

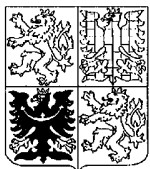
PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

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

(21) Číslo dokumentu:

2000 - 3299

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **12.03.1999**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **13.03.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/042418**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **11.04.2001**

(Věstník č. 4/2001)

(86) PCT číslo: **PCT/IB99/00403**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/47089**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

A 61 F 13/15

(71) Přihlašovatel:

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

(72) Původce:

Desmarais Thomas Allen, Cincinnati, OH, US;
Dyer Joan Collins, Cincinnati, OH, US;
Palumbo Gianfranco, Bad Homburg, DE;
Ehrnsperger Bruno Johannes, Frankfurt am Main, DE;

(74) Zástupce:

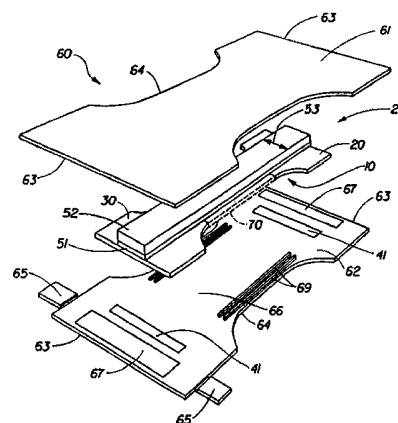
PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1, Praha 4,
14000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Absorpční látky a prostředky sající vodné
tekutiny**

(57) Anotace:

Popisují se látky schopné absorbovat a uvolňovat do zásobní látky vodné tekutiny, např. moč. Tyto látky, které jsou schopné distribuovat vodné tekutiny mají: A) koeficient výšky kapilární desorpce, tj. výšku při 50 % kapacity, a výšky kapilární absorpce, tj. výšku při 50 % kapacity, do 1,8 : 1; B) výšku kapilární desorpce nejvýše do 50 cm; C) schopnost absorbovat syntetickou moč při 31 °C do výšky 15 cm do 25 minut; a D) vertikální absorpční kapacitu v 15 cm nejméně 6 g/g. Absorpční prostředky (60) obsahující takovéto absorpční látky, jsou obzvláště vhodné pro absorbování a zadržování vodných tělních tekutin, a jsou složeny z I) spodní vrstvy (62); II) absorpčního jádra (10), které je spojeno se spodní vrstvou (62) tak, že je umístěno mezi spodní vrstvou (62) a oblastí výtoku uživatele absorpčního prostředku (60), přičemž absorpční jádro (10) obsahuje absorpční látku podle tohoto vynálezu; a III) eventuálně z vrchní vrstvy (61), která je umístěna tak, že se absorpční jádro (10) nachází mezi spodní vrstvou (62) a vrchní vrstvou (61).



Absorpční látky a prostředky sající vodné tekutiny

Oblast techniky

Tato přihláška pojednává o látkách, které je možno použít v prostředcích vhodných pro absorbování tělních tekutin. Tato přihláška především pojednává o látkách, které jsou schopny absorbovat tekutiny (např. moč, menstruační tekutina atd.) a uvolňovat je do zásobních látek.

Dosavadní stav techniky

Vývoj vysoce absorpčních prostředků, které lze použít jako plenky, inkontinenční podložky a vložky pro dospělé, prostředky pro menstruaci, jako např. menstruační vložky, je předmětem značného komerčního zájmu. Možnost poskytnout vysoce účinné absorpční prostředky, jako např. plenky, byla podmíněna schopností vyvinout absorpční jádra nebo struktury, které dokáží absorbovat, rozprostřít a udržet velké objemy tělních tekutin, především moči. Tyto tři funkce mohou být zajištěny specifickými částmi absorpčního prostředku. Absorpční materiál (nebo vrstva) je upravena tak, že rychle absorbuje tekutinu při jejím výtoku. Vyloučená tekutina je stabilizována předtím, než je předána sousední distribuční látce. Distribuční látka (nebo vrstva) má dostatečně vysoký kapilární tlak (podrobněji popsán níže), aby mohla tekutinu odvést od absorpční části a rozprostřít ji po celém absorpčním prostředku, často proti gravitační síle, do výšky 10-20 cm podle velikosti jádra. Skladovací část (nebo vrstva) má největší

kapilární tlak a může obsahovat absorpční polymery vytvářející hydrogely (HFAP), které vytáhnou tekutinu z distribuční vrstvy a uskladní tekutinu „trvale“ mimo kůži uživatele.

Značné úsilí bylo věnováno vývoji kvalitní absorpční a skladovací části. Např. U.S. 4 898 642 (Moore et al.) vydaný 6. 2. 1990, U.S. 4 888 093 (Dean et al.) vydaný 19. 12. 1989, U.S. 5 137 537 (Herron et al.), U.S. 5 217 445 (Young et al.) podaný 8. 6. 1993 a U.S. 4 822 453 (Dean et al.) popisují zvlněná, ztužená vlákna, která po vytvoření sítí o nízké hustotě nekolabují po navlhčení a udrží si svoji schopnost absorbovat velké objemy tekutin, jako např. při výtoku moči. V absorpčních prostředcích byly použity za účelem vstřebání, nasátí a/nebo zadržení tělních tekutin také některé druhy polymerních pěn. Viz. např. U.S. 3 563 243 (Lindquist) vydaný 6. 2. 1971 (absorpční podložka pro plenky apod., kde primárním absorbentem je vrstva hydrofilní polyuretanové pěny); U.S. 4 554 297 (Dabi) vydaný 19. 11. 1985 (porézní polymery absorbující tělní tekutiny, které mohou být využity v plenkách nebo menstruačních prostředcích); U.S. 4 740 520 (Garvey et al.) vydaný 26. 4. 1988 (složené absorpční prostředky, jako např. plenky, dámské hygienické prostředky apod., které obsahují porézní absorbenty vyrobené z některých typů vysoce savých polyuretanových pěn). U.S. 5 563 179 (Stone et al.) vydaný 8. 10. 1996 popisuje hydrofilní absorpční pěny vhodné pro absorpci a rozprostření vodných tekutin např. v absorpčních jádrech. Podobně byly pro absorpci tekutin navrženy různé nevlněné látky. Zásadní význam má schopnost těchto látek absorbovat opakovaně tekutiny, vydržet skladování v komprimovaném stavu a uvolnit absorbovanou tekutinu do distribuční nebo skladovací látky.

V oboru je známá celá řada retenčních látek, jako např. „hydrokoloidy“ nebo „absorpční polymery vytvářející hydrogely“

nebo superabsorpční polymery, které jsou přehledně popsány v „Water-Absorbent Polymers: A Patent Survey“, Po, R. J. M. S. – *Rev. Macromol. Chem. Phys.* 1994, C34(4), 607-662. Takové retenční materiály pro použití v absorpčních jádrech jsou obvykle v různém poměru smíchány s vláknitým tkanivem. Dalším známou retenční látkou jsou různé hydrofilní pěny, jako např. pěny získané z emulzí, popsané v U.S. 5 387 207 (Dyer et al.) podaný 7. 2. 1995.

V oblasti vhodných distribučních látek došlo k menšímu vývoji. Často provedení absorpčního jádra neobsahuje žádný specifický distribuční materiál. Nebo je distribuční funkce spojena s retenční nebo absorpční funkcí (jako v U.S. 5 563 179), což může mít za následek sníženou užitnost. Špatné rozprostření v použitém absorpčním jádře, např. plence, může způsobit hromadění absorbované tekutiny v relativně malé oblasti absorpčního jádra, zpravidla v rozkroku. Zde potom může dříve zmíněný hydrokoloid nebo absorpční polymer tvořící hydrogel („HFAP“) přeměnit tekutinu v gel. Toto provedení je v oboru značně rozšířeno, přestože má řadu nežádoucích účinků. Předně hromadění tekutiny v jednom místě výrobek roztahuje, např. rozšiřováním stehenních manžet u plenek může způsobit vznik mezer mezi výrobkem a nohama, kterými potom může unikat moč. Navíc může být objem tekutiny nepříjemný pro uživatele. Dále může tato koncentrace moče vést k nežádoucím účinkům na kůži, což může lokálně způsobit dermatitidu. Konečně toto může vést k předčasnému „zablokování gelu“, které je popsáno v U.S. 5 599 335 (Goldman et al.) vydaném 4. 2. 1997, s následným nedostatečným využitím HFAP v produktu.

Účinné distribuční vrstvy v absorpčním jádru, jako např. v plence, musí být schopné nasávat tekutinu vertikálně proti gravitační síle. Vertikální sací kapacita je primárně odvozena jako povrch ku jednotce objemu látky a hydrofilitě jejího povrchu. Ta

může být měřena jako výška kapilární absorpce (zde pod zkratkou „VKA“, definována níže). VKA musí být tak velká, aby došlo k nasání tekutin z absorpčního látky používané pro retenci a nasátí tekutiny do zbytku absorpčního jádra, jehož části mohou být až 20 cm od místa vstupu tekutiny.

Další významnou vlastností distribuční látky je schopnost předat tekutinu retenčním částem. Ta může být měřena jako výška kapilární desorpce (zde jako „VKD“, definována níže), která je vždy větší než VKA. VKD je obvykle dvakrát větší než VKA, tento rozdíl se nazývá kapilární hysteréza.

Další důležitou vlastností je rychlost sání. Distribuční látka musí být schopná nasávat vodné tekutiny do požadované výšky za přiměřenou dobu. Obvykle je tento časový požadavek stanoven opakovanými náložemi tekutiny ve vstupní zóně. Distribuční látka by měla oddělit tekutinu od absorpční vrstvy, nasát tekutinu do požadované výšky a přepustit tekutinu do retenční vrstvy, pokud možno před další náloží tekutiny. Dále musí látka nasávat dostatečné množství tekutiny, aby vznikl adekvátní tok tekutiny z absorpční vrstvy před další náloží tekutiny.

Další důležitou vlastností je množství tekutiny, které materiál absorbuje (g tekutiny na g látky). Zvlášť důležitá je výška sloupce tekutiny (např. 15 cm), kterou látka absorbuje při experimentu kapilární sorpce. Distribuční látky jsou schopné absorbovat poměrně velká množství tekutiny na gram látky produktu.

S materiály známými v oboru nebyla dosáhnuta kombinace dostatečné VKA (na výšku produktu), malé VKD a vysoké sací rychlosti a toku. Vláknité tkaniny mají dobrou sací rychlost, ale mají nedostatečný tok tekutiny, který je důsledkem nízké vnitřní kapacity (nebo volné absorpční kapacity) (díky relativně vysoké hustotě nebo malému volnému objemu). Proto nemohou za

přiměřený čas nasát dostatek tekutiny. Navíc pokud je zapotřebí $VKA > 10$ cm, vláknité tkaniny musí být zahuštěny tak, aby získaly potřebnou VKA, což dále sníží tok tekutiny (a volný objem).

Vhodně vytvořené porézní pěny z hydrofilních polymerů mohou dosáhnout kapilární distribuce tekutin, jaká je požadovaná pro použití v kvalitních absorpčních jádrech. Absorpční prostředky, které obsahují takové pěny mohou mít požadovanou vlhkostní integritu, mohou být způsobilé po celou dobu nošení a mohou minimalizovat změny tvaru během nošení (např. vydouvání, shlukování). Navíc je snadnější absorpční prostředky obsahující takové pěny komerčně vyrábět. Například absorpční plenková jádra mohou být snadno vyražena z kontinuální pěnové vrstvy a mohou být upravena tak, aby měla výrazně větší integritu a uniformitu než absorpční vláknité tkaniny. Tyto pěny mohou být vyráběny v jakémkoliv tvaru nebo dokonce tvarovány do jednotlivých plenek.

Velmi dobré absorpční pěny pro absorpční produkty, jako jsou plenky, byly vyrobeny z High Internal Phase Emulsions (dále jako „HIPE“). Viz. např. U.S. 5 260 345 (DesMarais et al.) vydaný 9. 11. 1993 a U.S. 5 268 224 (DesMarais et al.) vydaný 7. 12. 1993, které jsou zde zahrnuty odkazem. Tyto absorpční pěny HIPE nabízejí požadované vlastnosti pro tekutiny včetně: (a) poměrně dobré sací a distribuční schopnosti umožňující přesunout absorbovanou moč nebo jiné tělní tekutiny z místa vstupu do nevyužité části pěnové struktury tak, aby mohla být zpracována další nálož tekutiny a (b) poměrně vysoká retenční kapacita s poměrně vysokou kapacitou pro tekutiny při zátěži, tj. při kompresivních silách. Absorpční pěny HIPE jsou značně poddajné a měkké, takže nabízejí dostatečný komfort pro uživatele absorpčního prostředku; některé pěny mohou být vyrobeny poměrně tenké. Viz. také U.S. 5 318 554 (Young et al.) vydaný 7. 6. 1994, který popisuje absorpční jádra, která mají

absorpční/distribuční část, kterou může být hydrofilní, ohebná, porézní pěna, jako např. melaminformaldehydová pěna (např. BASOTECT vyráběný firmou BASF) a retenční/distribuční část, kterou je absorpční pěna založená na HIPE.

Tyto pěnové absorpční/distribuční části umožňují rychlou absorpci tekutiny a poměrně účinnou distribuci a rozdělení tekutiny do dalších částí absorpčního jádra o vyšších absorpčních tlacích, přesto jsou tyto látky kompromisem umožňujícím spojení dvou odlišných funkcí. Mikrostruktura a mechanická odolnost těchto látek byly optimalizovány tak, aby splnily dvě potřeby, aniž by byly připraveny pro specifický účel uvnitř absorpčního jádra.

A proto je nezbytné vytvoření látky, která: (1) je upravena tak, aby byla účinnou distribuční částí absorpčního jádra; (2) má sníženou hysterézu, což se odrazí v nižším poměru VKD:VKA; (3) má relativně nízkou hodnotu VKD, což umožní dalším částem jádra (např. retenční části), jejichž absorpční tlak je vyšší než desorpční tlak distribuční pěny, získat tekutinu; (4) odsaje tekutinu z příjmové oblasti absorpčního jádra dříve než dojde k další náloži tekutiny; (5) je měkká, ohebná a pohodlná pro uživatele absorpčního prostředku; a (6) má relativně vysokou kapacitu pro tekutiny tak, aby bylo možné vytvořit plenky a jiné absorpční prostředky, které účinně využijí části jádra.

Podstata vynálezu

První oblast, kterou uvedený vynález popisuje, tvoří látky, které jsou schopny distribuovat tekutiny, především tělní tekutiny, jako např. moč, menstruační tekutinu atd. Tyto látky mají:

A) poměr výšky kapilární desorpce (tj. výška při 50 % kapacitě) a výšky kapilární absorpce (tj. výška při 50 % kapacitě) do asi 1,8:1;

- B) výšku kapilární desorpce do asi 50 cm;
- C) schopnost nasát syntetickou moč při 31°C do výšky 15 cm do asi 25 minut; a
- D) vertikální absorpční kapacitu při 15 cm nejméně 6 g/g.

Druhou oblastí, o které vynález pojednává jsou absorpční prostředky obsahují látku uvedeného vynálezu. Takové absorpční prostředky, které jsou obzvláště vhodné pro absorbování a zadržování vodných tělních tekutin, jsou složeny z:

- I) spodní vrstvy; a
- II) absorpčního jádra spojeného se spodní vrstvou tak, že absorpční jádro je umístěno mezi spodní vrstvou a oblastí výtoku tekutiny uživatele prostředku, absorpční jádro obsahuje látku uvedeného vynálezu, která je schopna distribuovat vodné tekutiny.

Přehled obrázků na výkresech

Na obrázku 1 je znázorněná rozložená plenka s absorpčním jádrem, které obsahuje retenční část s vysokým kapilárním sáním.

Obrázek 2a znázorňuje rozložené vzorové vícevrstevné jádro pro plenku jako na obrázku 1.

Obrázek 2b znázorňuje jiné vzorové vícevrstevné jádro pro plenku jako na obrázku 1.

Na obrázku 3 je mikrofotografie (zvětšení 500x) řezu vzorové distribuční látky uvedeného vynálezu vyrobená z HIPE s poměrem voda/olej 60:1 a nalité při 77°C a jejíž váhový poměr monomerní části byl 19:14:55:12 ethylstyren (EtS):divinylbenzen (DVB):2-ethylhexylakrylát (EHA):hexanediol diakrylát (HDDA) za použití emulgátorů, a to 7,5 % (váhy olejové fáze) diglycerolmonooleátu (DGMO) a 1 % ditallowdimethylamoniummethylsulfátu. Distribuční

látku na obrázku 3 je polymerní pěnová látka dále popsána v příkladu 2.

Obrázek 4 je mikrofotografie (zvětšení 1000x) pěny z obrázku 3.

Na obrázcích 5a a 5b jsou grafy zobrazující získávání moče (absorpční tlak) a držení tekutiny (desorpční tlak) několika distribučních látek uvedeného vynálezu.

Vlastnosti důležité pro distribuci vodných tekutin

Látky uvedeného vynálezu mají nižší poměr VKD/VKA v porovnání s látkami dříve používanými v oblasti absorpce tekutin. (Způsoby měření VKD a VKA jsou popsány podrobněji v kapitole Testů.) Nejlepší absorpční látky mají poměr VKD:VKA nejméně 2:1. Tak, jak je popsáno výše, jsou vlivem kapilární hysterézy potřebné větší síly k desorpci látky v poměru k absorpčním silám vyvinutým látkou. U látek uvedeného vynálezu byl značně snížen poměr VKD:VKA, a to tak, že tento poměr není větší než 1,8:1. Takto překvapivě nízkou hysterézu mají látky, které jsou obzvláště vhodné jako části distribuující tekutinu v absorpčních prostředcích. Takže pokud se specificky využijí pro distribuční funkci, tak mohou tyto látky snadno odvodnit látky přijímající tekutiny a samotné mohou být snadno odvodněny látkami o vyšší nasákavosti, jako jsou např. látky zadržující tekutinu. Přestože jsou zde tyto látky díky své nízké hysteréze a schopnosti absorbovat tekutiny označovány jako „distribuční látky“, mohou být upraveny tak, že budou plnit funkci látek absorbujících tekutinu nebo látek zadržujících tekutinu. Z tohoto pohledu mohou být látky uvedeného vynálezu využity jako látky absorbující tekutinu, látky distribuující tekutinu a/nebo látky zadržující tekutinu v absorpčních prostředcích.

Distribuční látky uvedeného vynálezu mají maximum VKD, takže distribuční látka může být odvodněna retenční látkou a minimum sací úrovně, takže je zajištěno odsátí tekutiny z příjmové oblasti absorpčního jádra dříve než dojde k další náloži tekutiny. (Způsob měření sací úrovně je také popsán v kapitole testů.) Látky mají také minimum VKA, takže příjmová část jádra může být účinně odvodněna distribuční látkou.

Distribuční látka uvedeného vynálezu by měla být také účinná s ohledem na její použití. To vyžaduje minimální absorpční kapacitu při dané výšce v experimentu kapilární absorpce, který je podrobněji popsán v kapitole testů.

Pokud jsou výše zmíněné vlastnosti pečlivě vyváženy, distribuční látky jsou schopny získat tekutiny z příjmové části, nasát tyto tekutiny proti gravitační síle do vyšších částí absorpčního jádra a uvolnit vodné tekutiny do retenční části.

Výška kapilární desorpce (VKD)

VKD je určena odvodněním (gravitační silou) dostatečně dlouhého pásku distribuční látky, která byla nejdříve napuštěna vodní tekutinou. Kapilární desorpční tlak je schopnost látky udržet tekutinu při různých hydrostatických výškách za rovnovážného stavu při 31°C. Pro účely uvedeného vynálezu je kapilární desorpční tlak hydrostatická výška, při které tvoří nálož tekutiny 50 % volné absorpční kapacity za rovnovážného stavu při 31°C.

Kapilární desorpční tlak je důležitý vzhledem k absorpčnímu tlaku absorpčních částí, především těch, určených pro udržení tekutin. Pokud distribuční část absorpčního prostředku drží získanou tekutinu příliš pevně, může zamezit jejímu dalšímu posunu. Takové zvýšení nálože distribuční části může způsobit

prosakování absorpčního prostředku. U většiny látek je VKD asi dvakrát větší než VKA, což je důsledek kapilární hysterézy. U distribučních látek uvedeného vynálezu není VKD větší než asi 1,8 x VKA látky. Je dobré, pokud distribuční látka uvedeného vynálezu má hodnotu VKD do asi 50 cm, lépe do 45 cm a nejlépe do 40 cm. Distribuční látky budou obvykle mít hodnotu VKD od 12 cm do asi 50 cm, lépe však od 15 cm do asi 45 cm a nejlépe od 20 cm do asi 40 cm.

Díky poměrně nízkým hodnotám VKD těchto distribučních materiálů je možná jejich snadná desorpce dalšími částmi absorpčního jádra, které tyto tekutiny zadržují, včetně těch, které obsahují konvenční absorpční gelové látky jako například ty popsané v U.S. 5 061 259 (Goldman et al.) vydaném 29. 10. 1991, U.S. 4 654 039 (Brandt et al.) vydaném 31. 3. 1987 (znovu vydaný 19. 4. 1988 jako Re. 32,649), U.S. 4 666 983 (Tsubakimoto et al.) vydaném 19. 5. 1987 a U.S. 4 625 001 (Tsubakimoto et al.) vydaném 25. 11. 1986, všechny jsou zde zahrnuty odkazem; stejně tak jako absorpční makrostruktury vyrobené z těchto absorpčních gelových látek, jako například ty, popsané v U.S. 5 102 597 (Roe et al.) vydaném 7. 4. 1992 U.S. 5 324 561 (Rezai et al.) vydaném

23. 6. 1994, které jsou zde oba zahrnuty odkazem). Tyto distribuční materiály mohou být snadno odvozněny absorpčními polymerovými pěny, které zadrží absorbovanou tekutinu jako například ty popsané v U.S. 5 268 224 (DesMarais et al.) vydaném 7. 12. 1993; U.S. 5 387 207, U.S. 5 563 179; U.S. 5 560 222 (DesMarais et al.) vydaném 22. 7. 1997 a U.S. Patent Application Serial No. _____ podaná 13. 3. 1998 G. A. Young et al. nazvaná „ABSORBENT MEMBERS COMPRISING A HIGH SURFACE AREA MATERIAL FOR ABSORBING BODY LIQUIDS“ (P&G Case 7053) a U.S. Patent Application Serial No. _____ vydaná 13. 3. 1998 G. A. Young

et al. nazvaná „ABSORBENT MEMBERS FOR ABSORBING BODY LIQUIDS“ (P&G Case 7054); všechny jsou zde zahrnuty odkazem. V souladu s tímto fungují distribuční látky uvedeného vynálezu velmi dobře při různých „výtocích“, kde rychle uvolňují přijatou tekutinu do dalších retenčních částí absorpčního prostředku.

Výška kapilární absorpce (VKA)

Další důležitou vlastností distribučních látek, dle uvedeného vynálezu, je jejich kapilární absorpční tlak. Tento způsob stanoví kapacitu látky jako funkci různých hydrostatických tlaků vzniklých působením gravitační síly na sloupec vody v ní obsažené. Kapilární absorpční tlak určuje schopnost pěny nasát vertikálně tekutinu. V tomto vynálezu je kapilární absorpční tlak hydrostatická výška, při které zaujímá vertikálně nasátá nálož tekutiny 50 % volné absorpční kapacity za rovnovážného stavu při 31°C. Hydrostatická výška je vyjádřena sloupcem tekutiny (např. syntetická moč) o výšce h . (Viz P. K. Chatterjee a H. V. Nguyen v „Absorbency“, Textile Science and Technology, Vol. 7; P. K. Chatterjee, Ed.; Elsevier: Amsterdam, 1985; Kapitola 2). Hodnota VKA musí být nejméně taková, jako výška absorpčního jádra, pokud je prostředek nošen ve svislé poloze. Např. malé plenky, které jsou používány pro malé děti mají VKA pouze asi 10-12 cm. Větší prostředky používané u dospělých pro inkontinenci by měly mít VKA 20-25 cm. Absorpční látky mohou být upraveny tak, aby měly minimální požadovanou VKA, která ještě zajistí funkčnost ve specifickém prostředku.

Poměr VKD ke VKA

Jak bylo uvedeno výše, důležitou vlastností uvedených distribučních látek je jejich snížená hysteréza, která způsobuje relativně nízký poměr VKD k VKA. Tyto látky mají poměr VKD:VKA do 1,8:1, lépe však do 1,7:1, ještě lépe do 1,6:1, ještě lépe do 1,5:1, ještě lépe do 1,4:1, ještě lépe do 1,3:1, ještě lépe do 1,2:1 a nejlépe do 1,1:1.

Úroveň nasávání

Dalším důležitým požadavkem na distribuční látku uvedeného vynálezu je, že musí být dostatečně hydrofilní a porézní, aby mohla rychle nasát tekutinu do výšky požadované pro účinnost absorpční struktury. Úroveň nasávání se měří tak, jak je popsáno v kapitole testů U.S. 5 563 179. Obzvláště kvalitní distribuční látky vhodné pro absorpční prostředky absorbující moč jsou schopny vertikálně nasát syntetickou moč (65 + 5 dynů/cm) do výšky 15 cm do 25 minut. Ale lepší je, když jsou distribuční látky schopné vertikálně nasát syntetickou moč do výšky 15 cm do 20 minut, ještě lépe do 15 minut a nejlépe do 10 minut. Distribuční látka obvykle vertikálně nasaje syntetickou moč do výšky 15 cm v rozmezí od 3 do 25 minut, lépe však od 3 do 20 minut a nejlépe od 4 do 15 minut.

Vertikální absorpční kapacita

Test vertikální absorpční kapacity měří množství testované tekutiny na gram distribuční látky, která je zachycena v jednopalcovém vertikálním řezu stejného vzorku o standardní velikosti. Toto stanovení se zpravidla provádí potom, co bylo při nasávání testované tekutiny dosaženo rovnovážného stavu (např. po

18 hodinách). Test vertikální absorpční kapacity je podrobněji popsán v kapitole testů U.S. 5 387 207.

Distribuční látka uvedeného vynálezu bude mít vertikální absorpční kapacitu nejméně 6 g/g, lépe však nejméně 7 g/g a nejlépe 9 g/g při výšce 15 cm. Distribuční látka by měla mít vertikální absorpční kapacitu při 15 cm od 6 g/g do 120 g/g, lépe však od 7 g/g do 85 g/g a nejlépe od 9 g/g do 70 g/g.

Volná absorpční kapacita

Další důležitou vlastností distribuční látky uvedeného vynálezu je její volná absorpční kapacita („VAK“) „Volná absorpční kapacita“ je celkové množství testované tekutiny (syntetické moče), které je schopen daný vzorek absorbovat do své struktury, na jednotku hmoty pevné látky vzorku. Distribuční látky, které jsou vhodné pro absorpční prostředky, jako např. plenky, musí mít alespoň minimální volnou absorpční kapacitu. Distribuční látky vhodné pro použití v absorpčních prostředcích absorbujících moč musí mít volnou kapacitu nejméně 12 g/g, lépe 15 g/g a nejlépe 20 g/g syntetické moči na gram suché pěnové látky. Volná absorpční kapacita by měla být od 12 do 125 g/g, lépe od 15 do 90 g/g a nejlépe od 20 do 75 g/g syntetické moči na gram suché pěnové látky. Postup pro určení volné absorpční kapacity je popsán v kapitole testů U.S. 5 563 179.

Navrhované polymerové distribuční pěny

V navrhovaném provedení uvedeného vynálezu jsou distribuční látky hydrofilní ohebné polymerové pěny s propojenými komůrkami. Snížené hysterézy těchto pěn je částečně dosaženo snížením mechanické pevnosti pěny tak, že po odsátí tekutiny pěna

v důsledku kapilárního tlaku kolabuje. Kolaps sníží účinnou kapacitu pěny o složku odvozenou z hustoty pěny, což je popsáno níže. Kolaps, který je poměrně rovnoměrný, také sníží množství tekutiny zadržené při její náloži. Pevnost pěny je tedy menší než kapilární tlak a pěna tedy po přesunutí vodné tekutiny do retenční části jádra kolabuje. Kapilární tlak je zde určen především velikostí komůrky v pěně (která je nepřímo úměrná poměru povrch/objem). Pevnost je určena kombinací hustoty příček a hustoty pěny. Typ příčky a další komonomery mohou mít také vliv.

Obecné vlastnosti distribučních pěn

Polymerové pěny, které jsou zde užitečné, mají poměrně otevřené komůrky. Komůrky takové propustné pěnové struktury jsou propojeny dostatečně velkými otvory nebo „okny“, které umožňují snadný prostup tekutiny mezi buňkami uvnitř pěnové struktury.

Tyto pěnové struktury s otevřenými komůrkami mají zpravidla síťovitý charakter s jednotlivými komůrkami určenými řadou vzájemně propojených trojrozměrných větví. Proužky polymerní látky tvořící tyto sítě jsou také označovány jako „trámce“. Pěny s otevřenými komůrkami, které mají typickou trámčitou strukturu, jsou zobrazeny na mikrofotografiích na obrázku 1 a 2. V uvedeném vynálezu je pěnová látka „propustná“, pokud je v pěnové struktuře nejméně 80 % komůrek, které jsou nejméně 1 μm velké, spojeno aspoň s jednou sousední komůrkou.

Navíc, mimo své propustnosti jsou tyto polymerové pěny natolik hydrofilní, že umožňují absorpci vodných tekutin. Vnitřní povrch pěnové struktury je hydrofilní díky zbytkovému surfaktantu a/nebo solím zanechaným ve struktuře pěny po polymerizaci nebo některým popolymerizačním úpravám pěny, které budou dále popsány.

Míra „hydrofilicity“ těchto polymerových pěn může být určena hodnotou „adhezivní tenze“, která vznikne při kontaktu s testovací tekutinou. Adhezivní tenze vyvolaná těmito pěny může být experimentálně určena pomocí postupu, kde je měřen na vzorku o známých rozměrech a povrchu o specifické kapilární absorpci, úbytek váhy testované tekutiny, např. syntetické moče. Takový postup je podrobněji popsán v kapitole testů U.S. 5 387 207 (Dyer et al.) vydaný 7. 2. 1995, jenž je zde zahrnut odkazem. Pěny, které jsou vhodné jako distribuční látky uvedeného vynálezu, jsou zpravidla ty, které mají hodnotu adhezivní tenze od 15 do 65 dynů/cm, lépe od 20 do 65 dynů/cm, která je určena kapilární absorpcí syntetické moče o povrchové tenzi 65 ± 5 dynů/cm.

Důležitou vlastností těchto pěn je jejich teplota přechodu na sklo (T_g). T_g má střední hodnotu přechodu mezi sklovitým a kaučukovitým stavem polymeru. Pěny, které mají T_g vyšší než je teplota použití, mohou být velmi pevné, ale zároveň velmi křehké a náchylné k rozlomení. Takové pěny často při namáhání mění tvar a nejsou pružné, pokud se používají při teplotách nižších než je T_g . Požadované spojení mechanických vlastností, především pevnosti a pružnosti, obvykle vyžaduje specifické rozmezí monomerů a stupňů.

Distribuční pěny tohoto vynálezu by měly mít co nejnižší možné T_g a ještě přijatelnou pevnost. Monomery jsou tedy vybírány tak, aby vznikly odpovídající homopolymery s nižším T_g .

Tvar oblasti sklovitého přechodu polymeru může být také důležitý, tj. zda je jako funkce teploty úzký nebo široký. Tvar oblasti sklovitého přechodu je obzvláště důležitý, pokud teplota použití (obvykle teplota okolí nebo těla) je blízko T_g . Širší oblast přechodu může například znamenat, že přechod je při teplotě použití neúplný. Pokud by byl přechod při teplotě použití neúplný, polymer by byl tužší a méně poddajný. Naopak pokud by byl přechod při

teplotě použití úplný, polymer by byl pružnější. A proto je vhodné sledovat T_g a šířku oblasti přechodu polymeru pro dosažení požadovaných mechanických vlastností. T_g polymeru je obvykle zvolena tak, aby byla nejméně 10°C pod teplotou použití. (T_g a šířka oblasti přechodu jsou získány z křivky tangenciálního úbytku proti teplotě z měření dynamické mechanické analýzy (DMA), které je popsáno v U.S. 5 563 179 (Stone et al.) vydaném 8. 10. 1996.)

Další užitečné vlastnosti pěn

Navrhované polymerové pěny mají další důležité fyzikální vlastnosti, které doplňují vlastnosti jako VKD, poměr VKD/VKA, vertikální sací úroveň, vertikální sací kapacitu a volnou absorpční kapacitu, které musí splňovat všechny distribuční látky uvedeného vynálezu.

Tlak kolapsu kapiláry (TKK)

Pěny uvedeného vynálezu jsou schopné nasát vodné tekutiny do značné výšky proti gravitační síle, např. nejméně 15 cm. Sloupec tekutiny zadržovaný uvnitř pěny vytváří značný kontraktilní kapilární tlak. Při dosažení výšky, která je určena pevností pěny (při kompresi) a povrchem k jednotce objemu pěny, pěna zkolabuje. Tato výška, která je přesněji definována v kapitole Testovacích způsobů, je tlak kolapsu kapiláry (TKK) vyjádřený v cm při kterém se ztratí 50 % objemu pěny při nulovém tlaku. Navrhované distribuční pěny mají TKK nejméně 15 cm, lépe však aspoň 20 cm a nejlépe aspoň 25 cm. Navrhované distribuční pěny mají obvykle tlak kolapsu kapiláry od 15 cm do 50 cm, lépe však od 20 cm do 45 cm a nejlépe od 25 cm do 40 cm.

TKK může být také vyjádřen jako změna tlaku v kPa. Změna tlaku je určena v tlakově-napínacím pokusu kompresním způsobem na absorpční pění. Tento postup a interkomverze změny tlaku s TKK jsou podrobněji popsány v kapitole Způsobů testování.

Komůrky a velikosti otvorů

Vlastností, která může být užitečná při definování navrhované polymerové pěny, je struktura komůrky. Pěnové komůrky, a to především komůrky, které jsou vytvořeny polymerizací monomerů obsahujících olejovou fázi obklopující kapky vodní fáze téměř prosté monomerů, mají obvykle v podstatě kulový tvar. Tyto kulové komůrky jsou navzájem propojeny otvory, které budeme dále nazývat dírami mezi komůrkami. Velikost nebo „průměr“ takových kulových komůrek a průměr otvorů (děr) mezi komůrkami se zpravidla používá při charakterizování pěn. Poněvadž komůrky a otvory mezi komůrkami, v daném vzorku polymerové pěny, nemusí mít přibližně stejnou velikost; udává se obvykle průměrná velikost komůrky a otvoru, tj. průměrné průměry komůrky a otvoru.

Velikost komůrky a otvoru jsou parametry, které mohou ovlivnit řadu důležitých mechanických a užitných vlastností pěn, včetně absorpce tekutin těmito pěnamí, jakož i kapilární tlak, který vzniká uvnitř pěnové struktury. Pro určení průměrné velikosti komůrky a otvoru pěny je dostupná řada postupů. Mezi užitečné techniky patří jednoduchá měření založená na skenování vzorku pěny elektronovým mikroskopem. Na obrázcích 3 a 4 je například typická struktura pěny HIPE uvedeného vynálezu. K mikrofotografii na obrázku 4 je přiloženo měřítko, jehož rozměr je 20 μm . Takové měřítko může být použito při určování průměrného rozměru komůrek a otvorů pomocí postupu obrazové analýzy. Pěny, které

jsou vhodné jako absorbenty vodných tekutin, mají navrhovanou průměrnou velikost komůrek od 20 μm do 100 μm , zpravidla však od 30 μm do 90 μm , a průměrnou velikost otvorů od 5 μm do 15 μm , zpravidla však od 5 μm do 12 μm .

Specifická oblast kapilární absorpce

„Specifická oblast kapilární absorpce“ je rozsah povrchu polymerové sítě, který je přístupný testovací tekutině. Specifická oblast kapilární absorpce je určena rozměry komůrek pěny a hustotou polymeru, a tímto způsobem kvantifikuje celkový pevný povrch pěnové sítě v rozsahu, v kterém se takový povrch podílí na absorpci.

Pro účely tohoto vynálezu je specifická oblast kapilární absorpce určena změřením velikosti kapilární absorpce tekutiny o nízkém povrchovém napětí (např. ethanolu), ke které dojde ve vzorku pěny o známé hmotnosti a rozměrech. Podrobný popis takového postupu pro určení specifické oblasti pěny pomocí metody kapilárního sání je vyložen v kapitole Testovacích způsobů v U.S. 5 387 207. Použity mohou být také jiné dostupné alternativní způsoby pro měření specifické oblasti kapilární absorpce.

Navrhovaná specifická oblast kapilární absorpce distribučních pěn tohoto vynálezu je nejméně 0,01 m^2/ml , lépe však nejméně 0,03 m^2/ml . Specifická oblast kapilární absorpce je zpravidla v rozmezí od 0,01 do 0,20 m^2/ml , lépe však od 0,03 do 0,10 m^2/ml a nejlépe od 0,04 do 0,08 m^2/ml .

Hustota pěny

„Hustota pěny“ (tj. v gramech pěny na krychlový centimetr objemu pěny ve vzduchu) je zde určena na suchém základu. Hustota pěny, podobně jako specifická oblast kapilární absorpce, může ovlivnit řadu mechanických a užitných vlastností absorpčních pěn. Mezi ně patří absorpční kapacita pro vodné tekutiny a kompresní prohnutí. Hustota pěny se liší v závislosti na jejím stavu. Kolabovaná pěna má samozřejmě větší hustotu než ta samá pěna plně roztažená. Kolabované pěny uvedeného vynálezu mají zpravidla suchou hustotu asi $0,11 \text{ g/cm}^3$. Neomezujícím příkladem může být roztažená pěna o hustotě asi 20 mg/cm^3 , která má volnou absorpční kapacitu (VAK) asi 50 g/g . Pokud je kolabovaná, je VAK nižší přímo úměrně se zmenšením volného objemu způsobenému kolapsem, jehož faktor by byl v tomto případě asi 5. A tak by byl VAK v kolabovaném stavu pouze asi $10\text{--}11 \text{ g/g}$. Toto vratné kolabování umožňuje dosahovat pěnám tohoto vynálezu neobvykle nízkých hodnot poměru VKD:VKA.

Pro změření hustoty pěny může být použit jakýkoliv vhodný vážkový postup, který umožní změření pevné pěnové látky na jednotku objemu pěny. Jedním ze způsobů, který může být využit pro měření hustoty je vážkový způsob ASTM, který je podrobněji popsán v kapitole Testových způsobů U.S. 5 387 207. Hustota pěny je hmotnost na jednotku objemu promyté pěny, která je zbavena emulgátorů, náplní, povrchové úpravy, jako např. solí apod. Pěny uvedeného vynálezu by měly mít suchou hustotu od 8 mg/cm^3 do 77 mg/cm^3 , lépe však od 11 mg/cm^3 do 63 mg/cm^3 a nejlépe od 13 mg/cm^3 do 48 mg/cm^3 .

Příprava polymerových distribučních pěn z HIPE

Navrhovaný vynález dále popisuje způsob přípravy navrhovaných distribučních pěn polymerizací emulze vody v oleji nebo HIPE s poměrně malým množstvím olejové fáze a poměrně velkým množstvím vodní fáze. Tento způsob má tyto kroky:

A) vytvoření emulze voda v oleji za definované teploty smícháním:

1) olejové fáze obsahující:

a) od 85 % do 98 % hmotnosti monomerovou složku, která je schopna vytvořit kopolymer s T_g asi 35°C nebo nižší a která obsahuje:

i) od 30 % do 80 % hmotnosti aspoň jeden ve vodě nerozpustný monofunkční monomer schopný vytvořit ataktický amorfni polymer, který má T_g 25°C nebo nižší;

ii) od 5 % do 40 % hmotnosti aspoň jeden ve vodě nerozpustný monofunkční monomer, který propůjčí tuhost odpovídající styrenu;

iii) od 5 % do 30 % hmotnosti první ve vodě nerozpustné, polyfunkční propojující činidlo vybrané z divinylbenzenů, trivinylbenzenů, divinyltoluenů, divinylylenů, divinylnaftalenů, divinylalkylbenzenů, divinylfenantrenů, divinylbifenylů, divinyldifenylmetanů, divinylbenzylů, divinylfenyletherů, divinylfenylsulfidů, divinylfuranů, divinylsulfidů, divinylsulfonů a jejich směsí;

iv) od 0 % do 15 % hmotnosti druhé ve vodě nerozpustné, polyfunkční propojující činidlo vybrané z polyfunkčních akrylátů, metakrylátů, akrylamidů, metakrylamidů a jejich směsí; a

b) od 2 % do 15 % hmotnosti emulgátor rozpustný v olejové fázi, který je schopen vytvářet stabilní emulze vody v oleji, jenž obsahuje: (i) primární emulgátor tvořící nejméně 40 % hmotnosti, jenž je vybrán z diglycerolových monoesterů lineárních nenasycených mastných kyselin $\text{C}_{16}\text{-C}_{22}$, diglycerolových monoesterů rozvětvených mastných kyselin $\text{C}_{16}\text{-C}_{24}$, diglycerolových mono-

alifatických etherů rozvětvených alkoholů C_{16} - C_{24} , diglycerolových monoalifatických etherů lineárních nenasycených mastných alkoholů C_{16} - C_{22} , diglycerolových monoalifatických etherů lineárních nasycených alkoholů C_{12} - C_{14} , sorbitanových monoesterů lineárních ne-nasycených mastných kyselin C_{16} - C_{22} , sorbitanových monoesterů rozvětvených mastných kyselin C_{16} - C_{24} a jejich směsí nebo (ii) kombinaci primárního emulgátoru tvořícího nejméně 20 % hmotnosti a některého sekundárního emulgátoru v hmotnostním poměru primárního k sekundárnímu emulgátoru od 50:1 do 1:4 a

2) vodní fáze tvořené vodným roztokem obsahujícím: (i) od 0,2 do 20 % hmotnosti ve vodě rozpustný elektrolyt a (ii) dostatečné množství iniciátoru polymerace;

3) poměr objemu k hmotnosti vodní fáze k olejové fázi v rozmezí od 12:1 do 125:1 a

B) polymerace monomeru v olejové fázi emulze voda v oleji a vytvoření polymerové pěny a

C) a eventuálně odvodnění polymerové pěny.

Postup navrhovaného vynálezu umožňuje vytvoření těchto absorpčních pěn, které jsou schopny distribuovat tekutiny díky vhodně vyváženým vlastnostem, viz. výše. Těchto vlastností je dosaženo pomocí pečlivého výběru typu a množství propojujícího činidla a monomeru a parametrů přípravy emulze, především úrovně míchání, teploty a poměru vody k oleji (které ovlivňují konečnou hustotu suché pěny).

Obecná část

Polymerové pěny mohou být připraveny polymerací některých emulzí vody v oleji s poměrně vysokým poměrem vodní fáze

k olejové fázi a jsou známy pod označením „HIPE“. Polymerové pěny, které vznikají polymerizací takových emulzí, jsou také nazývány „pěny HIPE“. Podrobný popis obecné přípravy takových pěn HIPE je v U.S. 5 563 179 a U.S. 5 387 207.

Relativní množství vodní a olejové fáze použité pro výrobu pěny HIPE je důležité pro určení strukturních, mechanických a užitných vlastností výsledné polymerové pěny. Zejména poměr vody k oleji („poměr V:O“) v emulzi kolísá nepřímě úměrně s hustotou pěny a může ovlivnit velikost komůrek a specifickou oblast kapilární absorpce pěny a rozměry trámek, které vytváří penu. Emulze používané k přípravě navrhovaných pěn HIPE mají zpravidla poměr objemu k hmotnosti vodní fáze k olejové fázi v rozmezí od 12:1 do 125:1, ale lépe však od 15:1 do 90:1. Nejlépe je, pokud jsou pěny vyrobeny z HIPE o poměru v rozmezí od 20:1 do 75:1.

1. Složky olejové fáze

Hlavními složkami olejové fáze pěn HIPE jsou monomery, komonomery a propojující činidla, jako např. ta vyjmenovaná v U.S. 5 387 207. Je nezbytné, aby tyto monomery, komonomery a propojující činidla byly ve vodě nerozpustné, čímž budou primárně rozpustné v olejové fázi, a ne ve vodní fázi. Použití takových ve vodě nerozpustných monomerů umožní vznik pěny HIPE s vhodnými vlastnostmi a stabilitou. Je samozřejmé, že dáváme přednost monomerům, komonomerům a propojujícím činidlům, jejichž výsledné polymerové pěny budou netoxické a dostatečně chemicky stabilní. Pokud jsou tyto monomery, komonomery a propojující činidla přítomny ve velmi nízké zbytkové koncentraci během popolymerizačního zpracování pěny a/nebo použití, tak by měly mít nízkou nebo žádnou toxicitu. Další důležitou složkou

olejové fáze je emulgátor, který umožňuje vytvoření stabilních pěn HIPE. Takový emulgátor se skládá z primárního emulgátoru a eventuálně ze sekundárního emulgátoru, jako jsou například ty, zmíněné v U.S. 5 387 207.

Olejová fáze použitá pro vytvoření pěny HIPE obsahuje od 85 % do 98 % hmotnosti monomerovou složku a od 2 % do 15 % hmotnosti emulgátor. Olejová fáze by měla obsahovat od 90 % do 98 % hmotnosti monomerovou složku a od 3 % do 10 % hmotnosti emulgátor. Olejová fáze může obsahovat další volitelné složky. Jednou takovou volitelnou složkou je v oleji rozpustný iniciátor polymerizace, jenž se často v oboru používá a je popsán například v U.S. 5 290 820 (Bass et al.) vydaném 1. 3. 1994. Další navrhovanou volitelnou složkou je antioxidant, jako např. Hindered Amine Light Stabilizer (HALS) a Hindered Phenolic Stabilizers (HPS) nebo některý další antioxidant, který je slučitelný s použitým iniciátorovým systémem. Další volitelné složky jsou změkčovadla, plnidla, barviva, řetězová činidla, rozpuštěné polymery apod.

2. Složky vodní fáze

Nespojitá vodní vnitřní fáze HIPE je zpravidla vodný roztok obsahující jednu nebo více rozpuštěných složek, jako např. ty uvedené v U.S. 5 387 207. Jednou z nezbytných rozpuštěných složek vodní fáze je ve vodě rozpustný elektrolyt. Rozpuštěný elektrolyt zabraňuje tomu, aby se monomery, komonomery a propojující činidla, které jsou primárně rozpustné v oleji, rozpustily také ve vodní fázi. Předpokládá se, že toto snižuje rozsah, v kterém polymerní materiál vyplňuje okna komůrek na rozhraních olej/voda vytvořených kapkami vodní fáze během polymerizace. Dále se předpokládá, že přítomnost elektrolytu a výsledná iontová síla

vodní fáze určuje, zda a v jakém rozsahu budou mít výsledné navrhované polymerové pěny otevřené komůrky.

HIPE by měly také obsahovat iniciátor polymerizace. Takový iniciátor se obvykle přidává do vodní fáze HIPE a může jím být jakýkoliv běžný iniciátor volných radikálů, který je ve vodě rozpustný. Mezi ně patří peroxidové sloučeniny, jako např. sodný, draselný a amonný persulfát, peroxid vodíku, peracetát sodný, percarbonát sodný apod. Mohou být také použity běžné redoxní iniciační systémy. Takové systémy jsou vytvořeny spojením předcházejících peroxidových sloučenin s redukčními činidly, jako je např. bisulfát sodný, kyselina L-askorbová nebo soli železa. Iniciátor může být přítomný v koncentraci až 20 molových procent odvozených od celkového počtu molů polymerujících monomerů přítomných v olejové fázi. Lépe je však, pokud je iniciátor přítomný v množství od 0,001 do 10 molových procent odvozených od celkového počtu molů polymerujících monomerů přítomných v olejové fázi.

3. Hydrofilizující surfaktanty a hydratovatelné soli

Polymer, který vytváří strukturu pěny HIPE by neměl obsahovat žádné polární funkční skupiny. Polymerová pěna by teda měla být poměrně hydrofobní. Takové hydrofobní pěny mohou být užitečné tam, kde se požaduje absorpce hydrofobních tekutin. Mezi použití tohoto druhu pěny patří také směs oleje s vodou, kde je zapotřebí oddělit a izolovat olejovou část, jako např. v případě ropné havárie.

Pokud mají být tyto pěny použité pro absorpci vodných tekutin, jako např. šťáv, mléka apod. a/nebo tělních tekutin, jako např. moči, potom obvykle vyžadují další úpravy, které učiní pěnu hydrofilnější. Hydrofilní pěna může být vytvořena, pokud je to nezbytné,

upravením pěny HIPE pomocí hydrofilizujícího surfaktantu způsobem popsáným v U.S. 5 387 207.

Hydrofilizujícím surfaktantem může být jakákoliv látka, která zvyšuje vodní smáčivost povrchu polymerové pěny. Takové surfaktanty jsou běžně používány a je jich celá řada, především neiontové, jako např. ty uvedené v U.S. 5 387 207.

Další látkou, která se obvykle přidává do pěny HIPE je hydratovatelná a pokud možno hygroskopická ve vodě rozpustná anorganická sůl. Mezi takové soli patří např. toxikologicky přijatelné alkalické soli kovů zemin. Tyto soli a jejich použití s v oleji rozpustnými surfaktanty hydrofilizujícími pěnu je podrobněji popsáno v U.S. 5 352 711 (DesMarais) vydaném 4. 10. 1994, jehož popis je zde zahrnut odkazem. Mezi navrhané soli tohoto typu patří chlorid vápenatý, který, jak bylo dříve uvedeno, může být také využit jako elektrolyt vodní fáze v HIPE.

Hydratovatelné anorganické soli mohou být snadno vpraveny do pěny při jejím ponoření do roztoku těchto solí. Tyto solné roztoky mohou být použity při úpravě pěn po ukončení, nebo jako součást, postupu odstraňujícího zbytkovou vodní fázi z právě polymerizovaných pěn. Úprava pěn těmito roztoky zpravidla způsobuje ukládání hydratovatelných anorganických solí, jako je např. chlorid vápenatý, ve zbytkovém množství nejméně asi 0,1 % váhy pěny a zpravidla v rozmezí od 0,1 do asi 12 %.

Úprava těchto poměrně hydrofobních pěn hydrofilizujícími surfaktanty (s nebo bez hydratovatelných solí) se obvykle provádí v rozsahu nezbytném k dosažení dostatečné hydrofility pěny. Některé pěny navrhovaného typu HIPE jsou však dostatečně hydrofilní a mohou obsahovat dostatečné množství hydratovatelných solí, čímž není nutná jejich další úprava pomocí hydrofilizujících surfaktantů nebo hydratovatelných solí. Mezi tyto navrhané pěny

HIPE patří především ty, v kterých byly použity určité emulgátory olejové fáze a chlorid vápenatý. V těchto příkladech budou vnitřní povrchy polymerované pěny dostatečně hydrofilní a budou obsahovat zbytkovou tekutinu vodní fáze obsahující nebo zadržující dostatečné množství chloridu vápenatého, často i po odvodnění polymerové pěny v použitelném rozsahu.

Podmínky zpracování při výrobě pěn HIPE

Výroba pěny zahrnuje tyto kroky: 1) vytvoření stabilní emulze vysoké vnitřní fáze (HIPE); 2) polymerizace této stabilní emulze za podmínek vhodných pro vytvoření pevné struktury polymerové pěny; 3) eventuálně promytí pevné struktury polymerové pěny pro odstranění původní zbytkové vodní fáze ze struktury polymerové pěny a, pokud je to nezbytné, úprava struktury polymerové pěny hydrofilizujícím surfaktantem a/nebo hydratovatelnou solí tak, aby došlo k uložení potřebného množství hydrofilizujícího surfaktantu/hydratovatelné soli a 4) odvodnění struktury polymerové pěny. Tento postup je popsán podrobněji v U.S. 5 387 207.

Průmyslová využitelnost

Obecně

Distribuční látky dle uvedeného vynálezu jsou široce použitelné v absorpčních jádrech plenek na jedno použití, stejně tak jako v jiných absorpčních prostředcích. Tyto látky mohou být také využity v jiných absorpčních prostředcích, především v těch, kde je nutné

nasát tekutinu do určité výše proti gravitační síle, a potom uvolnit tekutinu do jiné zásobní části prostředku.

Absorpční prostředky

Látky uvedeného vynálezu distribuující tekutiny jsou obzvláště užitečné v absorpčních strukturách (např. absorpčních jádrech nebo částech jádra) různých absorpčních prostředků. "Absorpčním prostředkem" se zde míní spotřební výrobek, který je schopen absorbovat značné množství moče, menstruační tekutiny nebo jiných tekutin, jako např. vodnatou stolicí u inkontinentního nositele nebo uživatele prostředku. Příklady takových absorpčních prostředků jsou plenky na jedno použití, inkontinenční kalhotky, menstruační tampóny a vložky, tréninkové kalhotky na jedno použití, postelové vložky apod. Distribuční látky, které zde byly popsány, jsou obzvláště vhodné pro použití v prostředcích jako jsou dětské plenky, inkontinenční pleny a kalhotky apod.

Pokud distribuční látka vykazuje dostatečnou retenční kapacitu pro tekutinu, potom stačí, pokud je absorpční prostředek uvedeného vynálezu složen pouze ze spodní vrstvy, a to zpravidla nepropustné, absorpční látky a distribuční látky. Složky jsou spojeny tak, že absorpční látka je nejbližší oblasti výtoku uživatele absorpčního prostředku. Další vrstvou je distribuční/retenční část, která je pokryta spodní vrstvou. Nepropustné spodní vrstvy mohou být složeny z jakékoliv látky, např. polyethylenu nebo polypropylenu, o tloušťce asi 0,038 mm, která umožní zadržet tekutinu uvnitř absorpčního prostředku.

Tyto absorpční prostředky obvykle obsahují také propustnou vrchní vrstvu, která kryje stranu absorpčního prostředku dotýkající se kůže uživatele. V této sestavě obsahuje prostředek absorpční

jádro složené z jedné nebo více distribuujících látek uvedeného vynálezu, které jsou uloženy mezi spodní vrstvou a vrchní vrstvou. V jednom z navrhovaných provedení obsahuje absorpční jádro prostředku vlastní vrstvu zadržující tekutiny. Propustné vrchní vrstvy mohou obsahovat jakoukoliv látku, jako např. polyester, polyolefin, hedvábí apod., která je dostatečně porózní a umožní tělním tekutinám proniknout do absorpčního jádra. Vrchní vrstva by neměla mít žádnou tendenci k zadržování vodných tekutin v oblasti kontaktu vrchní vrstvy s kůží uživatele.

Mimo distribuční část navrhovaného vynálezu může absorpční jádro absorpčního prostředku také obsahovat další, např. konvenční části a látky. V jednom z provedení, zahrnujícím kombinaci distribuční části a dalších absorpčních látek, mohou absorpční prostředky využívat vícevrstevné absorpční jádro, kde vrstva jádra obsahující jednu nebo více distribučních látek navrhovaného vynálezu může být použita ve spojení s jednou nebo více doplňkovými vrstvami jádra, které obsahují další absorpční struktury a látky. Mezi tyto další absorpční struktury a látky patří např. vrstvy buničiny nebo jiná celulózová vlákna. Dalšími absorpčními strukturami mohou být také pěny, např. absorpční pěny nebo dokonce houby, které jsou použitelné jako absorpční/distribuční složky, jako např. ty popsané v U.S. 5 563 179 (Stone et al.).

Navrhované provedení vyžaduje další oddělení různých částí absorpčního jádra. Toto navrhované absorpční jádro má absorpční vrstvu pouze v oblasti rozkroku uživatele tak, aby bylo zajištěno pohlčení výtoku. Distribuční vrstva (obsahující látku uvedeného vynálezu) je uložena vertikálně k předozadní ose absorpční vrstvy tak, že může odsávat tekutinu z oblasti rozkroku a ne pouze z přední do zadní části. Zvláštní retenční vrstva je umístěna nad absorpční

vrstvu (předpokládáme stojícího uživatele) a dotýká se pouze distribuční látky. Potom musí být retenční absorpční část schopná nasát tekutinu z distribuční vrstvy a překonat jak gravitační sílu, tak i desorpční tlak distribuční látky. Tento popsaný výrobek potom odstraňuje tekutinu z oblasti rozkroku v čase mezi výtoky, čímž zanechává absorpční oblast poměrně suchou a připravenou pro další absorpci tekutiny. To umožňuje prostředku udržet tvar a zajistit poměrně suchou oblast rozkroku pro lepší zdravotní stav kůže.

Podrobný popis obrázků na výkresech

Obrázek 1 znázorňuje navrhované provedení plenky 60, v kterém má vrchní vrstva 61 a spodní vrstva 62 stejný rozsah, a jejichž délka a šířka je zpravidla větší než absorpčního jádra 28. Vrchní vrstva 61 je spojena a navrstvena na spodní vrstvu 62, čímž vytváří okraj plenky 60. Okraj určuje vnější obvod nebo hranu plenky 60.

Vrchní vrstva 61 je poddajná, měkká a nedráždí kůži uživatele. Vrchní vrstva 61 je propustná, čímž umožňuje tekutinám snadno skrz ní prostupovat. Vhodné vrchní vrstvy 61 mohou být vyrobeny z široké řady látek, jako např. porézních pěn, síťovitých pěn, plastických filmů s otvory, přírodních vláken (např. dřevních vláken nebo vláken bavlny), syntetických vláken (např. polyesterových nebo polypropylenových vláken) nebo spojením přírodních a syntetických vláken. V jednom provedení je vrchní vrstva 61 vytvořena z hydrofobní látky izolující kůži uživatele od tekutin z absorpčního jádra 10. Vrchní vrstva zpravidla obsahuje prostředky upravující hydrofilitu látky. Toho může být dosaženo, v případě netkaných vrchních vrstev, upravením povrchového napětí vláken před jejich zpracováním nebo upravením jejich povrchového napětí po zpracování. Hydrofilitu je možné upravit tak, že po navlhčení

močí je možné její snadné vymytí nebo tak, že látka zůstává účinná dokonce i po opakovaném navlhčení, i když na nižší úrovni. Takové upravení hydrofility může být provedeno u vláken pryskyřice nebo u vláken po jejich spřádání nebo po vytvoření sítě. V případě hotového filmu a/nebo filmu s otvory může být upravení povrchového napětí provedeno u pryskyřice přidané do filmu nebo na povrch filmu po jeho vytvoření. Eventuelně je možné použít kombinaci netkaných látek a filmů a pro upravení hydrofility mohou být využity příslušné možnosti. Navrhovaná vrchní vrstva 61 obsahuje polypropylenová vlákna běžné délky, které mají denier asi 1,5, jako např. polypropylen typu Hercules 151 prodáváný firmou Hercules, Inc. of Wilmington, Delaware. Zde použitý výraz "vlákno běžné délky" označuje vlákna, která mají délku nejméně 15,9 mm (0,62 palců).

Existuje řada technik zpracování, které mohou být použity při výrobě vrchní vrstvy 61. Například může být vrchní vrstva 61 tkaná, netkaná, nepředená, mykaná apod. Navrhovaná vrchní vrstva je mykaná a tepelně spojená způsobem běžně používaným v oboru. Hmotnost vrchní vrstvy 61 je zpravidla od 18 do 25 g/m², minimální suchá pevnost v tahu je nejméně 400 g/cm ve směru stroje a mokrá pevnost v tahu nejméně 55 g/cm v příčném směru stroje.

Přestože je obvykle vrchní vrstva látkou nejbližší ke kůži uživatele, nemusí tomu tak být vždy. Předpokládá se, že by vhodné sestavení absorpčního jádra mohlo být použito bez vrchní vrstvy a přesto splňovat potřebné nároky na komfort a absorpčnost, stejně tak, jako jednoduchost zpracování a snížení nákladů. K tělu přivrácený povrch absorpčního jádra by mohl být vyroben z propustné, měkké, poddajné, nedráždivé látky, která by nahrazovala samostatnou vrchní vrstvu. Takové absorpční jádro by muselo být

použito pouze se spodní vrstvou, aby byla zajištěna pohodlnost a absorpční schopnosti absorpčního prostředku.

Spodní vrstva 62 je nepropustná a je obvykle vyrobena z tenkého filmu z umělé hmoty, ačkoliv mohou být použity i jiné ohebné nepropustné látky. Spodní vrstva 62 brání výměškům pohlceným a zadržovaným uvnitř absorpčního jádra 10, aby namočily věci dotýkající se plenky 60, jako např. povlečení a spodní prádlo. Spodní vrstva 62 je obvykle polyethylenový film, který je silný od 0,012 mm do asi 0,051 cm, ačkoliv mohou být použity i jiné ohebné a nepropustné látky. Zde použitý výraz "ohebný" označuje látky, které jsou poddajné, a které se snadno přizpůsobí tvaru a obrysům těla uživatele.

Vhodný polyethylenový film je vyráběn firmou Monsanto Chemical Corporation a prodáván jako film č. 8020. Spodní vrstva 62 je zpravidla zmatněna nebo ražena tak, aby získala vzhled látky. Dále by měla být spodní vrstva 62 "prodyšná" tak, aby umožnila prostupovat výparům z absorpčního jádra 28, ale přitom stále bránila průchodu výměšků skrz spodní vrstvu 62. Předpokládá se, že spodní vrstva, která by byla dostatečně prodyšná, ale nepropustná, by mohla být vhodná pro určité absorpční prostředky.

Velikost spodní vrstvy 62 je určena velikostí absorpčního jádra 28 a zvoleným tvarem plenky. V navrhovaném provedení má spodní vrstva 62 upravený tvar přesýpacích hodin, který přesahuje absorpční jádro 28 po celém obvodu plenky, minimálně o 1,3 cm až 2,5 cm (asi 0,5 až 1,0 palec).

Vrchní vrstva 61 a spodní vrstva 62 jsou spojeny jakýmkoliv vhodným způsobem. Zde použitý výraz "spojeny" zahrnuje variantu, kde vrchní vrstva 61 je přímo spojena se spodní vrstvou 62 a variantu, kde vrchní vrstva 61 je nepřímou spojena se spodní vrstvou 62 přilepením vrchní vrstvy 61 k vloženým částem, které jsou

připojeny ke spodní vrstvě 62. V navrhovaném provedení jsou vrchní vrstva 61 a spodní vrstva 62 k sobě navzájem na obvodu plenky přilepeny prostředky (nezobrazeny), jako např. lepidlo nebo jiný prostředek používaný v oboru. Například může být ke slepení vrchní vrstvy 61 a spodní vrstvy 62 použita souvislá vrstva lepidla, vzorová vrstva lepidla nebo řada jednotlivých linek nebo bodů lepidla.

Páskové upínáky 65 jsou obvykle umístěny v oblasti pasu 63 plenky 60 tak, aby umožnily uchycení plenky na uživateli. Vyobrazené páskové upínáky slouží pouze jako vzor. Mohou být použity jakékoliv páskové upínáky známé v oboru, jako např. upínací páska popsaná v U.S. 3 848 594 (Buell) vydaném 19. 11. 1974, jenž je zde zahrnut odkazem. Tyto páskové upínáky nebo jiné plenkové upínací prostředky jsou zpravidla umístěny v blízkosti rohů plenky 60.

Elastické části 69 jsou umístěny v blízkosti obvodu plenky 60, nejlépe podél obou podélných hran 64 tak, že elastické části mají sklon přitahovat a držet plenku 60 proti nohám uživatele. Dále mohou být elastické části 67 umístěny v blízkosti jedné nebo obou oblastí pasu 63 plenky 60 tak, že vytváří pásový pruh podobně jako stehenní manžety. Vhodný pásový pruh je popsán například v U.S. 4 515 595 (Kievit et al.) vydaném 7. 5. 1985, který je zde zahrnut odkazem. Navíc způsob a přístroj vhodný pro zpracování plenek na jedno použití, které jsou opatřeny kontraktilními elastickými částmi je popsán v U.S. 4 081 301 (Buell) podaném 28. 3. 1978, který je zde zahrnut odkazem.

Elastické části jsou připojeny k plence 60 v elasticky kontraktilním stavu tak, že volné elastické části účinně stahují nebo shrnují plenku 60. Elastické části mohou být zajištěny v elasticky kontraktilním stavu nejméně dvěma způsoby. Elastické části mohou

být například nataženy a zajištěny, zatímco je plenka 60 v nestáženém stavu. Nebo může být plenka 60 stažena například vytvořením záhybů a elastické části zajištěny a připojeny k plence 60, zatímco jsou elastické části ve svém nataženém nebo uvolněném stavu. Eventuelně mohou elastické části procházet po celé délce plenky 60 nebo v jiném vhodném rozměru tak, aby vznikla elastická kontraktilní linie. Délka elastických částí je určena tvarem plenky.

Plenka 60 se přikládá na uživatele tak, že jedna pásová oblast se umístí pod jeho záda a zbytek plenky 60 se protáhne mezi nohama uživatele, čímž se dostane druhá pásová oblast před uživatele. Potom jsou páskové upínáky 65 nebo jiné upínáky připevněny zpravidla na zevní plochu plenky 60. Plenky na jedno použití nebo jiné absorpční prostředky obsahující absorpční části navrhovaného vynálezu mají v praxi tendenci rychleji a účinněji distribuovat a zadržovat tekutiny a zůstávají suché v důsledku vysoké absorpční kapacity absorbujících částí. Plenky na jedno použití obsahující absorpční části navrhovaného vynálezu mohou být také tenčí a ohebnější.

Navrhované provedení jádra 28, pokud je použito jako absorpční jádro v plence na jedno použití 60, podle navrhovaného vynálezu je umístěno tak, že absorpční pásek 52 komunikuje s vrchní vrstvou 61 a jeho funkcí je rychle absorbovat a přesunout tělní výměšky z těla uživatele do absorpčního distribučního pásu 51. Adhezivní spojení absorpčního pásu 52 s vrchní vrstvou 61 může posílit převod tekutin tím, že vytvoří spojení mezi plochami a zajistí plynulý tok z vrchní vrstvy. Distribuční látka 51 navrhovaného vynálezu přenáší tekutinu v x a y rozměru jádra 28 a je následně odvodněna retenční částí, která je označena jako 10. Přestože jsou části 52 a 51 zobrazeny obvykle jako pravoúhlé a mají stejný rozměr, mohou být využity také jiné tvary a rozměry. Znázorněné pravoúhlé části mají

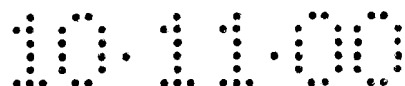
šířku 53, která odpovídá vhodné šířce oblasti rozkroku 66 plenky. Podobně může kolísat délka příslušných částí jádra tak, aby měli vhodný rozměr pro rozdílné uživatele.

Na obrázku 1 je znázorněno, že retenční část 10 může být složena ze dvou oddělených retenčních částí 20 a 30 tak, že v oblasti výtoku tekutiny plenky nemusí být umístěna žádná absorpční retenční část. Protože toto absorpční jádro 10 obsahuje málo, nebo neobsahuje žádnou retenční látku (měli bychom upozornit na to, že distribuční látka 51 může mít značnou retenční kapacitu a může obsahovat tekutinu, až do té doby, než je absorbována retenční látkou s vyšší savostí) ve středu jádra (odpovídající oblasti rozkroku nebo výtoku), prostředky obsahující taková jádra mohou uživateli lépe padnout a jsou pohodlnější jak v suchém stavu tak i po absorbování několika dávek tělních tekutin. Viz., např. projednávaný U.S. Patent Application Serial No. 08/825,072 podaný 27. 3. 1997 G. Young et al., projednávaný U.S. Patent Application Serial No. 08/825,071 podaný 27. 3. 1997 G. LaVon et al. a projednávaný U.S. Patent Application Serial No. 08/826,208 podaný 27. 3. 1997 G. Young et al.

Obrázek 2a popisuje rozložené absorpční jádro 28, které má dvě samostatné části 20 a 30, které obě obsahují retenční absorpční část odsávající tekutiny z distribuční látky 51. Přední část 20 odpovídá části plenky, která je nošena vpředu. Podobně zadní část 30 odpovídá části plenky, která je nošena vzadu. V odlišném provedení, kde absorpční jádro obsahuje samostatné retenční části (podobné částem 20 a 30 na obrázcích 1 a 2a), může být distribuční vrstva umístěna pod absorpční vrstvy a retenční části. To znamená, viz. obrázek 1, že distribuční látka 51 by byla umístěna po absorpční látku 52 a retenční části 20 a 30.

Eventuelně může být retenční část 10 jednolitou vrstvou (tj. přerušované čáry 70 na obrázku 1 ukazují, že retenční část 10 je umístěna v oblasti výtoku) retenční látky. Takové provedení absorpčního jádra 28 je znázorněno na obrázku 2b.

V jednom z provedení je absorpční pásek 52, jenž je distribuční vrstvou, umístěný do oblasti výtoku uživatele prostředku, tato vrstva má charakter netkaných vláken, ale zpravidla má spíše charakter absorpční vrstvy z upravených vláken celulózy, např. vyztužených vinutých vláken celulózy a eventuelně může obsahovat do 10 % hmotnosti této absorpční/distribuční vrstvy polymerové želatinující činidlo. Upravená vlákna celulózy použitá v absorpční vrstvě 52 tohoto navrhovaného absorpčního prostředku jsou obvykle vlákna celulózy, která byla zpevněna a stočena pomocí chemického a/nebo termického působení. Taková upravená vlákna celulózy jsou stejného typu jako ty, použité v absorpčních prostředcích popsanych v U.S. 4 935 622 (Lash et al) vydaném 19. 6. 1990, jenž je zde zahrnut odkazem. Navrhované provedení je to s retenční vrstvou 10, které je popsáno v projednávaném U.S. Patent Application Serial No. _____, podaném 13. 3. 1998 T. A. DesMarais nazvaném „HIGH SUCTION POLYMERIC FOAM MATERIALS“ (P&G Case 7052); projednávaném U.S. Patent Application Serial No. _____, podaném 13. 3. 1998 G. A. Young et al. nazvaném „ABSORBENT MEMBERS COMPRISING A HIGH SURFACE AREA MATERIAL FOR ABSORBING BODY LIQUIDS“ (P&G Case 7053) a projednávaném U.S. Patent Application Serial No. _____, podaném 13. 3. 1998 G. A. Young et al. nazvaném „ABSORBENT MEMBERS FOR ABSORBING BODY LIQUIDS“ (P&G Case 7054). Tato distribuční vrstva je obvykle umístěna mezi (horní) absorpční vrstvou a (nižší) retenční vrstvou s vysokou savostí a zprostředkovává přenos tekutiny mezi nimi.



Zde použitý výraz absorpční prostředek "na jedno použití" znamená, že bude prostředek po jednom použití znehodnocen (tj. původní absorpční prostředek jako celek není určen k praní nebo jinému obnovení nebo dalšímu použití jako absorpční prostředek, ačkoliv některé látky nebo celý absorpční prostředek může být recyklován nebo znovu použit). Výraz "plenka" znamená prostředek, který nosí obvykle děti a inkontinentní osoby kolem dolní části trupu. Mělo by však být řečeno, že navrhovaný vynález je také využitelný v jiných absorpčních prostředcích, jako např. v inkontinenčních plenkách a kalhotkách, cvičebních kalhotkách, plenkových vložkách, menstruačních tampónech a vložkách, zdravotnických utěrkách, tampónech, obvazech, papírových ručnicích apod.

Navíc k prospěšným vlastnostem nakládání s tekutinami nabízejí navrhované absorpční pěnové látky uvedeného vynálezu dobrou estetiku díky jejich měkké, pružné struktuře a fyzické celistvosti. Ve své plošné formě se dají absorpční pěny poměrně snadno upotřebit v řadě absorpčních prostředků. Na rozdíl od vláknitých absorpčních částí nemění tyto absorpční pěny během použití celkový zjev ani strukturu, tj. hustotu, tvar atd. Tloušťka těchto pěn kolísá v závislosti na obsahu tekutiny přítomné v pění. To znamená, že pěny budou poměrně silné, pokud jsou nasyceny, a poměrně kolabované nebo tenčí, pokud jsou odvodněny přilehlou retenční vrstvou. Poněvadž tyto absorpční pěny nejsou změkčovány vodnými tekutinami, zůstávají po namočení jejich mechanické vlastnosti téměř beze změn.

Protože distribuční látky navrhovaného vynálezu účinně přenášejí vodné tekutiny, jsou obzvláště prospěšné jako distribuční části absorpčního jádra, které přispívá k pohybu tekutiny. Tyto distribuční látky spojují poměrně vysoké kapilární absorpční tlaky a

kapacitní vlastnosti, které jim umožní získat tekutinu s nebo bez pomoci gravitace, čímž udržují kůži uživatele suchou. Tato vysoká kapacita (k dané hmotnosti) může vést k lehkým, účinným výrobkům. Protože tyto distribuční látky navrhovaného vynálezu mohou účinně přenechat absorbovanou tekutinu dalším absorpčním částem, jsou tyto látky obzvláště užitečné jako distribuční složka ve "vícevrstevném" absorpčním jádru, které může navíc obsahovat retenční a absorpční část.

V některých provedeních navrhovaného vynálezu je umístěna distribuční vrstva absorpčního jádra ve specifickém pozičním vztahu k vrchní vrstvě a retenční vrstvě absorpčního jádra. V takovém případě může být distribuční vrstva jádra umístěna tak, že může účinně absorbovat tekutinu výtoku z absorpční vrstvy a transportovat tuto tekutinu do dalších oblastí jádra. Takže distribuční vrstva může být rozprostřena mezi absorpční zónou a některou ze vzdálených retenčních zón. Tato absorpční vrstva obsahuje oblast rozkroku a, především u prostředků nošených muži, také oblast výtoku moči v přední části plenky. U plenky je přední část absorpčního prostředku ta část absorpčního prostředku, která bude přiložena na uživatele zepředu. Navíc je vhodné u uživatelů mužského pohlaví rozšířit distribuční vrstvu až téměř k pasu uživatele, aby došlo k účinné absorpci poměrně velkého objemu, který vzniká v přední části plenek uživatelů mužského pohlaví a ke kompenzaci směrových odchylek výtoků. Příslušné oblasti absorpčního prostředku mohou kolísat v závislosti na vzoru a střihu absorpčního prostředku.

Při zhotovení plenky může být distribuční vrstva jádra umístěna vzhledem k podlouhlé vrchní vrstvě a/nebo retenční vrstvě tak, že její délka odpovídá nejméně 50 %, lépe však nejméně 75 % délky vrchní vrstvy a/nebo 50 % až 200 % celkové délky retenční vrstvy.



Šířka distribuční vrstvy by měla být dostatečná k absorbování tělních tekutin z absorpční vrstvy. Šířka distribuční vrstvy je u plenek obvykle nejméně 5 cm, lépe však nejméně 6 cm.

Pro účely určení pozice distribuční vrstvy se jako délka absorpčního prostředku uvažuje největší podélný rozměr protáhlé zadní vrstvy prostředku. Tento největší rozměr protáhlé zadní vrstvy je určen vzhledem k prostředku přiloženému na uživatele. Během nošení jsou protilehlé konce spodní vrstvy navzájem spojeny, čímž vytváří kruh kolem pasu uživatele. Běžná délka spodní vrstvy bude tedy délka linie probíhající spodní vrstvou z a) bodu na okraji spodní vrstvy vzadu uprostřed pasu uživatele, rozkrokem k b) bodu na protilehlém okraji spodní vrstvy vpředu uprostřed pasu uživatele. Velikost a tvar vrchní vrstvy zpravidla odpovídá spodní vrstvě.

Retenční vrstva absorpčního jádra, která obvykle určuje tvar absorpčního prostředku a běžnou délku protáhlé vrchní vrstvy prostředku, nejčastěji odpovídá největšímu podélnému rozměru retenční vrstvy jádra. Avšak u některých prostředků (např. inkontinenční prostředky pro dospělé), kde je důležité zmenšení objemu a úspora nákladů, je retenční vrstva zpravidla umístěna tak, že kryje pouze oblast genitálu uživatele a přiměřenou oblast v okolí. V tomto případě jsou distribuční vrstva a retenční vrstva umístěny v přední části prostředku určené vrchní vrstvou tak, že se distribuční a retenční vrstva nalézají v předních dvou třetinách prostředku.

Distribuční pěnová vrstva může mít jakýkoliv žádaný tvar, který splňuje požadavky na pohodlnost a rozměry zmíněné výše. Mezi tyto tvary patří např. kruhový, pravoúhlý, lichoběžníkový nebo obdélníkový, např. tvar přesýpacích hodin, tvar psí kosti, půltvar psí kosti, oválný nebo nepravidelný tvar. (Retenční vrstva nemusí být fyzicky oddělena od distribuční vrstvy nebo zcela nezávislá na distribuční vrstvě.)

Vícevrstevná absorpční jádra mohou být také vyrobena podle projednávané U.S. Application Serial No. 08/521,556 podané 30. 8. 1995 G. D. LaVon et al. (zde zahrnuta odkazem), kde je jedna nebo více vrstev tvořena distribuční látkou navrhovaného vynálezu.

Způsoby testování

Následuje podrobný popis různých způsobů používaných při charakterizování distribučních látek navrhovaného vynálezu. S ohledem na testovací způsoby A, B, C a D bychom měli upozornit na to, že tam, kde látka postrádá dostatečnou celistvost, která by jí umožnila přestát testovací protokol, může být k podložení látky použita hydrofobní síť, která neovlivní její absorpční schopnosti.

A. Čas vertikální absorpce a kapacita vertikální absorpce

Čas vertikální absorpce je určen změřením času potřebného k tomu, aby obarvená testovací tekutina (např. syntetická moč) z rezervoáru vystoupala vertikálně testovaným proužkem pěny o určené velikosti do vzdálenosti 15 cm. Postup vertikální absorpce je podrobněji popsán v kapitole Způsobů testování U.S. 5 387 207 (jenž je zde zahrnuta odkazem), ale provádí se při 31°C místo při 37°C. Vertikální absorpční kapacita látky pro danou výšku se měří pomocí Testu vertikální absorpční kapacity také popsaného v kapitole Způsobů testování U.S. 5 387 207 s tou výjimkou, že test se provádí při 31°C místo při 37°C. Promývání a následovné sušení se ve zmíněném patentu neprovádí. Hodnota vertikální absorpční kapacity se odečítá tehdy, když dojde při výšce 15 cm k dosažení rovnovážného stavu.

B. Kapilární absorpční tlak

Izotermická křivka kapilární absorpce je vytvořena pomocí Testu vertikální absorpční kapacity popsaného v kapitole Způsobů testování U.S. 5 387 207 (Dyer et al.) vydaném 7. 2. 1995, jenž je zde zahrnut odkazem, s výjimkou toho, že testovaná tekutina byla udržována při 31°C místo při 37°C. Křivka je grafem absorpční kapacity každého úseku jako funkce výšky absorpce, kde vzdálenost od vršku rezervoáru ke středu každého úseku je výška h . Kapilární absorpční tlak se odečítá jako výška látky, která má absorpční kapacitu poloviční, než je volná absorpční kapacita látky (tj. kapacita při výšce 0 cm).

C. Kapilární desorpční tlak

Kapilární desorpční tlak je mírou schopnosti látky zadržet tekutinu jako funkce různých hydrostatických výšek. Vzorový pásek vhodných rozměrů, např. 40 cm dlouhý x 2,5 cm široký x 0,2 cm silný a testovaná tekutina (destilovaná voda, eventuálně obsahující malé množství barviva jako indikátor) dosáhnou rovnovážného stavu při pokojové teplotě $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Měření se provádí při této teplotě.

Testovaný pásek je nasycen ve vodě, potom je umístěn vertikálně tak, že dolní konec je ponořen 1-2 mm do rezervoáru vody. Voda může volně odtékat ze vzorku dokud se nevytvoří rovnovážný stav, obvykle 16-24 hodin. Během tohoto testu by měl být vzorek i rezervoár zakryty, např. pomocí skleněného válce a hliníkové fólie, aby se zamezilo ztrátám vody odpařováním. Potom se vzorek rychle odejme a umístí na neabsorpční povrch, kde je rozřezán na 2,5 cm úseky a po odstranění části vzorku, která byla ponořena v

rezervoáru. Každý úsek je zvážen, promyt vodou, usušen a potom znovu zvážen. Absorpční kapacita se vypočítá pro každý úsek.

Izotermická křivka kapilární desorpce se vytvoří zakreslením absorpční kapacity každého úseku jako funkce výšky. Křivka je grafické znázornění absorpční kapacity každého úseku jako funkce výšky desorbované tekutiny, která odpovídá vzdálenosti od vršku rezervoáru vody do středu každého úseku označované jako h . Kapilární desorpční tlak je výška látky o absorpční kapacitě, která odpovídá polovině volné absorpční kapacity pěny.

D. Volná absorpční kapacita (VAK)

Volná absorpční kapacita může být určena změřením množství syntetické moči absorbované testovaným vzorkem, který byl nasycen syntetickou močí. Vzorky pěny a syntetická moč Jayco jsou ponechány při teplotě 31°C. Měření se provádí při teplotě okolního vzduchu.

Pásek testovaného vzorku je nasycen na svou volnou absorpční kapacitu ponořením do nádoby se syntetickou močí Jayco. Po 3 minutách je z nasyceného, roztaženého pásku vyseknut pomocí ostrého kruhového razidla válec o povrchu kruhu 6,5 cm². Válcovitý vzorek je ponořen do syntetické moči při 31°C na další 3 minuty. Potom se vzorek vyjme ze syntetické moči a je umístěn na digitální váhu. Může být použita jakákoliv váha, která má važnou miskou větší než je vzorek a jejíž rozlišení je nejméně 1 miligram. Příklady takových vah jsou Mettler PM 480 a Mettler PC 440 (Mettler Instrument Corp; Hightstown NJ).

Vlhký vzorek je po určení jeho hmotnosti (W_w) uložen na 4 papírové utěrky mezi 2 jemné sítky z umělé hmoty. Vzorek je třikrát stlačen tím, že se po vrchní síťce přejede válečkem z umělé

hmoty. Vzorek se potom vezme, ponoří do destilované vody asi na 2 minuty a je opět stlačen mezi síťkami. Dále se umístí mezi 8 vrstev papírových utěrek (4 na každé straně) a je stlačen silou 9 070 kg (20 000 lbs) v lisu Carver Laboratory. Následovně je vzorek vyjmut z papírových utěrek, sušen v troubě při 82°C 20 minut a je zjištěna jeho suchá hmotnost (W_d).

Volná absorpční kapacita (VAK) je vlhká hmotnost (W_w) bez suché hmotnosti (W_d) dělené suchou hmotností (W_d), tj. $VAK = [(W_w - W_d)/W_d]$. Dalším vhodným způsobem pro získání této hodnoty je změření vertikální absorpční kapacity při 0 cm popsané výše.

E. Tlak kapilárního kolapsu

Tlak kapilárního kolapsu (TKK) je výška (např. v cm), při které se vertikálně zavěšený vzorek testované látky zmenší v důsledku kapilárního tlaku ve svých původních rozměrech o 50 %. Tu můžeme změřit pomocí způsobu $VeAK$ popsané výše. TKK může být také určen jako bod, v kterém má pěna 50 % své kapacity při testu VKA. Tyto techniky jsou zaměnitelné. Další možností jak určit TKK je změřit tlakové napětí, jenž je popsáno níže. Tlakové napětí (TN) je závislé na TKK dle následující empirické rovnice: $TKK = 28.2 \times TN + 1.5$, kde TN vychází v jednotkách libra na palec čtvereční. Takže například pěna, která má $TN = 1.1$ psi bude mít výsledný TKK 32,5 cm, což odpovídá naměřené hodnotě. Jiné postupy mohou být vhodnější a stále vyhovující pro měření tohoto parametru u látek navrhovaného vynálezu.

F. Tlakové napětí

Tlakové napětí se měří na kouscích pěny vyražených do tvaru válce o průměru 25 mm a síle 3-7 mm. Tlakové napětí je určeno v námahovém testu provedeném na Rheometrics RSA-II Dynamic Mechanical Analyzer. Experiment se provádí při 31°C (testovaný vzorek je ponechán při této teplotě nejméně 5 minut) a vzorek se stlačuje s konstantní úrovní napětí 0,1 %/sekundu po dobu 600 sekund a roztahuje také 600 sekund. Zařízení zaznamenává a zobrazuje napětí aplikované na vzorek a jeho výsledek. Tlakové napětí se vypočítá z přímky proložené počáteční lineární elastickou částí zátěžové křivky protínající přímku proloženou střední plató oblastí zátěžové křivky. Napětí průniku přímek je tlakové napětí vzorku.

Příklady provedení vynálezu

Tyto příklady demonstrují specifickou přípravu stlačených pěn HIPE dle navrhovaného vynálezu. Fyzikální vlastnosti připravených pěn jsou uvedeny v tabulce 1. Dále následuje grafické znázornění absorpčních a desorpčních křivek těchto pěn na obrázcích 5a a 5b. (Tyto křivky jsou normalizovány vydělením kapilárních absorpčních a desorpčních tlaků pěn při dané výšce volnou absorpční kapacitou pěn (tj. kapacita při 0 cm)). Jak je patrné z údajů v tabulce 1 a grafů na obrázcích 5a a 5b, každá z distribučních látek navrhovaného vynálezu má poměr VKD:VKA do 1,8, což dokazuje překvapivé snížení hysterézy u distribučních látek navrhovaného vynálezu.

A) Obecná příprava pěn HIPE

Pěny HIPE se připravují tak, jak je obecně popsáno v kapitole příkladů U.S. 5 563 179. Tento postup obvykle zahrnuje důkladné

smíchání vodní fáze obsahující zvolené soli s olejovou fází obsahující zvolené monomery a emulgátory. Vodní fáze zpravidla obsahuje iniciátor, jako např. persulfát draselný a anorganické soli, jako např. chlorid vápenatý. Olejová fáze obsahuje směs monomerů, jako např. divinylbenzen (obsahující příměs ethylstyrenu) a 1,6-hexandioldiakrylát. Dále mohou být do obou fází přidány pomocné složky, jako např. antioxidanty, zakalující činidla, pigmenty, barviva, plnidla a další obvykle nereaktivní chemické látky.

Olejová fáze a vodní fáze (ohřáté na teplotu od 30°C do 90°C) jsou samostatně nality do dynamického míchacího přístroje. Důkladného promíchání obou složek v dynamickém míchacím přístroji je dosaženo pomocí oběžného hřídelíku. Poměr vodní a olejové fáze, označovaný jako „poměr vody k oleji“ nebo V:O, je použit při zjišťování hustoty vzniklé pěny. Přesný popis přístroje a postupů pro vytvoření pěn HIPE je podrobněji uveden v kapitole příkladů U.S. 5 563 179.

Po nastavení přístroje se začne v dynamickém míchadle otáčet hřídelík o stanoveném RPM. Průtok vodní fáze se potom rovnoměrně zvyšuje během 30 s až na úroveň 44,1 cm³/s a průtok olejové fáze se snižuje během 1 min až na úroveň 1,25 g/s. Protitlak vytvořený dynamickým a statickým míchadlem se pohybuje od asi 21 kPa do asi 55 kPa. Rychlost hřídelíku je potom upravena během 120 s na požadované RPM. Systémový protitlak na tuto úpravu zareaguje a dále již zůstává neměnný.

B) Polymerace/vulkanizace HIPE

HIPE ze statického míchadla je sbírána do válcovité nádoby z polypropylenu o průměru 430 mm a výšce 750 mm s koncentrickou spojovací částí vyrobenou z umělé hmoty Celcon.

Spojovací část má průměr základny 127 mm a průměr horní části 12 mm a je 171 mm vysoká. Nádoby obsahující HIPE jsou uloženy při teplotě 65°C asi 18 hodin, aby došlo k vulkanizaci a vytvoření polymerové pěny HIPE.

C) Promytí a odvodnění pěny

Vulkanizovaná pěna HIPE je vyjmuta z nádob. Pěna ještě obsahuje zbytkovou vodní fázi (obsahující rozpuštěné emulgátory, elektrolyty, zbytky iniciátorů a iniciátor). Pěna je potom rozkrájena ostrou čepelí na vrstvy o požadované tloušťce. Tyto vrstvy jsou dále lisovány sadou 2 porézních vakuových lisovacích válečků, které postupně snižují obsah zbytkové vodní fáze pěny až na dvojnásobek (2x) hmotnosti polymerovaných monomerů. Potom jsou vrstvy znovu nasyceny při 60°C 4 % CaCl_2 a stlačovány sadou 3 porézních vakuových lisovacích válečků až do asi dvojnásobného obsahu vodní fáze. Obsah CaCl_2 v pěně je mezi 2 a 10 %.

Potom se pěna HIPE suší na vzduchu asi 16 h nebo se suší plynule tepelně. Takové sušení sníží obsah vlhkosti na 4-20 % hmotnosti polymerované látky.

Příklad 1

Příprava distribuční pěny z HIPE

A) Příprava HIPE

Bezvodý chlorid vápenatý (36,32 kg) a persulfát draselný (189 g) jsou rozpuštěny v 378 litrech vody. To umožní, aby byla vodní fáze používána plynule při přípravě emulze HIPE.

Ke směsi monomerů obsahující destilovaný divinylbenzen (39 % divinylbenzenu a 61 % ethylstyrenu) (2640 g), 2-ethylhexylakrylát (4720 g) a hexandioldiakrylát (640 g) se přidává diglycerolmonooleátový emulgátor (480 g), ditallowdimethylamonium-methylsulfát (80 g) a Tinuvin 765 (20 g). Diglycerolmonooleátový emulgátor (Grindsted Products; Brabrand, Denmark) obsahující asi 81 % diglycerolmonooleátu, 1 % dalších monoesterů diglycerolu, 3 % polyolů a 15 % dalších esterů polyglycerolu uděluje minimální hodnotu napětí na rozhraní olej/voda asi 2,7 dynu/cm a jeho kritická agregační koncentrace olej/voda je asi 2,8 hmotnostního procenta. Po promíchání se tato směs látek nechá přes noc usadit. Nevytvoří se žádné viditelné zbytky, celá směs se odebere a použije jako olejová fáze při plynulém postupu vytváření emulze HIPE.

Olejová fáze (25°C) a vodní fáze (53°C -55°C) jsou vloženy do dynamického míchacího přístroje. Důkladného promíchání obou fází v dynamickém míchacím přístroji je dosaženo pomocí otočné hřídelky. Otočná hřídelka je tvořena válcovitým vřetenem o délce 365 mm a průměru 29 mm. Hřídel má 6 řad kolíků, 3 řady s 33 kolíky a 3 řady s 34 kolíky, všechny tři kolíky na stejné úrovni jsou navzájem pootočený o 120° a každá další úroveň je pootočená o 60° s mezerou mezi úrovněmi 0,03 mm. Každý kolík o průměru 5 mm vybíhá zevně od centrální osy hřídele do vzdálenosti 23 mm. Otáčivá hřídel je upevněna ve válcovité objímce, která vytváří dynamický míchací přístroj a odstup kolíků od stěn cylindrické objímky je asi 1,5 mm.

Malá část tekutiny vytékající z dynamického míchacího přístroje se vrací do oběhu a vstupuje do recirkulační zóny, tak jak je zobrazeno na obrázku v projednávaném U.S. Patent Application Serial No. 08/716,510 (T. A. DesMarais) podaném 17. 9. 1996 (zde zahrnut odkazem). Pumpa Waukesha v recirkulační zóně vrací

malou část do vstupního bodu proudů olejové a vodní fáze dynamické míchací zóny.

Spirální statický míchač je umístěn za dynamickým míchacím přístrojem tak, aby vytvářel protitlak v dynamickém míchacím přístroji a zlepšoval začleňování složek do HIPE. Statický míchač (TAH Industries Model 100-812) má 12 částí s vnějším průměrem 25 mm. K statickému míchači je upevněna hadice, která usnadňuje přenos emulze do zařízení určeného pro vulkanizaci. Eventuelně může být použit doplňkový statický míchač, který zvýší protitlak a zajistí plnění hadice. Vhodným statickým míchačem může být míchač s trubicí o průměru 25 mm a 12 částmi (McMaster-Carr Model 3529K53).

Spojené míchací a recirkulační zařízení je naplněno olejovou a vodní fází v poměru 4 díly vody k 1 dílu oleje. Dynamický míchací přístroj je během plnění zcela od vzdušněn. Průtoky během plnění jsou 7,57 g/s olejové fáze a 30,3 cm³/s vodní fáze.

Potom, co je přístroj naplněn, dochází k promíchávání v dynamickém míchači s rychlostí otáčení hřídele 850 RPM a k recirkulaci s počáteční rychlostí asi 30 cm³/s. Průtok vodní fáze se dále plynule zvyšuje během 1 minuty až na úroveň 151,3 cm³/s a průtok olejové fáze se snižuje během 3 minut až na úroveň 2,52 g/s. Úroveň recirkulace se během této doby plynule zvyšuje až na 150 cm³/s. Protitlak vytvořený dynamickou zónou a statickými míchači je asi 33,8 kPa, což odpovídá celkovému úbytku tlaku v systému. Rychlost pumpy Waukesha se potom plynule snižuje až k recirkulační úrovni 75 cm³/s.

B) Polymerace HIPE

HIPE vytékající ze statického míchače se sbírá do kruhových polyethylenových nádob o průměru 1020 mm a výšce 318 mm s odnímatelnými bočnicemi, které jsou podobné formám pro pečení dortů. Trubicovitá spojovací část s průměrem základny asi 318 mm je pevně připojena ke středu základny a její výška je 318 mm. Nádoby obsahující HIPE se uchovávají při teplotě 65°C asi 18 hodin tak, aby proběhla polymerace a došlo k vytvoření pěny.

C) Promytí a odvodnění pěny

Vulkanizovaná pěna HIPE se vyjme z vulkanizačních nádob. Zbytková vodní fáze pěny (obsahující rozpuštěné emulgátory, elektrolyty, zbytky iniciátorů a iniciátor) je asi 55-65ti násobkem (55-65x) hmotnosti polymerovaných monomerů. Pěna je rozřezána ostrým nožem na plátky, které jsou silné 5,1 mm. Tyto plátky jsou dále lisovány sadou 2 porézních vakuových válců, které postupně snižují obsah zbytkové vodní fáze pěny až na trojnásobek (3x) hmotnosti polymerované látky. Následně jsou plátky znovu nasyceny 4 % roztokem CaCl_2 při teplotě 60°C a lisovány sadou 3 porézních vakuových válců, až je obsah vodní fáze jeden a půl až dvojnásobkem (1,5-2x) hmotnosti. Obsah CaCl_2 v pění je mezi 6 % a 10 %.

Pěna zůstává stlačena po konečném lisování na tloušťku 0,69 mm. Pěna je potom sušena na vzduchu asi 16 hodin. Takové sušení sníží obsah vlhkosti na 9-17 % hmotnosti polymerované látky. V této fázi jsou plátky pěny značně zřasené.

Příklad 2

Příprava distribuční pěny z HIPE

A) Příprava HIPE

Bezvodý chlorid vápenatý (36,32 kg) a persulfát draselný (189 g) jsou rozpuštěny v 378 litrech vody. To umožní, aby byla vodní fáze používána plynule při přípravě emulze HIPE.

Ke směsi monomerů obsahující destilovaný divinylbenzen (42,4 % divinylbenzenu a 57,6 % ethylstyrenu) (2640 g), 2-ethylhexylakrylát (4400 g) a hexandioldiakrylát (960 g) se přidává diglycerolmonooleátový emulgátor (640 g), ditallowdimethylamoniummethylsulfát (80 g) a Tinuvin 765 (20 g). Diglycerolmonooleátový emulgátor (Grindsted Products; Brabrand, Denmark), který obsahuje asi 81 % diglycerolmonooleátu, 1 % dalších monoesterů diglycerolu, 3 % polyolů a 15 % dalších esterů polyglycerolu, uděluje minimální hodnotu napětí na rozhraní olej/voda asi 2,7 dynu/cm a jeho kritická agregační koncentrace olej/voda je asi 2,8 hmotnostního procenta. Po promíchání se tato směs látek nechá přes noc usadit. Nevytvoří se žádné viditelné zbytky, celá směs se odebere a použije jako olejová fáze při plynulém postupu vytváření emulze HIPE.

Olejová fáze (25°C) a vodní fáze (75°C – 77°C) jsou vloženy do dynamického míchacího přístroje. Důkladného promíchání obou fází v dynamickém míchacím přístroji je dosaženo pomocí otočné hřídelky. Otočná hřídelka je tvořena válcovitým vřetenem o délce 365 mm a průměru 29 mm. Hřídel má 6 řad kolíků, 3 řady s 33 kolíky a 3 řady s 34 kolíky, všechny tři kolíky na stejné úrovni jsou navzájem pootočený o 120° a každá další úroveň je pootočená o 60° s mezerou mezi úrovněmi 0,03 mm. Každý kolík o průměru 5 mm vybíhá zevně od centrální osy hřídele do vzdálenosti 23 mm. Otáčivá hřídel je upevněna ve válcovité objímce, která vytváří

dynamický míchací přístroj a odstup kolíků od stěn cylindrické objímky je asi 1,5 mm.

Malá část tekutiny vytékající z dynamického míchacího přístroje se vrací do oběhu a vstupuje do recirkulační zóny, tak jak je zobrazeno na obrázku v projednávaném U.S. Patent Application Serial No. 08/716,510 (T. A. DesMarais) podaném 17. 9. 1996 (zde zahrnut odkazem). Pumpa Waukesha v recirkulační zóně vrací malou část do vstupního bodu proudů olejové a vodní fáze dynamické míchací zóny.

Spirální statický míchač je umístěn za dynamickým míchacím přístrojem tak, aby vytvářel protitlak v dynamickém míchacím přístroji a zlepšoval začleňování složek do HIPE. Statický míchač (TAH Industries Model 101-212) má obvykle 12 částí s vnějším průměrem 38 mm, ale 178 mm bylo odstraněno tak, aby mohl být připojen k zařízení. K statickému míchači je upevněna hadice, která usnadňuje přenos emulze do zařízení určeného pro vulkanizaci. Eventuelně může být použit doplňkový statický míchač, který zvýší protitlak a zajistí plnění hadice. Doplňkovým statickým míchačem může být tento uvedený bez dalších úprav.

Spojené míchací a recirkulační zařízení je naplněno olejovou a vodní fází v poměru 4 díly vody k 1 dílu oleje. Dynamický míchací přístroj je během plnění zcela od vzdušněn. Průtoky během plnění jsou 7,57 g/s olejové fáze a 30,3 cm³/s vodní fáze.

Potom, co je přístroj naplněn, dochází k promíchávání v dynamickém míchači s rychlostí otáčení hřídele 800 RPM a k recirkulaci s počáteční rychlostí asi 30 cm³/s. Průtok vodní fáze se dále plynule zvyšuje během 1 minuty až na úroveň 151,3 cm³/s a průtok olejové fáze se snižuje během 3 minut až na úroveň 2,52 g/s. Úroveň recirkulace se během této doby plynule zvyšuje až na 150

cm³/s. Protitlak vytvořený dynamickou zónou a statickými míchači je asi 29 kPa, což odpovídá celkovému úbytku tlaku v systému.

B) Polymerace HIPE

HIPE vytékající ze statického míchače se sbírá do kruhových polyethylenových nádob o průměru 1020 mm a výšce 318 mm s odnímatelnými bočnicemi, které jsou podobné formám pro pečení dortů. Trubicovitá spojovací část s průměrem základny asi 318 mm je pevně připojena ke středu základny a její výška je 318 mm. Nádoby obsahující HIPE se uchovávají při teplotě 65°C asi 18 hodin tak, aby proběhla polymerace a došlo k vytvoření pěny.

C) Promytí a odvodnění pěny

Vulkanizovaná pěna HIPE se vyjme z vulkanizačních nádob. Zbytková vodní fáze pěny (obsahující rozpuštěné emulgátory, elektrolyty, zbytky iniciátorů a iniciátor) je asi 58-62 násobkem (58-62x) hmotnosti polymerovaných monomerů. Pěna je rozřezána ostrým nožem na plátky, které jsou silné 5,1 mm. Tyto plátky jsou dále lisovány sadou 2 porézních vakuových válců, které postupně snižují obsah zbytkové vodní fáze pěny až na šestinásobek (6x) hmotnosti polymerované látky. Následně jsou plátky znovu nasyceny 1,5 % roztokem CaCl₂ při teplotě 60°C a lisovány sadou 3 porézních vakuových válců až je obsah vodní fáze dvojnásobkem (2x). Obsah CaCl₂ v pění je mezi 3 % a 6 %.

Pěna zůstává stlačena po konečném lisování na tloušťku 0,71 mm. Pěna je potom sušena na vzduchu asi 16 hodin. Takové sušení sníží obsah vlhkosti na 9-17 % hmotnosti polymerované látky. V této fázi jsou plátky pěny značně zřasené.

Příklad 3

Příprava distribuční pěny z HIPE

A) Příprava HIPE

Bezvodý chlorid vápenatý (36,32 kg) a persulfát draselný (189 g) jsou rozpuštěny v 378 litrech vody. To umožní, aby byla vodní fáze používána plynule při přípravě emulze HIPE.

Ke směsi monomerů obsahující destilovaný divinylbenzen (42,4 % divinylbenzenu a 57,6 % ethylstyrenu) (2640 g), 2-ethylhexylakrylát (4400 g) a hexandioldiakrylát (960 g) se přidává diglycerolmonooleátový emulgátor (640 g), ditallowdimethylamoniummethysulfát (80 g) a Tinuvin 765 (40 g). Diglycerolmonooleátový emulgátor (Grindsted Products; Brabrand, Denmark), který obsahuje asi 81 % diglycerolmonooleátu, 1 % dalších monoesterů diglycerolu, 3 % polyolů a 15 % dalších esterů polyglycerolu, uděluje minimální hodnotu napětí na rozhraní olej/voda asi 2,7 dynu/cm a jeho kritická agregační koncentrace olej/voda je asi 2,8 hmotnostního procenta. Po promíchání se tato směs látek nechá přes noc usadit. Nevytvoří se žádné viditelné zbytky, celá směs se odebere a použije jako olejová fáze při plynulém postupu vytváření emulze HIPE.

Olejová fáze (25°C) a vodní fáze (75°C – 77°C) jsou vloženy do dynamického míchacího přístroje. Důkladného promíchání obou fází v dynamickém míchacím přístroji je dosaženo pomocí otočné hřídelky. Otočná hřídelka je tvořena válcovitým vřetenem o délce 216 mm a průměru 19 mm. Hřídel má 6 řad kolíků, na jedné úrovni jsou 3 řady s 21 kolíky a na druhé také 3 řady s 21 kolíky, všechny tři kolíky na stejné úrovni jsou navzájem pootočený o 120° a každá

další úroveň je pootočena o 60° s mezerou mezi úrovněmi 0,03 mm. Každý kolík o průměru 5 mm vybíhá zevně od centrální osy hřídele do vzdálenosti 14 mm. Otáčivá hřídel je upevněna ve válcovité objímce, která vytváří dynamický míchací přístroj a odstup kolíků od stěn cylindrické objímky je asi 3 mm.

Malá část tekutiny vytékající z dynamického míchacího přístroje se vrací do oběhu a vstupuje do recirkulační zóny, tak jak je zobrazeno na obrázku v projednávaném U.S. Patent Application Serial No. 08/716,510 (T. A. DesMarais) podaném 17. 9. 1996 (zde zahrnut odkazem). Pumpa Waukesha v recirkulační zóně vrací malou část do vstupního bodu proudů olejové a vodní fáze dynamické míchací zóny.

Spirální statický míchač je umístěn za dynamickým míchacím přístrojem tak, aby vytvářel protitlak v dynamickém míchacím přístroji a zlepšoval začleňování složek do HIPE. Statický míchač ((TAH Industries Model 070-821) modifikovaný odříznutím 61 mm jeho původní délky) je 356 mm dlouhý a má vnější průměr 13 mm.

Spojené míchací a recirkulační zařízení je naplněno olejovou a vodní fází v poměru 4 díly vody k 1 dílu oleje. Dynamický míchací přístroj je během plnění zcela odvzdušněn. Průtoky během plnění jsou 1,89 g/s olejové fáze a 7,56 cm³/s vodní fáze.

Potom, co je přístroj naplněn, dochází k promíchávání v dynamickém míchači s rychlostí otáčení hřídele 1000 RPM a k recirkulaci s počáteční rychlostí asi 8 cm³/s. Průtok vodní fáze se dále plynule zvyšuje během 1 minuty až na úroveň 45,4 cm³/s a průtok olejové fáze se snižuje během 3 minut až na úroveň 0,6 g/s. Úroveň recirkulace se během této doby plynule zvyšuje až na 45 cm³/s. Protitlak vytvořený dynamickou zónou a statickými míchači je asi 20 kPa, což odpovídá celkovému úbytku tlaku v systému.

B) Polymerace HIPE

HIPE vytékající ze statického míchače se sbírá do kruhových polyethylenových nádob o průměru 430 mm a výšce 100 mm s koncentrickou spojovací částí vyrobenou z umělé hmoty Celcon®. Spojovací část má průměr základny 127 mm, průměr její horní části je 120 mm a její výška je 171 mm. Nádoby obsahující HIPE se uchovávají při teplotě 65°C asi 18 hodin tak, aby proběhla polymerace a došlo k vytvoření pěny.

C) Promytí a odvodnění pěny

Vulkanizovaná pěna HIPE se vyjme z vulkanizačních nádob. Zbytková vodní fáze pěny (obsahující rozpuštěné emulgátory, elektrolyty, zbytky iniciátorů a iniciátor) je asi 70-80ti násobkem (70-80x) hmotnosti polymerovaných monomerů. Pěna je rozřezána ostrým nožem na plátky, které jsou silné 4,7 mm. Tyto plátky jsou dále lisovány sadou 2 porézních vakuových válců, které postupně snižují obsah zbytkové vodní fáze pěny až na trojnásobek (3x) hmotnosti polymerované látky. Následně jsou plátky znovu nasyceny 1,5 % roztokem CaCl_2 při teplotě 60°C a lisovány sadou 3 porézních vakuových válců až je obsah vodní fáze dvojnásobkem (2x) hmotnosti. Obsah CaCl_2 v pění je mezi 3 % a 5 %.

Pěna zůstává stlačena po konečném lisování na tloušťku 0,79 mm. Pěna je potom sušena na vzduchu asi 16 hodin. Takové sušení sníží obsah vlhkosti na 9-17 % hmotnosti polymerované látky. V této fázi jsou plátky pěny značně zřasené.

Příklady 4 a 5

Příprava distribučních pěn z HIPE

A) Příprava HIPE

Bezvodý chlorid vápenatý (22,73 kg) a persulfát draselný (284 g) jsou rozpuštěny v 567 litrech vody. To umožní, aby byla vodní fáze používána plynule při přípravě emulze HIPE.

Ke směsi monomerů obsahující destilovaný divinylbenzen (42,5 % divinylbenzenu a 57,5 % ethylstyrenu) (2464 g), 2-ethylhexylakrylát (5056 g) a hexandioldiakrylát (640 g) se přidává diglycerolmonooleátový emulgátor (480 g), ditallowdimethylamoniummethýlsulfát (80 g) a Tinuvin 765 (20 g). Diglycerolmonooleátový emulgátor (Grindsted Products; Brabrand, Denmark), který obsahuje asi 81 % diglycerolmonooleátu, 1 % dalších monoesterů diglycerolu, 3 % polyolů a 15 % dalších esterů polyglycerolu, uděluje minimální hodnotu napětí na rozhraní olej/voda asi 2,7 dynu/cm a jeho kritická agregační koncentrace olej/voda je asi 2,8 hmotnostního procenta. Po promíchání se tato směs látek nechá přes noc usadit. Nevytvoří se žádné viditelné zbytky, celá směs se odebere a použije jako olejová fáze při plynulém postupu vytváření emulze HIPE.

Olejová fáze (25°C) a vodní fáze (53°C -55°C) jsou vloženy do dynamického míchacího přístroje. Důkladného promíchání obou fází v dynamickém míchacím přístroji je dosaženo pomocí otočné hřídelky. Otočná hřídelka je tvořena válcovitým vřetenem o délce 365 mm a průměru 29 mm. Hřídel má 6 řad kolíků, 3 řady s 33 kolíky a 3 řady s 34 kolíky, všechny tři kolíky na stejné úrovni jsou navzájem pootočený o 120° a každá další úroveň je pootočena o 60° s mezerou mezi úrovněmi 0,03 mm. Každý kolík o průměru 5 mm vybíhá zevně od centrální osy hřídele do vzdálenosti 23 mm. Otáčivá hřídel je upevněna ve válcovité objímce, která vytváří

dynamický míchací přístroj a odstup kolíků od stěn cylindrické objímky je asi 1,5 mm.

Malá část tekutiny vytékající z dynamického míchacího přístroje se vrací do oběhu a vstupuje do recirkulační zóny, tak jak je zobrazeno na obrázku v projednávaném U.S. Patent Application Serial No. 08/716,510 (T. A. DesMarais) podaném 17. 9. 1996 (zde zahrnut odkazem). Pumpa Waukesha v recirkulační zóně vrací malou část do vstupního bodu proudů olejové a vodní fáze dynamické míchací zóny.

Spirální statický míchač je umístěn za dynamickým míchacím přístrojem tak, aby vytvářel protitlak v dynamickém míchacím přístroji a zlepšoval začleňování složek do HIPE. Statický míchač (TAH Industries Model 100-812) má 12 částí s vnějším průměrem 25 mm. K statickému míchači je upevněna hadice, která usnadňuje přenos emulze do zařízení určeného pro vulkanizaci. Eventuelně může být použit doplňkový statický míchač, který zvýší protitlak a zajistí plnění hadice. Doplňkovým statickým míchačem může být míchač, který má trubici o průměru 25 mm a 12 částí (McMaster-Carr Model 3529K53).

Spojené míchací a recirkulační zařízení je naplněno olejovou a vodní fází v poměru 4 díly vody k 1 dílu oleje. Dynamický míchací přístroj je během plnění zcela od vzdušněn. Průtoky během plnění jsou 7,57 g/s olejové fáze a 30,3 cm³/s vodní fáze.

Potom co je přístroj naplněn, dochází k promíchávání v dynamickém míchači s rychlostí otáčení hřídele 500 RPM (pro pění z příkladu 4) a k recirkulaci s počáteční rychlostí asi 30 cm³/s. Průtok vodní fáze se dále plynule zvyšuje během 1 minuty až na úroveň 151,3 cm³/s a průtok olejové fáze se snižuje během 3 minut až na úroveň 2,52 g/s. Úroveň recirkulace se během této doby plynule zvyšuje až na 150 cm³/s. Protitlak vytvořený dynamickou

zónou a statickými míchači je asi 27,6 kPa, což odpovídá celkovému úbytku tlaku v systému. Rychlost pumpy Waukesha se potom plynule sníží na úroveň recirkulace asi 75 cm³/s. Pěna z příkladu 5 se připravuje podobným způsobem, s tím rozdílem, že otáčení hřídele se zvýší na 600 RPM a protitlak vytvořený dynamickou zónou a statickými míchači je asi 29,7 kPa. Kroky, které následují se provádějí na HIPE z příkladů 4 a 5.

B) Polymerace HIPE

HIPE vytékající ze statického míchače se sbírá do kruhových polyethylenových nádob o průměru 1020 mm a výšce 318 mm s odnímatelnými bočnicemi, které jsou podobné formám pro pečení dortů. Trubicovitá spojovací část s průměrem základny asi 318 mm je pevně připojena ke středu základny a její výška je 318 mm. Nádoby obsahující HIPE se uchovávají při teplotě 65°C asi 18 hodin tak, aby proběhla polymerace a došlo k vytvoření pěny.

C) Promytí a odvodnění pěny

Vulkanizovaná pěna HIPE se vyjme z vulkanizačních nádob. Zbytková vodní fáze pěny (obsahující rozpuštěné emulgátory, elektrolyty, zbytky iniciátorů a iniciátor) je asi 55-65ti násobkem (55-65x) hmotnosti polymerovaných monomerů. Pěna je rozřezána ostrým nožem na plátky, které jsou silné 5,1 mm. Tyto plátky jsou dále lisovány sadou 2 porézních vakuových válců, které postupně snižují obsah zbytkové vodní fáze pěny až na trojnásobek (3x) hmotnosti polymerované látky. Následně jsou plátky znovu nasyceny 4 % roztokem CaCl₂ při teplotě 60°C a lisovány sadou 3

porézních vakuových válců až je obsah vodní fáze jeden a půl až dvojnásobkem (1,5-2x). Obsah CaCl_2 v pěně je mezi 6 % a 10 %.

Pěna zůstává stlačena po konečném lisování na tloušťku 0,69 mm. Pěna je potom sušena na vzduchu asi 16 hodin. Takové sušení sníží obsah vlhkosti na 9-17 % hmotnosti polymerované látky. V této fázi jsou plátky pěny značně zřasené.

Tabulka 1: Přehled hodnot naměřených u pěn

Pěna	VAK * (g/g)	VeAK * (g/g) při 15 cm	VKA * (cm)	VKD * (cm)	Poměr VKD: VKA	Čas absorpce (min. do 15 cm)	Tlakové napětí (kPa)
Příklad 1	58	56	34	44	1,3	15	3,0
Příklad 2	58	55	40	48	1,2	15	3,0
Příklad 3	70	64	25	27	1,1	13	1,5
Příklad 4	58	55	27	29	1,1	7	1,5
Příklad 5	58	56	27	33	1,2	8	1,5

*: VAK = volná absorpční kapacita, g tekutiny na g suché látky

VeAK = vertikální absorpční kapacita, g tekutiny na g suché látky

VKA = výška kapilární absorpce

VKD = výška kapilární desorpce

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Látka schopná distribuovat vodné tekutiny, **vyznačující se tím**, že:
 - A) poměr výšky kapilární desorpce a výšky kapilární absorpce není větší než 1,8:1;
 - B) výška kapilární desorpce není větší než 50 cm;
 - C) je schopná absorbovat syntetickou moč při 31°C do výšky 15 cm do 25 minut;
 - D) vertikální absorpční kapacita je při 15 cm nejméně 6 g/g.
2. Látka podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má hydrofilní, ohebnou strukturu polymerové pěny se spojenými komůrkami.
3. Látka podle nároků 1 a 2, **vyznačující se tím**, že má poměr výšky kapilární desorpce a výšky kapilární absorpce do 1,6:1, lépe však do 1,4:1 a nejlépe do 1,1:1.
4. Látka podle nároků 1-3, **vyznačující se tím**, že její výška kapilární desorpce je do 40 cm.
5. Látka podle nároků 1-4, **vyznačující se tím**, že její výška kapilární absorpce je do 15 cm.
6. Látka podle nároků 1-5, **vyznačující se tím**, že má schopnost absorbovat syntetickou moč při 31°C do výšky 15 cm do 20 minut, lépe však do 10 minut.
7. Látka podle nároků 1-6, **vyznačující se tím**, že má vertikální absorpční kapacitu při 15 cm nejméně 7 g/g.

8. Látka podle nároků 1-7, **vyznačující se tím**, že má volnou absorpční kapacitu nejméně 15 g/g.

9. Látka podle nároků 1-8, **vyznačující se tím**, že má tlak kapilárního kolapsu nejméně 15 cm, lépe však nejméně 20 cm.

10. Látka schopná distribuovat vodné tekutiny, **vyznačující se tím**, že má hydrofilní, ohebnou strukturu polymerové pěny se spojenými komůrkami a následující vlastnosti:

A) poměr výšky kapilární desorpce a výšky kapilární absorpce není větší než 1,5:1;

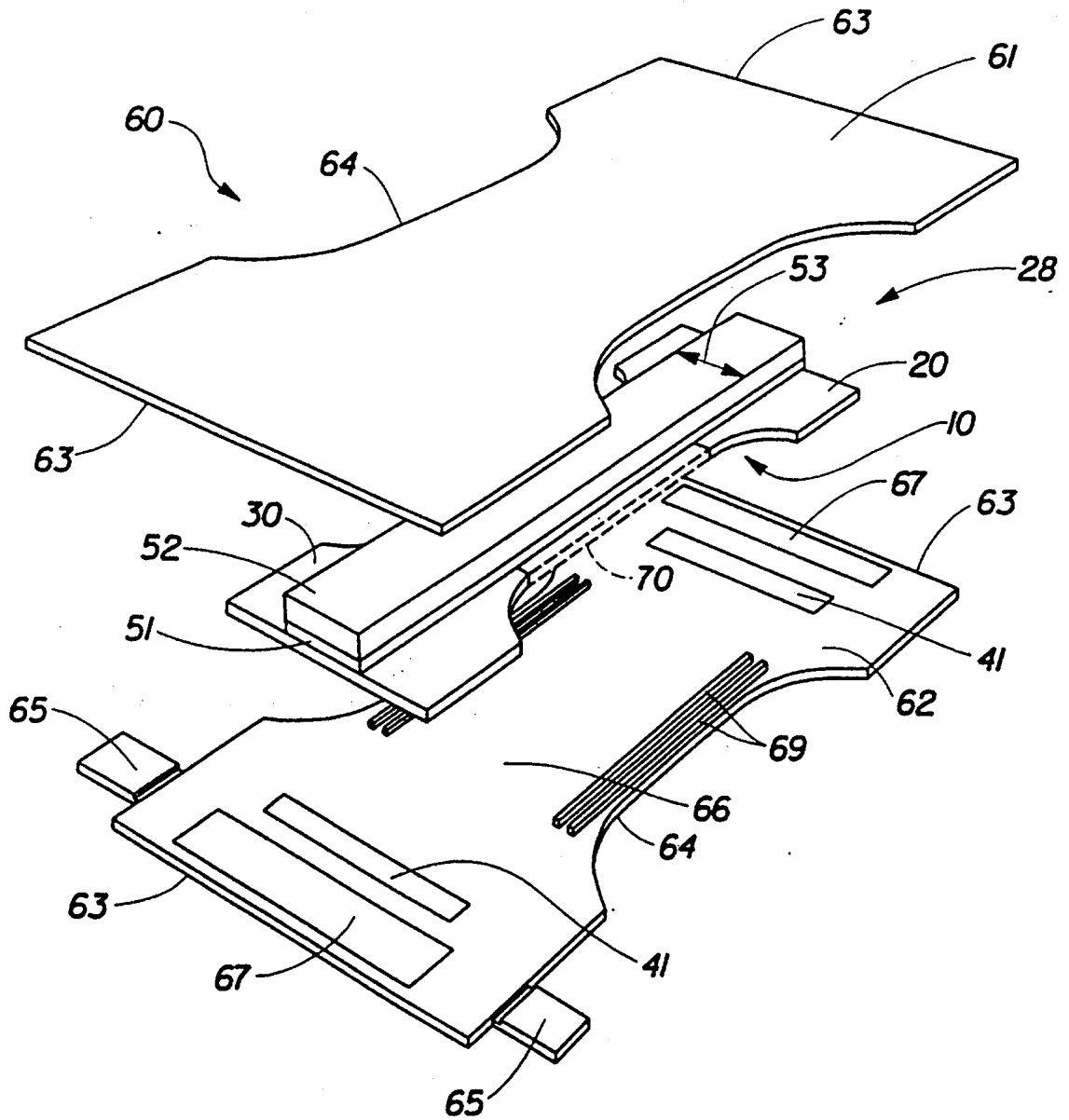
B) výška kapilární desorpce není větší než 40 cm;

C) schopnost absorbovat syntetickou moč při 31°C do výšky 15 cm do 25 minut;

D) vertikální absorpční kapacita je při 15 cm nejméně 9 g/g.

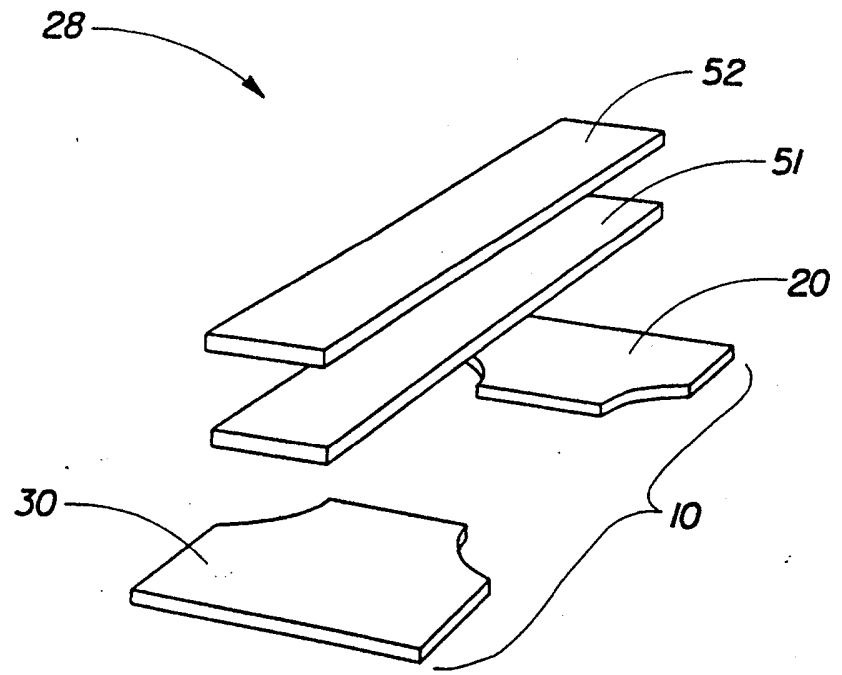
11. Absorpční prostředek složený z vrchní vrstvy, spodní vrstvy a absorpčního jádra umístěného mezi vrchní vrstvou a spodní vrstvou, **vyznačující se tím**, že absorpční jádro obsahuje distribuční látku podle nároků 1-10.

1/5

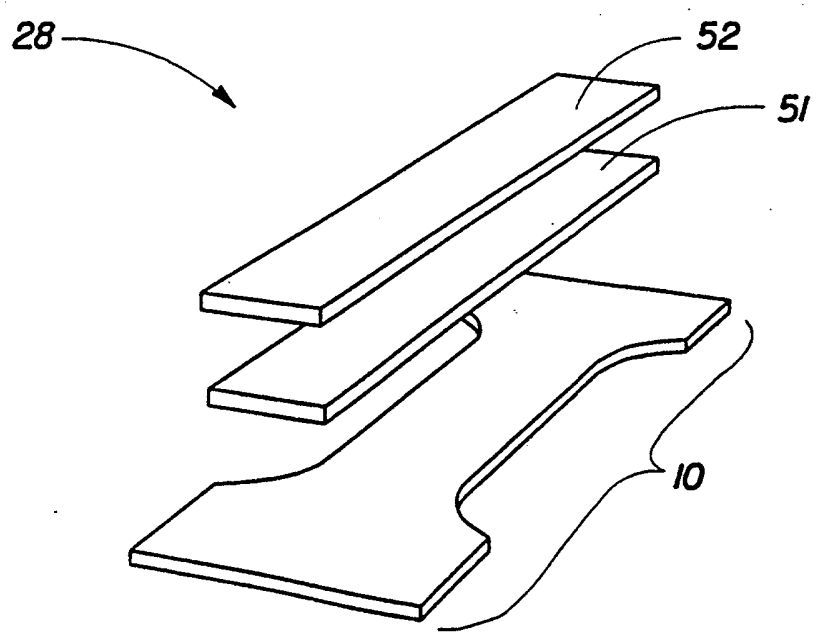


Obr. 1

2/5

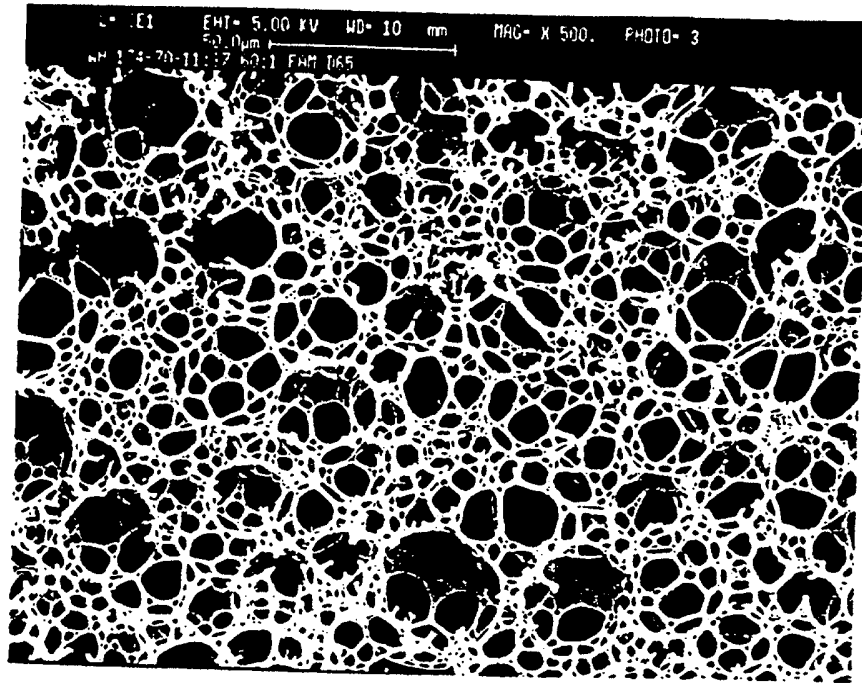


Obr. 2a

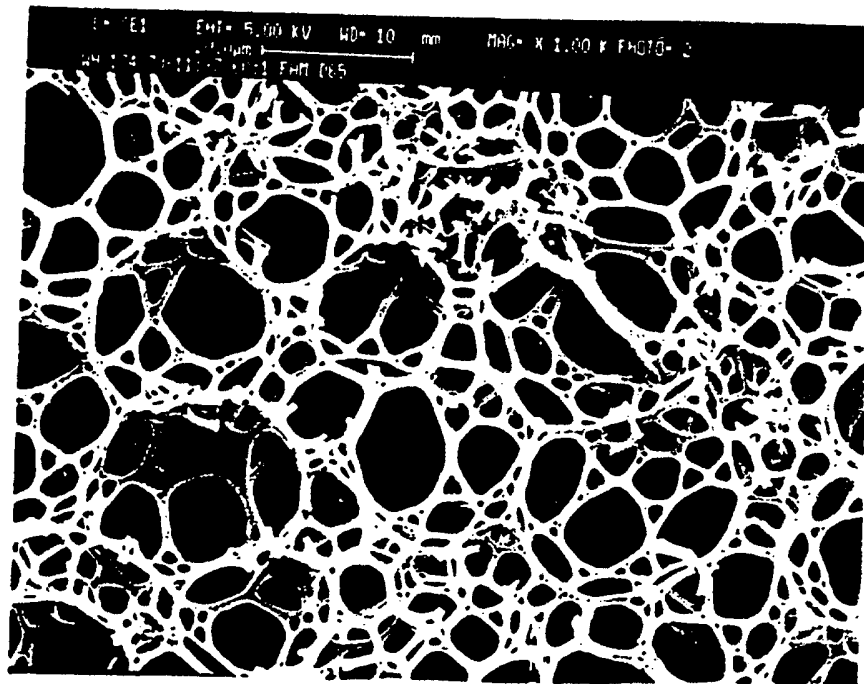


Obr. 2b

3/5

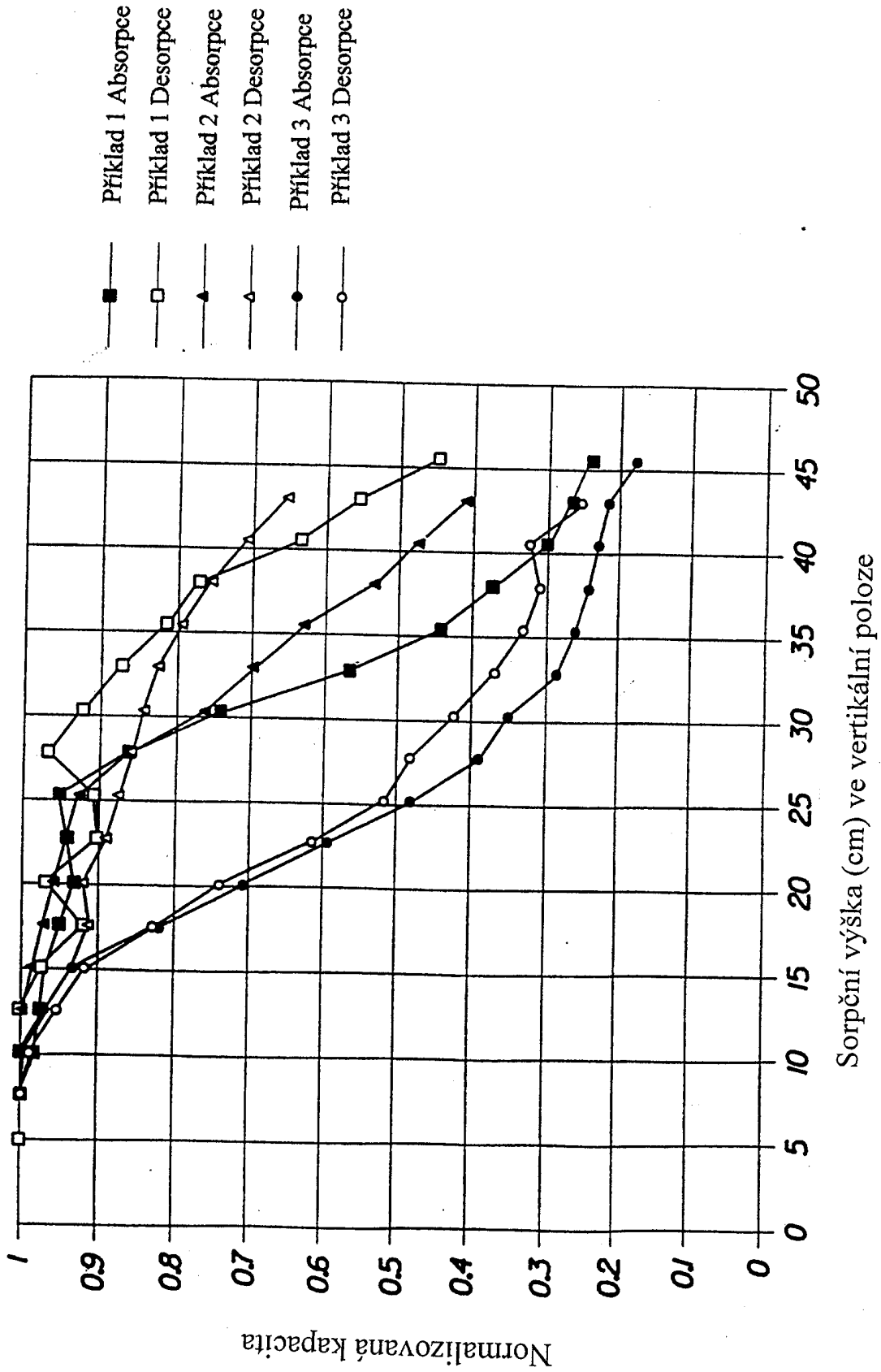


Obr. 3



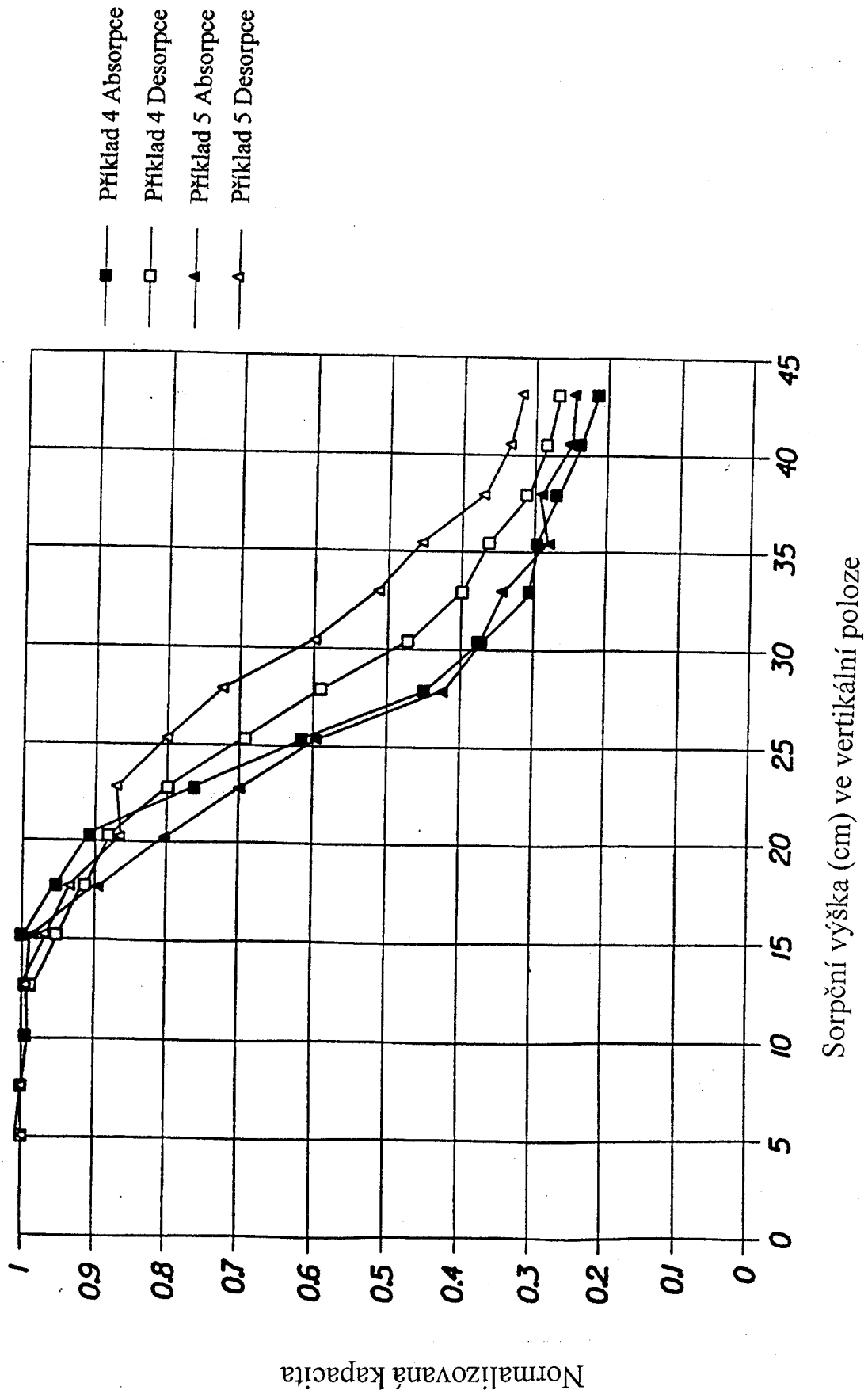
Obr. 4

4/5



Obr. 5a

5/5



Obr. 5b