

(19) **DANMARK**



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT**

(11) **160254 B**

(21) Patentansøgning nr.: 3629/81

(22) Indleveringsdag: 14 aug 1981

(24) Løbedag: 20 nov 1980

(41) Alm. tilgængelig: 14 aug 1981

(44) Fremlagt: 18 feb 1991

(86) International ansøgning nr.: PCT/US80/01567

(86) International indleveringsdato: 20 nov 1980

(85) Videreførelsesdag: 14 aug 1981

(30) Prioritet: 26 dec 1979 US 106772

(51) Int.Cl.⁵

C 08 F 2/54

C 08 F 220/06

A 61 F 13/15

(71) Ansøger: The B.F. *Goodrich Company; Dept. 0015 - WHB-6; 500 South Main Street; Akron; Ohio 44318, US

(72) Opfinder: Paul John *George; US

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

(54) **Fotopolymeriseret hydrophil interpolymmer af acrylsyre og polyfunktionelle tværbindingsmidler samt genstand til absorbering af legemsvæsker indeholdende den.**

(56) Fremdragne publikationer

DE pat. nr. 2737994

US pat. nr. 3686024

(57) Sammendrag:

3629-81

Stærkt vandabsorberende folier og fibre fremstilles ved fotopolymerisering af et alkalimetalsalt af acrylsyre, et polyfunktionelt tværbindingsmiddel og en fotoinitiator. De fremkomne interpolymere er særlig anvendelige ved fremstilling af stærkt absorberende produkter til personlig hygiejne.

DK 160254 B

Den foreliggende opfindelse angår en hydrophil interpolymer fremstillet ved fotopolymerisering af acrylsyre og polyfunktionelle tværbindingsmidler. Opfindelsen angår desuden en genstand til absorbering af legemsvæsker indeholdende
5 denne hydrophile interpolymer.

Der kendes en lang række forskellige hydrophile polymere, der er anvendelige til fabrikation af vandabsorberende folier og fibre. US patentskrift nr. 3.915.921 omhandler copolymere af umættede carboxylsyremonomere med alkylacrylat-
10 estere, hvor alkylgruppen indeholder 10-30 carbonatomer. Det er imidlertid på grund af disse polymermaterialers høje Tg vanskeligt at ekstrudere dem i fiber- eller folieform. Endvidere kræver folier presset af pulverne høje temperaturer, folierne er skøre og skrøbelige og har nedsat begyndelses-
15 seshastighed for vandabsorption.

US patentskrift nr. 4.062.817 angår polymere af umættede, copolymeriserbare carboxylsyrer, mindst ét alkylacrylat eller -methacrylat, hvor alkylgruppen har 10-30 carbonatomer, og et andet alkylacrylat eller -methacrylat, hvor alkylgruppen har 1-8 carbonatomer. Denne sammensætning har elimineret
20 mange af de tidligere sammensætningers ulemper. En yderligere forbedring af de hydrophile egenskaber er opnået med de sammensætninger, der er anført i US patentskrift nr. 4.066.583. Heri er omtalt en sammensætning, der indbefatter
25 (1) en copolymer af den type, der er emnet for ovennævnte US patentskrift nr. 4.062.817, bortset fra at efter copolymerisation neutraliseres 30-90% af carboxylgrupperne med et alkalimetal eller ammoniak, og (2) en alifatisk glycol, en blødgører, der er vigtig for at lette ekstrusion af polymeren.
30 ren.

US patentskrift nr. 4.090.013 omhandler en kvældbar, vandabsorberende sammensætning, der indeholder en polyelektrolyt med høj molekylvægt, der er en syntetisk copolymer af en ethylenisk umættet monomer og en monoethylenisk umættet
35 carboxylsyre, såsom acrylsyre. Yderligere kan der forekomme en di-funktionel monomer, såsom allylmethacrylat, der anven-

des i meget ringe mængder som kædeforlænger (ikke tværbindingsmiddel), og en polyvalent metalkation, fortrinsvis aluminium, der kompleksbinder polyelektrolytten. Efter polymerisering kan aniongrupperne i polyelektrolytten neutraliseres med en base, såsom et alkalimetahydroxid.

Den foreliggende opfindelse angår en interpolymer, der har fremragende absorptions- og tilbageholdelsesegenskaber med hensyn til vand og ioniske legemsvæsker, såsom urin og blod, og den her omhandlede interpolymer er ejendommelig ved, at den er fremstillet ved fotopolymerisering af

a) 50-99,5 vægtprocent acrylsyre, hvor 75-100% af carboxylgrupperne er blevet neutraliseret med en alkalimetal- eller ammoniumbase før polymerisering, og

b) 0,5-50 vægtprocent af et polyfunktionelt tværbindingsmiddel i nærvær af

c) 0,3-1,0 vægtprocent fotoinitiator, baseret på vægten af acrylsyre og tværbindingsmiddel.

Fotopolymeriseringen gennemføres hensigtsmæssigt ved, at monomerblandingen udsættes for en ultraviolet lyskilde. Dette kan ske, efter at monomerblandingen er bredt ud i den ønskede tykkelse, eller efter at den er spundet til en fiber. Det fremkomne folie eller de fremkomne fibre har en yderst hurtig og høj grad af absorption af vand og legemsvæsker, såsom urin og blod.

Af økonomiske grunde anvendes der fortrinsvis 90-99,5 vægtprocent acrylsyre og 0,5-10 vægtprocent af et polyfunktionelt tværbindingsmiddel. Der opnås ofte materialer med overlegne egenskaber, når der anvendes 0,5-5,0 vægtprocent af et polyfunktionelt tværbindingsmiddel.

Tværbindingsmidlerne, der kan anvendes til polymerene ifølge den foreliggende opfindelse, er monomere forbindelser, der indeholder to eller flere ethylenisk umættede grupper, der kan copolymeriseres med acrylsyre ved hjælp af ultraviolet lys. I reglen har tværbindingsmidlerne 2-6 ethylenisk umættede grupper, såsom allyl-, acrylat- eller vinylgrupper. Arten af den del af molekylet, der ikke indeholder ethylenisk

umættethed, har ikke kritisk betydning, når den blot ikke indeholder grupper, der griber ind i UV-polymerisation. I reglen udgøres denne del af molekylet af en mættet carbonhydridkæde, en glycol- eller en polyglycolmolekyl, en aromatisk molekyldel eller cyanurat- eller isocyanuratring eller andre ikke-polymeriserbare molekyldele.

Polyfunktionelle forbindelser, der kan anvendes som tværbindingsmidler, omfatter f.eks. diallylestere eller -ethere, allyl- eller metallylacrylater og -acrylamider, diacrylater og dimethacrylater, divinylforbindelser og lignende. Eksempler på polyfunktionelle tværbindingsmidler er polyethylenglycoldiacrylat og -dimethacrylat, ethylenglycoldimethacrylat, tetraethylenglycoldiacrylat, 1,3-butylenglycoldimethacrylat, diethylenglycoldivinylether, trimethylolpropandiallylether, divinylbenzen, trimethylolpropantriacrylat, trimethylolpropantrimethacrylat, triallylcyanurat, pentaerythritoltriacrylat, diallylitaconat, methylen-bis(acrylamid), allylpentaerithritol, allylsaccharose, 1,6-hexandioldiacrylat, tetramethylendiacyrlat og -dimethacrylat, ethylendiacyrlat og -dimethacrylat, triethylenglycoldimethacrylat og lignende.

Acrylsyre skal før polymerisation neutraliseres mindst 75%. Den mest foretrukne neutralisationsgrad er 95-100%, fordi man har iagttaget, at jo højere neutralisationsgraden er, jo bedre absorberingsegenskaber udviser de deraf fremstillede polymere.

Ud over de ovenfor omtalte monomere, hvoraf copolymerene ifølge opfindelsen fremstilles, kan der også anvendes mindre mængder, dvs. i reglen mindre end 5 vægtprocent, men eventuelt op til 15 vægtprocent, yderligere monomere. Om disse yderligere monomere anvendes, vil afhænge af slutanvendelsen og de fysiske egenskaber, der kræves, dvs. absorptionshastighed og -grad og den rivestyrke, der er nødvendig for foliet eller stoffet. Sådanne yderligere monomere vil blive omtalt nedenfor.

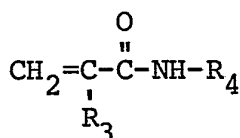
En type af sådanne yderligere monomere er α, β -olefinisk umættede nitriler, fortrinsvis monoolefinisk umættede nitriler med 3-10 carbonatomer såsom acrylonitril, methacrylonitril, ethacrylonitril, chloracrylonitril og lignende. De sær-

0

lig foretrukne nitriler er acrylonitriler og methacrylonitril.

En anden anvendelig klasse yderligere monomere, der kan inkorporeres i interpolymere ifølge opfindelsen, er monoethylenisk umættede amider, der har mindst ét hydrogenatom
5 på amidnitrogenet, og den olefiniske umættethed er α, β til carbonylgruppen. De foretrukne amider har strukturen

10

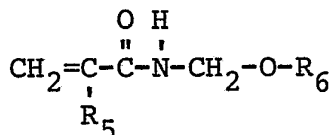


hvor R_3 er hydrogen eller C_{1-4} -alkyl, og R_4 er hydrogen eller C_{1-6} -alkyl. Eksempler på amider omfatter acrylamid, methacrylamid, N-methylacrylamid, N-tert.-butylacrylamid, N-cyclohexyl-
15 acrylamid, N-ethylacrylamid og andre. Blandt de mest foretrukne amider kan nævnes acrylamid og methacrylamid.

Andre acrylamider omfatter N-alkylolamider af α, β -olefinisk umættede carboxylsyrer, herunder sådanne med 4-10 carbonatomer såsom N-methylolacrylamid, N-ethanolacrylamid, N-propanolacrylamid og lignende. De foretrukne monomere af N-alkylolamidtypen er N-alkylolamiderne af α, β -monoolefinisk umættede monocarboxylsyrer og mest foretrukket er N-methylolacrylamid.

Anvendelige er også N-alkoxymethylacrylamider med formelen

25



30 hvor R_5 er hydrogen eller methyl, og R_6 er C_{1-8} -alkyl. I beskrivelsen, hvor der refereres til de væsentlige N-substituerede alkoxymethylamider, omfatter udtrykket "acrylamid" "methacrylamid". De foretrukne alkoxymethylacrylamider er sådanne, hvor R_6 er en alkylgruppe med 2-5 carbonatomer, og særlig anvendelig er N-butoxymethylacrylamid.
35

De ovennævnte monomere copolymeriseres ved at udsætte monomerblandingen for ultraviolet lys. Hvis der ønskes en

0 folie, kan monomeren bredes ud på en flade til den ønskede
tykkelse, f.eks. 0,025-0,64 mm, og derefter udsættes for ul-
traviolet lys i kort tid, f.eks. 1 sekund til flere minutter.
Bestrålingens faktiske længde afhænger af et antal faktorer
5 såsom monomerfoliens tykkelse, afstanden fra og intensiteten
af bestrålingskilden, de særlige monomere, der anvendes og
det indbyrdes forhold mellem sådanne monomere, forekomst el-
ler mangel på yderligere comonomere og arten og mængden af den
anvendte fotoinitiator. Arten af den anvendte fotoinitia-
10 tor afhænger i det mindste delvis af den type UV-bestråling,
der anvendes (især dens bølgelængde, eftersom forskellige fo-
toinitiatorer kan dekomponere på grund af UV-lys med forskel-
lige bølgelængder). Hvis man ønsker, at materialet skal fo-
religge i form af fibre, kan monomerblandingen fortykkes og
derefter spindes til fibre, der ved udsættelse for UV-lys, po-
15 lymeriseres.

For at udvirke en hurtig og effektiv polymerisering
under UV-lys skal der i monomerblandingen være inkorporeret
0,3-1,0 vægtprocent af en fotoinitiator. Alle forbindelser,
der dissocierer i frie grupper, når de udsættes for UV-bestrå-
20 ling, kan anvendes. Der findes mange kendte fotoinitiatorer
eller fotosensibilisatorer såsom acetophenon, propiophenon,
benzophenon, xanthon, fluorenon, benzaldehyd, fluoren, anthra-
quinon, triphenylamin, carbozol, 3- eller 4-methylacetophenon,
3- eller 4-pentylacetophenon, 3- eller 4-methoxyacetophenon,
25 3- eller 4-bromacetophenon, 3- eller 4-allylacetophenon, p-di-
acetylbenzen, 3- eller 4-methoxybenzophenon, 3- eller 4-me-
thylbenzophenon, 3- eller 4-chlorbenzophenon, 4,4-dimethoxy-
benzophenon, 4-chlor-4'-benzylbenzophenon, 3-chlorxanthon, 3,9-
-dichlorsanthon, 3-chlor-8-nonylxanthon, 3-methoxyxanthon, 3-
30 -iod-7-methoxyxanthon, 2,2-dimethoxyacetophenon, 2,2-dimethoxy-
-2-phenylacetophenon, 2,2-diethoxyacetophenon, 2,2-dibutoxya-
cetophenon, 2,2-dihexoxyacetophenon, 2,2-di-(2-ethylhexoxy)a-
cetophenon, 2,2-diphenoxyacetophenon, benzoin, methylbenzoin-
ether, ethylbenzoinether, isopropylbenzoinether, butylbenzoin-
35 ether, isobutylbenzoinether, benzoinacetat, benzoinphenylcar-

0

bamat, α,α -diethoxyacetophenon, α,α -diethoxy- α -phenylacetophenon, α,α -dimethoxy- α -phenylacetophenon, 4,4'-dicarboethoxybenzoinethylether, α -chloracetophenon, α -bromacetophenon, benzoinphenylether, α -methylbenzoinethylether, benzoinacrylat, α -methylbenzoinmethylether, α,α,α -trichloracetophenon, o-bromacetophenon, cumolhydroperoxid, benzoylperoxid, dincumylperoxid, tert.-butylperbenzoat, α,α -azobisisobutyronitril, phenyldisulfid, chlormethylbenzanthron, chlormethylanthraquinon, chlormethylnaphthalen, brommethylbenzanthron, brommethylanthraquinon, brommethylnaphthalen og lignende.

Ud over en fotoinitiator kan der med fordel også anvendes 0,1-5,0% af en lufthærtningsaktivator. Eksempler på lufthærtningsaktivatorer er mercaptoeddikesyre, mercaptoethanol, Michler's keton (4,4'-dimethylaminobenzophenon), diethanolamin, methyldiethanolamin, ethyl-p-dimethylaminobenzoat og lignende.

Monomerblandingerne fremstilles som vandige dispersioner, der eliminerer behovet for organiske opløsningsmidler. Dette udelukker forureningsproblemer fremkaldt af fjernelse af organiske opløsningsmidler og de omkostninger, der er forbundet med fjernelse af de forurenende stoffer. For at få en stabil homogen dispergering af monomerene foretrækkes det, at de vandige dispersioner indeholder 0,01-5% og fortrinsvis 0,1-1% af et overfladeaktivt middel såsom et anionisk, amphotert eller ikke-ionisk dispergeringsmiddel eller en blanding af dispergeringsmidler. Anvendelige anioniske dispergeringsmidler omfatter alkalimetal- eller ammoniumsalte af sulfater af alkoholer med 8-18 carbonatomer såsom natriumlaurylsulfat, ethanolaminlaurylsulfat, ethylaminlaurylsulfat, alkalimetal-ammoniumsalte af sulfoneret jordolie og paraffinolier, natriumsalte af aromatiske sulfonsyrer såsom dodecan-1-sulfonsyre og octadecan-1-sulfonsyre, aralkylsulfonater såsom natriumisopropylbenzensulfonat, natriumdodecylbenzensulfonat og natriumisobutyl-naphthalensulfonat, alkalimetal- og ammoniumsalte af sulfonerede dicarboxylsyreestere såsom natriumdioctylsulfosuccinat, dinatrium-n-octadecylsulfosuccinat, alkalimetal- og ammoniumsalte af fri syre af kompleks organiske mono- og

0

diphosphatestere, sulforavsyrederivater ("Aerosol" dispergeringsmidler), organiske phosphatestere ("Gafac" dispergeringsmidler) og lignende. Ikke-ioniske dispergeringsmidler såsom octyl- eller nonylphenylpolyethoxyethanol samt dispergeringsmidlerne "Pluronic®" og "Triton®". Også amphotere dispergeringsmidler såsom dicarboxyliske kokosnøddederivater ("Miranol®"). Yderligere eksempler på anvendelige dispergeringsmidler er sådanne, der er nævnt begyndende på side 102 i J. Van Alphen's "Rubber Chemicals", Elsevier Publishing Co., 1956.

Copolymerene ifølge opfindelsen kan fotopolymeriseres i folie- eller fiberform. Den derved fremkomne folie eller fiber er et elastisk, fleksibelt materiale, der har en betydelig styrke. Dersom man ønsker en fin-flaget form, kan folien omdannes hertil ved tørring og derefter pulverisering eller formaling i standardudstyr.

Som vandabsorberende materiale kan disse polymere finde anvendelse på mange felter i form af folie, fiber, stof og lignende. De er særlig anvendelige inden for den industri, der fremstiller ikke-vævet engangsmateriale, hvor der er behov for polymere, der kan absorbere og holde på vand og ioniske fysiologiske væsker. Et vigtigt træk ved disse polymere er deres forøgede fortykkelsesevne, selv når der er et salt til stede. Særlige anvendelsesformål omfatter engangsbleer, medicinsk-kirurgisk materiale og produkter, der anvendes til personlig hygiejne. Sådanne anvendelsesformål kræver en polymer, der ikke opløses. Endvidere skal væsken immobiliseres eller størkne på en eller anden måde for at kunne holdes tilbage. Materialerne kan også anvendes som egnede additiver beregnet på stærk forøgelse af gangse absorbensers absorberende evne, f.eks. bomuld, træpulp og andre absorberende cellulosematerialer, der anvendes til sådanne formål som aftørringsklude, kirurgiske tamponer, menstruationsprodukter etc. Ved et særligt anvendelsesformål, f.eks. en engangsble, findes der et indre lag af et blødt absorberende ikke-vævet materiale, der absorberer og fører urinen til et udvendigt lag af fnugget fibrøst absorberende materiale, hvori der under op-

0

bygningen af dette ikke-vævede fiberlag kan medtages agglomerater eller fibre af polymerene ifølge den foreliggende opfindelsen samt et yderligere uigennemtrængeligt plastlag såsom polyethylen. En folie af copolymerene ifølge opfindelsen kan anvendes mellem det udvendige plastlag og de indvendige fnuggede absorberende lag. Anvendelse af polymerene ifølge opfindelsen kan resultere i en reduktion af den samlede størrelse af mange ikkevævede engangsprodukter.

De foreliggende copolymerer kan også anvendes som flokkulenter ved vandbehandling, til metallurgiske processer, ved malmforbehandling og flotation, til anvendelsesformål inden for landbrug såsom jordbundsbehandling og frøbejdsning og på mange andre områder, hvor polymerens iboende egenskaber er ønskelige, såsom dens evne til fortykkelse i vandigt medium.

Til fremstilling af polymerene ifølge opfindelsen blandes acrylsyre, et tværbindingsmiddel et dispergeringsmiddel og en fotoinitiator i en beholder. Derefter fremstilles der enten en folie eller fibre af monomerblandingen, som ved udsættelse for UV-lys hurtigt polymeriserer. De forskellige trin i proceduren beskrives mere detaljeret nedenfor.

Fremstilling af monomerblanding. Monomerblandingen kan fremstilles ved en af to enkle metoder. Den ene metode går ud på at opløse et i forvejen fremstillet og tørret alkalimetal- eller ammoniumacrylat i vand, hvortil der derefter sættes et dispergeringsmiddel. Derefter sættes der til den vandige opløsning et tværbindingsmiddel, der i forvejen indeholder en fotoinitiator. En anden metode omfatter fremstilling af acrylatsaltet in situ ved at sætte acrylsyren til en korrekt mængde kold vandig base (f.eks. KOH, NaOH eller NH_4OH) under afkøling. Derefter sættes der til den vandige opløsning et tværbindingsmiddel, hvortil der i forvejen er tilsat en fotoinitiator; til sidst tilsættes dispergeringsmidlet.

Foliefremstilling: Den vandige monomerdispersion udbredes i ønsket tykkelse (f.eks. ved hjælp af en Boston-Bradley indstillelig skovl, ved sprøjtning eller på andre kendte måder) på et passende underlag (f.eks. "Mylar®", polyethylen,

0 papir etc.). Den flydende film udsættes derefter for UV-be-
stråling, der polymeriserer monomerblandingen til en blød
smidig folie. Eventuelt kan denne folie tørres i en ovn ved
ca. 50°C i 1-15 minutter. Efter tørring kan folien stadig
5 være i besiddelse af en vis fleksibilitet eller blive skør
og flaget afhængig af tørretidens længde.

Fiberfremstilling: Den vandige monomerdispersion
fortykket i ønsket grad med et ikke-reaktionsdygtigt fortyk-
kelsesmiddel såsom et cellulosederivat, f.eks. hydroxypropyl-
10 cellulose, polyvinylpyrrolidon med høj molekylvægt og lignen-
de; naturlige gummiarter såsom guar gummi, johannesbrødgummi,
traganth gummi, agar, naturligt forekommende hydrokolloider
såsom alginater og lignende. Derefter spindes der fibre fra
en dyse på sædvanlig måde, og disse udsættes straks for UV-
15 bestråling.

Opfindelsen vil i det følgende blive nærmere be-
lyst ved hjælp af eksempler i tabelform. Copolymerene og
folierne fremstilles som beskrevet ovenfor. I hvert eksem-
pel er der i tabellen anført den anvendte mængde af hver be-
20 standdel. Foran mængden af tværbindingsmiddel i hvert eksem-
pel findes et bogstav, der identificerer de særlige tværbin-
dingsmidler, der anvendes i eksemplerne, og de bogstaver,
hvorved de er identificeret.

25 Tværbindingsmidler, der anvendes i eksemplerne

- A - 1,3-Butylenglycoldimethacrylat
- B - Polyethylenglycoldiacrylat
- C - Polyethylenglycoldimethacrylat
- D - Ethylenglycoldimethacrylat
- 30 E - Diethylenglycoldivinylether
- F - tetraethylenglycoldiacrylat
- G - Trimethylolpropantriacrylat
- H - Triallylisocyanurat
- I - Diallylitaconat
- 35 J - Allylmethacrylat
- K - Allylpentaerythritol
- L - N,N'-methylenbis(acrylamid)

0

Tabel IA

Eksempel nr.	1	2	3	4	5
Natriumhydroxid, g	20,8	26,1	26,1	26,1	26,1
5 % Neutralisation	75	95	95	95	95
Vand, g	83,0	102,0	102,0	102,0	102,0
Acrylsyre, g	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0
Tværbindingssm., g	A 2,0	B 6,6	C 2,0	D 1,8	E 1,44
"Aerosol Al02" ^{a)}	0,64	0,72	0,66	0,66	0,66
10 "Irgacure [®] 651" ^{b)}	0,64	0,72	0,66	0,66	0,66

a) "Aerosol Al02" er dinatriumethoxyleret alkohol-halvester af sulforavsyre, dispergeringsmiddel (30% opløsning).

b) "Irgacure[®]651" er 2,2-dimethoxy-2-phenylacetophenon, foto-
15 initiator.

Tabel IB

Eksempel nr.	6	7	8	9	10
Natriumhydroxid, g	26,1	12,5	-	26,1	26,1
20 Kaliumhydroxid, g	-	-	33,1	-	-
% Neutralisation	95	75	85	95	95
Vand, g	102,0	50,0	107,0	102,0	102,0
Acrylsyre, g	50,0	30,0	50,0	50,0	50,0
Tværbindingssm., g	F 2,70	F 1,6	J 0,95	H 2,2	I 2,0
25 "Aerosol Al02"	0,66	0,38	1,20	0,66	0,66
"Irgacure [®] 651"	0,66	0,38	0,70	0,66	0,66

30

35

0

Tabel IC

Eksempel nr.	11	12	13	14
Natriumhydroxid, g	28,3	-	33,3	26,1
Ammoniumhydroxid, g	-	45,0	-	-
5 % Neutralisation	85	100	100	95
Vand, g	112,5	40,0	132,0	102,0
Acrylsyre, g	60,0	50,0	60,0	50,0
Tværbindingmiddel, g	A 1,86	A 2,0	K 0,36	L 1,38
"Aerosol Al02", g	1,32	0,66	1,32	0,66
10 "Irgacure [®] 651", g	-	0,66	-	1,92
Fotoinitiator	0,90 ¹⁾	-	0,8 ²⁾	

1) Består af 0,6 g benzophenon og 0,3 g ethyl-p-dimethylamino-benzoat.

15 2) Fotosensibilisator E-7552, der forhandles af Stauffer Chemical Co. (et benzoinetherderivat).

Der fås polymere med i det væsentlige de samme egenskaber, når der i nogle af ovennævnte sammensætninger anvendes kaliumhydroxid i stedet for natrium- eller ammoniumhydroxid, 2,2-diethoxyacetophenon i stedet for "Irgacure [®] 651" og et oligomert overfladeaktivt middel "Polywet KX-3" (fra Uniroyal) eller "Triton [®] N-111" (monophenoxypolyethoxyethanol) i stedet for "Aerosol Al02".

25 Der findes en række prøver til bestemmelse af et materiales absorberingsevne. Nedenfor findes beskrivelse af flere prøveprocedurer, der anvendes til bedømmelse af absorberingsevnen, der udvises af sammensætningerne ifølge opfindelsen.

30 Prøve af befugtningsevne under belastning (DWT). Der konstrueres en prøveble ved hjælp af en 10,16 cm pude med materialer fra en i handelen værende ble. En folie fremstillet af en polymer, der skal afprøves for absorberingsevne, anbringes midt på prøvebleen mellem to lag træpulp. En ble uden polymerfolie anvendes som blindprøve. Prøveapparatet er en burette fyldt med prøvevæske og fast tillukket foroven, med en luftventil på den ene side og en udløbsåbning i bunden

0 forbundet med et fleksibelt rør til prøveholderen. Prøveholderen har en åbning i midten, der er forbundet med det fleksible rør, der fører til burettens afløbsåbning. Prøveholderen er på højde med luftventilåbningen i buretten. I dette
5 lukkede system har væsken i det fleksible rør, der når op til åbningen i prøveholderen, et tryk på 0. Når således prøvebleen anbringes på prøveholderen over åbningen, vil den absorbere væsken af sig selv på grund af vægevirkning. Prøvens eget absorberende pulver vil bestemme hastigheden og mængden af væske, der fjernes fra buretten. Den væskemængde, der fjernes på
10 et hvilket som helst tidspunkt, kan let aflæses på burettens kalibrering. Yderligere kan absorberingsevnen måles i forhold til et trykinterval, der kan opnås ved at anbringe forskellig vægt oven på prøvebleen. Sådanne tryk skal efterligne de tryk, der hviler på en ble, der anvendes i virkeligheden.
15

Prøven er beskrevet mere detaljeret af Lichstein, "Demand Wettability, a New Method of Measuring Absorbency Characteristics of Fabrics", Symposium Papers - INDA Technical symposium, 1974, side 129-142.

20 Kompressionsprøve (CT). Denne prøve er en opfølgning af DWT-prøven. Efter at prøvestykket har absorberet væsken ved et lavere tryk i DWT-prøven, fjernes det fra DWT-apparatet og anbringes oven i en porøs filtertragt. Derefter udsættes prøvestykket for et tryk på $0,105 \text{ kg/cm}^2$ i et
25 minut, og den mængde væske, der klemmes ud af prøven, måles. Det nævnte tryk svarer til det maksimale tryk, der udøves på dele af en ble, når et lille barn tages op og holdes. Det er 10-15 gange det tryk, som bleen normalt udsættes for. Derefter vejes prøvestykket for at konstatere den væskemængde i
30 gram, der tilbageholdes pr. 1 g polymer.

Statisk prøve (ST). En vejjet folieprøve neddyppes i en prøvevæske i 10 minutter. Derefter fjernes den fra prøven, overskydende væske får lov at løbe af i nogle få sekunder, og der rystes let flere gange. Det opsvulmede prøvestykke
35 vejes igen for at konstatere vægten af den væske, der er absorberet af polymeren.

I tabel II nedenfor er angivet data, der viser ab-

0 beringsegenskaberne hos de forskellige polymere ifølge den
foreliggende opfindelse. Hver polymer i tabel II er identi-
ficeret ved nummeret på det eksempel, ifølge hvilket den er
fremstillet. Absorberingsprøverne i tabellen nedenfor udføres
5 med simuleret urin, der har følgende sammensætning: 97,09%
destilleret vand, 1,94% urinstof, 0,80% natriumchlorid, 0,11%
magnesiumsulfatheptahydrat og 0,06% calciumchlorid. Værdi-
erne, der er anført i tabellen er gram eller ml væske (som
anført) absorberet pr. 1 g copolymer.

10

Tabel II
Væskeabsorptionsdata

	Polymer	DWT	CT	ST
	<u>if. eks.</u>	<u>(ml/g)</u>	<u>(g/g)</u>	<u>(g/g)</u>
15	1	37	32	35
	2	31	26	22
	3	34	29	31
	4	38	31	40
20	5	37	33	27
	6	34	25	24
	7	34	28	25
	8	38	37	44
	9	44	32	38
25	10	33	27	25
	11	42	33	52
	12	25	-	44
	13	31	-	60
	14	22	20	19

30

35

P A T E N T K R A V.

1. Hydrophil acrylsyreinterpolymer, k e n d e t e g -
n e t ved, at den er fremstillet ved fotopolymerisering af

5 a) 50-99,5 vægtprocent acrylsyre, hvor 75-100% af
carboxylgrupperne er blevet neutraliseret med en alkalimetal-
eller ammoniumbase før polymerisering, og

b) 0,5-50 vægtprocent af et polyfunktionelt tværbin-
dingsmiddel i nærvær af

10 c) 0,3-1,0 vægtprocent fotoinitiator, baseret på
vægten af acrylsyre og tværbindingsmiddel.

2. Interpolymer ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t
ved, at den yderligere indeholder 0,1-5% af et dispergerings-
middel.

3. Interpolymer ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t
15 ved, at dispergeringsmidlet er til stede i en mængde på
0,1-1,0%.

4. Interpolymer ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t
ved, at det polyfunktionelle tværbindingsmiddel er en monomer
forbindelse, der indeholder to eller flere ethylenisk umæt-
20 tede grupper, der kan copolymeriseres med acrylsyre ved
hjælp af ultraviolet lys.

5. Interpolymer ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t
ved, at fotoinitiatoren er 2,2-dimethoxy-2-phenylacetophenon,
N,N'-bis(diethylamino)benzophenon, ethyl-p-dimethylaminoben-
25 zoat, benzophenon, en benzoinether eller en blanding heraf.

6. Interpolymer ifølge krav 5, k e n d e t e g n e t
ved, at

a) acrylsyren anvendes i en mængde på fra 90 til 99,5
vægtprocent, og

30 b) det polyfunktionelle tværbindingsmiddel anvendes
i en mængde på fra 0,5 til 10 vægtprocent.

7. Interpolymer ifølge krav 6, k e n d e t e g n e t
ved, at det polyfunktionelle tværbindingsmiddel er valgt
blandt 1,3-butylenglycoldimethacrylat, polyethylenglycol-
35 diacrylat, polyethylenglycoldimethacrylat, ethylenglycol-
dimethacrylat, diethylenglycoldivinylether, tetraethylengly-

coldiacrylat, trimethylolpropantrimethacrylat, triallyliscyanurat, diallylitaconat, allylmethacrylat, allylpentae-rythritol og N,N'-methylen-bis(acrylamid).

8. Interpolymer ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t
5 ved, at den er fremstillet af

a) 94-98 vægtprocent acrylsyre,

b) 2-5 vægtprocent af et tværbindingmiddel ifølge
krav 7 og

c) 1 vægtprocent af en fotoinitiator ifølge krav 5.

10 9. Genstand beregnet til absorbering af legemsvæsker,
k e n d e t e g n e t ved, at den indbefatter et absorbe-
rende cellulosemateriale og en polymer ifølge krav 1.