeerin pitoisuus. Olosuhteita, joissa polymeeri pidetään, voivat myös olla esimerkiksi polymeerin altistaminen mille tahansa polymeroitumista aktivoivalle säteilylle. Radioaktiivinen, elektroni-, ultravioletti- tai elektromagneettinen säteily ovat sopivia vaihtoehtoisia tavanomaisia polymerointitekniikoita.

"Verkkosilloittaminen" viittaa monomeerin tai sen polymeerin reaktiivisten kohtien reaktioon sisäisen silloitusaineen kanssa sellaisen kolmiulotteisen polymeeriverkon muodostamiseksi, jossa on ristisidoksia eri polymeeriketjujen välillä, polymeeriketjujen ollessa yleisesti peräisin monomeerin polymeroitumisesta. Riittävä verkkosilloittuminen tuottaa olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerin. Riittävä verkkosilloittuminen, joka voi olla tai voi olla olematta sama määrä, joka tarvitaan huomattavan liukenemattomuuden tuottamiseen, muuttaa polymeerin myös superabsorbentiksi (silloin kun polymeerissä on läsnä riittävä määrä neutraloituja karboksyyliryhmiä). Täten saatetaan tarvita lisää liukenemattoman polymeerimateriaalin verkkosilloittumista sen muuttamiseksi superabsorbentiksi. Liukenemattoman polymeerimateriaalin silloittumisen määrän määrittävät yleisesti reagenssityyppi (erityisesti silloitusaine) ja pitoisuus ja reaktio-olosuhteet. Tästä syystä, mikäli tarpeen, olennaiselta osin veteen liukenematon polymeerimateriaali voidaan tehdä superabsorboivaksi altistamalla se voimakkaammille reaktio-olosuhteille ja/tai ylimääräiselle silloitusaineelle. (Koska superabsorboivuuteen vaikuttaa myös suolaryhmien määrä polymeerissä, voidaan erilaisia superabsorboivuuden määriä aiheuttaa myös neutraloimalla ainakin osa polymeerin suolan muodostavista ryhmistä [esim. karboksyyliryhmistä], kuten edellä esitettiin.)

Verkkosilloittumisen määrää, eli silloittumistiheyttä, voidaan vaihdella, kuten alalla on tunnettua,

tuottaen erilaisia haluttuja geelivahvuuksia ja geelitilavuuksia. Yleisesti silloittumistiheyden kasvaessa geelivahvuus kasvaa, geelitilavuus pienenee ja, pinta-alan suhteen massaan ollessa vakio, absorptionopeus kohoaa. Täten verkkosilloittuminen toimii osaltaan superabsorbenttipolymeerimateriaalin ja siten superabsorbenttipolymeerivaahdon absorptiokapasiteetin ja absorptionopeuden määrittelyssä. Verkkosilloittumisen aste vaikuttaa myös vaahdon jäännösmonomeerin ja uutettavissa olevan polymeerin pitoisuuksiin. Edullisessa suoritusmuodossa sisäisen silloitusaineen ja monomeerin annetaan reagoida siten, että muodostuu olennaiselta osin veteen liukenematon superabsorbenttipolymeerimateriaali, joka on osittain verkkosilloittunutta, jotta saavutetaan haluttu geelilujuus ja geelitilavuus.

Edullisessa suoritusmuodossa, jossa liuotin on vesi ja paisutus ja reaktio ovat tapahtuneet lämpötiloissa, jotka ovat alle veden kiehumispisteen (eli 100 °C 1 atm:n paineessa), sisältää tuloksena oleva vaahto tyypillisesti vettä absorboituneena reaktioseoksesta vaahdon superabsorbenttipolymeerimateriaaliin. Tietty määrä vettä vaahdoissa on yleensä toivottava vaahdon joustavuuden ja absorptionopeuden parantamiseksi. Vaahto sisältää edullisesti alle noin 20 %, edullisemmin alle noin 10 %, edullisimmin alle noin 5 %, painosta vettä 100 paino-osaa vaahdon superabsorbenttipolymeerimateriaalia kohti. (Nämä edulliset prosenttiosuudet sisältävät veden, joka voi olla absorboitunut ympäristöstä.) Veden määrää voidaan kontrolloida muuttamalla reaktioseoksessa käytetyn veden määrää. Lisäksi superabsorbenttipolymeerivaahtoon voidaan lisätä vettä (esim. ulkoisena pehmitinaineena). Vaikka se on tavallisesti tarpeetonta, voidaan vesipitoisuutta alentaa esimerkiksi korvaamalla vesi alemmalla alkoholilla, kuten niillä, joita on kuvattu tässä, ja/tai lämmittämällä vaahtoa veden haihduttamiseksi esim. mikroaaltosäteilyllä.

Silloin kun liuotin on muu kuin vesi, voidaan mahdollisesti jäljellä oleva liuotin poistaa kokonaan tai osittain tuloksena olevasta vaahdosta. Tämä on helpointa suorittaa lämmittämällä vaahtomateriaalia lämpötilaan, joka on riittävä haihduttamaan liuottimen kohtuullisessa ajassa, esim. lähelle liuottimen kiehumispistettä tai sen yläpuolelle.

Reaktioseoksen komponentit ja vaahdotusaine lisätään tyypillisesti astiaan, joka on varustettu suurleikkausnopeussekoituksella, ja edellä kuvattu stabiili dispersio muodostetaan astiassa. Sitten vaahdotusaine paisutetaan ja monomeerin ja sisäisen silloitusaineen annetaan reagoida vaahdon muodostamiseksi. Vaahto muotoillaan tyypillisesti sen muodostamisen aikana ja/tai sen jälkeen. Muotoileminen voidaan suorittaa millä tahansa tavanomaisella muotoilutekniikalla, joita tunnetaan määritellyn muotoisen ja kokoisen vaahdon muodostamisen alalla. Edullisia menetelmiä vaahdon muotoilemiseksi ovat valaminen, muottivalu tai muovausoperaatiot.

Valu- ja muottivalutekniikat käsittävät yleisesti stabiilin dispersion sijoittamisen valmistettuun muottiaukkoon (avoin tai umpinainen muotti) ja paisutuksen ja reaktion aikaansaamisen siten, että vaahto ottaa muottiaukon muodon. Esimerkkejä erityisistä muovaustekniikoista tässä käytettäviksi ovat ahtopuristus, ruiskupuristus, ekstruusio tai laminointi. Muotoilutekniikat käsittävät erilaisten operaatioiden suorittamisen stabiilille dispersiolle tai vaahdolle sen muodon ja/tai koon muovaamiseksi. Esimerkkejä erityisistä muovaustekniikoista tässä käytettäviksi ovat jauhaminen, pilkkominen, leikkaaminen, pinnoittaminen ja ekstrudointioperaatiot. Esimerkiksi stabiili dispersio voidaan ekstrudoida läpi aukosta sellaisen vaahdon muodostamiseksi, jolla on aukon muotoa vastaava profiili. Edelleen stabiili dispersio voidaan valaa pinnalle sellaisen vaahdon muodostamiseksi, jolla on haluttu

muoto tai pinnan morfologia. Mitä tahansa tai kaikkia näistä tekniikoista voidaan myös käyttää yhdistelminä muotoillun vaahdon valmistamiseksi. Mitä tahansa alalla tunnettua sopivaa laitteistoa voidaan käyttää tällaisten operaatioiden suorittamiseen.

Tämän keksinnön mukaiset superabsorbenttipolymeerivaahdot ovat käyttökelpoisia vapaassa muodossa, mukaan lukien partikkelimaisen (käsittää rakeet, palaset ja vastaavat), levyn tai muut kolmiulotteiset muodot. Partikkelimaista vaahtomateriaalia voidaan saada aikaan vaahtomateriaalin bulkkinäytteestä millä tahansa sopivalla menetelmällä, esim. pilkkomalla tai jauhamalla. Missä tahansa tällaisessa menetelmässä on kuitenkin yleisesti toivottavaa yrittää olennaiselta osin säilyttää vaahtomateriaalin alkuperäinen morfologia (esim. pinta-alan suhde massaan) sellaisena kuin se alunperin muodostui. Vapaan (eli ilman tukea olevan) vaahtolevyn muodostamiseksi stabiili dispersio levitetään väliaikaiselle alustalle, mitä seuraa vaahdotusaineen paisuttaminen ja sisäisen silloitusaineen vaahdottaminen ja sisäisen silloitusaineen reaktio monomeerin kanssa, jolloin saadaan olennaiselta osin veteen liukenematon polymeerivaahto. Vaahto on sitten helppo irrottaa väliaikaisesta alustasta. Väliaikaisia alustoja ovat mitkä tahansa materiaalit, joita tunnetaan tällaiseen tarkoitukseen, esim. TEFLON^{R}-levyt, MYLAR^{R}-levyt ja irrotuspinnoitetut metallilevyt. Stabiili dispersio voidaan levittää alustalle millä tahansa menetelmällä kalvojen tai painokuvien valmistamiseksi, esimerkiksi veitsipinnoituksella, sumutuspinnoituksella, käänteistelapinnoituksella, gravuuripinnoituksella, kylmäekstruusiopinnoituksella tai valamalla ja vastaavilla. Stabiili dispersio voidaan levittää alustalle vaahtotuotteen saamiseksi halutussa muodossa. Vaihtoehtoisesti vaahtotuote voidaan leikata haluttuun muotoon.

Tämän keksinnön mukaiset superabsorbenttipolymeerivaahdot ovat myös käyttökelpoisia liitettynä alustaan absorbenttivälineen muodostamiseksi. Nämä kantaja-alustat voivat olla mitä tahansa alustoja, jotka tunnetaan alalla, kuten nonwoven-verkkoja, kuituverkkoja, tavanomaisia vaahtoja, polyakrylaattikuituja, rei'itettyjä polymeerisiä verkkoja, synteettisiä kuituja, metallifolioita, elastomeerejä ja vastaavia. Kantaja-aine voi olla mitä tahansa materiaalia, jota yleisesti käytetään absorbenttikappaleissa, mukaan lukien nestettä imevät ja imemättömät materiaalit. Esimerkkejä imevistä kantaja-aineista ovat imupaperi (mikä sisältää paperipyyhkeet). Esimerkkejä nestettä imemättömistä kantaja-aineista ovat polymeerikalvot, kuten polypropeeni. Absorbenttikappaleissa käytettäväksi erityisen sopiva kantaja-aine on imupaperi. Sopivaa imupaperia on kuvattu esimerkiksi US-patentissa 4 191 609, myönnetty Trokhan et al.:lle 4. maaliskuuta 1980; US-patentissa 4 529 480, myönnetty Trokhanille 16. heinäkuuta 1985; ja US-patentissa 4 637 859, myönnetty Trokhanille 20. tammikuuta 1987, joista kaikki sisällytetään tähän viitteinä. Sopivia kantaja-aineita ovat myös mitkä tahansa tässä absorbenttikappaleissa käytettäviksi sopivat taustakalvomateriaalit. Kantaja-aine voi olla muodoltaan millainen halutaan, ja se voi olla muotoiltu ennen liittämistä vaahtoon, sen aikana tai sen jälkeen.

Vaahto voidaan liittää kantaja-aineeseen kemiallisilla tai fysikaalisilla sidontamenetelmillä, kuten sellaisilla tunnetuilla, jotka käsittävät liimoja tai kemikaaleja, jotka reagoivat kiinnittäen vaahdon kantaja-aineisiin. Liittämisellä tarkoitetaan myös yleisesti ei-sidottuja yhdistelmiä vaahdosta muiden materiaalien kanssa, esimerkiksi ympäröimällä vaahto muulla materiaalilla tai tekemällä siitä sandwich-rakenne. Vaihtoehtoisesti vaahto voidaan liittää kantaja-aineeseen levittämällä stabiili dispersio kantaja-aineelle ja aiheuttamalla paisuminen ja

reaktio siten muodostaen vaahto kantaja-aineelle (eli kantaja-aine on pysyvä alusta) tuottaen superabsorbenttivaahdon kantava rakenne. Vaahdot, jotka on liitetty kantaja-aineelle millä tahansa näistä menetelmistä, voivat olla jatkuvassa tai epäjatkuvassa muodossa tai kuviona.

Kun vaahto on muodostettu kantaja-aineelle (eli kantaja-aine on pysyvä alusta), on kantaja-aine ja vaahtomateriaali edullisesti valittu siten, että vaahdon ja kantaja-aineen välillä on riittävä sitoutuminen (fysikaalinen ja/tai kemiallinen), joka tarvitaan aiotussa käyttötarkoituksessa. Stabiili dispersio voidaan levittää koko kantaja-aineen pinnalle tai mille tahansa sen osalle ja missä tahansa jatkuvassa tai epäjatkuvassa kuviossa. Sopivat kuviot voidaan valita vaahtoa kantavan rakenteen absorptio-ominaisuuksien räätälöimiseksi halutulla tavalla. Esimerkiksi käyttöä kertakäyttövaipoissa voidaan muodostaa erityisiä kuvioita tuottamaan määritellyt absorptio-ominaisuudet vaipoille tyttöjen tai poikien käyttöön.

Tämän keksinnön edullisessa suoritusmuodossa stabiili dispersio siirretään ja ekstrudoidaan läpi tavanomaisesta ekstruuderilaitteistosta. Esimerkki ekstruuderilaitteistosta on esitetty kuvioissa 12 - 14 teoksessa Principles of Polymer Materials, Second Edition, (McGraw-Hill Book Co., 1982) sivulla 331, joka sisällytetään tähän viitteeksi. Stabiili dispersio ekstrudoidaan läpi ekstruuderilaitteiston aukosta väliaikaiselle tai pysyvälle verkkoalustalle, mitä seuraavat paisutus- ja reaktiovaiheet vapaan vaahtolevyn tai vaahtoa kantavan rakenteen muodostamiseksi. Lämpötilaa ja painetta voidaan kontrolloida ekstruuderissa paisutus- ja reaktioprosessin säätämiseksi. Esimerkiksi monomeerin polymerointi olennaiselta osin lineaarisen polymeerin muodostamiseksi voidaan aiheuttaa seoksen ollessa vielä ekstruuderissa. Lineaarisen polymeerin, jäljellä olevan monomeerin ja sisäisen silloitusaineen paisutus ja reaktio muodostaen olennaiselta osin ve-

teen liukenematon vaahtoa voidaan sitten aiheuttaa dispersion ollessa aukossa tai sen jälkeen.

Toisessa edullisessa suoritusmuodossa stabiili dispersio painetaan pysyvälle alustalle, mitä seuraa paisutus ja reaktio vaahtoa kantavan alustan muodostamiseksi. Esimerkkejä painatuslaitteistoista ja -tekniikoista ovat rotogravuuri- ja fleksografiset painatuslaitteet ja -menetelmät, joita on kuvattu teoksessa Flexography Principles and Practices, 4. Painos, Flexographic Technical Association, Inc., 1991, sisällytetään tähän viitteenä. Pysyvä alusta voi olla mitä tahansa tässä esitettyä, edullisesti nestettä imevää materiaalia, edullisemmin se koostuu selluloosapohjaisista kuiduista, edullisimmin puumassakuiduista.

Silloin kun käytetään nestettä imevää alustaa, on erityisen edullista painaa stabiili dispersio epäjatkuvana kuviona nestettä imevälle alustalle, jotta saadaan absorptioväline, jolla on sekä nestettä imevän materiaalin kapillaariabsorptio-ominaisuudet että tuloksena saatavan superabsorbenttivaahdon epäjatkuvan kuvion osmoottiset absorptio-ominaisuudet. Epäjatkuvan kuvion muodostamiseksi on yleisesti toivottavaa käyttää stabiilia dispersiota, jolla on riittävän korkea viskositeetti siten, että dispersion imeytymistä alustaan ei tapahtu merkittävässä määrin. Tällä tavoin säilytetään alustan imukyky olennaiselta osin. Lisäksi korkeampi viskositeetti voi estää tai minimoida liuottimen ja reagenssien osittumisen. Viskositeettiä voidaan kontrolloida millä tahansa tässä kuvatuista menetelmistä viitaten stabiilin dispersion muodostamiseen, esim. käyttämällä viskositeetin säätöainetta ja/tai monivaiheista reaktioprosessia. Lisäksi on yleisesti toivottavaa initioida paisutus ja reaktio vaahdon muodostamiseksi lyhyen ajan sisällä, edullisesti välittömästi, sen jälkeen kun stabiili dispersio on painettu alustalle. Monomeerin polymerointi lineaarisen polymeerin muodostamiseksi voi-

daan initioida esimerkiksi altistamalla painettu dispersio ultraviolettisäteilylle. Painetun dispersion lineaarisen polymeerin, jäljellä olevan monomeerin ja sisäisen silloitusaineen paisutus ja reaktio aiheutetaan sitten esim. altistamalla painettu dispersio lämmölle. Monomeerin polymeroitumisen initioimiseksi käytettävä ultraviolettisäteily saattaa olla riittävä, silloin kun vaahdotusaineella on riittävän matala kiehumispiste ja silloitusaineella on riittävän matala aktivoitumislämpötila. Mikäli se on tarpeen, voidaan käyttää lisälämmön lähteitä, esim. infrapunasäteilyä.

Erityisen edullisessa suoritusmuodossa tämän keksinnön mukainen superabsorbenttipolymeerivaahto tehdään joustavaksi. Joustavuus voidaan saada aikaan lisäämällä reaktioseokseen sopivia "sisäisiä" pehmitinaineita näiden pehmitinaineiden ollessa reaktiivisia ainakin yhden superabsorbenttipolymeerin muodostavista aineista kanssa. Tiettyjä sisäisiä pehmitinaineita voidaan käyttää reaktioseoksen monomeerikomponenttina, joko pelkästään tai seoksena muiden edellä kuvattujen monomeerien kanssa, edellyttäen että ne täyttävät näiden monomeerien kuvauksen. Alan tuntija pystyy tämän kuvauksen perusteella valitsemaan tällaiset monomeerit.

Sisäisiä pehmitinaineita ovat tyydyttymättömät materiaalit, jotka kykenevät reagoimaan edellä kuvattujen pehmitinaineiden kanssa edellä kuvatuissa polymerointiolosuhteissa muodostaen additiotyyppisen polymeerimateriaalin, tai itse additiopolymeerin. Näillä additiopolymeereillä on suhteellisen matala lasiutumislämpötila (eli Tg), esim. alle noin 25 °C. Pehmitinaineessa voi olla hydrofiilisiä ryhmiä, kuten hapoissa, tai muita funktionaalisia ryhmiä. Sopivia sisäisiä pehmitinaineita ovat olefiinit, aromaattiset etyleenisesti tyydyttymättömät monomeerit, ja tyydyttymättömien karboksyylihappojen C_{1-24}-alkyyli-

esterit. Edullisesti sisäinen pehmitinaine on isobutyleeni tai 2-etyyliheksyyliakrylaatti.

Alan tuntija kykenee valitsemaan sisäisen pehmitinaineen tyypin ja määrän siten, että saadaan superabsorbenttipolymeerivaahto, jolla on vaihtelevia joustavuuden asteita. Vaahto suunnitellaan edullisesti siten, että absorbenttikappale, kuten vaippa tai naisten hygieniatuote, on riittävän mukautuva niin, että se muotoutuu helposti käyttäjän kehon yleisen muodon ja pintojen mukaiseksi.

Sisäisen pehmitinaineen sijasta tai sen lisäksi voidaan käyttää "ulkoista" pehmittävää yhdistettä tuottamaan tuloksena saatavalle superabsorbenttipolymeerivaahdolle joustavuutta. Ulkoisia pehmitinaineita ovat yleisesti muut pehmittävät yhdisteet kuin edellä mainitut additiopolymeerit ja additiopolymeerejä muodostavat materiaalit. Tällaisia pehmitinaineita ovat hydrofiiliset yhdisteet ja hygroskooppiset yhdisteet. Esimerkkejä hydrofiilisistä yhdisteistä ovat vesi ja suhteellisesti korkeamman moolimassan polyolit, kuten polyetyleeniglykoli ja polypropyleeniglykoli, joilla on painokeskimääräinen moolimassa noin 600 g/mol. Edullisesti käytetään hygroskooppista yhdistettä. Esimerkkejä hygroskooppisista yhdisteistä ovat glyseroli ja suhteellisen matalan moolimassan polyolit, kuten polyetyleeniglykoli ja polypropyleeniglykoli, joilla on painokeskimääräinen moolimassa noin 200 g/mol. Edullisimmin ulkoinen pehmitinaine on glyseroli.

Ulkoiset pehmitinaineet voivat olla reaktiivisia, tai niiden on voitu antaa reagoida, superabsorbenttipolymeerin muodostavien materiaalien kanssa, tai sitten ei. Pehmitinaine voidaan sisällyttää edellä mainittuun kuvattuun reaktioseokseen. Vaihtoehtoisesti superabsorbenttipolymeerivaahto voidaan käsitellä ulkoisella pehmitiaineella vaahdon muodostamisen jälkeen, esim. sumuttamalla tai kastamalla.

Alan tuntija kykenee valitsemaan tarpeelliset määrät ulkoista pehmitinainetta superabsorbenttipolymeerivaahdon tekemiseksi joustavaksi halutussa määrässä. Esimerkiksi silloin kun pehmitinaine sisällytetään reaktioseokseen ja se on reaktiivinen yhden tai useamman superabsorbenttipolymeerin muodostavista aineista kanssa, voidaan pehmitinainetta käyttää stökiometrinen ylimäärä, jotta saavutetaan haluttu joustavuus. Vaihtoehtoisesti ulkoinen pehmitinaine voidaan lisätä reaktioseokseen, jonka sitten annetaan reagoida olosuhteissa, jotka ovat riittämättömät aiheuttamaan pehmitinaineen täydellistä reaktiota tarvittavien superabsorbenttipolymeeriä muodostavien aineiden kanssa.

Silloin kun polymeerivaahdon olennaiselta osin veteen liukenematon polymeerimateriaali ei ole silloitettua tai on ainoastaan osittain silloitettua, voidaan vaahdon antaa reagoida edelleen polymeerimateriaalin silloittamiseksi tai silloittamiseksi lisää. Kuten edellä huomautettiin, tietty määrä silloittumista on tarpeen polymeerimateriaalin tekemiseksi superabsorboivaksi. Lisäksi lisäsilloitus saattaa myös olla toivottavaa tiettyjen absorptioominaisuuksien saamiseksi polymeerivaahdolle, joka on jo superabsorboivaa.

Silloittumaton vaahto saattaa olla tuloksena silloin kun olennaiselta osin veteen liukenematon polymeerimateriaali sisältää ainoastaan monomeeriä polymeroidussa muodossa, esim. silloin kun reaktioseos ei sisällä sisäistä silloitusainetta tai se sisältää latenttia silloitusainetta. "Latentilla silloitusaineella" tarkoitetaan sitä, että silloitusaine ei reagoi polymeerivaahdon veteen liukenemattoman polymeerin muodostamiseen käytetyn monomeerin ja sisäisen silloitusaineen reaktiossa käytetyissä olosuhteissa. Täten edellä kuvattuja sisäisiä silloitusaineita voidaan käyttää latentteina silloitusaineina, kunhan reaktio-olosuhteet valitaan siten, että varmistetaan latentti

reaktio. Reaktioseos sisältää kuitenkin ainakin yhtä sisäistä silloitusainetta, jonka annetaan reagoida olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerimateriaalin muodostamiseksi.

Silloin kun on käytetty latenttia silloitusainetta, voidaan vaahto altistaa aika- ja lämpötilaolosuhteille, jotta latentti silloitusaine reagoisi vaahdon olennaiselta osin veteen liukenemattoman polymeerimateriaalin polymeeriverkkoon. Vaikka tarvittavat reaktio-olosuhteet vaihtelevat, esimerkiksi kyseessä olevan kemian mukaan, käsittää reaktio yleisesti vaahdon lämmittämisen lämpötiloihin välillä noin 100 - noin 250 °C noin 1 - noin 30 minuutin ajaksi. Tällainen reaktio aiheuttaa tyypillisesti koko vaahdon polymeerimateriaalin verkkosilloittumisen. Tuloksena tästä se tyypillisesti lisää geelilujuutta (ja alentaa geelitilavuutta) olennaisesti koko vaahdon polymeerimateriaalissa.

Osittainen silloittuminen voi olla tuloksena myös ainoastaan osan monomeerin reaktiivisista kohdista reaktiosta sisäisen silloitusaineen kanssa, johtuen esimerkiksi sisäisen silloitusaineen stökiometrisestä alimäärästä muodostettaessa olennaiselta osin veteen liukenematonta polymeerivaahtoa. Tällaisen vaahdon polymeerimateriaali (joka voi jo olla superabsorboivaa) voidaan edelleen silloittaa vaahdon muodostamisen jälkeen polymeerimateriaalin reaktiolla sopivan ulkoisen silloitusaineen kanssa. Ulkoinen silloittaminen johtaa polymeerimateriaalin silloittumiseen vaahdon pinnoilla, jotka ovat kosketuksessa silloitusaineen kanssa, sekä riippuen reaktio-olosuhteista, pinnan alaisessa polymeerimateriaalissa. Yleisesti mitä voimakkaammat ovat olosuhteet tai reaktiivisempia reagenssit, sitä enemmän pintaa ja pinnan alaista materiaalia silloittuu. Silloittumista voidaan aiheuttaa erilaisiin polymeerivaahdon polymeerimateriaalin syvyyksiin asti, ulkoisen silloitusaineen kanssa kosketukseen joutuvista pinnoista

polymeerimateriaalin sisäosiin saakka. Lisäksi voidaan valmistaa vyöhykkeitä, joissa on erilainen silloitustiheys, esim. aiheuttamalla silloittuminen vaiheittaisella tavalla. Näin voidaan muodostaa silloitusgradientti siten, että voimakkain silloittuminen on polymeerin pinnassa päin (mukaan lukien keskenään yhteydessä olevien kanavien pinnat). Edullisessa suoritusmuodossa ainoastaan superabsorbenttipolymeeristä muodostuvan vaahdon pinnat on silloitettu lisää siten, että vaahdon pinnoilla, mukaan lukien keskenään yhteydessä olevien kanavien pinnat, on suhteellisen voimakkaat geelilujuudet, kun taas pinnan alaisen polymeerimateriaalin geelilujuus ja geelitilavuus on yleensä muuttumaton. Haluamatta sitoutua teoriaan uskotaan, että tällainen silloittaminen voi tuottaa geelilujuuden, joka on riittävä tuottamaan vaahdon pinnan kuivuuden sen kostuessa (ja siitä syystä pinnan kuivuuden käytössä) ilman merkittävää haitallista vaikutusta osmoottiseen absorptiokapasiteettiin ja -nopeuteen. Lisäksi tällainen pintasilloittaminen saattaa parantaa kapillaariabsorptionopeutta.

Sopivia ulkoisia silloitusaineita ovat ne, joita kuvattiin tässä sisäisen silloitusaineen yhteydessä. Ulkoinen silloitusaine kykenee edullisesti muodostamaan kovalenttisia silloitussidoksia vaahdon polymeerimateriaalin kanssa, eli ulkoinen silloitusaine sisältää yhden tai useamman funktionaalisen ryhmän tai tyydyttymättömän ryhmän, jotka ovat reaktiivisia vaahdon polymeerimateriaalin kanssa. Silloin kun olennaiselta osin veteen liukenematon polymeerimateriaali sisältää karboksyylihapporyhmiä, tapahtuu edullinen kovalenttisen silloittumisen suoritusmuoto yleisesti tuloksena esteri-, amidi-, imidi- tai uretaaniryhmien muodostuksesta karboksyylihapporyhmien reaktiossa vastaavan silloitusaineen funktionaalisen ryhmän kanssa. Edellä olevan mukaisesti edullisia silloitusaineita ovat polyhydroksiyhdisteet, polyamiinit, polyisosyanaatit,

polyamidit, polyepoksidit ja hydroksiepoksidiyhdisteet. Ulkoinen silloitusaine on edullisesti polyhydroksiyhdiste, esim. polyetyleeniglykoli, polypropyleeniglykoli tai glyseroli. Edullisimmin käytetään glyserolia.

Polymeerivaahdon voidaan antaa reagoida ulkoisen silloitusaineen kanssa altistamalla vaahto ensin ulkoiselle silloitusaineelle, esimerkiksi sumuttamalla, upottamalla tai kondensoimalla höyryä. Sitten vaahdon polymeerimateriaalin annetaan reagoida ulkoisen silloitusaineen kanssa aika- ja lämpötilaolosuhteissa, jotka ovat riittävät aiheuttamaan reaktion halutussa määrin, riippuen kyseessä olevasta polymeerimateriaalista ja ulkoisesta silloitusaineesta. Alan tuntija kykenee helposti määrittämään tällaiset olosuhteet. Reaktion kemiasta riippuen silloittumisreaktio voi tapahtua spontaanisti polymeerivaahdon joutuessa kosketukseen silloitusaineen kanssa, mutta yleensä se on aiheutettava, esimerkiksi säteilyttämällä tai lämmittämällä. Tästä syystä ulkoinen silloitusaine valitaan ottaen huomioon kyseinen aiheutusmenetelmä.

Jotkut ulkoisista silloitusaineista, kuten polyhydroksiyhdisteet, voivat toimia myös ulkoisina pehmitinaineina. Yleisesti mikä tahansa tämäntyyppinen ulkoinen silloitusaine, joka ei reagoi täydellisesti superabsorbenttipolymeerimateriaalin kanssa, toimii ulkoisena silloitusaineena. Tämä voidaan saada aikaan käyttämällä stökiometristä ylimäärää ulkoisesta silloitusaineesta polymeerimateriaaliin nähden, tai kontrolloimalla ulkoisen silloitusreaktion olosuhteita siten, että vältetään ulkoisen silloitusaineen täydellinen reaktio polymeerimateriaalin kanssa. Lisäksi vesi, jota hygroskooppinen silloitusaine, esimerkiksi glyseroli, saattaa vetää puoleensa, voi toimia pehmittäen superabsorbenttipolymeerivaahtoa.

Tuloksena olevia tämän keksinnön mukaisia superabsorbenttipolymeerivaahtoja voidaan luonnehtia erilaisilla

absorbtio-, rakenne-, mekaanisilla ja muilla ominaisuuksilla seuraavasti:

Absorptio-ominaisuudet

Absorptiokapasiteetti viittaa superabsorbenttipolymeerivaahdon kapasiteettiin absorboida ja pidättää nestettä, jonka kanssa se joutuu kosketukseen. Näiden vaahtojen absorptiokapasiteetilla voidaan katsoa olevan kaksi komponenttia: osmoottinen absorptiokapasiteetti (eli geelitilavuus) sekä kapillaarinen absorptiokapasiteetti. Osmoottinen absorptiokapasiteetti viittaa vaahdon polymeerimateriaalin kykyyn absorboida nesteitä, kun taas kapillaariabsorptiokapasiteetti viittaa vaahdon kanavien kykyyn absorboida nesteitä (esim. nestettä imemällä). Samalla tavoin näillä vaahdoilla on osmoottinen absorptionopeus (nopeus, jolla polymeerimateriaali absorpoi nesteitä) sekä kapillaarinen absorptionopeus (nopeus, jolla kanavat absorboivat nesteitä). Ellei toisin ole määritelty, viittaavat tässä tekstissä absorptiokapasiteetti ja -nopeus kokonaisabsorptiokapasiteettiin ja -nopeuteen (eli yhdistettyyn osmoottiseen ja kapillaariseen).

Absorptiokapasiteetti voi vaihdella merkittävästi riippuen absorboitavan nesteen luonteesta ja tavasta, jolla neste tulee kosketukseen vaahdon kanssa. Tämän keksinnön mukaista tarkoitusta varten absorptiokapasiteetti määritetään sen synteettisen virtsan määränä, jonka mikä tahansa tietty superabsorbenttipolymeerivaahdon määrä absorboi, grammoina synteettistä virtsaa yhtä vaahtogrammaa kohti, menettelytavalla, joka määritellään jäljempänä (koska synteettisen virtsan ominaispaino on noin 1,0, voidaan absorptiokapasiteetti ilmoittaa myös millilitroina synteettistä virtsaa vaahtogrammaa kohti).

Tämän keksinnön mukaiset superabsorbenttipolymeerivaahdot ovat sellaisia, joiden absorptiokapasiteetti on vähintään noin 10 g, edullisemmin vähintään noin 15 g, edullisimmin vähintään noin 50 g synteettistä virtsaa yhtä

grammaa vaahtoa kohti. Superabsorbenttipolymeerivaahdot, joilla on näin suhteellisen korkeat absorptiokapasiteettiominaisuudet, ovat erityisen käyttökelpoisia absorbenttirakenteissa ja -kappaleissa koska nämä vaahdot voivat määritelmän mukaan pidättää halutun suuria määriä eritettyjä kehon nesteitä, kuten virtsaa.

Absorptionopeus on absorptiokapasiteetti mitattuna ajan funktiona. Absorptionopeus, grammoina synteettistä virtsaa superabsorbenttipolymeerivaahtogrammaa kohti sekunnissa (s), on edullisesti vähintään noin 0,5 g/g/s, edullisemmin vähintään noin 1 g/g/s, edullisimmin vähintään noin 2 g/g/s.

Absorptiokapasiteetti ja -nopeus voidaan määrittää mille tahansa vaahtonäytteelle käyttäen menetelmää, joka on kuvattu osassa Koemenetelmät.

Suhteellisen suuren absorptiokapasiteetin ja absorptionopeuden lisäksi näillä superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on edullisesti myös tietyt geelilujuusominaisuudet. Geelilujuus viittaa vaahdon haluttomuuteen muuttaa muotoaan tai levitä rasituksen alaisena vaahdon imettyä nestettä. Haluamatta sitoutua teoriaan uskotaan, että tietyllä superabsorbenttipolymeerimateriaalilla ja geelilujuudella voidaan kapillaariabsorptiokapasiteettia ja kapillaari- ja osmoottista absorptionopeutta lisätä kohottamalla vaahdon pinta-alan suhdetta massaan. Tästä syystä on toivottavaa käyttää absorbenttirakenteissa ja -kappaleissa hyväksi sellaisia superabsorbenttipolymeerivaahtoja, joilla on riittävä geelilujuus ja suurin saavutettavissa oleva pinta-alan suhde massaan.

On myös havaittu, että geelilujuus (eli geelin muodonmuutostaipumus) korreloi suoraan superabsorbenttipolymeerivaahdon leikkausmoduuliin. Tämän mukaisesti superabsorbenttipolymeerivaahdot, joilla on riittävä geelilujuus, jotta ne ovat käyttökelpoisia tämän keksinnön mukaisissa

absorbenttirakenteissa ja -kappaleissa, voidaan analysoida määrittämällä geelilujuus vaahdon leikkausmoduulina.

Leikkausmoduuli voidaan helposti mitata esimerkiksi menetelmällä, jossa käytetään leikkausreaometriä määrittämään (a) annettuun vaahtonäytteeseen kohdistetun leikkausvoiman suhde (b) näytteessä tuloksena esiintyvään venymään. Tällä tavoin testattava näyte paisutetaan sen absorptiokapasiteettiin saakka synteettisellä virtsalla. Leikkausvoiman suhde venymään määritetään, sitten lasketaan tästä suhteesta tuloksena olevan vaahtonäytteen leikkausmoduuli yksiköissä dyn/cm^2. Sopiva menetelmä tässä käytettäväksi on kuvattu Re. US-patentissa 32 649, nimetty Brandt et al.:lle 19. huhtikuuta 1988, sisällytetään tähän viitteeksi.

Tämän keksinnön mukaisilla superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on sellaiset geelilujuudet, että näiden vaahtojen leikkausmoduuli on vähintään noin 1 dyn/cm^2, edullisemmin alueella noin 1 - 5 dyn/cm^2. Sitoutumatta mihinkään erityiseen teoriaan uskotaan, että vaahdot, joilla on tällaiset geelilujuudet, vastustavat muodon muutosta absorboituaan nestettä ja niillä on alentunut taipumus virrata (eli nämä vaahdot ovat "nestestabiileja"). Täten edulliset geelilujuudet voivat mahdollistaa tämän keksinnön mukaisten vaahtojen keskenään yhteydessä olevien kanavien säilymisen ja suurenemisen niiden paisuessa nesteen vaikutuksesta siten, että vaahto pystyy ottamaan vastaan ja siirtämään myöhempiä nestekuormia. Edulliset geelilujuudet voivat toimia myös parantaen ihon kuivuutta.

Vielä eräs tämän keksinnön mukaisten vaahtojen ominaisuus on se, että vaahdot paisuvat yleisesti isotrooppisesti, myös kevyiden jauhavien paineiden alaisena, silloin kun nesteitä lasketaan tai tulee kosketukseen vaahtojen kanssa. Isotrooppista paisumista käytetään tässä tarkoittamaan sitä, että vaahto paisuu yleisesti yhtä paljon joka suuntaan sen kostuessa. Isotrooppinen paisuminen on tärkeä

ominaisuus vaahdolle koska vaahdon superabsorbenttipolymeerimateriaali, solut ja keskenään yhteydessä olevat kanavat kykenevät säilyttämään suhteellisen geometriansa ja avaruussuhteensa myös paisuneena siten, että olemassa olevat kapillaarikanavat säilyvät tai kasvavat käytön aikana (polymeerimateriaali, solut ja kanavat tulevat suuremmiksi paisumisen aikana). Täten vaahto voi imeä itseensä ja/tai siirtää itsensä läpi lisää nestekuormia.

Rakenteelliset ominaisuudet

Superabsorbenttipolymeerivaahtojen tietyt, hieman keskenään suhteessa olevat ja toisistaan riippuvat rakenteelliset ominaisuudet on määritelty erittäin toivottaviksi sovelluksissa, jotka käsittävät vesipohjaisten kehon nesteiden absorboimista. Edullisten superabsorbenttipolymeerivaahtojen useat rakenteelliset ominaisuudet voidaan koota seuraavasti:

A) Pinta-alan suhde massayksikköön

Pinta-alan suhde massayksikköön on vaahdon superabsorbenttipolymeerimateriaalipintojen kokonaispinta-alan, mukaan lukien solujen ja keskenään yhteydessä olevien kanavien pinnat, suhde superabsorbenttipolymeerimateriaalin kokonaismassaan. Pinta-alan suhde massaan ilmaisee vaahdon nesteenottonopeutta, erityisesti osmoottista absorptionopeutta. Mitä suurempi on vaahdon pinta-alan suhde massaan, sitä enemmän on pinta-alaa absorboitavan nesteen diffuusiolle. Täten vaahdoista, joilla on tietyt geelilujuusominaisuudet, ne vaahdot, joilla on suurempi pinta-alan suhde massaan, ovat edullisia.

Pinta-alan suhteen massaan uskotaan myös olevan tärkeä tekijä minimoitaessa vaahdon superabsorbenttimateriaalin deaktivoitumista korkean moolimassan komponentteja sisältävien kehon nesteiden, esim. veren ja kuukautisten, vaikutuksesta. Mikäli pinta-alan suhde massaan on liian pieni, uskotaan tällaisten komponenttien deaktivoivan

vaahtoa tai sen osia fysikaalisesti johtuen niiden molekyylien koosta.

Edellä kuvatuista syistä on toivottavaa maksimoida tämän keksinnön mukaisen superabsorbenttipolymeerivaahdon pinta-alan suhde massaan. Yleisesti mikä tahansa ominaisuus, joka lisää vaahdon kapillaarisuutta, lisää myös vaahdon pinta-alan suhdetta massaan. Pinta-alan suhde massaan kasvaa esimerkiksi solukoon pienentyessä ja/tai solujen lukumäärän, avointen solujen prosenttiosuuden ja/tai keskenään yhteydessä olevien kanavien prosenttiosuuden kasvaessa. Täten pinta-alan suhdetta massaan voidaan lisätä millä tahansa vaahdon koostumuksella tai työstöparametreillä, jotka vaikuttavat täten näihin parametreihin.

Näillä superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on tyypillisesti pinta-alan suhde massaan vähintään noin 0,2 m^2/g, edullisemmin vähintään noin 1,6 m^2/g, ja edullisimmin vähintään noin 3 m^2/g. Sopiva menetelmä pinta-alan suhteen massaan määrittämiseksi [käyttäen Brunauer-Emmet-Teller (BET) -kaasuabsorptiomenetelmää] on esitetty tarkemmin yksityiskohdin osassa Koemenetelmät.

B) Avointen solujen prosenttiosuus

Polymeeriset vaahdot voivat olla luonteeltaan suhteellisen umpisoluisia tai suhteellisen avosoluisia riippuen siitä ovatko, ja missä määrin, solujen seinämät tai rajat (eli soluikkunat) täyttyneet tai varattuja polymeerimateriaalilla. Tämän keksinnön mukaiset superabsorbenttipolymeerivaahdot ovat suhteellisen avosoluisia siten, että vaahdon yksittäiset solut eivät suurimmaksi osaksi ole täysin eristettyjä toisistaan soluseinämien polymeerisellä materiaalilla. Täten tällaisten olennaiselta osin avosoluisissa vaahtorakenteissa on solujen välisiä aukkoja tai "ikkunoita", jotka ovat riittävän suuria sallimaan nesteen helpon siirtymisen yhdestä solusta toiseen vaahtorakenteen sisällä. Avosoluinen rakenne on tärkeä sekä kapillaariabsorptionopeuden että vaahdon kapasiteetin kan-

nalta. Parantunut kapillaarisiirto parantaa myös osmoottista absorptionopeutta koska nesteelle altistuu suurempi pinta-ala vaahdon superabsorbenttipolymeerimateriaalista.

Olennaiselta osin avosoluisissa rakenteissa, jotka ovat tässä käyttökelpoista tyyppiä, vaahdolla on tyypillisesti verkkomainen rakenne, jossa yksittäiset solut rajoittuvat joukkoon keskenään yhteydessä olevia kolmiulotteisia haaroittuneita verkkoja. Polymeerisen materiaalin nauhoista, jotka muodostavat avosoluisen vaahtorakenteen haaroittuneet verkot, voidaan käyttää nimitystä "kannatin". Tämän keksinnön mukaisia tarkoituksia varten superabsorbenttipolymeerivaahto on "avosoluista", jos vähintään noin 25 %, edullisesti vähintään noin 50 % ja edullisimmin vähintään noin 75 %, vaahtorakenteen soluista on nesteyhteydessä ainakin yhden viereisen solun kanssa. Vaihtoehtoisesti vaahdon voidaan katsoa olevan olennaiselta osin avosoluista, mikäli sillä on saatavilla oleva huokostilavuus, joka ylittää jäljempänä esitetyn minimiarvon.

Lisäksi näiden vaahtojen keskenään yhteydessä olevat aukot ovat sellaisia, että vaahdossa on olennaiselta osin jatkuvia, keskenään yhteydessä olevia kanavia olennaiselta osin läpi koko vaahtoverkoston, eli solujen väliset aukot muodostavat keskenään yhteydessä olevan verkoston kanavia, jotka ovat vapaita polymeerimateriaalista siten, että vaahto on nestettä läpäisevää. Nämä kanavat mahdollistavat vaahdon kanssa kosketukseen tulevan nesteen siirtymisen kapillaarivoimien vaikutuksesta (eli muodostuu kapillaarisia siirtokanavia) muihin vaahdon osiin siten, että vaahdon koko tilavuutta käytetään nesteiden absorbointiin. Lisäksi solujen ja keskenään yhteydessä olevien kanavien ollessa paisuneita ne mahdollistavat nesteen kulun vaahdon läpi joko superabsorbenttipolymeerimateriaaliin, joka on kauempana nesteen alkuperäisestä kosketuspisteestä, tai muihin rakenteisiin, jotka ovat kosketuksessa vaahdon kanssa. Täten vaahdon käsitetään olevan nes-

tettä läpäisevää solujen ja keskenään yhteydessä olevien kanavien ansiosta. Keskenään yhteydessä olevien kanavien uskotaan parantavan kapillaariabsorptionopeutta ja -kapasiteettia. Koska nämä kanavat mahdollistavat nesteen jakautumisen koko vaahtoon, ne tuottavat myös vaahdon superabsorbenttipolymeerin nestettä pidättävien ominaisuuksien lisääntyneen hyväksi käytön siten parantaen vaahdon osmoottista absorbointinopeutta.

Solujen väliset aukot ovat edullisesti sellaisia, että ne sallivat nesteiden solujen välisen kapillaarivirtauksen (eli solujen välisen nestekommunikaation) ainakin noin 25 %:n, edullisesti ainakin noin 50 %:n, kaikkein edullisimmin ainakin noin 75 %:n, soluista välillä. Pinta-alan suhde massaan ja saatavilla oleva huokostilavuus voivat ilmaista niiden solujen määrän, joilla on solujen välistä kommunikaatiota.

Ominaisuuksia, jotka vaikuttavat keskenään yhteydessä olevien kanavien muodostumiseen, ovat vaahdotusaineen määrä, partikkelikoko ja partikkelikokojakautuma sekä paisutus- ja reaktiovaiheiden hallinta siten, että vaahdotusaine paisutetaan ennen kriittistä viskositeettiä.

C) Keskimääräinen solukoko ja solukokojakautuma

Vielä eräs näiden superabsorbenttipolymeerivaahtojen rakenteellinen ominaisuus on solukoko. Vaahtosolut ovat säännöllisesti muodoltaan olennaiselta osin pallomaisia. Täten tällaisten olennaiselta osin pallomaisten solujen koko tai "halkaisija" on tavallisesti käytetty parametri vaahtojen luonnehtimisessa yleisesti, samoin kuin luonnehdittaessa tämän keksinnön mukaisia edullisia superabsorbenttipolymeerivaahtoja. Koska tietyn polymeerivaahtonäytteen solut eivät välttämättä ole kooltaan täsmälleen samaa kokoa, määritellään usein keskimääräinen solukoko, eli keskimääräinen solun halkaisija. Samalla tavoin voidaan määritellä solukokojakautuma, joka heijastaa solukokojen vaihtelualuetta.

Koska solukoko on tekijä, joka määrittelee vaahdon kapillaarisuuden, on solukoko parametri, joka voi vaikuttaa suoraan näiden superabsorbenttipolymeerivaahtojen sekä osmoottiseen että kapillaariseen absorbtionopeuteen. Solukoko, yhdessä solujen lukumäärän kanssa (joka liittyy tiheyteen), voi vaikuttaa myös näiden vaahtojen mekaanisiin ominaisuuksiin, mukaan lukien joustavuuden. Yleisesti tietyllä tiheydellä bulkkivaahdon kokonaisjoustavuus voi kasvaa keskimääräisen solukoon pienentyessä.

Saatavilla on joukko tekniikoita vaahtojen keskimääräisen solukoon määrittämiseen. Näitä tekniikkoja ovat elohopeaporosimetriamenetelmät, jotka ovat alalla hyvin tunnettuja. Kaikkein käyttökelpoisin tekniikka vaahtojen solukokojen määrittämiseen käsittää kuitenkin vaahtonäytteen yksinkertaisen valokuvausmittauksen. Esimerkiksi piirustusten kuvio 1 on mikroskooppivalokuva tyypillisestä tämän keksinnön mukaisen superabsorbenttipolymeerivaahdon reunasta. Osaan mikroskooppivalokuvasta, merkittynä 1a:lla, on liitetty mittakaava, joka edustaa 50 mm:n mittaa (reuna on suurennettu noin 50 kertaa; osassa, joka on merkitty 1b:llä (suorakulmainen osa 1a:sta suurennettuna noin 250 kertaa) on mittakaava, joka edustaa 100 mikronin mittaa [samalla tavoin kuviossa 2, mikroskooppivalokuvassa kuvion 1 mukaisen vaahdon reunasta otettuna tasosta, joka on kohtisuorassa kuvion 1 mukaiseen reunaan nähden, on samanlaiset mittakaavat piirrettynä osien, jotka on merkitty 2a:lla (50x) ja 2b:llä (250x), päälle]. Tällaisia mittakaavoja voidaan käyttää keskimääräisen solukoon määrittämisessä kuva-analyysimenettelyllä. Vaahtonäytteiden mikroskooppivalokuvien kuva-analyysi on yleisesti käytetty analyysityökalu, jota voidaan käyttää näiden vaahtorakenteiden keskimääräisen solukoon määrittämiseen. Tällainen tekniikka on kuvattu tarkemmin yksityiskohdin US-patentissa 4 788 225, myönnetty Edwards et al.:lle 29. marraskuuta 1988, sisällytetään tähän viitteeksi. Useista solumittauk-

sista, jotka tehdään keskimääräisen solukoon määrittämiseksi voidaan helposti määrittää solukokojakautuma, mukaan lukien alueet ja koko-osuudet tällaisen alueen sisällä.

Yleisesti on toivottavaa tuottaa vaahtoja, joilla on pienin mahdollinen solukoko ottaen huomioon, että saavutetaan edellä kuvattu solujen välinen nestekommunikaatio ja pinta-alan suhde massaan. Suoralla valokuvamittauksella määritettynä tämän keksinnön mukaisilla superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on tyypillisesti keskimääräinen solukoko alle noin 100 mikronia, edullisemmin alle noin 50 mikronia, edullisimmin alle noin 20 mikronia. Yleensä minimisolukoko on alueella noin 1 - noin 10 mikronia. Edullisesti ainakin noin 50 %, edullisemmin ainakin noin 75 %, edullisimmin ainakin noin 90 %, soluista on edellä esitetyillä solukokoalueilla.

Solukokojakautuma saattaa vaikuttaa sekä osmoottiseen että kapillaariseen absorptionopeuteen. Kapillaariabsorptionopeuden maksimoimiseksi uskotaan olevan edullista tuottaa kapea solukokojakautuma, edullisesti siten, että vaahdon solukokojakautuman arvo on enintään 5, edullisemmin enintään 3, vielä edullisemmin enintään 2. Nopeinta kapillaariabsorptionopeutta varten solukokojakautuman arvo on edullisesti 1 (eli kaikki solut ovat samaa kokoa). Näitä arvoja vastaavat solukokojakautumat on koottu taulukkoon I. Edelleen uskotaan, että osmoottinen absorptionopeus maksimoituu, kun vaahdon morfologiassa on yhdistelmä pienistä soluista ja laajemmasta solukokojakautumasta siten, että rakenteessa on pienten solujen "pakkautumista" suurempien solujen joukossa. Tästä syystä, jotta näissä vaahdoissa saavutetaan sopiva tasapaino sekä osmoottisesta että kapillaariabsorptiosta on edullista, että solukokojakautuma on suurempi kuin 1 ja pienempi kuin 3, edullisimmin alle 2.

Solujen kokoon superabsorbenttipolymeerivaahdoissa voidaan vaikuttaa ja sitä voidaan säätää vaihtelemalla

tässä kuvattua tiettyä vaahdon koostumusta ja työstöolosuhteita, erityisesti niitä, jotka vaikuttavat vaahdotusaineen partikkelikokoon stabiilissa dispersiossa. Solukokoon vaikuttavat esimerkiksi viskositeettisuhde, leikkausvoima dispersion muodostamisessa sekä lämpötila ja paine, joita käytetään paisutus- ja reaktiovaiheissa. Riittävän joustavilla vaahdoilla solukokoa voidaan muuttaa myös yksinkertaisesti puristamalla kiinteitä vaahtorakenteita niiden valmistamisen jälkeen.

Kapeaa solukokojakautumaa voidaan suosia valitsemalla oikein pinta-aktiivinen aine tiettyä vaahdotusainetta ja reaktioseosta varten, jotta minimoidaan dispergoitujen vaahdotusainepartikkeleiden koaguloituminen ennen paisutusta ja/tai sen aikana. Esimerkiksi sellainen pinta-aktiivinen aine, joka sisältää hydrofiilisiä ja hydrofobisia ryhmiä, on yleensä tehokas stabiloimaan veteen liukenematonta vaahdotusainetta reaktioseoksessa, jossa liuotin on vesi. Hydrofiilisen ja hydrofobisen pinta-aktiivisen aineen suhdetta pinta-aktiivisessa aineessa voidaan muutella vaahdotusainepartikkeleiden koaguloitumisen minimoimiseksi, edullisesti sovittamalla yhteen pinta-aktiivisen aineen ja vaahdotusaineen HLB-arvot, siten edistäen tasaista solukokojakautumaa. Kapeaa solukokojakautumaa voidaan suosia myös alentamalla viskositeettisuhdetta.

Taulukko I

Solujakautuman arvo*

Keskimääräinen solukoko	1	2	3	4	>5
100 mikronia	100% - 100	50% - 95-105	33,3% - 95-105	25% - 95-105	17% - 95-105
		25% - 75-<95	33,3% - 65-<95	37,5% - 62-<95	41,5% - <95
		25% - >105-125	33,3% - >105-135	37,5% - >105-138	41,5% - >105
50 mikronia	100% - 50	50% - 45-55	33,3% - 45-55	25% - 45-55	17% - 45-55
		25% - 35-<45	33,3% - 35-<45	37,5% - 33-<45	41.5% - <45
		25% - >55-65	33,3% - >55-65	37,5% - >55-65	41,5% - >55
20 mikronia	100% - 20	50% - 18-22	33,3% - 18-22	25% - 18-22	17% - 18-22
		25% - 15-<18	33,3% - 15-<18	37,5% - 12-<18	41,5% - <18
		25% - >22-25	33,3% - >22-25	37,5% - >22-26	41,5% - >22

* Niiden solujen prosenttiosuus, joilla on määritelty koko mikroneina (esim. 25 % - >105-125 tarkoittaa että 25 %:lla soluista on koko suurempi kuin 105 mikronia ja pienempi tai yhtä suuri kuin 125 mikronia).

D) Vaahdon tiheys

Superabsorbenttipolymeerivaahtojen tiheys saattaa vaikuttaa joukkoon näiden vaahtojen suorituskyky- ja mekaanisia ominaisuuksia. Tällaisia ominaisuuksia ovat sekä osmoottinen että kapillaariabsorptiokapasiteetti ja -nopeus, sekä vaahdon joustavuus. Yleisesti, tietyllä pinta-alan suhteella massaan ja solukoolla, vaahdon tiheyden pienentyessä osmoottinen absorptionopeus ja kapillaariabsorptionopeus kasvavat. Mikä tärkeää, superabsorbenttipolymeerivaahtojen tiheys voi myös määrätä näiden absorptiokappaleiden kustannustehokkuuden.

Vaahdon tiheys (grammoina vaahtomateriaalia yhtä kuutiosenttimetriä vaahdon tilavuutta kohti ilmassa) määritellään tässä kuivana. Täten absorboituneen vesipohjaisen nesteen, esim. minkä tahansa nestejäännöksen, joka saattaa olla jäljellä vaahdossa esimerkiksi sen muodostamisen jälkeen, määrää ei oteta huomioon laskettaessa ja ilmoitettaessa vaahdon tiheyttä. Tässä määritelty vaahdon tiheys sisältää kuitenkin jäljelle jääneet kiinteät aineet, kuten pinta-aktiivisen aineen, ulkoisen pehmitinaineen jne., joita voi olla läsnä superabsorbenttipolymeerivaahdossa. Tällainen jäännösmateriaali saattaa itse asiassa lisätä merkittävän osan vaahtomateriaalin massaan.

Mitä tahansa sopivaa gravimetristä menetelmää, joka antaa kiinteän vaahtomateriaalin massan vaahtorakenteen tilavuusyksikköä kohti, voidaan käyttää vaahdon tiheyden mittaamiseksi. Esimerkiksi gravimetrinen menetelmä, joka sopii käytettäväksi tässä, on kuvattu täydellisemmin US-patentissa 5 147 345, myönnetty Young et al.:lle 15. syyskuuta 1992. Tämä patentti sisällytetään tähän viitteeksi. Niissä tilanteissa, joissa vaahtonäytteen valmistusmenetelmät (kuivaus, vanhennus, esipehmennys, jne.) saattavat ennustamatta muuttaa saatuja tiheysmittaustuloksia, voidaan käyttää myös vaihtoehtoisia tiheyden määritysmenetelmiä. Tällaisia vaihtoehtoisia menetelmiä voisivat olla

esimerkiksi gravimetriset tiheysmittaukset käyttäen koenestettä, joka absorboidaan vaahtomateriaaliin. Tämäntyyppinen tiheyden määritysmenetelmä voi olla käyttökelpoinen luonnehdittaessa erittäin matalan tiheyden vaahtoja, kuten sellaisia näitä vaahtoja, joissa kuivatiheys on suunnilleen vaahdon huokostilavuuden käänteisluku. Katso Chatterjeen artikkeli "Absorbency", Textile Science and Technology, Vol 7, 1985, s. 41, sisällytetään tähän viitteenä. Jäljempänä vaahdon tiheydelle esitetyt alueet on tarkoitettu kattaviksi, eli niiden on tarkoitettu käsittävän tiheyden arvot, jotka voivat olla määritettyjä millä tahansa järkevällä koemenetelmällä.

Yleisesti on edullista minimoida superabsorbenttipolymeerivaahtojen tiheys, jotta saadaan vaahto, jolla on haluttu keskenään yhteydessä olevien kanavien rakenne, solukoko ja pinta-alan suhde massaan. Vaahdon tiheys voidaan säätää kontrolloimalla tiettyjä vaahdon koostumuksen ja työstön parametrejä, esimerkiksi vaahdotusaineen lisäysmäärää. Tämän keksinnön mukaisilla superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on tyypillisesti tiheyden arvot kuivana alueella noin 0,1 - noin 0,5 g/cm^3. Näiden superabsorbenttipolymeerivaahtojen tiheyden ei tarvitse olla tasainen koko rakenteessa, eli joillakin vaahdon osilla tai vyöhykkeillä voi olla suhteellisesti suuremmat tai matalammat tiheydet kuin sen muilla osilla tai vyöhykkeillä. Kuitenkin silloin kun vaahdossa on olennaiselta osin keskenään yhteydessä olevia kanavia olennaiselta osin läpi koko rakenteen ja suhteellisen pieni solukokojakautuman arvo, on tiheys olennaiselta osin tasainen koko rakenteessa.

E) Huokostilavuus

Kuten edellä esitettiin, erittäin matalan tiheyden vaahdoilla kuivatiheys on lähellä huokostilavuuden käänteislukua. Tästä syystä huokostilavuus voi toimia tiheyden mittana näille polymeereille. Lisäksi huokostilavuus voidaan korreloida solujen lukumäärään, avointen solujen

osuuteen sekä vaahtorakenteen keskenään yhteydessä olevien kanavien osuuteen. Yleisesti huokostilavuuden kasvaessa solujen lukumäärä, avointen solujen lukumäärä, sekä nesteyhteydessä keskenään olevien vaahtokanavien osuus kasvavat myös.

Huokostilavuus on mitta vaahtorakenteen aukoille tai soluille vaahtorakenteen muodostavan kiintoaineen massayksikköä kohti (eli polymeerirakenteen ja muiden kiintoainejäämien). Huokostilavuus voi olla tärkeä vaikuttamassa joukkoon superabsorbenttipolymeerivaahtojen suorituskykyja mekaanisia ominaisuuksia, kuten kuvattiin vaahdon tiheyden yhteydessä.

Huokostilavuus voidaan määrittää millä tahansa sopivalla koemenetelmällä, joka antaa tarkan mitan rakenteen todellisesta huokostilavuudesta. Tällaiset koemenetelmät käsittävät yleisesti sellaisen koenesteen tilavuuden ja/tai massan, joka voidaan lisätä vaahtorakenteeseen ja joka sen vuoksi edustaa vaahdon avointen solujen varaamaa tilavuutta. Tästä syystä vaahtojen huokostilavuusparametriä voidaan kutsua myös "saatavilla olevaksi huokostilavuudeksi".

Eräs tavanomainen menetelmä saatavilla olevan huokostilavuuden määrittämiseksi kokeellisesti käsittää matalan pintajännityksen nesteen, kuten isopropanolin, lisäämisen vaahtorakenteeseen vaahtorakenteen ulkopuolelta käsin. Menetelmä saatavilla olevan huokostilavuuden määrittämiseksi käyttäen isopropanolia on esitetty edellä viitatussa US-patentissa 5 147 345. On kuitenkin huomattava, että vaihtoehtoisia koenesteitä ja menetelmiä voidaan myös käyttää saatavilla olevan huokostilavuuden määrittämiseksi.

On yleisesti toivottavaa maksimoida näiden vaahtojen huokostilavuus. Superabsorbenttipolymeerivaahtojen huokostilavuuteen voidaan vaikuttaa ja sitä voidaan säätää säätämällä monia samoista vaahdon koostumuksen ja työstön

parametrejä kuin tiheyden säätämiseksi. Huokostilavuuden säätämiseen vaikuttavia asioita voivat olla esimerkiksi vaahdotusaineen lisäysmäärä ja vaahdotusaineen partikkelikoko.

Tämän keksinnön mukaisilla superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on yleisesti huokostilavuus vähintään noin 5 ml/g, edullisemmin vähintään noin 10 ml/g, ja edullisimmin vähintään noin 30 ml/g. Huokostilavuus on tyypillisesti alueella noin 5 - noin 40 ml/g. Tällaisten huokostilavuuden alueiden on tarkoitettu olevan "kattavia" määritelmiä teoreettiselle huokostilavuudelle tämän keksinnön kattamilla vaahdoilla. Täten, mikäli mikä tahansa kokeellinen menetelmä, jonka voidaan olettaa kohtuullisissa rajoissa antavan mittaustuloksia, jotka ovat lähellä teoreettista huokostilavuutta, joka on edellä esitetyillä alueilla, ovat millä tahansa tällaisella menetelmällä testatut vaahtomateriaalit tämän keksinnön suojapiirin sisällä.

F) Kapillaari-imun ominainen pinta-ala

Vielä eräs näiden superabsorbenttipolymeerivaahtojen rakenteellinen ominaisuus on tietty kapillaari-imun ominainen pinta-ala. Kapillaari-imun ominainen pinta-ala on yleisesti mitta tietyn vaahdon muodostavan polymeeriverkon koenesteen saavutettavissa oleva pinta-ala bulkkivaahtomateriaalin massayksikköä kohti (eli polymeerisen rakennemateriaalin ja kiinteän jäännösmateriaalin). Kapillaari-imun ominainen pinta-ala määritetään sekä vaahdon soluyksiköiden mittojen (eli halkaisijan) ja soluyksiköt muodostavien väliköiden koon (eli pituuden, leveyden ja paksuuden) mukaan. Kapillaari-imun ominainen pinta-ala on täten tapa määritellä vaahtoverkon käsittämän kiinteän pinnan kokonaismäärä siinä mitassa kuin tällainen pinta ottaa osaa absorptioon.

Avosoluisen vaahtorakenteen, kuten tämän keksinnön mukaisten superabsorbenttipolymeerivaahtojen, kapillaari-imun ominainen pinta-ala on vaahdon ominaisuus, joka vai-

kuttaa vaahdon kapillaarisuuteen (tai kapillaari-imukykyyn). Vaikka vaahdon pinta-alan suhde massaan on erityisen tärkeä määritettäessä vaahdon osmoottista absorptionopeutta, voidaan vaahdon kapillaarisuus valita ja säätää siten, että superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on sellainen kapillaarisuuden aste, että se sallii nesteiden siirron, esim. imeytymällä, vaahtorakenteen sisällä. Kapillaari-imun ominaisen pinta-alan säätäminen on siten sopiva keino tuottaa haluttu kapillaarisuuden aste superabsorbenttipolymeerivaahdoille. Suhteellisen korkean kapillaari-imun ominaisen pinta-alan vaahdot saattavat tuottaa erittäin toivotun yhdistelmän korkean kapillaarisuuden absorptiokapasiteetista sekä korkeasta kapillaari- ja osmoottisesta absorptionopeudesta. Korkea ominaispinta-ala on seurausta vaahtorakenteen muodostavien tukiväliköiden hienoudesta.

Superabsorbenttivaahtojen kapillaari-imun ominaiseen pinta-alaan vaikutetaan ja sitä hallitaan säätämällä monia samoista koostumuksen ja työstön parametreistä, jotka vaikuttavat vaahdon tiheyteen ja huokostilavuuteen.

Tämän keksinnön mukaisia tarkoituksia varten minkä tahansa annetun superabsorbenttipolymeerivaahtomateriaalin ominaispinta-ala voidaan määrittää ja tavallisesti määritetäänkin menetelmällä, joka käsittää kapillaari-imun periaatteen. Tällaisessa menetelmässä kapillaari-imun ominainen pinta-ala määritetään mittaamalla matalan pintajännityksen nesteen (esim. etanolin) kapillaarikulutus, joka tapahtuu tunnetun massan ja mittojen vaahtonäytteessä. Yksityiskohtainen kuvaus tällaisesta menetelmästä vaahdon ominaispinta-alan määrittämiseksi kapillaari-imumenetelmällä, soveltuen tässä käytettäväksi, on esitetty edellä viitatussa US-patentissa 5 147 345. Mitä tahansa sopivaa vaihtoehtoista menetelmää kapillaari-imun ominaisen pinta-alan määrittämiseksi voidaan myös käyttää.

Näillä superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on edullisesti kapillaari-imun ominainen pinta-ala vähintään noin 0,1 m^2/g, edullisemmin vähintään noin 0,5 m^2/g, edullisimmin vähintään noin 1 m^2/g. Kapillaari-imun ominainen pinta-ala on tyypillisesti alueella noin 0,1 - noin 5 m^2/g. Superabsorbenttivaahdoilla, joilla on edellä mainitut kapillaari-imun ominaiset pinta-alat, voi olla erityisen toivottava yhdistelmä kapillaari- ja osmoottisesta absorptiokapasiteetista ja -nopeudesta vesipohjaisille kehon nesteille, kuten virtsalle.

Mekaaniset ominaisuudet

Näillä superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on edullisesti mekaaniset ominaisuudet, esim. joustavuus, yhtenäisyys, pehmeys, jne., jotka tekevät tällaisista vaahdoista erityisen sopivia käytettäviksi absorbenttikappaleissa, kuten kertakäyttöisissä vaipoissa.

Tämän keksinnön mukaiset superabsorbenttipolymeerivaahdot ovat edullisesti joustavia, silloin kun ne on tarkoitettu käytettäviksi absorbenttikappaleissa. "Joustavalla" tarkoitetaan sitä, että vaahtomateriaalia voidaan käyttää absorbenttivälineessä tai -välineenä, joka muotoutuu ihmiskehon yleiseen muotoon ja pintoihin. Yleisesti joustavia vaahtoja voidaan muokata tai taivuttaa tarvittavissa määrin ilman merkittävää vahinkoa niiden rakenteelliselle yhtenäisyydelle tai merkittävää niiden absorboimisominaisuuksien katoamista.

Nämä superabsorbenttipolymeerivaahdot ovat myös edullisesti riittävän joustavia sietämään puristavia tai muokkaavia voimia, joita esiintyy tällaisia vaahtomateriaaleja sisältävien absorbenttikappaleiden valmistuksen, työstön, pakkauksen, kuljetuksen ja varastoinnin aikana. Esimerkiksi kertakäyttövaipat pakataan ja markkinoidaan yleisesti taivutetussa tilassa, jossa vaipan ydin on taitettu sekä pitkittäisessä että poikittaisessa suunnassa. Kertakäyttövaippoja markkinoidaan yleisesti myös taitettu-

jen vaippojen nippuina, jotka niput sisältyvät puristettuina ympäröivään pakkaukseen. Edellä esitetyn mukaisesti puristavat ja muokkaavat voimat, joille superabsorbenttipolymeerivaahto saattaa altistua työstön ja markkinoinnin aikana, saattavat olla jopa suurempia kuin ne, joita vaahtomateriaaleihin kohdistuu käytön aikana.

Ottaen huomioon sen käsittelyn laadun, jota näiden superabsorbenttipolymeerivaahtojen täytyy yleisesti kestää, on edullisilla tämän keksinnön mukaisilla vaahtomateriaaleilla joustavuusominaisuudet, jotka voidaan määritellä viittaamalla niiden kykyyn kestää taivutusta, ilman että niiden rakenteellisessa yhtenäisyydessä tapahtuu merkittäviä vaurioita. Jaksossa Koemenetelmät on kuvattu menetelmä näiden vaahtojen joustavuuden määrittämiseksi määrittämällä se, kuinka monta kertaa, jos lainkaan, tietyn kokoinen vaahtonäyte voidaan taivuttaa sylinterimäisen tuurnan ympärille määrätyllä nopeudella ilman murtumista. Erityisen edullisia tämän keksinnön mukaisia vaahtoja ovat ne, jotka ovat riittävän taipuisia, jotta, silloin kun niitä käytetään absorboimaan kehon nesteitä, (synteettisellä virtsalla) kyllästetylle vaahtomateriaalille 37 °C:n lämpötilassa voidaan suorittaa tämä taivutuskoe ilman sen murtumista (eli vaahdolla on ainakin yhden kierroksen taivutusarvo). Edullisemmin nämä vaahdot voidaan taivuttaa ainakin 2 kertaa, edullisimmin ainakin 5 kertaa, ilman murtumista tällaisen koemenettelyn kohteena.

Tämän keksinnön mukaisilla superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on edullisesti muina mekaanisina ominaisuuksina rakenteellinen yhtenäisyys käytössä sekä pehmeys (eli ärsytyksen puuttuminen) kosketettaessa. Esimerkiksi superabsorbenttipolymeerivaahdot, joita käytetään tällaisina absorbenttikappaleina vauvanvaipoissa, altistuvat sekä dynaamisille että staattisille voimille käyttäjän kävellessä, juostessa, kontatessa tai hyppiessä. Tällaisilla voimilla on taipumus repiä tai rikkoa tai muutoin hajottaa

vaahtorakenne. Täten olisi hyödyllistä vaahdoille (erityisesti vaahtolevyille), joita käytetään tällä tavoin, että niillä olisi riittävä rakenteellinen yhtenäisyys, jotta vaahdon repeytyminen tai pilkkoutuminen käytön aikana minimoituisi.

Superabsorbenttipolymeerivaahtoja voidaan käyttää myös absorbenttikappaleina rakenteissa, joissa vaahtomateriaalin pinta tulee läheiseen kosketukseen käyttäjän ihon kanssa. Tämän mukaisesti olisi erittäin toivottavaa, että näiden superabsorbenttipolymeerivaahtojen pinta olisi hyväksyttävän pehmeä ja kosketuksessa ärsyttämätön.

Muita ominaisuuksia

Käytettäessä nesteen absorbentteina absorbenttikappaleissa on näissä superabsorbenttipolymeerivaahdoissa edullisesti suhteellisen matalat määrät uutettavaa polymeerimateriaalia. Uskotaan, että polymeerimateriaali, jonka kehon neste uuttaa sen jälkeen kun vaahdon superabsorbenttipolymeeri muodostaa hydrogeeliä, voi muuttaa kehon nesteen sekä fysikaalisia että kemiallisia ominaisuuksia siinä määrin, että tällainen neste absorboituu hitaammin ja pidättyy huonommin superabsorbenttipolymeerivaahdon sisältävässä absorbenttikappaleessa. Tällaisia vaikutuksia on kuvattu US-patentissa Re. 32 649. Tuloksena tästä absorboitavaan kehon nesteeseen huuhtoutuva polymeeri saattaa johtaa superabsorbenttipolymeerivaahdon vähemmän tehokkaaseen hyväksikäyttöön absorbenttikappaleissa ja suurempaan ei-toivottuun kehon nesteen vuotamiseen kappaleesta.

Näiden superabsorbenttipolymeerivaahtojen uutettavan polymeerin määrät voidaan määrittää kontaktoimalla vaahtonäytettä synteettisellä virtsaliuoksella sopivan ajan (esim. vähintään 16 tuntia), joka tarvitaan uuttotasapainon saavuttamiseen, sitten suodattamalla paisunut vaahtomateriaali emäliuoksesta, ja lopuksi määrittämällä suodoksen polymeeripitoisuus. Tällainen menetelmä karbok-

syyli- ja sulfonihappopohjaisten superabsorbenttipolymeerimateriaalien uutettavan polymeerin pitoisuuden määrittämiseksi, joka menetelmä on tässä käyttökelpoinen, on kuvattu edellä viitatussa US-patentissa Re. 32 649.

Edullisilla tämän keksinnön mukaisilla superabsorbenttipolymeervaahdoilla on kaksi erityyppistä uutettavan polymeerin pitoisuuden ominaisuutta. Uskotaan, että sekä uutettavan polymeerin kokonaismäärä vaahdossa että nopeus, jolla tällainen uuttuva materiaali huuhtoutuu, ovat tärkeitä suhteessa superabsorbenttipolymeerivaahdon absorptiosuorituskykyyn. Edellisen mukaisesti näillä superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on edullisesti uutettavan polymeerin pitoisuus alussa, eli se uutettavan polymeerin määrä, joka poistuu yhdessä tunnissa kosketuksessa synteettiseen virtsaan, korkeintaan noin 7,5 paino-%, edullisemmin korkeintaan noin 5 paino-%, vaahdosta. Lisäksi näillä vaahdoilla on edullisesti uutettavan polymeerin tasapainopitoisuus, eli esimerkiksi 16 tunnin kosketuksessa synteettiseen virtsaan jälkeen poistuneen polymeerin tasapainomäärä, korkeintaan noin 17 paino-%, edullisemmin korkeintaan noin 10 paino-%, vaahtonäytteestä.

Lisäksi tämän keksinnön mukaisilla edullisilla superabsorbenttipolymeerivaahdoilla on tietty suhde absorptiokapasiteetin ja uutettavan polymeerin tasapainopitoisuuden välillä, kuten on kuvattu edellä viitatussa US-patentissa Re. 32 649. Tällaiset edulliset vaahdot voidaan valmistaa US-patentin Re. 32 649 yleisen kuvauksen mukaisesti, joka käsittelee tällaisia polymeerimateriaaleja. Uutettavan polymeerin pitoisuus voidaan minimoida esimerkiksi kontrolloidulla, minimoidulla initiaattorin käytöllä (silloin kun sitä käytetään) ja/tai käyttämällä suhteellisen matalia lämpötiloja monomeerin ja/tai sisäisen silloitusaineen reaktiossa (esim. noin 20 - noin 80 °C).

Sovellukset

Näitä superabsorbenttipolymeerivaahtoja voidaan käyttää moniin käyttötarkoituksiin monilla käyttöaloilla,

jotka ovat tunnettuja vaahtoalalla. Nämä vaahdot ovat erityisen sopivia käytettäviksi sovelluksissa, joissa on toivottavaa absorboida ja pidättää nesteitä, esimerkiksi absorbenttikappaleissa; imupaperissa (mukaan lukien pyyhkeet); pakkausastioissa; lääkkeiden annosteluvälineissä; haavanpuhdistusvälineissä; palovammojen hoitovälineissä; ioninvaihtokolonnimateriaaleissa; rakennusmateriaaleissa; maatalouden tai kasvitalouden materiaaleissa, kuten siemenlevyissä tai vettä pidättävissä materiaaleissa; sekä teollisuuskäytöissä, kuten lietteen tai öljyn vedenpoistoaineina, materiaaleissa kasteen muodostumisen estämiseksi, kosteuden poistajissa sekä kosteuden säätöaineissa.

Vaahdon ainutlaatuisista absorptio-ominaisuuksista johtuen tämä superabsorbenttivaahto on erityisen sopivaa käytettäväksi absorbenttiydinmateriaalina absorbenttikappaleissa, erityisesti kertakäyttöisissä absorbenttikappaleissa. Tässä käytettynä termi "absorbenttikappale" tarkoittaa välineitä, jotka absorboivat ja sisältävät kehon eritteitä, ja erityisemmin se viittaa välineisiin, jotka sijoitetaan käyttäjän kehoa vasten absorboimaan ja säilyttämään kehosta erittyviä eritteitä. Tässä käytetty termi "kertakäyttöinen" tarkoittaa absorbenttikappaleita, joita ei ole tarkoitettu pestäviksi tai muuton palautettaviksi tai uudelleenkäytettäviksi absorbenttikappaleina (eli ne on tarkoitettu pois heitettäviksi yhden käytön jälkeen ja edullisesti kierrätettäviksi, kompostoitaviksi tai muutoin hävitettäviksi ympäristöystävällisellä tavalla). "Yhtenäinen" absorbenttikappale tarkoittaa absorbenttikappaleita, jotka muodostuvat erillisistä osista, jotka on yhdistetty muodostaen koordinoitu yksikkö siten, että ne eivät vaadi erillisiä käsittelyyn liittyviä osia, kuten erillistä pidikettä tai suojusta. Edullinen tämän keksinnön mukaisen absorbenttikappaleen suoritusmuoto on yhtenäinen kertakäyttöinen absorbenttikappale, vaippa 20, joka on esitetty kuviossa 3. Tässä käytettynä termi "vaippa" tarkoittaa ab-

sorbenttikappaleita, joita yleisesti käyttävät pikkuvauvat ja pidätyskyvyttömät henkilöt, ja joita yleensä käytetään käyttäjän vartalon alaosan ympärillä. Edellytetään kuitenkin, että tämä keksintö on sovellettavissa myös muihin absorbenttikappaleisiin, kuten pidätyskyvyttömyyssiteisiin, pidätyskyvyttömien alusvaatteisiin, vaippojen kiinnikkeisiin ja suojuksiin, naisten hygieniavälineisiin, terveyssiteisiin, pikkuhousunsuojiin ja vastaaviin.

Kuvio 3 on tasonäkymä tämän keksinnön mukaisesta vaipasta 20 sen tasoitetussa, muotoilemattomassa tilassa (eli elastisesti aiheutettu muotoilu poistettuna) siten, että osia rakenteesta on leikattu pois, jotta vaipan 20 rakenne näkyisi paremmin ja siten, että se osa vaipasta 20, joka on tarkoitettu käyttäjästä poispäin, ulompi pinta 52, on katsojaa kohti. Kuten kuvio 3 osoittaa, vaippa 20 käsittää edullisesti nestettä läpäisevän pintakalvon 24; nestettä läpäisemättömän taustakalvon 26 liitettynä pintakalvoon 24; absorbenttiytimen 28 (jossa on ulkopinta 100, kehoa vasten tuleva pinta 102, sivureunat 82 ja vyötäröreunat 83) sijoitettuna pintakalvon 24 ja taustakalvon 26 väliin; elastisoidut sivureunat 30; elastisoidut jalkaliuskat 32; elastinen vyötärö 34; sekä kiinnitysjärjestelmä 36.

Vaipalla 20 on kuviossa 3 esitetty olevan ulkopinta 52, sisäpinta 54 vastapäätä ulkopintaa 52, ensimmäinen vyötäröalue 56, toinen vyötäröalue 58 vastapäätä ensimmäistä vyötäröaluetta 56, sekä äärireuna 60, jonka määrittelevät vaipan 20 ulkoreunat, joissa pitkittäiset sivut on merkitty numerolla 62 ja päätyreunat numerolla 64. (Vaikka alan taitaja havaitsee, että vaipassa kuvataan tavallisesti olevan pari vyötäröalueita ja rypytysalue vyötäröalueiden välissä, on tässä sovelluksessa terminologian yksinkertaistamiseksi vaippa 20 kuvattu siten, että siinä on ainoastaan vyötäröalueet, ja kukin vyötäröalueista sisältää sen osan vaipasta, jota tyypillisesti nimitettäisiin

osaksi rypytysaluetta.) Vaipan 20 sisempi pinta 54 käsittää sen osan vaipasta 20, joka sijoittuu käyttäjän kehoa vasten käytön aikana (eli sisäpinta 54 muodostuu yleisesti ainakin osasta pintakalvoa 24 ja muista komponenteista, jotka on liitetty pintakalvoon 24). Ulompi pinta 52 koostuu siitä osasta vaippaa 20, joka sijoittuu poispäin käyttäjän kehosta (eli ulkopinta 52 muodostuu yleisesti ainakin osasta taustakalvoa 26 ja muista komponenteista, jotka on liitetty taustakalvoon 26).

Kuvio 3 esittää edullisen suoritusmuodon vaipasta 20, jossa pintakalvolla 24 ja taustakalvolla 26 on pituus- ja leveysmitat yleisesti suuremmat kuin absorbenttiytimellä 28. Pintakalvo 24 ja taustakalvo 26 ulottuvat yli absorbenttiytimen 28 reunojen siten muodostaen vaipan 20 äärireunan 60. Vaikka pintakalvo 24, taustakalvo 26 ja absorbenttiydin 28 voivat olla asennettuina useilla erilaisilla tunnetuilla konfiguraatioilla, on edullisia vaipan konfiguraatioita kuvattu yleisesti US-patentissa nro 3 860 003, otsikolla "Contractable Side Portions for Disposable Diaper", joka on myönnetty Kenneth B. Buellille 14. tammikuuta 1975; sekä US-patentissa 5 151 092, "Absorbent Article With Dynamic Elastic Waist Feature Having A Predisposed Resilient Flexural Hinge", myönnetty Kenneth B. Buell et al.:lle 29. syyskuuta 1992; kumpikin näistä sisällytetään tähän viitteiksi. Vaihtoehtoisia edullisia muotoja näille kertakäyttöisille vaipoille on kuvattu myös US-patentissa 4 808 178, otsikolla "Disposable Absorbent Article Having Elasticized Flaps Provided With Leakage Resistant Portions", myönnetty Mohammed I. Azizille ja Ted L. Blaneylle 28. helmikuuta 1989; US-patentissa 4 695 278 otsikolla "Absorbent Article Having Dual Cuffs", myönnetty Michael I. Lawsonille 22. syyskuuta 1987; sekä US-patentissa 4 816 025, otsikolla "Absorbent Article Having a Containment Pocket", myönnetty John H. Foremanille 28.

maaliskuuta 1989. Nämä patentit sisällytetään tähän viitteinä.

Pintakalvo 24 on asetettu absorbenttiytimen 28 kehon puoleisen pinnan 102 viereen. Pintakalvo 24 on mukava, pehmeän tuntuinen ja käyttäjän ihoa ärsyttämätön. Lisäksi pintakalvo 24 on nestettä läpäisevä päästäen nesteet (esim. virtsan) helposti läpi koko paksuutensa. Sopiva pintakalvo voidaan valmistaa laajasta valikoimasta materiaaleja, kuten huokoisista vaahdoista; silloitetuista vaahdoista; rei'itetyistä muovikalvoista; tai luonnonkuiduista (esim. puu- tai puuvillakuiduista), synteettisistä kuiduista (esim. polyesteri- tai polypropeenikuiduista) tai luonnollisten ja synteettisten kuitujen yhdistelmistä kudotuista tai nonwoven-verkoista. On olemassa joukko valmistusmenetelmiä, joita voidaan käyttää pintakalvon 24 valmistamiseen. Pintakalvo 24 voi olla esimerkiksi nonwoven-verkko kuiduista verkon ollessa kehruusidottu, karstattu, märkälaminoitu, sulapuhallettu, hydrokiedottu, edellä mainittujen yhdistelmä tai vastaava. Edullinen pintakalvo on karstattu ja lämpösidottu tekstiilialan tuntijoiden hyvin tuntemilla tavoilla. Edullinen pintakalvo koostuu verkosta tapulipituisia polypropeenikuituja, kuten niitä, joita valmistaa Veratec, Inc., a Division of International Paper Company, Walpolesta, Massachusettsista, USA:sta, nimikkeellä P-8.

Pintakalvo 24 voi olla liitetty absorbenttiytimeen 28 ja taustakalvoon 26 kiinnityskeinolla (ei esitetty), kuten sellaisilla, jotka ovat alalla hyvin tunnettuja. Sopivia kiinnityskeinoja on kuvattu tässä kuvattaessa taustakalvon 26 liittämistä absorbenttiytimeen 28. Tässä käytettynä termi "liitetty" käsittää rakenteet, joissa elementti on suoraan kiinnitetty toiseen elementtiin kiinnittämällä elementti suoraan toiseen elementtiin, sekä rakenteet, joissa elementti kiinnitetään epäsuorasti toiseen elementtiin kiinnittämällä elementti väliosaan (-osiin),

joka vuorostaan on kiinnitetty toiseen elementtiin. Tämän keksinnön edullisessa suoritusmuodossa pintakalvo 24 ja taustakalvo 26 on liitetty suoraan toisiinsa vaipan äärireunassa 60 ja ne on liitetty epäsuorasti toisiinsa liittämällä ne suoraan absorbenttiytimeen 28. Pintakalvo 24 tai taustakalvo 26 voivat olla suoraan liitettyinä superabsorbenttivaahdon käsittävään absorbenttiytimeen muodostamalla vaahto pintakalvomateriaalille tai taustakalvomateriaalille. Vaihtoehtoisesti, esim. silloin kun absorbenttiydin 28 on vapaa superabsorbenttipolymeerilevy tai vaahtoa kantava rakenne (esim. imupaperi, joka sisältää superabsorbenttipolymeerivaahdon), voidaan pintakalvo tai taustakalvo liittää ytimeen millä tahansa kiinnityskeinolla, joka tunnetaan alalla.

Taustakalvo 26 on sijoitettu absorbenttiytimen 28 vaatepuolta 100 vasten. Taustakalvo 26 voidaan liittää absorbenttiytimeen 28 muodostamalla vaahto taustakalvomateriaalille tai, esim. silloin kun absorbenttiytimenä 28 käytetään vapaata superabsorbenttipolymeerivaahtolevyä tai muuta vaahtoa kantavaa rakennetta, kiinnityskeinoilla (ei esitetty), kuten sellaisilla, jotka ovat alalla hyvin tunnettuja. Taustakalvo 26 voi olla esimerkiksi kiinnitetty absorbenttiytimeen 28 tasaisella jatkuvalla kerroksella liimaa, kuvioidulla liimakerroksella tai järjestelmällä erillisiä viivoja, spiraaleita tai täpliä liimasta. Liimoja, joiden on havaittu olevan tyydyttäviä, valmistaa H.B. Fuller Company St. Paulista, Minnesotasta, ja niitä markkinoidaan nimillä HL-1258 tai H-2031. Kiinnityskeino on edullisesti avoin kuvioverkosto liimarihmoja, kuten on kuvattu US-patentissa 4 573 986, otsikolla "Disposable Waste-Containment Garment", myönnetty Minetola et al.:lle 4. maaliskuuta 1986, edullisemmin useista liimarihmojen nauhoista pyöritettynä spiraalikuvioksi, kuten on kuvattu laitteistossa ja menetelmissä, jotka on esitetty US-patentissa 3 911 173, myönnetty Jr. Spraguelle 7. lokakuuta

1975; US-patentissa 4 785 996, myönnetty Ziecker et al.:lle 22. marraskuuta 1978; ja US-patentissa 4 842 666, myönnetty Wereniczille 27. kesäkuuta 1989. Kaikki nämä patentit sisällytetään tähän viitteiksi. Vaihtoehtoisesti kiinnityskeino voi käsittää lämpösidoksia, painesidoksia, ultraäänisidoksia, dynaamismekaanisia sidoksia, tai mitä tahansa muita sopivia kiinnityskenoja tai yhdistelmiä näistä kiinnityskeinosta, kuten alalla on tunnettua.

Taustakalvo 26 on nestettä (esim. virtsaa) läpäisemätöntä ja se on edullisesti valmistettu ohuesta muovikalvosta, vaikka muita joustavia nestettä läpäisemättömiä materiaaleja voidaan myös käyttää. Tässä käytettynä termi "joustava" viittaa materiaaleihin, jotka ovat miellyttäviä ja ne mukautuvat helposti ihmiskehon yleiseen muotoon ja kaarteisiin. Taustakalvo 26 estää absorbenttiytimen 28 absorboimia ja sisältämiä eritteitä kostuttamasta esineitä, jotka koskettavat vaippaa 20, kuten vuodevaatteita ja alusvaatteita. Taustakalvo 26 voi siten koostua kudotusta tai nonwoven-materiaalista, polymeerikalvoista, kuten termoplastisista polyeteeni- tai polypropeenikalvoista, tai komposiittimateriaaleista, kuten kalvopäällysteistestä nonwoven-materiaalista. Taustakalvo on edullisesti termoplastinen kalvo, jonka paksuus on noin 0,012 - noin 0,051 mm. Erityisen edullisia materiaaleja taustakalvoksi ovat RR8220-puhalluskalvot ja RR5475-valukalvot, joita valmistaa Tredegar Industries, Inc., Terre Haute, IN., USA. Taustakalvo 26 on edullisesti kuviopakotettu ja/tai mattapintainen, jotta sillä olisi kangasmaisempi ulkonäkö. Lisäksi taustakalvo 26 voi sallia kaasujen poistumisen absorbenttiytimestä 28 (eli hengittävä) silti estäen eritteitä pääsemästä taustakalvon 26 läpi.

Absorbenttiydin 28 on sijoitettu pintakalvon 24 ja taustakalvon 26 väliin. Absorbenttiydin 28 on yleisesti kokoon puristuva, muotoutuva, käyttäjän ihoa ärsyttämätön ja kykenevä absorboimaan ja pidättämään nesteitä, kuten

virtsaa ja tiettyjä muita kehon eritteitä. Kuten kuvio 3 osoittaa, on absorbenttiytimessä 28 vaatepinta 100, kehoa vasten tuleva pinta 102, sivureunat 82 ja vyötäröreunat 83. Absorbenttiydin 28 voi olla valmistettu laajaan valikoimaan kokoja ja muotoja (esim. suorakulmaiseksi, tiimalasimaiseksi, "T"-muotoiseksi, epäsymmetriseksi jne.) Kuten kuvio 3 osoittaa, on absorbenttiytimellä edullisesti modifioitu T-muoto. Absorbenttiydin voi sisältää yhden tai useampia kerroksia absorbenttimateriaaleja sekä laajan valikoiman nestettä imeviä materiaaleja, joita yleisesti käytetään kertakäyttöisissä vaipoissa ja muissa absorbenttikappaleissa. Absorbenttiytimen 28 kokonaisabsorbointikapasiteetin tulisi kuitenkin olla yhteensopiva vaipan 20 suunnitelukuormituksen ja aiotun käyttötarkoituksen kanssa. Lisäksi absorbenttiytimen 28 kokoa ja absorbointikapasiteettiä voidaan muutella ottaen huomioon käyttäjät, jotka vaihtelevat pikkuvauvoista aikuisiin.

Absorbenttiydin 28 koostuu tämän keksinnön mukaisesta superabsorbenttipolymeerivaahdosta. Superabsorbenttipolymeerivaahto voidaan sisällyttää absorbenttiytimeen 28 missä tahansa tässä tekstissä kuvatuista muodoista (esim. partikkelimaisena, levymuodossa tai yhdistettynä alustaan) minkä tahansa tavanomaisen menetelmän mukaan. Partikkelimuodossa olevan superabsorbenttipolymeerivaahdon tapauksessa vaahto voidaan sisällyttää vaippaan samalla tavalla kuin tavanomainen partikkelimainen superabsorbentti tai absorboivat geeliytyvät materiaalit. Vaihtoehtoisesti vapaa vaahtolevy, leikattuna tai muovattuna haluttuun kokoon, voidaan sisällyttää absorbenttiytimeksi 28 tai yhdeksi tai useammaksi absorbenttiytimen kerrokseksi. Vielä eräässä suoritusmuodossa superabsorbenttivaahto sisällytetään muovattuna yhdelle tai useammalle vaipan komponenteista (esim. pintakalvolle 24, toiselle absorbenttiydinmateriaalille, kuten kerrokselle imupaperia, tai taustakalvolle 26) vaipan komponentin toimiessa pysyvänä alus-

tana (kantajana). Edullisessa suoritusmuodossa superabsorbenttipolymeerivaahto muodostetaan absorbenttikantajalle, edullisemmin kantajalle, joka antaa nopeat nesteen siirto-ominaisuudet, kuten imupaperille, siten että komposiitinen absorbenttimateriaali toimii absorbenttiytimenä.

Tämän keksinnön mukaiset absorbenttiytimet voivat koostua pelkästään yhdestä tai useammasta kerroksesta tämän keksinnön mukaista superabsorbenttipolymeerivaahtoa tai vaahtoa kantavia kantaja-aineita; ne voivat koostua yhdistelmästä kerroksia, jotka sisältävät näitä vaahtoja tai vaahtoa kantavia kantaja-aineita; tai mistä tahansa muusta absorbenttiydinmuodostelmasta, joka sisältää yhden tai useampia vaahtoja tai vaahtoja kantavia kantaja-aineita. Täten absorbenttiydin voi sisältää myös tavanomaisia absorbenttiydinmateriaaleja. Esimerkkejä muista sopivista absorbenttimateriaaleista ovat krepattu selluloosavanu; sulapuhalletut polymeerit mukaan lukien coform; kemiallisesti jäykistetyt, modifioidut tai silloitetut selluloosakuidut; imupaperi, mukaan lukien imupaperikääreet ja imupaperilaminaatit; tavanomaiset absorbenttivaahdot; absorbointisienet; tavanomaiset superabsorbenttipolymeerit ja absorboivat geeliytyvät materiaalit (esim. partikkelimaiset, mukaan lukien kuitumaiset polymeerit tai materiaalit); tai mikä tahansa muu ekvivalentti materiaali tai materiaalien yhdistelmä.

Absorbenttiydin sisältää edullisesti kantajaverkon kuitumateriaalia sekä tämän keksinnön mukaista superabsorbenttipolymeerivaahtoa. Tällaisia ytimiä voidaan valmistaa millä tahansa menetelmällä tai tekniikalla, joka tuottaa kuitumaisen kantajaverkon ja vaahdon. Edullisessa suoritusmuodossa absorbenttiydin muodostetaan ilmakerrostamalla olennaiselta osin kuiva kituseos, tiivistämällä tuloksena oleva verkko haluttaessa tai tarvittaessa, ja sitten muodostamalla superabsorbenttivaahto tälle verkolle. Ilmakerrostettu verkko käsittää edullisesti olennaiselta osin si-

tomattomia kuituja ja sen kosteuspitoisuus on edullisesti 10 % tai vähemmän. Vaahto voidaan muodostaa painamalla stabiloitu dispersio verkolle halutulla tavalla ja sitten paisuttamalla dispersio ja antamalla sen reagoida siten muodostaen superabsorbenttivaahto verkolle. Vaahto voi olla läsnä verkolla verkon tietyillä alueilla ja/tai kuviona siten tuottaen vaipalle 20 tarkoitettuun käyttötarkoitukseen suunnitellut absorptio-ominaisuudet. Verkko, jolle vaahto on muodostettu, voidaan esimerkiksi suunnitella tyttö- ja poikakäyttäjien absorptiovaatimusten mukaisesti. Verkko, jolle superabsorbenttivaahto on muodostettu, voidaan sitten sisällyttää vaippaan 20 millä tahansa tavanomaisella menetelmällä.

Kantajaverkossa voidaan käyttää erilaisia kuitumateriaalityyppejä. Mikä tahansa kuitumateriaali, joka on sopiva käytettäväksi tavanomaisissa absorbenttituotteissa, on myös sopiva käytettäväksi kantajaverkossa. Erityisiä esimerkkejä tällaisista kuitumateriaaleista ovat selluloosakuidut, rayon, polypropeeni ja polyesterikuidut, kuten polyeteenitereftalaatti (DACRON), hydrofiilinen nailon (HYDROFIL) ja vastaavat. Muita kuitumateriaaleja ovat selluloosa-asetaatti, polyvinyyliasetaatti, polyamidit (kuten nailon), bikomponenttikuidut, trikomponenttikuidut, näiden seokset ja vastaavat. Hydrofiiliset kuitumateriaalit ovat edullisia. Esimerkkejä sopivista hydrofiilisistä kuitumateriaaleista joidenkin edellä mainittujen lisäksi ovat hydrofilisoidut hydrofobiset kuidut, kuten pinta-aktiivisella aineella käsitellyt tai silikakäsitellyt termoplastiset kuidut, jotka on johdettu esimerkiksi polyolefiineistä, kuten polyeteenistä tai polypropeenista, polyakryyleistä, polyamideista, polystyreeneistä, polyuretaaneista ja vastaavista. Itse asiassa hydrofilisoidut hydrofobiset kuidut, jotka sellaisenaan ja itsessään eivät ole kovin imukykyisiä ja jotka sen vuoksi eivät muodosta verkkoja, joilla on riittävä absorbointikapasiteetti, jotta ne

olisivat käyttökelpoisia tavanomaisissa absorbenttituotteissa, ovat sopivia käytettäviksi tämän keksinnön mukaisissa absorbenttivälineissä niiden hyvien nesteensiirtoominaisuuksien vuoksi. Tämä johtuu siitä, että näissä rakenteissa kuitujen nesteensiirtotaipumus on yhtä tärkeä, ellei tärkeämpi, kuin itse kuitumateriaalin absorbointikapasiteetti johtuen ytimeen sisällytettyjen tämän keksinnön mukaisten superabsorbenttipolymeerivaahtojen suuresta nesteenottomäärästä. Hydrofobisia synteettisiä kuituja voidaan myös käyttää, mutta ne ovat vähemmän edullisia.

Saatavuus- ja kustannussyistä selluloosakuidut ovat yleisesti edullisia tässä absorbenttiytimen hydrofiilisenä kuitumateriaalina käytettäviksi. Edullisimpia ovat puumassakuidut, joista käytetään myös nimitystä ilmavanu.

Muita selluloosaperäisiä kuitumateriaaleja, jotka voivat olla käyttökelpoisia tietyissä näistä absorbenttiytimistä, ovat kemiallisesti jäykistetyt selluloosapohjaiset kuidut. Edullisia kemiallisesti jäykistettyjä selluloosapohjaisia kuituja ovat jäykistetyt, taivutetut, kiharretut selluloosapohjaiset kuidut, joita voidaan valmistaa silloittamalla selluloosakuituja sisäisesti silloitusaineella. Näissä absorbenttiytimissä hydrofiilisenä kuitumateriaalina käyttökelpoisia jäykistettyjen, taivutettujen, kiharrettujen selluloosapohjaisten kuitujen tyyppejä on kuvattu tarkemmin yksityiskohdin US-patentissa 4 822 453, otsikolla "Absorbent Structure Containing Individualized, Crosslinked Fibers Having Reduced Residuals And Fibers Thereof", myönnetty Herron et al.:lle 26. joulukuuta 1989; US-patentissa 4 889 579 otsikolla "Process For Making Wet-Laid Structures Containing Individualized Stiffened Fibers", myönnetty Bourbon et al.:lle 26. joulukuuta 1989; ja US-patentissa 4 898 642 otsikolla "Twisted, Chemically Stiffened Cellulosic Fibers and Absorbent Structures Made Therefrom", myönnetty Moore et al.:lle

6. helmikuuta 1990. Kukin näistä patenteista sisällytetään tähän viitteeksi.

Kuitumateriaalin ja superabsorbenttipolymeerivaahdon suhteelliset määrät tuloksena olevassa verkossa on helpointa ilmoittaa painoprosenttiosuutena absorbenttiytimestä. Absorbenttiytimet sisältävät edullisesti noin 2 - noin 98 %, edullisemmin noin 5 - noin 75 %, ja edullisimmin noin 10 - noin 60 %, absorbenttiytimen painosta superabsorbenttipolymeerivaahtoa. Tämä vaahdon pitoisuus voidaan ilmaista kuidun painosuhteena vaahtoon. Tämä suhde voi olla alueella noin 98:2 - noin 2:98. Useimmilla absorbenttiytimillä kuidun optimipainosuhde vaahtoon on alueella noin 95:5 - noin 25:75, edullisimmin noin 90:10 - noin 40:60.

Vaihtoehtoisessa suoritusmuodossa vaippa 20 sisältää kaksikerroksisen absorbenttiytimen, joka käsittää absorbenttikappaleen ja levyn tämän keksinnön mukaista superabsorbenttipolymeerivaahtoa. Vaahtolevy on tyypillisesti sijoitettu absorbenttikappaleen alle (eli absorbenttikappaleen ja taustakalvon 26 väliin).

Absorbenttiväline toimii keräten nopeasti ja pidättäen väliaikaisesti eritettyjä nesteitä ja siirtäen tällaiset nesteet imemällä ne alkuperäisen kontaktin kohdasta muihin absorbenttivälineen osiin ja vaahtolevyyn. Absorbenttiväline koostuu edullisesti kuitumateriaalien verkosta tai huovasta. Absorbenttivälineessä voidaan käyttää useita erilaisia kuitumateriaalityyppejä, kuten edellä kuvattiin. Selluloosapohjaiset kuidut ovat yleensä edullisia tässä käytettäviksi puumassakuitujen ollessa erityisen edullisia. Absorbenttiväline voi sisältää myös tiettyjä määriä jauhemaista, absorboivaa polymeerikoostumusta. Absorbenttiväline voi esimerkiksi sisältää korkeintaan noin 50 % painostaan polymeeristä koostumusta. Kaikkein edullisimmissa suoritusmuodoissa absorbenttiväline sisältää 0 - noin 8 % painostaan jauhemaista absorboivaa polymeeristä

koostumusta. Vaihtoehtoisissa edullisissa suoritusmuodoissa absorbenttiväline koostuu edellä kuvatuista kemiallisesti jäykistetyistä selluloosakuiduista. Esimerkkejä tässä keksinnössä käyttökelpoisista absorbenttivälineiden suoritusmuodoista on kuvattu US-patentissa 4 673 402 otsikolla "Absorbent Article With Dual-Layered Cores", joka on myönnetty Paul T. Weisman et al.:lle 16. kesäkuuta 1987; ja US-patentissa 4 834 735 otsikolla "High Density Absorbent Members Having Lower Density and Lower Basis Weight Acquisition Zones", myönnetty Miguel Alemany et al.:lle 30. toukokuuta 1989. Nämä patentit sisällytetään täten tähän viitteiksi. Absorbenttivälineet, joissa on varastointivyöhyke ja vastaanottovyöhyke, jolla on matalampi keskimääräinen tiheys ja alempi keskimääräinen pohjapaino pinta-alayksikköä kohti kuin varastointivyöhykkeellä siten, että vastaanottovyöhyke voi tehokkaasti ja nopeasti ottaa vastaan eritettyä nestettä, ovat erityisen edullisia tässä käytettäviksi.

Absorbenttiväline voi olla muodoltaan millainen halutaan, esimerkiksi suorakulmainen, ovaalin muotoinen, pidennetty, epäsymmetrinen, tai tiimalasin muotoinen. Absorbenttivälineen muoto saattaa määritellä tuloksena olevan vaipan 20 yleismuodon.

Tämän keksinnön mukaisen vaahtolevyn ei tarvitse olla kooltaan samanlainen kuin absorbenttivälineen, ja siinä voi itse asiassa olla yläpinta, joka on olennaisesti pienempi tai isompi kuin absorbenttivälineen yläpinnan ala. Vaahtolevy voi olla pienempi kuin absorbenttiväline, esimerkiksi niin, että sillä on yläpinnan ala noin 0,10 - 1,0 kertaa absorbenttivälineen ala. Edullisemmin vaahtolevyn yläpinnan ala on ainoastaan noin 0,10 - noin 0,75, ja edullisimmin vaahtolevyn yläpinnan ala on ainoastaan noin 0,01 - noin 0,50 kertaa absorbenttivälineen ala. Vaihtoehtoisesti absorbenttiväline on pienempi kuin vaahtolevy ja sen yläpinnan ala on noin 0,25 - noin 1,0 kertaa, edulli-

semmin noin 0,3 - noin 0,95, kertaa vaahtolevyn ala. Tässä vaihtoehtoisessa suoritusmuodossa absorbenttiväline koostuu edullisesti kemiallisesti jäykistetyistä selluloosapohjaisista kuiduista.

Vaahtolevy on edullisesti sijoitettu tiettyyn asentoon suhteessa taustakalvoon ja/tai vaipan absorbenttivälineeseen. Erityisemmin vaahtolevy on yleensä sijoitettu vaipan etupäähän päin, jotta vaahtolevy on tehokkaimmin sijoittunut ottamaan vastaan ja pidättämään eritettyjä nesteitä.

Vaihtoehtoisesti edullisissa suoritusmuodoissa voidaan käyttää useita vaahtolevyjä, edullisesti noin kahdesta noin kuuteen vaahtosuikaletta tai -levyä. Lisäksi absorbenttiytimeen voi olla sijoitettuna muita absorbenttikerroksia, -välineitä tai -rakenteita. Toinen absorbenttiväline voi olla sijoitettu esimerkiksi vaahtolevyn ja taustakalvon väliin tuottamaan varakapasiteettia absorbenttiytimelle ja/tai kerroksen vaahtolevyn läpi pääsevien nesteiden jakamiseksi muihin absorbenttiytimen tai vaahtolevyn osiin. Vaahtolevy voi myös vaihtoehtoisesti olla sijoitettuna absorbenttivälineen ylle siten, että se on sijoitettu pintakalvon ja absorbenttivälineen väliin.

Tämän keksinnön mukaisten absorbenttiytimien vaihtoehtoisessa suoritusmuodossa absorbenttiydin käsittää laminaatin (kerrostettu absorbenttiydin), joka sisältää ainakin yhden, ja valinnaisesti kaksi tai useampia, kerroksia tämän keksinnön mukaisia superabsorbenttipolymeerivaahtopartikkeleita. Laminaatit sisältävät edullisesti kerroksia tai verkkoja kuitumaisista materiaaleista, joita kuvattiin edellä, edullisesti levyn absorbenttimateriaalia, kuten imupaperia. Tällaisia kerrostettuja absorbenttirakenteita on kuvattu täydellisemmin US-patentissa nro 4 578 068 otsikolla "Absorbent Laminate Structure", myönnetty Timothy A. Kramer et al.:lle 25. maaliskuuta 1986, joka patentti sisällytetään tähän viitteeksi. Muita mene-

telmiä ja laitteistoja tällaisten laminaattien tekemiseksi on kuvattu US-patentissa 4 551 191 otsikolla "Method For Uniformly Distributing Discrete Particles On A Moving Porous Web", myönnetty Ronald W. Kock et al.:lle 5. marraskuuta 1985, joka patentti sisällytetään tähän viitteeksi.

Kuitumateriaalin ja partikkelimaisen superabsorbenttipolymeerivaahdon suhteellinen määrä voi olla sama kuin edellä kuvattiin kantajaverkolle muodostetun vaahdon tapauksessa. Lisäksi vaahtopartikkelit voivat olla dispergoituina erilaisissa painosuhteissa absorbenttiytimen eri alueissa ja eri paksuuksissa. Esimerkiksi kuitumateriaalin ja vaahtopartikkeleiden seos voi olla levitettynä ainoastaan absorbenttiytimen tiettyihin osiin. Absorbenttiydin sisältää edullisesti tasaisesti jakautuneen seoksen hydrofiilistä kuitumateriaalia ja vaahtopartikkeleita. Vaahtopartikkelit voivat olla olennaiselta osin tasaisesti jakautuneina (hyvin dispergoituina) koko absorbenttiytimeen, kuten on kuvattu US-patentissa 4 610 678 otsikolla "High Density Absorbent Structures", myönnetty Weisman et al.:lle 9. syyskuuta 1986, joka patentti sisällytetään tähän viitteeksi. Vaahtopartikkelit voivat vaihtoehtoisesti olla jakautuneina alueisiin tai vyöhykkeisiin, joissa on suurempia vaahdon pitoisuuksia kuin muissa alueissa tai vyöhykkeissä. Esimerkiksi Kellenberg et al.:lle 13. lokakuuta 1987 myönnetty US-patentti 4 699 823 kuvaa absorbenttivälinettä, jossa on jauhemaista absorboivaa polymeeristä koostumusta jakautuneena positiiviseen gradienttiin ainakin osassa absorbenttivälineen paksuutta. Paksuussuuntaisessa pitoisuusgradientissa on edullisesti pienin pitoisuus siinä absorbenttivälineen pinnassa tai lähellä sitä, joka ottaa vastaan nesteitä (eli yläpinnassa), ja suurin pitoisuus absorbenttivälineen takapinnassa tai lähellä sitä. Tämä patentti sisällytetään tähän viitteeksi.

Tämän keksinnön mukaisten kerrostettujen absorbenttiytimien vaihtoehtoinen suoritusmuoto on "pussi", joka

sisältää jauhemaisen superabsorbenttipolymeerivaahdon. Pussi on edellä kuvattu kerrostettu absorbenttiydin, jossa kuitumaisten verkkojen lukumäärä on kaksi. Kuitumaiset verkot on yhdistetty toisiinsa äärireunoistaan siten muodostaen pussin keskelle suuren taskun. Vaahtopartikkelit on suljettu kuitumaisten verkkojen väliin tähän taskuun. Täten pussi on samanlainen kuin teepussi siinä mielessä, että vaahtopartikkelit ovat vapaita paisumaan ja absorboimaan pussin sisällä. Pussin kuitumaiset verkot koostuvat edullisesti alalla tunnetusta nonwoven-materiaalista siten, että nonwoven-verkot on lämpösaumattu äärireunoistaan, vaikka muitakin alalla tunnettuja keinoja verkkojen saumaamiseksi yhteen, kuten liimoja tai ultraäänisidoksia, voidaan myös käyttää.

Nämä absorbenttiytimet voivat sisältää valikoiman valinnaisia materiaaleja kuitumateriaalien ja superabsorbenttipolymeerivaahdon lisäksi. Tällaiset valinnaiset materiaalit voivat sisältää esimerkiksi nesteenjakoaineita, antimikrobisia aineita, pH:n säätöaineita, hajunestoaineita, hajusteita jne. Mikäli näitä valinnaisia komponentteja on läsnä, eivät ne yleensä muodosta enempää kuin noin 30 % näiden absorbenttiytimien painosta.

Vaippa 20 käsittää lisäksi elastisoidut jalkanauhat 32 tuottamaan nesteiden ja muiden kehon eritteiden parannetun pidätyksen. Kukin elastisoitu jalkanauha 32 voi käsittää useita erilaisia suoritusmuotoja kehon eritteiden vuodon vähentämiseksi jalkojen alueelle. (Jalkanauhoista voidaan käyttää ja joskus käytetään nimitystä jalkasiteet, sivuläpät, barriernauhat tai elastiset nauhat.) Edellä viitattu US-patentti 3 860 003 kuvaa kertakäyttöistä vaippaa, joka tuottaa kokoon puristuvan jalka-aukon, jossa on sivuläppä ja yksi tai useampia elastisia välineitä tuottamaan elastisoidun jalkanauhan (tiivistenauha). US-patentti 4 909 803 otsikolla "Disposable Absorbent Article Having Elasticized Flaps", myönnetty Aziz et al.:lle 20. maalis-

kuuta 1990, kuvaa kertakäyttöistä vaippaa, jossa on "pystyssä seisovat" elastisoidut nauhat (barriernauhat) parantamassa pidätystä jalkojen alueella. US-patentti 4 695 278 otsikolla "Absorbent Article Having Dual Cuffs", myönnetty Lawsonille 22. syyskuuta 1987, kuvaa kertakäyttöistä vaippaa, jossa on kaksinkertaiset nauhat, jotka käsittävät tiivistenauhan ja barriernauhan. Vaikka kumpikin elastisoitu jalkanauha 32 voi olla muotoiltu siten, että se on samanlainen kuin mikä tahansa edellä kuvatuista jalkanauhoista, sivuläpistä, barriernauhoista tai elastisista nauhoista, on edullista, että kumpikin elastisoitu jalkanauha 32 käsittää ainakin yhden sisemmän barriernauhan, joka sisältää barrierläpän, sekä välittävän elastisen jäsenen, jollainen kuvattiin edellä viitatussa US-patentissa nro 4 909 803. Edullisessa suoritusmuodossa kumpikin elastisoitu jalkanauha 32 sisältää lisäksi elastisen tiivistävän nauhan, jossa on yksi tai useampia elastisia nauhoja sijoitettuina barriernauhan ulkopuolelle, kuten on kuvattu edellä viitatussa US-patentissa 4 695 278.

Vaippa 20 sisältää edullisesti lisäksi elastiset vyötäröalueet 34, jotka tuottavat parantuneen sopivuuden ja mahtuvuuden. Elastiset vyötäröalueet 34 ulottuvat ainakin pitkittäissuuntaisesti ulospäin absorbenttiytimen 28 vyötäröreunoista 83 ja yleisesti ne muodostavat ainakin osan vaipan 20 päätyreunoista 64. Täten elastiset vyötäröalueet 34 muodostuvat siitä osuudesta vaipasta, joka ulottuu ainakin absorbenttiytimen 28 vyötäröreunoista vaipan 20 päätyreunoihin, ja sen on tarkoitettu sijoittuvan käyttäjän vyötäröä vasten. Vaikka kertakäyttöiset vaipat on yleisesti suunniteltu siten, että niissä on kaksi elastista vyötäröaluetta, yksi sijoitettuna ensimmäiseen vyötäröalueeseen ja toinen toiseen vyötäröalueeseen, voidaan vaipat suunnitella siten, että niissä on yksi elastinen vyötäröalue, joka ympäröi käyttäjää. Lisäksi, vaikka elastiset vyötäröalueet tai mitkä tahansa niiden rakenne-elemen-

tit voivat käsittää erillisen elementin, joka on kiinnitetty vaippaan 20, on elastiset vyötäröalueet 34 edullisesti suunniteltu jatkoksi muille vaipan elementeille, kuten taustakalvolle 26 tai pintakalvolle 24, edullisesti sekä taustakalvolle 26 että pintakalvolle 24.

Elastisoitu vyötäröalue 34 voi olla järjestetty joukolla erilaisia rakenteita, mukaan lukien ne, joita on kuvattu US-patentissa 4 515 595, myönnetty Kievit et al.lle 7. toukokuuta 1985, sekä edellä mainitussa US-patentissa 5 151 092, joista viitteistä molemmat on sisällytetty tähän viitteenä.

Vaippa 20 käsittää myös kiinnitysjärjestelmän 36, joka muodostaa sivukiinnittimen, joka pitää ensimmäisen vyötäröalueen 56 ja toisen vyötäröalueen 58 toisiaan peittävässä asennossa siten, että vaipan ympäryksessä säilyy lateriaalisia jännityksiä vaipan pitämiseksi käyttäjän yllä. Kiinnitysjärjestelmällä voi olla lukuisia muotoja, kuten liimateippinauhoja, mekaanisia suljinnauhoja, sijainniltaan kiinteitä kiinnittimiä tai mitä tahansa muita alalla tunnettuja keinoja elastisoidun vyötäröalueen jännittämiseksi. Esimerkkejä kiinnitysjärjestelmistä on kuvattu US-patentissa 4 846 815, otsikolla "Disposable Diaper Having An Improved Hook Fastening Device", myönnetty Scrippsille 11. heinäkuuta 1989; US-patentissa 4 894 060, otsikolla "Disposable Diaper With Improved Hook Fastener Portion", myönnetty Nestegardille 16. tammikuuta 1990; US-patentissa 4 946 527 otsikolla "Pressure-Sensitive Adhesive Fastener And Method of Making Same", myönnetty Battrellille 7. elokuuta 1990; US-patentissa 3 848 594 otsikolla "Tape Fastening System for Disposable Diaper", myönnetty Buellille 19. marraskuuta 1974; US-patentissa B1 4 662 875 otsikolla "Absorbent Article", myönnetty Hirotsu et al.:lle 5. toukokuuta 1987; sekä edellä viitatussa US-patentissa 5 151 092, joista kaikki sisällytetään tähän viitteinä. Edullisessa suoritusmuodossa kiinnitysjärjes-

telmä käsittää kaksinkertaisesti jännitetyn kiinnitysjärjestelmän, jollainen on kuvattu edellä viitatussa US-patentissa 5 151 092.

Edullisessa suoritusmuodossa vaippa käsittää myös elastisoidut sivuosat 30 kiinnittyneinä toiseen vyötäröalueeseen 58. (Tässä käytettynä termiä "kiinnittyneinä" käytetään tarkoittamaan sitä, että osa vaipasta on muodostettu (liitetty ja sijoitettu) tiettyyn paikkaan tai asemaan yhtenäisenä rakenteena muiden vaipan elementtien kanssa tai erillisenä elementtinä, joka on liitetty vaipan toiseen elementtiin.) Elastisoidut sivuosat 30 tuottavat elastisesti laajentuvan ominaisuuden, joka antaa mukavamman ja muotoutuvan sopivuuden sovittamalla vaipan alunperin mukautuvasti käyttäjälle ja säilyttämällä tämän sopivuuden koko käyttöajan hyvin ohi sen, kun vaippa on täyttynyt eritteistä, koska elastisoidut sivuosat sallivat vaipan sivujen laajenemisen ja mukautumisen. Nämä elastisoidut sivuosat 30 tuottavat lisäksi vaipan 20 tehokkaamman hyväksikäytön koska, vaikka vaipan vaihtaja vetää kiinnittämisen aikana toisen elastisen sivuosan 30 pidemmälle kuin toisen (epäsymmetrisesti), vaippa säätyy 20 "itsestään" käytön aikana. Vaikka tämän keksinnön mukaisessa vaipassa 20 edullisesti onkin elastisoidut sivuosat 30 sijoitettuina toiseen vyötäröalueeseen 58, voi vaippa 20 olla vaihtoehtoisesti varustettu elastisoiduilla sivuosilla 30 sijoitettuina ensimmäiseen vyötäröalueeseen 56 tai sekä ensimmäiseen vyötäröalueeseen 56 että toiseen vyötäröalueeseen 58.

Vaikka elastisoidut sivuosat 30 voivat olla rakennettuja lukuisilla tavoilla, on esimerkkejä vaipoista, joissa on elastisoidut sivuosat sijoitettuina vaipan korviin (korvaläppiin) , kuvattu on US-patentissa 4 857 067 otsikolla "Disposable Diaper Having Shirred Ears", myönnetty Wood et al.:lle 15. elokuuta 1989; US-patentissa 4 381 781, myönnetty Sciaraffa et al.:lle 3. toukokuuta

1983; US-patentissa 4 938 753, myönnetty Van Gompel et al.:lle 3. heinäkuuta 1990; ja edellä viitatussa US-patentissa 5 151 092; joista kukin sisällytetään tähän viitteeksi. Kukin elastisoitu sivuosa 30 käsittää edullisesti korvaläpät ja elastisoidun sivuosan osan, joka on operatiivisesti kiinnitetty siihen, kuten on kuvattu edellä mainitussa US-patentissa 5 151 092.

Vaippa 20 kiinnitetään edullisesti käyttäjälle sijoittamalla toinen vyötäröalueista, edullisesti toinen vyötäröalue 58, käyttäjän selän alle ja vetämällä loput vaipasta käyttäjän jalkojen välistä siten, että toinen vyötäröalueista, edullisesti ensimmäinen vyötäröalue 56, sijoittuu käyttäjän etuosan poikki. Sitten vaipan vaihtaja käärii elastisoidun sivuosan käyttäjän ympärille, yleensä vetäen ainakin osasta kiinnitysjärjestelmää 36. Elastisoidut sivuosat venyvät ja jännittyvät tyypillisesti tämän operaation aikana siten, että ne mukautuvat käyttäjän koon ja muodon mukaan. Kiinnitysjärjestelmä kiinnitetään (yleisesti vaipan ulommalle pinnalle 52) sivukiinnityksen aikaansaamiseksi.

Toinen edullinen suoritusmuoto tämän keksinnön mukaisesta kertakäyttöisestä absorbenttikappaleyksiköstä on kuukautissuoja, terveysside 420, esitetty kuviossa 4. Tässä käytettynä termi "terveysside" viittaa absorbenttikappaleeseen, jota naiset käyttävät sukuelintensä aluetta vasten, yleisesti urogenitaalialueen ulkopuolella, ja joka on tarkoitettu absorboimaan ja pidättämään kuukautisnesteitä ja muita vaginaalisia purkauksia käyttäjän kehosta (esim. verta, kuukautisia ja virtsaa). Häpyhuulten sisäiset välineet, jotka ovat osittain käyttäjän emättimen sisällä ja osittain sen ulkopuolella, ovat myös tämän keksinnön suojapiirin sisäpuolella. Tässä käytettynä termi "sukuelimet" viittaa ulkoisesti näkyvillä oleviin naisen genitaaleihin.

Kuvio 4 on tasonäkymä terveyssiteestä 420, joka on tämän keksinnön suoritusmuoto, ennen kuin se on sijoitettu käyttäjän alusvaatteiden alle. Kuten kuviosta 4 näkyy, koostuu edullinen terveyssiderakenne nestettä läpäisevästä pintakalvosta 424, absorbenttiytimestä 428, nestettä läpäisemättömästä taustakalvosta 426 sekä kiinnitysjärjestelmästä 436 terveyssiteen kiinnittämiseksi käyttäjän alusvaatteisiin. Vaikka pintakalvo 424, absorbenttiydin 428 ja taustakalvo 426 voivat olla koottuina usealla hyvin tunnetuista rakenteista, on edullinen terveyssiderakenne esitetty ja yleisesti kuvattu US-patentissa 4 687 478, otsikolla "Shaped Sanitary Napkin With Flaps", myönnetty Van Tilburgille 18. elokuuta 1987, jolloin terveyssiteessä 420 on lisäksi läpät 432 ja 432'. Muita edullisia terveyssiderakenteita on kuvattu yleisesti US-patentissa 4 950 264 otsikolla "Thin, Flexible Sanitary Napkin", myönnetty Osbornille 21. elokuuta 1990; US-patentissa 4 589 876 otsikolla "Sanitary Napkin", myönnetty Van Tilburgille 20. toukokuuta 1986; US-patentissa 4 425 130 otsikolla "Compound Sanitary Napkin", myönnetty DesMaraisille 10. tammikuuta 1984; ja US-patentissa 4 321 924 otsikolla "Bordered Disposable Absorbent Article" myönnettynä Ahrille 30. maaliskuuta 1982. Kukin näistä patenteista sisällytetään tähän viitteiksi.

Kirjallisuudessa on kuvattu lukuisia muita terveyssidesuoritusmuotoja ja niitä voitaisiin käyttää näissä terveyssiteissä. Sopivia rakenteita on kuvattu esimerkiksi PCT-kansainvälisissä julkaisuissa WO 93/01 785 otsikolla "Stretchable Absorbent Articles", Osborn et al.; ja WO 93/01 781 otsikolla "Curved, Shaped Absorbent Article", Johnson et al.. Molemmat näistä viitteistä on julkaistu 4. helmikuuta 1993, ja ne sisällytetään tähän viitteiksi. Muita tässä käyttökelpoisia terveyssidesuoritusmuotoja on kuvattu US-patentissa 5 009 653, myönnetty Osbornille 23. huhtikuuta 1991; ja US-patentissa 4 917 697, myönnetty

Osbornille 23. huhtikuuta 1990. Vielä muissa vaihtoehtoisissa suoritusmuodoissa komponentteja tai alueita terveyssiteestä voi olla lisää muokattu taittamalla, taivuttamalla, aallottamalla, pinoamalla kerroksia tai kiinnittämällä kerroksia toisiinsa. Näitä modifikaatioita voidaan tehdä mukaan lukien rakenteet, jotka on kuvattu EP-patenttihakemusjulkaisuissa 0 335 252 ja 0 335 253, julkaistu Buellin nimissä 4. lokakuuta 1989; ja PCT-kansainvälisessä julkaisussa WO 92/07 535, julkaistu Visscher et al.:n nimissä.

Kuvio 4 esittää terveyssiteen 420 edullista suoritusmuotoa, jossa pintakalvo 424 ja taustakalvo 426 ovat samankokoisia ja niiden pituus- ja leveysmitat ovat yleisesti suurempia kuin absorbenttiytimellä 428 muodostaen läpät 432 ja 432'. Pintakalvo 424 on asetettu taustakalvon 426 päälle ja liitetty siihen muodostaen terveyssiteen 420 äärireunat. Terveyssiteellä 420 on sisäpinta 454 ja ulkopinta 452. Yleisesti ulkopinta 452 ulottuu toisesta päätyreunasta 464 toiseen päätyreunaan 464 ja toisesta pitkittäisestä reunasta 462 toiseen pitkittäiseen reunaan 462, ja se on pinta, joka on kauimpana käyttäjästä terveyssiteen käytön aikana. Käytettäessä taustakalvoa 426 se muodostaa tyypillisesti uloimman pinnan 452. Sisäpinta 454 on se pinta, joka on vastapäätä ulkopintaa 452 ja esitetyssä suoritusmuodossa se muodostuu tyypillisesti pintakalvosta 424. Sisäpinta 454 on yleisesti se pinta, jonka mitat ovat samat kuin ulommalla pinnalla 452 ja joka suurimmaksi osaksi on kosketuksessa käyttäjään terveyssidettä 420 pidettäessä.

Kuviossa 4 esitetyssä terveyssiteen 420 edullisessa suoritusmuodossa kiinnitysjärjestelmä 436 koostuu kiinnitysvälineestä 442, joka sisältää liimaa sijoitettuna terveyssiteen 420 ulommalle pinnalle 452, sekä irrotustaustan (ei esitetty), kuten alalla on tunnettua, irrotettavasti kiinnitettynä kiinnitysvälineen 442 liimaan.

Koska terveyssiteen 420 edullinen suoritusmuoto käsittää läpät 432 ja 432', käsittää kiinnitysjärjestelmä 436 läppämäiset kiinnitysvälineet 446 ja 446' sisältäen liimaa läpissä 432 ja 432' läppien 432 ja 432' pitämiseksi paikoillaan, sen jälkeen kun läpät 432 ja 432' on kiedottu alushousujen haaraosan reunojen ympärille. Irrotussuojus (ei esitetty) on myös sijoitettu kummankin läppämäisen kiinnitysvälineen 446 ja 446' päälle suojaamaan liimaa, kunnes terveyssidettä 420 käytetään, jolloin irrotussuojus poistetaan ja läpät kääritään alushousujen haaraosan reunojen ympärille.

Pintakalvo 424 voi koostua mistä tahansa edellä kuvatuista pintakalvomateriaaleista, joita kuvattiin edellä viitaten tämän keksinnön vaippasuoritusmuotoon. Edullinen pintakalvo muodostuu aukotetusta muovatusta kalvosta. Aukotetut muovatut kalvot ovat edullisia pintakalvoiksi koska ne läpäisevät kehon eritteitä ja ovat silti absorboimattomia ja niillä on vähäinen taipumus päästää nesteitä takaisin päin ja kostuttaa uudelleen käyttäjän ihoa. Täten se muovatun kalvon pinta, joka on kosketuksessa kehon kanssa, pysyy kuivana vähentäen siten kehon likaantumista ja muodostaen käyttäjälle mukavamman tunteen. Sopivia muovattuja kalvoja on kuvattu US-patentissa 3 929 135 otsikolla "Absorptive Structures Having Tapered Capillaries", joka on myönnetty Thompsonille 30. joulukuuta 1975; US-patentissa 4 324 246 otsikolla "Disposable Absorbent Article Having A Stain Resistant Topsheet", joka on myönnetty Mullane et al.:lle 13. huhtikuuta 1982; US-patentissa 4 342 314 otsikolla "Resilient Plastic Web Exhibiting Fiber-Like Properties", joka on myönnetty Radel et al.:lle 3. elokuuta 1982; US-patentissa 4 463 045 otsikolla "Macroscopically Expanded Three-Dimensional Plastic Web Exhibiting Non-Glossy Visible Surface and Cloth-Like Tactile Impression", joka on myönnetty Ahr et al.:lle 31. heinäkuuta 1984; US-patentissa 5 006 394 otsikolla "Multi-

layer Polymeric Film", joka on myönnetty Bairdille 9. huhtikuuta 1991. Kaikki nämä patentit sisällytetään tähän viitteiksi. Edullinen pintakalvo tätä keksintöä varten on muovattu kalvo, jota on kuvattu yhdessä tai useammassa edellä mainituista patenteista ja jota The Procter & Gamble Company Cincinnatista, Ohiosta, USA:sta, markkinoi terveyssiteisiin nimellä "DRI-WEAVE".

Pintakalvossa 424 on kaksi puolta (sivua tai pintaa), mukaan lukien kehoa kohti tulevan puolen (kohti käyttäjää) ja vaatteisiin päin tulevan puolen (kohti ydintä). Pintakalvon 424 kehoa kohti tuleva puoli muodostaa yleisesti ainakin osan terveyssiteen 420 sisäpinnasta. Tämän keksinnön edullisessa suoritusmuodossa muovatun pintakalvon kehoa kohti tuleva pinta on hydrofiilinen, jotta se helpottaisi nesteen siirtymistä pintakalvon läpi nopeammin kuin jos kehoa vasten oleva pinta ei olisi hydrofiilinen siten vähentäen todennäköisyyttä, että kuukautisneste virtaisi pois pintakalvolta pikemmin kuin sen läpi ja absorboituisi absorbenttiytimeen. Edullisessa suoritusmuodossa muovatun pintakalvon materiaaleihin sisällytetään pinta-aktiivisia aineita, kuten on kuvattu US-patenttihakemuksessa sarjanumero 07/794 745 otsikolla "Absorbent Article Having A Nonwoven and Apertured Film Coversheet", päivätty 19. marraskuuta 1991 Aziz et al.:lle, joka sisällytetään tähän viitteenä. Vaihtoehtoisesti pintakalvon kehoa vasten tuleva pinta voidaan tehdä hydrofiiliseksi käsittelemällä se pinta-aktiivisella aineella, kuten on kuvattu edellä viitatussa US-patentissa 4 950 264, joka on myönnetty Osbornille.

Taustakalvo 426 voi sisältää mitä tahansa edellä tämän keksinnön vaippasuoritusmuodon yhteydessä kuvatuista taustakalvomateriaaleista. Taustakalvo on edullisesti polyeteenikalvo, jonka paksuus on noin 0,012 mm (0,5 mil) - noin 0,051 mm (2,0 mil). Esimerkkejä polyeteenikalvoista valmistavat Clopay Corporation Cincinnatista Ohiosta,

USA:sta, nimellä P18-0401 ja Ethyl Corporation, Visqueen Division, Terre Hautesta, Indianasta, USA:sta, nimellä XP-39385. Taustakalvo on edullisesti pakotuskuvioitu ja/tai mattapintainen enemmän kangasta muistuttavan ulkonäön tuottamiseksi. Lisäksi taustakalvo 426 voi sallia höyryjen pakenemisen absorbenttiytimestä 428 (eli hengittävä) ja silti se estää eritteitä läpäisemästä taustakalvoa 426.

Absorbenttiydin 428 on sijoitettu pintakalvon 424 ja taustakalvon 426 väliin ja se käsittää tämän keksinnön mukaisia superabsorbenttipolymeerivaahtoja. Nämä vaahdot voivat olla sisällytettyinä absorbenttiytimeen samalla tavalla kuin edellä esitettiin käsiteltäessä tämän keksinnön vaippasuoritusmuotoa. Edullisessa suoritusmuodossa absorbenttiydin 428 käsittää superabsorbenttipolymeerivaahtoa muovattuna absorbenttikantaja-aineelle, edullisemmin kantaja-aineelle, joka antaa nopeat nesteensiirto-ominaisuudet, kuten imupaperille, siten että tämä komposiittinen absorbenttimateriaali toimii absorbenttiytimenä. Absorbenttiydin käsittää edullisesti kantajaverkon kuitumateriaalia. Sopivia kuitumateriaaleja ja ytimiä ovat ne, joita kuvattiin käsiteltäessä tämän keksinnön vaippasuoritusmuotoa. Edullisessa suoritusmuodossa absorbenttiydin on muodostettu ilmakerrostamalla olennaiselta osin kuiva seos kuiduista tiivistämällä tuloksena saatu verkko haluttaessa tai tarvittaessa, ja sen jälkeen muodostamalla superabsorbenttivaahto tälle verkolle.

Tämän keksinnön edullisessa suoritusmuodossa voidaan pintakalvon 424 ja absorbenttiytimen 428 väliin sijoittaa vastaanottokerros. Tällä vastaanottokerroksella voi olla useita tehtäviä mukaan lukien eritteiden nesteensiirron parantaminen absorbenttiytimelle 428 ja sen sisään. On olemassa useita syitä, miksi eritteiden parantunut siirtyminen on tärkeää, mukaan lukien eritteiden vielä tasaisemman jakautumisen koko absorbenttiytimeen 428 ja sen, että terveyssiteestä 420 voidaan tehdä suhteellisen

ohut. [Tässä käsitelty nesteensiirtokyky voi käsittää nesteen siirtymisen yhdessä, kahdessa tai kaikissa suunnissa (eli x-y-tasossa ja/tai z-suunnassa).] Vastaanottokerros voi koostua useista erilaisista materiaaleista mukaan lukien nonwoven- tai kudotut verkot synteettisistä kuiduista mukaan lukien polyesterin, polypropeenin tai polyeteenin; luonnon kuidut mukaan lukien puuvillan tai selluloosan; seokset tällaisista kuiduista; tai mitkä tahansa vastaavat materiaalit tai materiaalien yhdistelmät.

Käytössä terveysside 420 kiinnitetään alushousujen haaraosan sisäpuolelle siten, että terveyssiteen 420 paineherkkä liimakiinnityspuoli on päin alushousujen haaraosaa. Täten alushousut toimivat alustana kiinnitysjärjestelmälle 436. Irrotussuojus poistetaan kiinnitysvälineestä 442 ja terveysside 420 kiinnitetään paikoilleen puristamalla paljastunut paineherkkä liimakiinnitin 442 lujasti alushousujen haaran materiaalia vasten. Irrotussuojus poistetaan läppäkiinnittimistä 446 ja 446' liiman paljastamiseksi. Sitten läpät 432 ja 432' taivutetaan alushousujen haaran materiaalin alle ja kiinnitetään paikoilleen puristamalla paljastettuja liimakiinnittimiä 446 ja 446' lujasti vasten alushousujen haaran materiaalia muodostaen kaksinkertaisen seinämäbarrierin.

Koemenetelmät

Tätä keksintöä kuvattaessa on esitetty lukuisia superabsorbenttipolymeerivaahtojen nesteen käsittely-, rakenteellisia ja mekaanisia ominaisuuksia. Joissakin tapauksissa menetelmät näiden ominaisuuksien määrittämiseksi ja mittaamiseksi on kuvattu edellä tai niiden osalta viitataan muihin patentteihin tai julkaisuihin. Lopuissa tapauksissa tällaiset ominaisuudet voidaan määrittää ja mitata käyttäen seuraavia koenesteitä ja koemenetelmiä.

Kaikissa näistä koemenetelmistä on tärkeää, että testattavalla vaahtonäytteellä on olennaiselta osin sama morfologia kuin alunperin muodostunut. Täten vaahtomate-

riaalit tulisi testata ilman mekaanista esikäsittelyä, joka todennäköisesti häiritsee tätä morfologiaa, eli esimerkiksi seulontaa tai jauhatusta. Silloin kun on tarpeellista tai toivottavaa käyttää leikattua palaa vaahdosta, tulisi pyrkiä välttämään reunan tiivistymistä, kuten kuvataan joustavuustestauksen yhteydessä.

1) Koenesteet - synteettinen virtsa

Seuraavissa kokeissa käytetty synteettinen virtsa on suolaliuos tislatusta vedestä ja liuoksen pintajännitys on säädetty arvoon 45 dyn/cm noin 0,0025 %:llä oktyylifenoksipolyetoksietanoli-pinta-aktiivista ainetta (Triton X-100, Rohm & Haas Co.:lta). Tällainen synteettinen virtsaliuos sisältää 15 osaa 1-%:ista Triton X-100:aa, 60 osaa NaCl:a, 1,8 osaa $CaCl_2.2H_2O$:a, 3,6 osaa $MgCl_2.6H_2O$:a ja 600 osaa tislattua vettä.

2) Absorbointiominaisuuksien määrittäminen

A) Absorbointikapasiteetti ja -nopeus ("teepussikoe")

Absorbointikapasiteetti ja -nopeus voidaan määrittää gravimetrisellä analyysitekniikalla käyttäen synteettistä virtsaa nesteenä, jolle vaahdon absorptiokapasiteetti ja -nopeus lasketaan. Näyte superabsorbenttipolymeerivaahdosta sijoitetaan teepussiin, upotetaan ylimäärään synteettistä virtsaa määrätyksi ajaksi ja sitten sitä sentrifugoidaan tietty aika. Superabsorbenttipolymeerivaahdon sentrifugoinnin jälkeisen loppupainon miinus alkupainon (nettonesteenotto) suhde alkuperäiseen painoon määrittelee absorptiokapasiteetin. Nopeus voidaan laskea absorptiokapasiteetista ajan funktiona.

Seuraava menettely suoritettiin standardilaboratorio-olosuhteissa 23 °C:ssa ja 50 %:n suhteellisessa kosteudessa. Teepussimateriaali leikattiin käyttäen 6 cm x 23 cm:n leikkausterää, taivutettiin puoliksi pituussuunnassa ja saumattiin kahdelta sivulta T-tankosaumaajalla tuottaen 6 x 6 cm:n teepussineliö. Käytetty teepussimate-

riaali oli laadun 1234 lämpösaumattavaa materiaalia, jota on saatavilla C.H. Dexteriltä, Division of the Dexter Corp., Windsor Locks. Connecticut, USA, tai vastaavaa. Pienemmän huokoisuuden teepussimateriaalia tulisi käyttää, mikäli on tarpeen pidättää hienojakoisempia vaahtomateriaalin partikkeleita. 0,200 ± 0,005 g superabsorbenttipolymeerimateriaalia punnittiin punnituspaperille ja siirrettiin teepussiin ja teepussin yläosa (avoin pää) saumattiin. Tyhjä teepussi saumattiin yläosastaan ja sitä käytettiin sokeakokeena. Noin 300 ml synteettistä virtsaa kaadettiin 1 000 ml:n dekantterilasiin. Tyhjä teepussi upotettiin synteettiseen virtsaan. Superabsorbenttipolymeerivaahtomateriaalia sisältävää teepussia (näyteteepussi) pidettiin vaakasuorassa materiaalin jakamiseksi tasaisesti koko teepussiin. Teepussi sijoitettiin synteettisen virtsan pinnalle. Teepussin annettiin kastua korkeintaan yhden minuutin pituisen jakson ajan ja sitten se upotettiin kokonaan ja sitä liotettiin 60 minuutin ajan. Noin kahden minuutin kuluttua ensimmäisen näytteen upottamisesta upotettiin toinen sarja teepusseja, jotka oli valmistettu identtisesti ensimmäiseen sarjaan sokeita ja näyteteepusseja nähden, ja niitä liotettiin 60 minuutin ajan samalla tavalla kuin ensimmäistä sarjaa. Ennalta määrätyn liotusajan kuluttua kullekin teepussinäytesarjalle teepussit poistettiin nopeasti synteettisestä virtsasta (pinsettejä käyttäen). Sitten näytteet sentrifugoitiin, kuten seuraavassa on kuvattu. Käytetty sentrifugi oli Delux Dynac II Centrifuge, Fisher Model No. 05-100-26, saatavilla Fisher Scientific Co.:lta Pittsburghista, PA, USA:sta, tai vastaava. Sentrifugin tulisi olla varustettu suoraan luettavalla kierroslukumittarilla ja sähköjarrulla. Sentrifugi on lisäksi varustettu sylinterimäisellä sisäkorilla, jossa on noin 6,35 cm korkea ulompi seinämä, jonka ulkohalkaisija on 21,425 cm, sisähalkaisija 20,155 cm, ja 9 riviä pyöreitä reikiä, joista kunkin halkaisija on noin

0,238 cm tasaisesti sijoitettuina ulkoseinämän ympärykseen, ja korin pohjassa on kuusi halkaisijaltaan 0,635 cm pyöreää valumisreikää tasaisesti sijoitettuina korin pohjan ympärykseen 1,27 cm:n etäisyydelle ulkoseinämästä mitattuna reikien keskipisteestä, tai vastaavalla. Kori on sijoitettu sentrifugiin siten, että se pyörii, ja myös jarruttuu, yhdessä sentrifugin kanssa. Näyteteepussit sijoitettiin sentrifugin koriin siten, että teepussin taivutettu pää oli sentrifugin pyörimisen suunnassa lähtövoiman absorboimiseksi. Sokeat teepussit sijoitettiin vastaavien näyteteepussien jommallekummalle puolelle. Toisen sarjan näyteteepussi on sijoitettava vastapäätä ensimmäisen sarjan näyteteepussin kanssa; ja toisen sarjan sokea teepussi vastapäätä ensimmäisen sarjan sokean teepussin kanssa sentrifugin tasapainottamiseksi. Sentrifugi käynnistettiin ja sen annettiin kiihtyä nopeasti tasaiseen nopeuteen 1 500 rpm, ajastin asetettiin 3 minuutille. 3 minuutin kuluttua sentrifugi sammutettiin ja sitä jarrutettiin. Ensimmäinen näyteteepussi ja ensimmäinen sokea teepussi poistettiin ja punnittiin erikseen. Menettely toistettiin toiselle näyteteepussille ja toiselle sokealle teepussille.

Kunkin näytteen absorptiokapasiteetti (AC) laskettiin seuraavasti:

AC = (näyteteepussin paino sentrifugoinnin jälkeen miinus sokean teepussin paino sentrifugin jälkeen miinus superabsorbenttipolymeerivaahdon paino)/(kuivan superabsorbenttipolymeerivaahdon paino).

Tässä käytettävä absorptiokapasiteetin arvo on kahden näytteen absorptiokapasiteettien keskiarvo.

Absorptionopeus (AR) voidaan laskea seuraavasti:

AR = (näytteen AC)/(näytteen upotusaika)

Esimerkiksi valmistetaan ja liotetaan/upotetaan 10 sarjaa näytteitä ja sokeakokeita, kuten absorptiokapasiteettikoetta varten, paitsi että poistetaan yksi näytteen

ja sokean sarja yhden minuutin välein ja pyöritetään, kuten absorptiokapasiteettikokeessa. Sitten lasketaan absorptiokapasiteetti ja absorptionopeus halutuin eri aikavälein, kuten edellä kuvattiin.

B) Absorptiokapasiteetti ja -nopeus/koe dekstriinisinisellä

Absorptiokapasiteetti grammoina synteettistä virtsaa absorboituna grammaa superabsorbenttipolymeerivaahtoa kohti määritettiin paisuttamalla vaahtonäytteet usealla erällä synteettistä virtsaa. Vaahdon todellisuudessa absorboima tällaisen synteettisen virtsan määrä määritetään menetelmällä, joka käsittää sellaisen synteettisen virtsaliuoksen käytön, joka sisältää dekstriinisinistä siten, että voidaan käyttää optisen absorbenssin mittauksia sen synteettisen urean määrän laskemiseen, joka ei imeydy vaahtoon.

a) Dekstriinisinisen liuoksen valmistaminen

Valmistettiin 0,03-%:inen dekstriinisinisen (BD) liuos liuottamalla 0,3 osaa dekstriinisinistä (Sigma D-5751) 1 000 osaan synteettistä virtsaliuosta (SU). Tuloksena olevan liuoksen absorbanssi on noin 0,25 sen absorbanssimaksimissa 617 nm.

b) Vaahdon tasapaino

Annoksia testattavasta superabsorbenttipolymeerivaahdosta paisutettiin seoksessa: (i) 20 osasta synteettistä virtsaliuosta ja (ii) 20 osasta dekstriinisinisen liuosta. Dekstriinisinisen liuoksen suspensio valmistettiin kahtena kappaleena. Useimmissa tapauksissa tarvittiin 0,1 - 0,2 osaa kuivaa vaahtomateriaalia (20 osaan SU:a tai BD:a), jotta saatiin riittävän suuri spektrofotometrin lukema suhteessa dekstriinisinisen referenssiliuokseen. Yksi tunti tasapainottamista ympäristön lämpötilassa kevyesti sauvalla sekoittaen oli riittävä, jotta saavutettiin paisumistasapaino. Tasapainottumisen jälkeen erotettiin kus-

takin suspensiosta > 3 ml:n annos emäliuosta dekantoimalla, mitä seurasi sentrifugointi.

c) Absorptiokapasiteetin määrittäminen

Kunkin emäliuoksen optinen absorbenssi (ABS) määritettiin spektrofotometrisesti 0,001 absorbenssiyksikön tarkkuudella. Synteettistä virtsaliuosta käytettiin referenssinä ABS = 0,0. Synteettisen virtsaliuoksen emäliuoksen absorbenssin ilman dekstriinisinistä ei tulisi ylittää 0,01 absorbenssiyksikköä; suuremmat arvot ilmaisevat sirontaa jäännösvaahtopartikkeleista tai lisäainejäämistä, ja sentrifugoinnin jatkaminen on tarpeen. Dekstriinisinistä emäliuoksista saatavan absorbenssin tulisi ylittää dekstriinisinisen referenssiliuoksen absorbenssi ainakin 0,1 absorbenssiyksiköllä. Tämän arvon alapuolella olevat absorbenssin arvot ilmaisevat tarvetta säätää suspension valmistamisessa käytettävän superabsorbenttipolymeerin määrää.

d) Absorptiokapasiteetin laskeminen

Superabsorbenttipolymeerivaahdon absorptiokapasiteetti grammoina/gramma lasketaan (i) vaahtosuspension paino-osuudesta ja (ii) pois suljetun tilavuuden suhteesta suspension kokonaistilavuuteen. Koska dekstriinisininen jää vaahdon ulkopuolelle johtuen sen suuresta moolimassasta, on tämä suhde funktio mitatuista absorbensseista. Seuraavaa yhtälöä käytetään absorptiokapasiteetin laskemiseen:

$$\text{Absorptiokapasiteetti} = \frac{\text{(g BD-liuosta)}}{\text{(g superabsorbenttipolymeerivaahtoa)}} \times \left[1 - \frac{\text{(BD-liuoksen ABS)}}{\text{(BD-emäliuoksen ABS - SU-emäliuoksen ABS)}} \right]$$

Absorptionopeus (AR) voidaan laskea absorptiokapasiteetista ajan funktiona samalla tavalla kuin edellä esitetyssä teepussikokeessa, eli AR = AC/aika. Absorptiokapasiteetti voidaan määrittää esimerkiksi testaamalla joukko näytteitä, jotka on paisutettu synteettisessä virtsassa erilaisten ajanjaksojen ajan, esim. 1, 3, 5 ja 10 minuutin jaksoissa, joista voidaan määrittää absorptionopeus. Vaihtoehtoisesti voidaan saada aikaan jatkuva absorptiokäyrä absorptiokapasiteetista tasapainottumisajan funktiona käyttäen fototrodi-tyyppistä ilmaisinta SU- ja BD-liuoksille, jolloin voidaan määrittää absorptionopeus.

3) BET-pinta-ala massayksikköä kohti

Superabsorbenttipolymeerivaahdon ominaispinta-ala massayksikköä kohti (m^2/g) määritetään käyttäen Brunauer-Emmet-Tellerin (BET) kaasuabsorptiomenetelmää. Tämä menetelmä käsittää monokerroksen kaasua [typpi (N_2)] adsorboimisen tunnetulle massalle superabsorbenttipolymeerinäytettä nestetypen lämpötiloissa. Sitten adsorboitu N_2 desorboidaan kohottamalla näytteen lämpötilaa (terminen desorptio) ja detektoimalla termisellä johtokykymittarilla (TCD), jonka ulostulo on kytketty integroivaan piirturiin. Näin desorboituneen N_2:n piikin pinta-ala on tunnettu. Kustakin näytteestä otetaan desorptiopiikit, joiden keskiarvo on signaalipinta-ala (A). Näytteen analysoinnin jälkeen määritetään instrumenttivaste (A_{cal}) injektoimalla järjestelmään tunnettuja määriä (V_c) typpikaasua (99,99 %) ja instrumenttivaste tallennetaan integroivalla piirturilla. A_{cal} on keskiarvo useista instrumenttivasteista, jotka saadaan injektoimalla tunnettuja määriä N_2:a. A:n, A_{cal}:n ja V_c:n arvoja käytetään sitten määrittelemään ominaispinta-alaa käyttäen monipisteistä BET-laskentaa.

Näissä analyyseissä käytettävä erityislaitteisto on saatavissa Quantachrome Corporationilta (Syosset, NY, USA) ja se koostuu laitteista Quantecor Outgassing Station, Flow Controller ja Quantasorb Jr. Sample Analysis Unit.

Näitä instrumentteja käytetään kuten Quantasorb Junior^{R} Sorption System -laitteen käyttöoppaissa, 2/1985, on kuvattu, ja ne sisällytetään tähän viitteiksi. Erilaisia erityisiä N_2-heliumseoksia, jotka saatiin sekoittamalla puhdasta N_2:a ja puhdasta heliumia Flow Controller -laitteessa, käytettiin adsorbaattikaasuna.

0,75 g ± 0,05 g vaahtonäytettä punnittiin laitteiston lasiseen näytekennoon (noin 2,5 ml). Sitten näytteen sisältävä lasikenno sijoitettiin instrumentin kaasuvirtaukseen. Näytteistä ajettiin kaasu ulos 30 ml/min heliumvirtauksella käyttäen Quantector-laitetta riittävän ajan, jotta kaikki muut kaasut paitsi helium poistuivat näytteestä, tyypillisesti vähintään 4 tuntia. Kaasujen poiston jälkeen kaasuvirta vaihdettiin erityiseen N_2-heliumkaasuseokseen. Lasinen näytekenno upotettiin nestetyppeen ja sen annettiin saavuttaa tasapaino. Muodostettiin adsorptiokäyrä. Sitten adsorboitunut N_2 desorboitiin poistamalla nestetyppi ja upottamalla lasipullo lämpimään hanaveteen. Adsorboitunut N_2 muodosti desorptiokäyrän ja piikkiarvon [jota käytettiin laskettaessa signaalipinta-ala (A)]. Adsorptio/desorptiomittaukset suoritettiin kullekin näytteelle käyttäen erilaisia N_2-heliumkaasuseoksia.

Ominaispinta-ala S_g laskettiin seuraavasti:

$$S_g = S_t/W;$$

jossa W on näytteen paino ja S_t on yhtä kuin $X_m(6,02 \times 10^{23})A_{cs}$;

jossa A_{cs} on adsorbaatin poikkileikkauspinta-ala. N_2:lle S_t:ksi saadaan $X_m(3,483 \times 10^3)m^2$; jossa X_m on $1/(S + I)$. S on kulmakerroin ja I on y-akselin leikkauspiste käyrällä $1/X[(P_0/P)-1]$ P/P_0:n funktiona.

Laskettaessa x- ja y-arvoja edellä mainitulle käyrälle X on $(A)X_c/(A)_{cal}$. A on signaalipinta-ala; A_{cal} on kalibrointiala; ja X_c on $P_aM_aV_c/6,235$ X 10^4 T. P_a on ympäris-

tön paine; M_a on adsorbaatin moolimassa, joka typelle on 28,0134; V_c on kalibrointitilavuus; ja T on ympäristön lämpötila kelvinasteina. P on adsorbaatin osapaine; ja P_0, kylläisen höyryn paine, on $P_g + P_a$; jossa P_g on höyryn paine (ympäristön yläpuolella) ja P_a on ympäristön paine.

4) Joustavuuden määrittäminen

Vaahdon joustavuus voidaan määrittää koemenettelyllä, joka on muunnelma testistä ASTM D 3574-86, jota käytetään määrittämään solumaisten orgaanisten polymeeristen vaahtotuotteiden joustavuutta. Tällaisessa modifioidussa kokeessa käytetään hyväksi vaahtonäytettä, jonka koko on 7 x 0,8 x 0,8 cm ja joka on kyllästetty sen absorbointikapasiteettiin saakka (eli upotettu synteettiseen virtsaan noin 15 minuutiksi) synteettisellä virtsalla 37 °C:ssa. Synteettisellä virtsalla kyllästetty vaahtosuikale taivutetaan halkaisijaltaan 0,8 cm:n sylinterimäisen tuurnan ympäri tasaisella nopeudella 1 kierros 5 sekunnissa, kunnes suikaleen päät kohtaavat. Vaahtoa pidetään joustavana, mikäli se ei repeydy tai murru tämän kokeen aikana, eli se läpäisee yhden taivutussyklin.

On tärkeää, että vaahtonäytteiden valmistamisessa käytettävä leikkausmenetelmä ei tuota vaahtosuikaleeseen reunavikoja. Kooltaan oikeat vaahtosuikaleet tulisi leikata suuremmista saman materiaalin blokeista käyttäen terävää värähtelevää sahanterää. Tämän tai vastaavantyyppisen terävän leikkausvälineen käyttäminen toimii olennaiselta osin eliminoiden näytteen reunan viat ja reunan tiivistymisvaikutukset, joilla saattaisi olla haitallinen vaikutus tiettyjen koemenetelmää käyttäen suoritettujen mittausten tarkkuuteen. Lisäksi paksuuden mittaukset tulisi suorittaa absorbenttirakennenäytteen ollessa 350 Pa:n puristavan paineen alaisena.

5) Uutettavissa olevien aineiden määrien määritys (eli liukenemattoman osan pitoisuus)

Jonkin komponentin, materiaalin, jne. (jäljempänä "näyte") liukoisuus/liukenemattomuus liuottimeen määrite-

tään määrittämällä komponentin tai materiaalin uutettavissa olevien aineiden määrä liuottimessa ympäristön lämpötilassa (noin 22 °C). Uutettavuus määritetään gravimetrisellä menetelmällä, jossa testattava näyte sekoitetaan liuottimeen, seos suodatetaan ja tuloksena olevan jäännöksen paino määritetään.

500 ml:n Erlenmayer-kolviin punnittiin tarkasti (± 0,1 mg:n tarkkuudella) noin 0,25 g testattavaa näytettä (W_s). Lisättiin 250 ml liuotinta ja seosta sekoitettiin hitaasti tunnin ajan. Tämän tunnin kuluttua sekoittaminen lopetettiin ja seos suodatettiin käyttäen Erlenmayer-kolvia, johon oli kiinnitetty ennalta punnittu 0,45 mikronin suodatinpaperi. Suodattimen taarapaino oli (W_p). Suodattamisen jälkeen suodatinpaperi, jolla jäännös oli, poistettiin maljasta ja sitä kuivattiin 120 °C uunissa tunnin aikana. Suodatinpaperi jäähdytettiin ja se punnittiin uudelleen, jotta saatiin (W_r). (W_r) - (W_p) on jäännöksen paino (r).

Yhtäaikaisesti näytteen kanssa toista kolvia, joka sisälsi 250 ml liuotinta, sekoitettiin ja suodatettiin ja suodatinpaperi kuivattiin, kuten näytekin, jotta saatiin sokeapaino (W_b). Sokea suodatinpaperi punnittiin etukäteen (W_{bf}). W_b - W_{bf} on sokeajäännös (br). Säädetty näytejäännös (ar) on (r) - (br).

Uutettavien aineiden määrä on [(ar)/(Ws)] x 100.

Esimerkki 1

Superabsorbenttipolymeerivaahto voidaan muodostaa seuraavalla tavalla: Noin 250 g akryylihapon vesiliuosta (50 paino-%) neutraloitiin 75-%:isesti natriumakrylaatiksi käyttäen 0,1 N NaOH:ia. Polyakryylihapon muodostumisen välttämiseksi neutralointi suoritettiin asteittain lisäämällä NaOH akryylihappoliuokseen sekoittaen varovasti ja jäähdyttäen (kuivajäällä).

Valmistettiin reaktioseos seuraavsti:

200 g edellä valmistettua natriumakrylaatin vesiliuosta; 0,50 g N,N'-metyylibisakryyliamidia; 1,3 g V-50:ä

(2,2'-atsobis(2-amidiinopropaani)dihydrokloridia, saatavilla Wako Chemicals USA, Inc.:ltä); ja 20 g PEG-600:aa (polyetyleeniglykoli, jonka painokeskimääräinen moolimassa on noin 600, saatavissa Union Carbide Co.:lta, Danbury, Connecticut, USA), lisättiin 1 litran lasireaktoriin, joka oli varustettu lämpötilan ja paineen säätimillä ja suurleikkausnopeussekoituslaitteella (esim. "Ultra Turray" -sekoittimella, saatavissa Tekmar Companylta, Cincinnati, Ohio, USA). Reaktori oli ympäristön lämpötilassa (noin 22 °C) ja paineessa (noin 1 atm). Sitten reaktoriin lisättiin seos 60 g:sta Freon 1,1,2:a (1,1,2-trikloritrifluorietaani, saatavissa Aldrich Chemicalilta, Milwaukee, Wisconsin, USA); 3,5 g:sta SPAN^{R}20:a (sorbitaanimonolauraatti, saatavilla Aldrich Chemicalilta); ja 6,5 g:sta Tween^{R}20:a (etoksyloitu sorbitaanimonolauraatti, saatavilla Aldrich Chemicalilta). Tämä viimeksi mainittu seos oli valmistettu etukäteen lisäämällä komponentit edellä kuvatun kanssa samanlaiseen reaktoriin ja sekoittamalla hyvin.

Reaktioseosta sekoitettiin noin 850 rpm:n nopeudella noin 10 minuutin ajan Freon 1,1,2:n dispergoimiseksi stabiilisti. Sitten sekoituslaite poistettiin dispersiosta. Muodostettiin vaahtotuote kohottamalla reaktorin lämpötila 60 °C:seen ja pitämällä se 60 °C:ssa noin tunnin ajan; tätä seurasi lämpötilan kohottaminen 80 °C:seen ja sen pitäminen 80 °C:ssa noin 30 minuutin ajan; mitä seurasi lämpötilan kohottaminen 120 °C:seen ja pitäminen 120 °C:ssa noin 30 minuutin ajan. Sitten reaktori jäähdytettiin noin ympäristön lämpötilaan (noin 22 °C).

Reaktorissa olevaan vaahtoon lisättiin seos 5 g:sta glyserolia ja 25 g:sta isopropyylialkoholia vaahdon imeyttämiseksi seoksella. Sitten reaktorin lämpötila kohotettiin 180 °C:seen ja pidettiin siinä noin tunnin ajan. Reaktori jäähdytettiin ympäristön lämpötilaan (n. 22 °C), minkä jälkeen vaahto poistettiin reaktorista ja sijoitet-

tiin avoimesti kosteaan tilaan (suhteellinen kosteus 80 %) 6 tunniksi.

Näin muodostetulla avosoluisella superabsorbenttipolymeerivaahdolla oli seuraavat ominaisuudet: geelitilavuus (eli absorptiokapasiteetti) 50 g/g; paisumisnopeus (eli absorptionopeus) 2,8 g/g/s; keskimääräinen solukoko 30 mikronia standardipoikkeamalla ± 16 mikronia; ja pinta-alan suhde massaan 0,48 m^2/g.

Vaikka on kuvattu tämän keksinnön tiettyjä suoritusmuotoja, on alan tuntijalle ilmeistä, että voidaan tehdä useita muita muutoksia ja modifikaatioita poikkeamatta tämän keksinnön hengestä ja suojapiiristä. Tästä syystä on tarkoitettu, että liitteenä olevat patenttivaatimukset kattavat kaikki tällaiset muutokset ja modifikaatiot, jotka ovat tämän keksinnön suojapiirin sisällä.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä superabsorbenttipolymeerivaahdon, jonka pinta-alan suhde massaan vähintään 0,2 m^2/g, keskimääräinen solukoko alle 100 µm ja tiheys alle 0,5 g/cm^3, valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että menetelmä sisältää seuraavat vaiheet:

(a) muodostetaan reaktioseos, joka käsittää monomeeria, sisäistä silloitusainetta ja liuotinta;

(b) muodostetaan dispersio dispergoimalla reaktioseokseen vaahdotusainetta;

(c) stabiloidaan dispersio;

(d) paisutetaan mainittu vaahdotusaine;

(e) annetaan mainitun monomeerin ja mainitun sisäisen silloitusaineen reagoida muodostaen superabsorbenttipolymeerivaahdon;

jolloin mainittu vaihe (e) suoritetaan ainakin vaiheiden (a), (b) ja (c) jälkeen.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu reaktioseos käsittää olennaisilta osin veteen liukenevaa tyydyttymätöntä monomeeria, joka sisältää karboksyyliryhmiä.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu monomeeri on johdettu akryylihaposta, maleiinihaposta, metakryylihaposta, fumaarihaposta, itakonihaposta, maleiinihappoanhydridistä, etyyliakrylaatista, butyyliakrylaatista tai näiden seoksesta.

4. Patenttivaatimuksen 2 tai 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu sisäinen silloitusaine on olennaisilta osin veteen liukenevaa sisäistä silloitusainetta valittuna yhdisteistä, joissa on ainakin kaksi polymeroituvaa kaksoissidosta, yhdisteistä, joissa on ainakin yksi polymeroituva kaksoissidos ja ainakin yksi funktionaalinen ryhmä, joka on reaktiivinen mainitun monomeerin kanssa, yhdisteistä, joissa on ainakin kaksi funktio-

naalista ryhmää, jotka ovat reaktiivisia mainitun monomeerin kanssa, sekä yhdisteistä, jotka voivat muodostaa ionisia sidoksia.

5. Jonkin patenttivaatimuksen 2 - 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu liuotin on olennaisilta osin veteen liukenevaa liuotinta valittuna ryhmästä vesi, alempi alkoholi tai näiden seos.

6. Jonkin patenttivaatimuksen 2 - 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu reaktioseos lisäksi sisältää pehmitinainetta, pinta-aktiivista ainetta ja initiaattoria, tai viskositeetin säätöainetta.

7. Jonkin patenttivaatimuksen 2 - 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainitun vaahdotusaineen höyrystymislämpötila on alle 50 °C.

8. Jonkin patenttivaatimuksen 2 - 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaahdotusaineen paisutusvaihe (d) käsittää vaiheet:

(d1) kohotetaan mainitun stabiilin dispersion lämpötila lämpötilaan, joka on korkeampi tai sama kuin mainitun vaahdotusaineen höyrystymislämpötila, matalampi kuin mainitun reaktioseoksen aktivoitumislämpötila, ja matalampi kuin mainitun liuottimen höyrystymislämpötila; tai

(d2) alentamalla mainitun stabiilin dispersion painetta.

9. Jonkin patenttivaatimuksen 2 - 8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että reaktiovaihe (e) käsittää

(e1) mainitun paisutetun rakenteen altistamisen lämpösäteilylle tai valosäteilylle, tai

(e2) mainitun paisutetun rakenteen lämmittämisen lämpötilaan, joka on korkeampi tai sama kuin mainitun reaktioseoksen aktivoitumislämpötila ja alempi kuin mainitun liuottimen höyrystymislämpötila.

10. Minkä tahansa edeltävän patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainitut paisutusvaihe ja reaktiovaihe suoritetaan materiaalien läsnä ollessa, jotka on valittu ryhmästä pinta-aktiivinen

aine, initiaattori, viskositeetin säätöaine ja niiden seokset.

11. Polymeerivaahto, t u n n e t t u siitä, että se on valmistettu millä tahansa edellä mainituista patenttivaatimuksista mukaisella menetelmällä.

12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen polymeerivaahto, t u n n e t t u siitä, että sen solukokojakautuman arvo alle 5.

13. Patenttivaatimuksen 11 tai 12 mukainen polymeerivaahto, t u n n e t t u siitä, että se käsittää lisäksi pehmitintä.

14. Jonkin patenttivaatimuksen 11 - 13 mukainen polymeerivaahto, t u n n e t t u siitä, että se sisältää lisäksi ulkoisen silloitusaineen.

15. Absorbenttiväline, t u n n e t t u siitä, että se sisältää (i) nestettä imevän verkon; ja (ii) minkä tahansa edeltävistä patenttivaatimuksista mukaista polymeerivaahtoa vaahdon ollessa sijoitettuna mainitulle nestettä imevälle verkolle.

16. Absorbenttikappale, t u n n e t t u siitä, että se käsittää nestettä läpäisemättömän taustakalvon ja absorbenttiytimen mainitun absorbenttiytimen koostuessa minkä tahansa patenttivaatimuksista 11 - 14 mukaisesta polymeerivaahdosta tai patenttivaatimuksen 15 mukaisesta absorbenttivälineestä.

17. Patenttivaatimuksen 16 mukainen absorbenttikappale, joka sisältää lisäksi nestettä läpäisevän pintakalvon liitettynä mainittuun taustakalvoon, t u n n e t t u siitä, että mainittu absorbenttiydin on sijoitettu mainitun pintakalvon ja mainitun taustakalvon väliin.

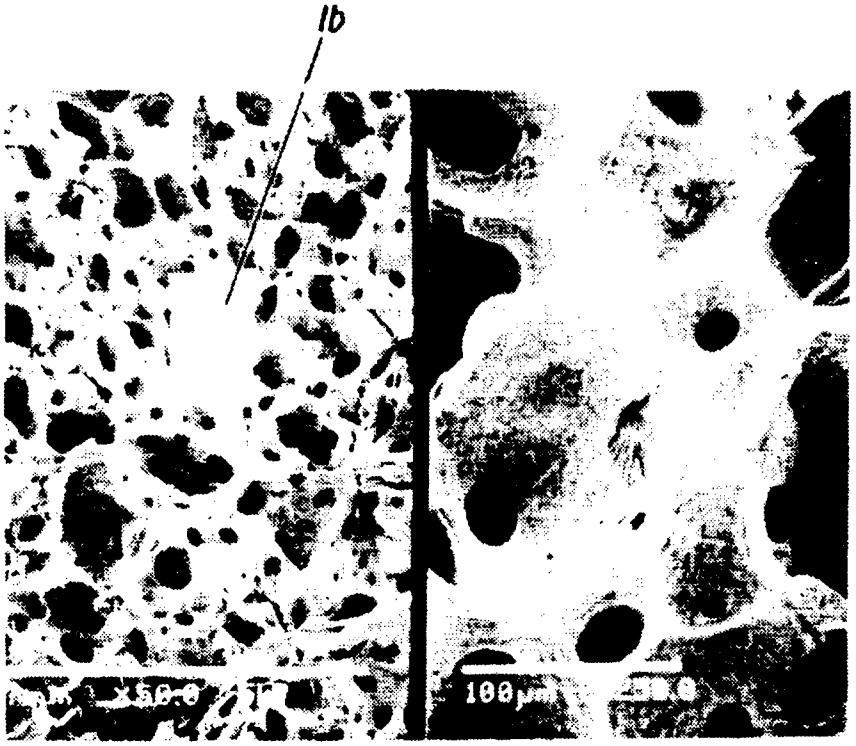


Fig. 1

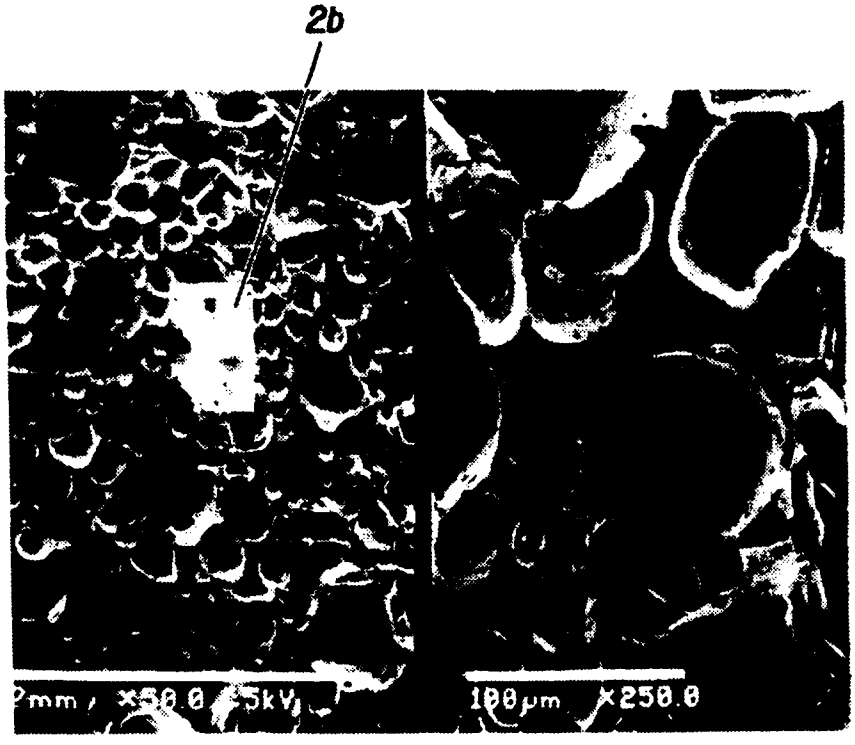


Fig. 2

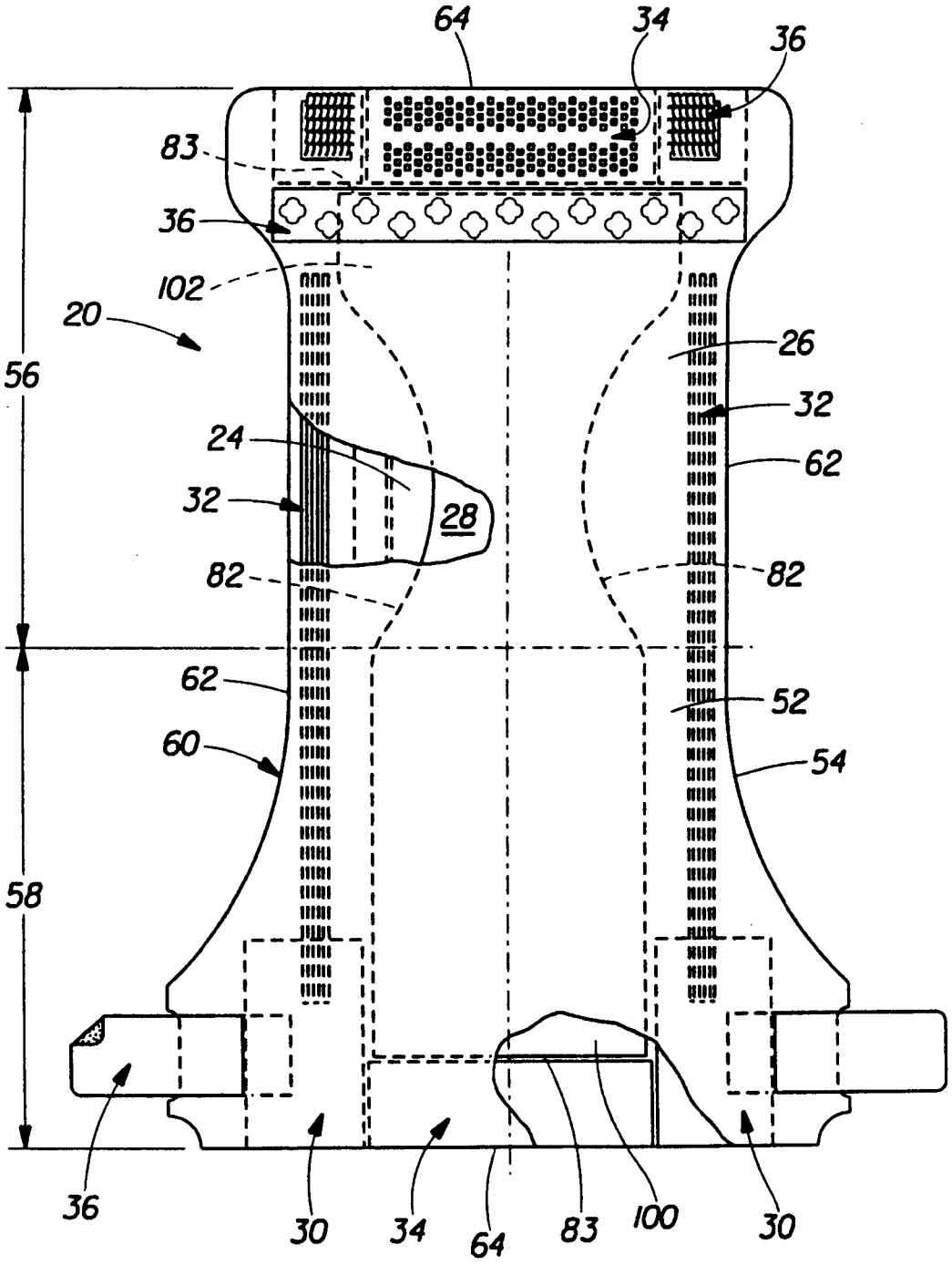

64
34
36
83
36
102
20
56
26
32
62
24
32
28
82
82
62
52
60
54
58
36
30
34
64
83
100
30

Fig. 3

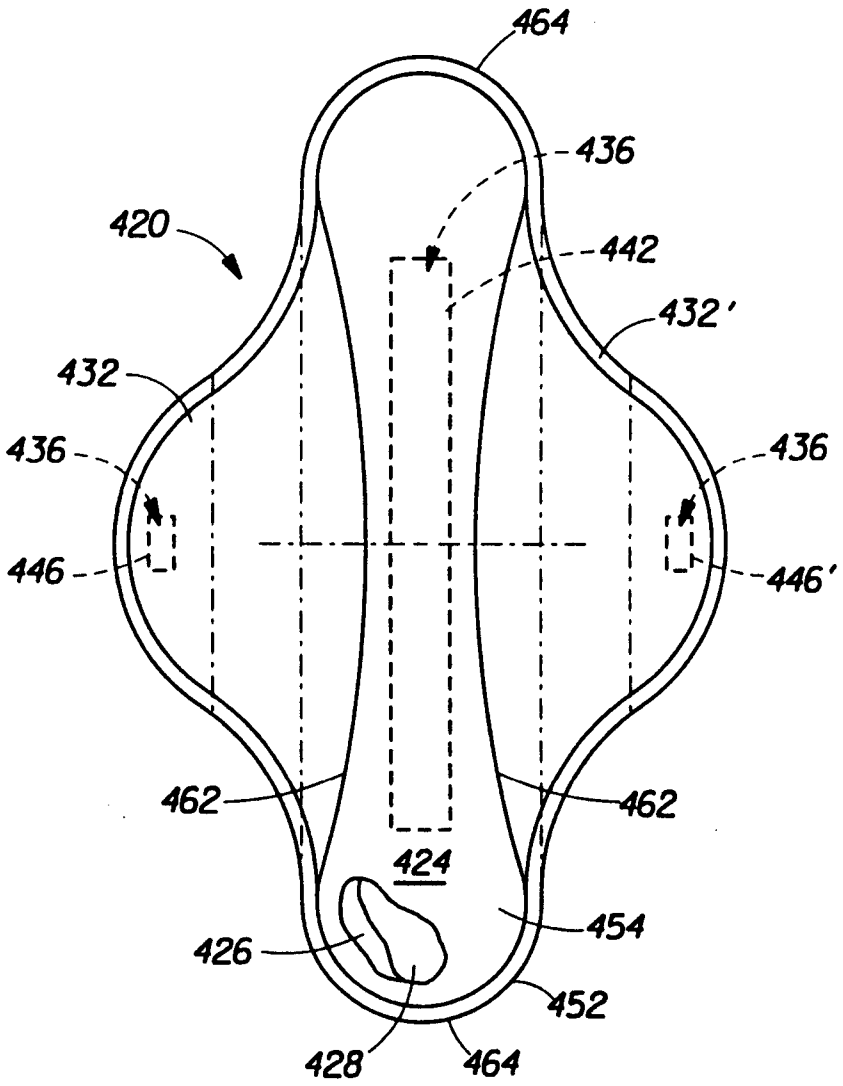

464
436
420
442
432'
432
436
436
446
446'
462
462
424
454
426
452
428
464

Fig. 4

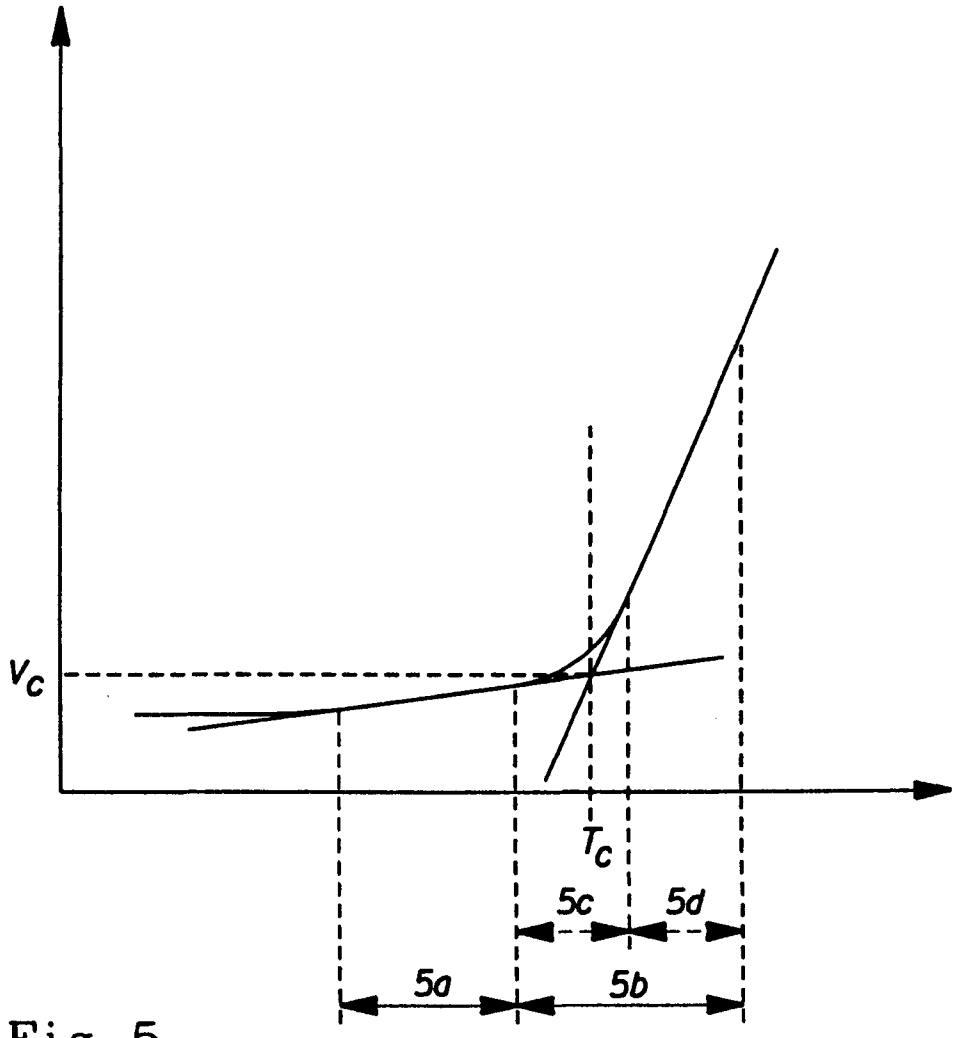


Fig. 5

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
Patentti- ja innovaatiolinja

TUTKIMUSRAPORTTI

PATENTTIHAKEMUS NRO	LUOKITUS
954835	

TUTKITTU AINEISTO
Patenttijulkaisukokoelma (FI, SE, NO, DK, DE, CH, EP, WO, GB, US), tutkitut luokat
Tiedonhaut ja muu aineisto

VIITEJULKAISUT

Kategoria*)	Julkaisun tunnistetiedot	Koskee vaatimuksia
	US 5118719 A WO 9115362 A1	

*) X Patentoitavuuden kannalta merkittävä julkaisu yksinään tarkasteltuna
Y Patentoitavuuden kannalta merkittävä julkaisu, kun otetaan huomioon tämä ja yksi tai useampi samaan kategoriaan kuuluva julkaisu
A Yleistä tekniikan tasoa edustava julkaisu, ei kuitenkaan patentoitavuuden este

Päiväys	Tutkija
4.2.04	Riitta Jokinen