



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

(19) DD (11) 281 908 A7

5(51) A 61 L 15/01

## PATENTAMT der DDR

(21)	AP A 61 L / 268 610 8	(22)	23.10.84	(45)	29.08.90
(71)	siehe (73)				
(72)	Kümpfel, Wolfgang, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Atrat, Peter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Soller, Michael, Dipl.-Ing.; Reitmann, Olaf, Dipl.-Chem., DD				
(73)	VEB Jenapharm, Otto-Schott-Straße 13, Jena, 6900, DD				
(54)	Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung hochatmungsaktiver Polyacrylathftklebstoffschichten				

(55) Verfahren; Polyacrylathftklebstoffschicht; Lösungsmittel; Viskosität; Feststoffgehalt; Vortrocknung; Wärmeschockbehandlung; Vorrichtung; Rakel; Verkipfungswinkel; Phasenwinkel

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren, das dadurch gekennzeichnet ist, daß der Polyacrylathftklebstoff in einem Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch so gelöst wird, daß die Lösung eine Viskosität im Bereich zwischen 2000 cP und 30000 cP und einen Feststoffgehalt zwischen 25 und 60 Gew.-% aufweist und diese Haftklebstofflösung auf den Transferträger aufgebracht, einer Vortrocknung bei Temperaturen zwischen 25 und 40°C sowie einer anschließenden Wärmeschockbehandlung bei Temperaturen zwischen 80 und 120°C unterworfen wird. Die Erfindung betrifft weiterhin eine verbesserte Vorrichtung zum Auftragen der Klebmasse, wobei eine nichtstrukturierte Rakel, bei der der Verkipfungswinkel  $91^\circ \leq \alpha \leq 98^\circ$  bei einem Phasenwinkel von  $20^\circ \leq \beta \leq 60^\circ$  und einem Winkel  $\gamma = 90^\circ$  beträgt, verwendet wird.

## Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung hochatmungsaktiver Polyacrylathafklebstoffschichten mit einer streifenförmigen, von Blasen durchsetzten Struktur, wobei 35 bis 60 g Trockenmasse des Klebstoffes pro m<sup>2</sup> auf einen Transferträger, der aus silikonisiertem Papier besteht, aufgestrichen und nach dem Trocknungsvorgang als Finalträger Gewebe, Gewirke oder Vliese aufkaschiert werden, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Polyacrylathafklebstoff in einem Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch so gelöst wird, daß die Lösung eine Viskosität im Bereich zwischen 2000 cP und 30000 cP und einen Feststoffgehalt zwischen 25 und 60 Gew.-% aufweist und diese auf den Transferträger aufgetragene Klebmasse einer Vortrocknung bei Temperaturen zwischen 25 und 40°C und einer anschließenden Wärmeschockbehandlung bei Temperaturen zwischen 80 und 120°C unterworfen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Haftklebstofflösungsmittel Kohlenwasserstoffe, vorzugsweise Hexan, Heptan, Benzine unterschiedlicher Siedebereiche, Ester, vorzugsweise Ethylacetat, Alkohole, vorzugsweise Methanol, Ethanol, Propanol, Ketone, vorzugsweise Aceton, Methylethylketon oder Gemische der genannten Lösungsmittel eingesetzt werden.
3. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß zum Auftragen der Klebmasse eine nichtstrukturierte Rakel, bei der der Verkippungswinkel  $90^\circ \leq \alpha \leq 96^\circ$  bei einem Phasenwinkel von  $20^\circ \leq \beta \leq 60^\circ$  und einem Winkel  $\gamma = 90^\circ$  beträgt, verwendet wird.
4. Vorrichtung nach Punkt 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Rakelsysteme Rundrakel bzw. Flachrakel verwendet werden.

Hierzu 3 Seiten Zeichnungen

## Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung selbstklebender hochatmungsaktiver Materialien durch Beschichtung von Flächengebilden. Das Anwendungsgebiet der Erfindung liegt damit im medizinischen Bereich, insbesondere bei der Herstellung medizinischer Pflaster.

## Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Bekannt sind seit einigen Jahren Möglichkeiten zur Erzeugung von atmungs- bzw. hochatmungsaktiven Haftklebstoffschichten auf einer Reihe von textilen Flächengebilden, vorzugsweise auf Vliese (DE-PS 1 667 940). Es ist bekannt, als Transferträger silikonisiertes Papier zu verwenden (DE-OS 2 719 779).

Die hochatmungsaktiven Haftklebstoffschichten gewährleisten einen extrem hohen Austausch von Wasserdampf und Luft. Als besonders hautverträgliche Haftklebstoffe werden insbesondere Polyacrylatmischpolymerisate, d. h. Polymerisate mit unterschiedlichem Anteil verschiedener Monomere in einem Polymermolekül verwendet. Aus der DE-OS 2 719 779 ist weiterhin bekannt, daß der Klebstoff auf das silikonisierte Papier in der gewünschten Stärke von etwa 35 bis 65 g Trockenmasse pro m<sup>2</sup> aufgestrichen wird.

Verfahren zur Bildung von Blasenstrukturen durch eine spezielle Temperaturbehandlung nach dem Auftrag des Haftklebstoffes nehmen dabei eine dominierende Stellung ein. So wird z. B. in DE-PS 1 569 901 ein Verfahren beschrieben, bei welchem durch schnelles Trocknen über eine Blasenbildung eine hohe Durchlässigkeit erreicht wird. Auch bei den Verfahren, die die Trocknung in zwei Stufen einteilen (Vortrocknung und Nach Trocknung AT 260 426, US-PS 3 426 754), spielt diese Blasenbildung durch Verdunsten des Lösungsmittels die allein entscheidende Rolle, wobei der Lösungsmittelzusammensetzung eine besondere Rolle zukommt (US-PS 3 523 846). Die vollständige Öffnung der Blasen gelingt z. B. durch spezielle Kaschierbedingungen (DE-Gebrauchsmuster 80 159 37).

Die Nachteile der o. g. Verfahren liegen in der Schwierigkeit der Steuerung der Blasengröße, d. h. in der Steuerung der Durchlässigkeit (Mikroporosität) durch eine breite Verteilung der Porendurchmesser und im Problem von nur teilweise geöffneten Bläschen, z. T. aber noch geschlossenen Strukturen, die die Gas- und Dampfdurchlässigkeit zwar vergrößern, aber noch keinen ausreichend hohen Wert erreichen lassen.

Das Problem der Steuerung der Poreneinheitlichkeit wird durch die Temperaturführung in der Trockenzonen oder durch Nachbehandlung nur unvollständig gelöst. Veränderungen am Rakel durch Einschleifen von Strukturen bringen die Gefahr der Beschädigung oder des Zerreißen des zu beschichtenden Materials. Luftbürsten oder spezielle Walzenauftragssysteme bedeuten einen hohen technologischen Aufwand.

## Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Beschichtung von Flächengebilden mit einem hautfreundlichen Haftklebstoff für die Herstellung von hochatmungsaktiven, selbstklebenden, medizinischen Erzeugnissen.

## Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein verbessertes Verfahren zur Erzeugung hochatmungsaktiver Haftklebstoffschichten und eine verbesserte Vorrichtung zum Auftragen der Klebmasse zu entwickeln.

Das Verfahren zur Herstellung hochatmungsaktiver Polyacrylathaftklebstoffschichten mit einer streifenförmigen, von Blasen durchsetzten Struktur, wobei 35 bis 60 g Trockenmasse des Klebstoffes pro  $m^2$  auf einen Transferträger, der aus silikonisierten Papier besteht, aufgetragen und nach dem Trocknungsvorgang als Finalträger Gewebe, Gewirke oder Vliese aufkaschiert werden, ist dadurch gekennzeichnet, daß der Polyacrylathaftklebstoff in einem Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch so gelöst wird, daß die Lösung eine Viskosität im Bereich zwischen 2000 cP und 30000 cP und einem Feststoffgehalt zwischen 25 und 60 Gew.-% aufweist und diese auf den Transferträger aufgetragene Klebmasse eine Vortrocknung bei Temperaturen zwischen 25 und 40°C und einer anschließenden Wärmeschockbehandlung bei Temperaturen zwischen 80 und 120°C unterworfen wird.

Als Haftklebstofflösungsmittel werden Kohlenwasserstoffe, vorzugsweise Hexan, Heptan, Benzine unterschiedlicher Siedebereiche, Ester, vorzugsweise Methylacetat, Ethylacetat, Alkohole, vorzugsweise Methanol, Ethanol, Propanol, Ketone, vorzugsweise + Aceton + Methylethylketon oder Gemische der genannten Lösungsmittel eingesetzt.

Das vorliegende Verfahren wird auf einer dem Stand der Technik entsprechenden Beschichtungsanlage, deren prinzipieller Aufbau in Bild 1 dargestellt ist, realisiert, wobei die Vorrichtung hinsichtlich Auftragen der Klebmasse erfindungsgemäß verbessert wurde. Sie besteht mit ihren wesentlichen Merkmalen darin, daß an der Stelle, an der sich Rakel 4 als nichtstrukturierte Rakel (Rundrakel oder Flachrakel) und Rakelwalze 2 gegenüberstehen, aus einem Kleberdämmkasten 3 ein Haftklebstoff auf der Grundlage eines Polyacrylatlösungspolymerisates mit einer Viskosität zwischen 2000 cP und 30000 cP und einem Feststoffgehalt von 25 Gew.-% bis 60 Gew.-%, bevorzugt 40 Gew.-% bis 50 Gew.-% mit einer Masseauflage von  $35 \text{ gm}^{-2}$  bis  $60 \text{ gm}^{-2}$ , bevorzugt  $40 \text{ gm}^{-2}$  bis  $50 \text{ gm}^{-2}$ , in bezug auf den lösungsmittelfreien Haftklebstoff unter Ausbildung regelmäßiger streifenförmiger Strukturen (dissipative Strukturen), vergleiche Bild 3, zunächst auf einem Transferträger bei Beschichtungsgeschwindigkeiten von  $2 \text{ mmmin}^{-1}$  bis  $20 \text{ mmmin}^{-1}$  aufgetragen wird. Gemäß Bild 2 beträgt bei Verwendung einer Flachrakel der Verkippungswinkel  $91^\circ \leq \alpha \leq 96^\circ$  bei einem Phasenwinkel  $20^\circ \leq \beta \leq 60^\circ$  und bei  $\gamma = 90^\circ$ . Bei Verwendung einer Rundrakel beträgt der Verkippungswinkel ebenfalls  $90^\circ \leq \alpha \leq 96^\circ$ . Als Transferträger werden adhäsiv ausgerüstete Papiersorten oder Gewebe, vorzugsweise ein silikonisiertes Papier mit einer Flächenmasse von über  $60 \text{ gm}^{-2}$ , bei welchem die Abschälkräfte zwischen Papier und Haftklebstoffschicht kleiner als  $0,1 \text{ Ncm}^{-1}$ , bevorzugt kleiner als  $0,04 \text{ Ncm}^{-1}$  sind, verwendet.

Nach kurzer Vortrocknungsphase bei Raumtemperatur in der Vortrockenzone 12 wird eine Wärmeschockbehandlung bei Temperaturen von 80°C bis 120°C, bevorzugt bei 100°C bis 120°C in einem Düsentrockner 5 durchgeführt, wobei die Haftklebstoffschicht unter Ausbildung von massiv blasendurchzogenen Streifen zu Ende getrocknet wird. Schließlich wird die präformierte, poröse Haftklebstoffschicht mittels eines Kaschierwalzenpaares 7/8 unter Öffnung der Blasenstrukturen auf den Filmträger, wie Gewebe, Gewirke oder Vliese, insbesondere Wirtvlies, die nach verschiedenen Verfahren chemisch und/oder mechanisch verfestigt sein können, aufkaschiert.

Beim eingesetzten Polyacrylatlösungspolymerisat handelt es sich um ein für medizinische Zwecke geeignetes hypoallergenes Polyacrylathaftklebstoff, der entsprechend den Forderungen, insbesondere hinsichtlich Klebkraft, Alterungsbeständigkeit, Verträglichkeit usw. aus Mischpolymerisaten mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung z. B. verschiedenen Comonomerverhältnissen bestehen kann.

Die Erfindung soll anhand nachfolgend aufgeführter Bilder näher erläutert werden.

Bild 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau einer Beschichtungsanlage auf der das erfindungsgemäße Verfahren ausgeführt wird;

Bild 2 dient der Darstellung des bei der Beschichtung bedeutenden Verkippungswinkel  $\alpha$  in Verbindung mit dem Phasenwinkel  $\beta$  und dem Winkel  $\gamma$ .

Bild 3 zeigt die strukturierte Polyacrylathaftklebstoffschicht mit Strukturmaxima.

Bei dem erfindungsgemäßen Beschichtungsverfahren wird der Transferträger von einer Transferträgerabwicklung 1 mittels Transportsiebband 6 über die Rakelwalze 2, die Vortrockenzone 12, den Düsentrockner 5 und über eine Kühlwalze 7 zur Transferstrecke und von dort aus zu einer Transferträgeraufwicklung 9 transportiert. Der Lauf des Finalträgers erfolgt von einer Finalträgerabwicklung 10 über die Kaschierwalze 8 durch die Transferstrecke zu einer Finalträgeraufwicklung 11.

## Auführungsbeispiele

Die hier angeführten Beispiele sollen das erfindungsgemäße Verfahren erläutern:

### Beispiel 1

Ein Polyacrylathaftklebstoff, der aus einem Copolymerisat zwischen 2 Ethylhexylacrylat und Vinylacetat besteht, welches in einem Lösungsmittelgemisch aus Ethylacetat, Ethanol, Hexan und Methanol im Verhältnis 57:32:9:2 gelöst ist und eine Viskosität von 3000 cP aufweist, wird mit Hilfe eines Rundrakels auf einen silikonisierten Transferträger (Papier mit einer Flächenmasse von  $70 \text{ gm}^{-2}$  und Abschälkräften zwischen Papier und Haftklebstofffilm von  $0,04 \text{ Ncm}^{-1}$ ) aufgebracht. Das Rundrakel (Durchmesser 9,6 cm) wird dabei so justiert, daß der Verkippungswinkel  $\alpha = 93^\circ$  beträgt. An die Beschichtung schließt sich eine Vortrockenzone 12 mit einer Verweilzeit von 30 Sekunden an. Die Ausbildung der dissipativen Strukturen

erfolgt dabei unmittelbar am Rakel 4, wobei eine zeitweise Stabilisierung der dissipativen Strukturen in der Vertrocknenzone bei Temperaturen von 30°C erfolgt. Bei Temperaturen von 100°C (1 Minute) und 60°C (2 Minuten) wird die kontrollierte streifenförmige Aufschäumung und Trocknung des Haftklebstofffilmes erreicht, die als Voraussetzung für die nach dem Kaschiervorgang an der Kaschierwalze 8 erzielbaren guten Produkteigenschaften auszusehen ist. Zu den beschichteten Silikonpapier wird ein Viskosewirlvlies mit einer Flächenmasse von  $50 \text{ gm}^{-2}$  und einer abhäsiv ausgerüsteten Rückseite aufkaschiert. Das so hergestellte beschichtete Material weist folgende Parameter auf:

Masseauflage:  $45 \text{ gm}^{-2}$   
 Abstand der Strukturmaxima d: 2,4 mm  
 Wasserdampfdurchlässigkeit:  $3100 \text{ gm}^{-2} \text{ d}^{-1}$   
 Luftdurchlässigkeit:  $1,5 \text{ cm}^3 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  (10 mm WS)

Die durch die dissipativen Strukturen am Rakel hervorgerufenen Strukturen werden in Bild 3 schematisch dokumentiert.

#### Beispiel 2

Ein Polyacrylhaftklebstoff, entsprechend Beispiel 1 wird durch Eintragen von etwa 5% destilliertem Wasser auf eine Viskosität von 15000 cP eingestellt und mit Hilfe eines Flachrakels 4 auf einen Transferträger (analog Beispiel 1) eingetragen. Das Flachrakel (mit einer Breite von 7 mm wird dabei so justiert, daß der Verkippungswinkel  $\alpha = 92^\circ$  beträgt und daß für den an der 1,5 mm breiten Kompressionszone anliegende Winkel  $\beta = 30^\circ$  gewählt wurde.

An die Beschichtung schließt sich eine Trocknung analog Beispiel 1 an.

Zu dem beschichteten Silikonpapier wird ein nachträglich kalendertes Viskosewirlvlies mit einer Flächenmasse von etwa  $50 \text{ gm}^{-2}$  und einer abhäsiv ausgerüsteten Rückseite zukaschiert.

Das so hergestellte Material weist folgende Parameter auf:

Masseauflage:  $45 \text{ gm}^{-2}$   
 Abstand der Strukturmaxima d: 1,5 mm  
 Wasserdampfdurchlässigkeit:  $2500 \text{ gm}^{-2} \text{ d}^{-1}$   
 Luftdurchlässigkeit:  $1,4 \text{ cm}^3 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$

#### Beispiel 3

Ein Polyacrylhaftklebstoff, gelöst in Siedegrenzbenzin, mit einer Viskosität von 2100 cP wird mit Hilfe einer Rundrakel auf einen Transferträger analog Beispiel 1 aufgetragen.

Die Rundrakel wird dabei so justiert, daß der Verkippungswinkel  $\alpha 94^\circ$  beträgt.

An die Beschichtung schließt sich eine Trocknung analog Bsp. 1 an. Zu dem beschichteten Transferträger wird ein wasserstrahlverfestigtes Polyesterwirlvlies zukaschiert und aufgespult.

Das so hergestellte Material weist nach Abziehen des Transferträgers folgende Parameter auf:

Masseauflage:  $42 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$   
 Abstand der Strukturmaxima: 2,8 mm  
 Wasserdampfdurchlässigkeit:  $3000 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{d}^{-1}$   
 Luftdurchlässigkeit:  $1,5 \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^3$

#### Beispiel 4

Ein Polyacrylhaftklebstoff, gelöst in Ethylacetat, mit einer Viskosität von 28500 cP wird mit einer Rundrakel auf einen Transferträger aufgetragen. Die Rundrakel wird dabei so justiert, daß der Verkippungswinkel  $\alpha 92,5^\circ$  beträgt.

An die Beschichtung schließt sich eine Vortrocknenzone mit einer Verweilzeit von 30 Sekunden und einer Temperatur von 30°C und eine Haupttrocknung bei 100°C und einer Verweilzeit von 2 min sowie 60°C bei einer Verweilzeit von 1 min an.

Auf den Transferträger wird ein chemisch verfestigtes Viskosefaser-Wirlvlies mit einer Flächenmasse von  $40 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$  aufkaschiert und aufgespult.

Das so hergestellte beschichtete Material weist nach Abziehen des Transferträgers folgende Parameter auf:

Masseauflage:  $49 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$   
 Abstand der Strukturmaxima: 1,4 mm  
 Wasserdampfdurchlässigkeit:  $2100 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{d}^{-1}$   
 Luftdurchlässigkeit:  $1,2 \text{ cm}^3 \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$

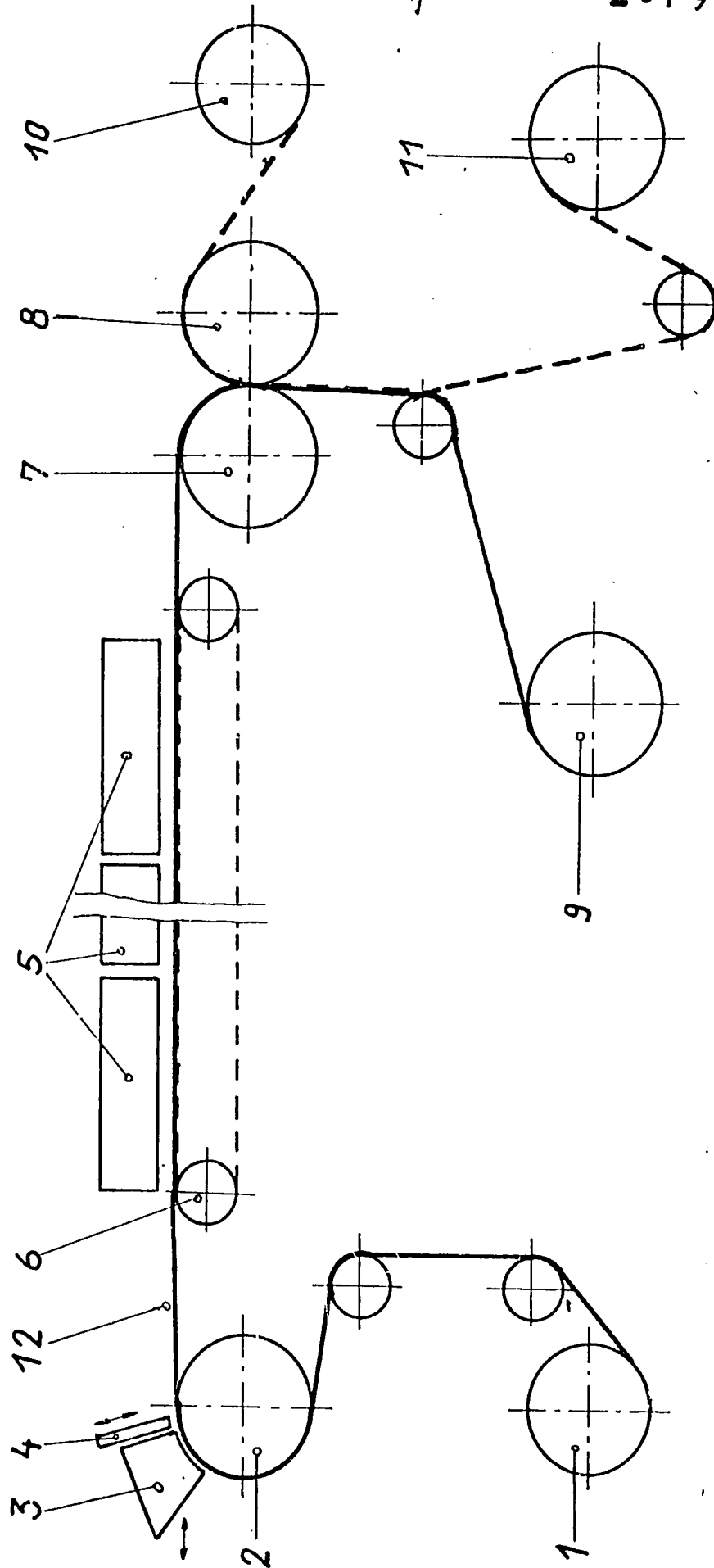


Bild 1

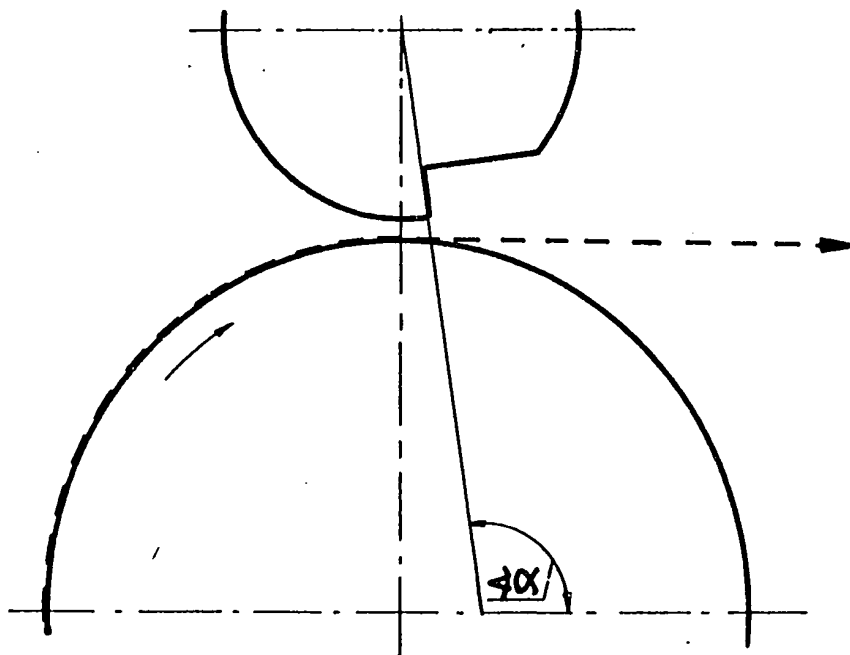
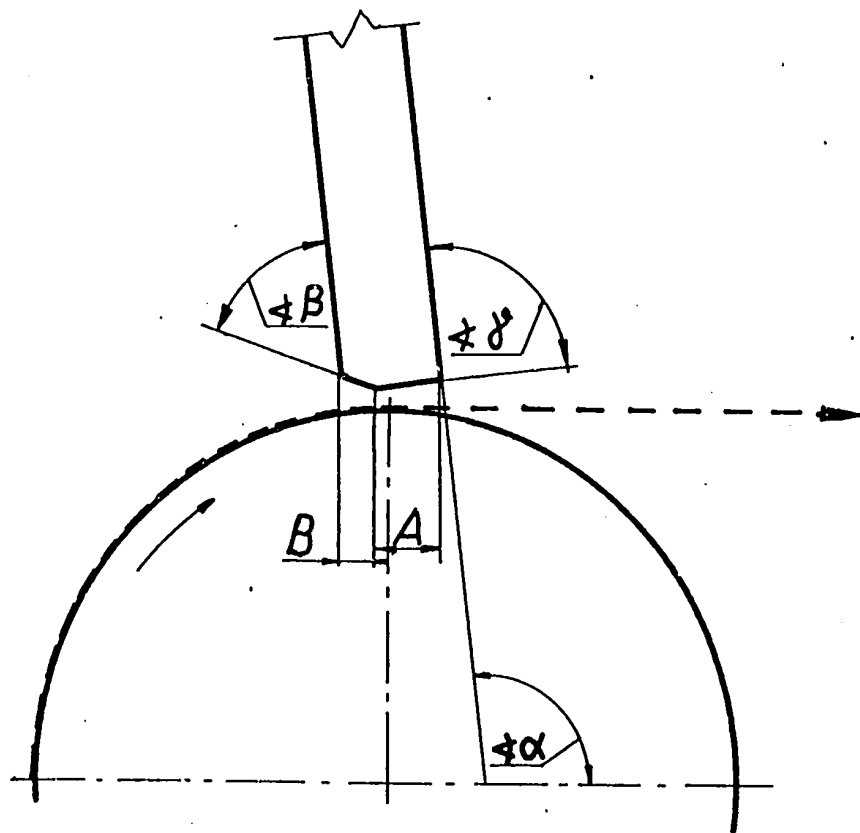


Bild 2

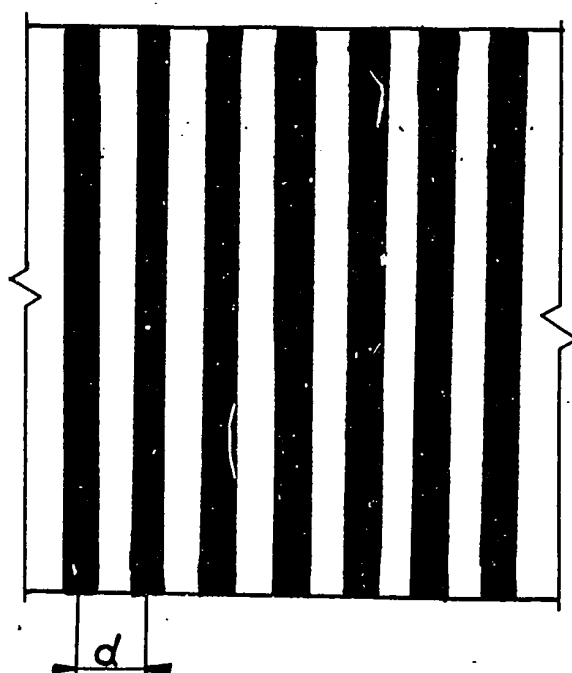


Bild 3