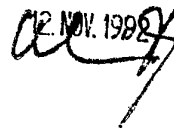


MÉTODO PARA HIDROFILIZAR MATERIAIS DE ESPUMA ABSORVENTE**CAMPO DO INVENTO**

A presente invenção está relacionada com um método para conversão de espumas poliméricas normalmente hidrofóbicas em espumas hidrofílicas. As espumas assim "hidrofilizadas" são adequadas para uso em invenções absorventes tais como fraldas, vestuário para adultos incontinentes, pensos higiênicos, ligaduras e semelhantes, que estejam especialmente adaptados para absorver vários fluidos corporais aquosos.

ENQUADRAMENTO GERAL DA INVENÇÃO

Na prática comercial conhece-se bem uma larga variedade de materiais de espuma, ou de "esponjas", vulgares, que absorvem eficazmente a humidade. Tipicamente, tais espumas são estruturas de células abertas e compreendem vários materiais celulósicos ou poliméricos. Há bastante tempo que se utilizam, por exemplo, vários poliuretanos e materiais semelhantes para preparar espumas sintéticas. Como é conhecido na técnica, os materiais de espuma funcionam mais eficientemente como absorventes de líquidos aquosos quando as suas superfícies são substancialmente hidrofílicas. Contudo, muitas espumas sintéticas são preparadas pela polimerização de monómeros orgânicos que produzem espumas poliméricas que são de natureza substancialmente hidrofóbica. Consequentemente, tem sido dada uma atenção considerável à pesquisa de meios que transformem as espumas sintéticas fazendo-as passar de hidrofóbicas a hidrofílicas.

12 NOV. 1998


1 Sabe-se, por exemplo, que alguns ti-
pos de espuma têm sido preparados usando certos monómeros
seleccionados que conferem, eles mesmo, pelo menos algum
5 grau de carácter hidrofílico à espuma polimerizada resul-
tante. Tais monómeros são, nesse caso, incorporados na es-
trutura básica da rede de espuma durante o processo de po-
limerização. Infelizmente, os substituintes hidrofílicos
presentes nos monómeros podem modificar indesejavelmente as
10 características básicas da espuma resultante. Assim, ainda
que a espuma resultante possa ter o carácter hidrofílico
desejado, ela pode perder algumas das suas outras carac-
terísticas estruturais ou qualidades de desempenho desejá-
veis. Além disso, tais monómeros hidrofílicos, especiali-
zados, podem ser caros em relação aos monómeros correntes
15 usados para preparar as espumas podendo, assim, a sua utili-
zação aumentar o custo global da espuma.

20 Noutros processos, algumas espumas
têm sido tratadas para dotar as suas estruturas poliméri-
cas de grupos substituintes aniónicos tais como porções car-
boxilato ou sulfonato. Tais substituintes aniónicos podem
ser eficazes na hidrofilização da superfície das espumas,
mas, infelizmente, a sua utilização pode originar espumas
bastante bastante rígidas e com falta de elasticidade. Tais
25 espumas não são óptimas em termos de conforto quando usadas
em contacto estreito com a pele humana, como, por exemplo,
em fraldas e artigos higiénicos.

30 Nalguns casos, as espumas sintéticas
hidrofóbicas podem-se tornar hidrofílicas através da in-
corporação de pequenas quantidades de agentes tensio-acti-
vos na matriz da espuma. Embora, isto possa tornar uma
espuma hidrofílica e bastante útil para alguns propósitos,
as espumas que contêm agentes tensio-activos nem sempre
35 são adequadas para uso prolongado em contacto com a pele,
já que o agente tensio-activo pode causar irritação à

17 NOV 1992

1 pele. Além disso, alguns agentes tensio-activos, por exem-
plo os solúveis em água, podem-se desligar da espuma e
dissolver no fluído que esteja a ser absorvido pela espuma.
5 Isto pode modificar significativamente a tensão superfi-
cial do fluído e afectar dramaticamente a força com a qual
ele é retido pela espuma.

10 O fabrico de espumas hidrofílicas destinadas a absorver fluídos em artigos higiénicos, espe-
cialmente em fraldas e pensos higiénicos descartáveis, re-
quer que as espumas tenham não apenas propriedades supe-
riores de manipulação de fluídos, mas também que sejam con-
fortáveis para o utilizador e seguras quando usadas em
15 estreita proximidade com a pele humana durante períodos
prolongados. Além disso, é importante para o desempenho de
espumas delineadas para uso em fraldas e produtos catame-
niais que as propriedades de fluidez dos fluídos corporais,
tais como urina e fluxos menstruais, não sejam substancial-
mente afectadas pelo agente de hidrofilização, tal como
20 pode acontecer quando alguns agentes tensio-activos, p.ex.,
os solúveis em água, são usados para hidrolizar espumas ab-
sorventes. De acordo com o exposto, um meio de hidrofili-
zação de espumas absorventes seguro, eficaz e económico
é substancialmente interessante para o fabricante de tais
25 produtos. A presente invenção proporciona um método de
hidrofilização de espuma e eficaz que preenche os requisi-
tos referidos anteriormente.

30 ENQUADRAMENTO TÉCNICO

35 A Patente U.S. 3 563 243, de Lind-
quist, concedida em 16 de Fevereiro de 1971, está rela-
cionada com o uso de espumas de poliuretano com substituin-
tes de oxialquileno em fraldas. Veja-se, também, o Pedido
de Patente Japonesa 02-239863, de Kao, revelado em 21 de

65.151

Case: 4454

1992

Setembro de 1990.

A Patente U.S. 4 612 334, de Jones e outros, concedida em 16 de Setembro de 1986 e a Patente U.S. 4 606 958, de Haq e outros, concedida em 19 de Agosto de 1986 estão ambas relacionadas com certas espumas que possuem grupos aniônicos substituintes carboxi e outros.

O Pedido de Patente EP/199762 da Unilever, publicado em 18 de Janeiro de 1989 refere-se ao uso do cloreto de cálcio no fabrico de espumas de elevada emulsão de fase interna.

A Patente U.S. 4 985 467, de Kelly e outros, concedida em 15 de janeiro de 1991 revela espuma de poliuretano hidrofílica compreendendo material superabsorvente. Esta patente também sita as seguintes referências relacionadas com espumas absorventes e/ou outros materiais absorventes: Patentes U.S. 4 104 435; 4 717 738; 4 725 629; 4 076 663; 4 454 268; 4 337 181; 4 133 784; 3 669 103; 4 464 428; 4 394 930; 3 900 030; 4 239 043; 4 731 391 e Japonesas 55-168104 (1982); 57-92032 (1982); também as Patentes U.S. 3 021 290; 3 171 820; 3 175 025; 4 359 558; e 4 521 544.

As Patentes U.S. 4 797 310, de Barby e outros, concedida em 10 de Janeiro de 1989; U.S. 4 788 225; de Edwards e outros, concedida em 29 de Novembro de 1988; e U.S. 4 522 953, de Barby e outros, concedida em 11 de Junho de 1985 estão todas relacionadas com materiais poliméricos porosos (espumas), contendo alguns deles agentes tensio-activos e que são presumivelmente hidrofílicos.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção proporciona um

12 NOV 1992

1 método para tornar espumas poliméricas substancialmente
hidrofóbicas adequadas à absorção de líquidos hidrofílicos.
No primeiro passo de um tal método, incorpora-se tanto um
5 certo tipo de agente tensio-activo, e uma solução formada
por um solvente, tal como água, como um certo tipo de sal
de agente de hidrofilização, num material de espuma poli-
mérica que é substancialmente hidrofóbica na ausência de
agentes de hidrofilização residuais ou adicionados. Num
10 segundo passo do método da presente invenção, este mate-
rial de espuma polimérica é seco para remover o solvente
do mesmo e para dessa forma deixar incorporada no material
de espuma uma quantidade tanto do agente tensio-activo
de hidrofilização, distribuído de forma substancialmente
15 uniforme, como do sal do agente de hidrofilização. O agen-
te tensio-activo empregue é um que seja substancialmente
insolúvel em água, suave e relativamente não irritante
para a pele. Os sais de agentes de hidrofilização especí-
ficos que são essencialmente empregues neste método são
20 sais de cálcio e magnésio, tais como cloreto de cálcio e
cloreto de magnésio, hidratados ou hidratáveis e toxico-
logicamente aceitáveis.

A presente invenção é também dirigida
aos próprios materiais de espuma polimérica hidrofilizada
25 que sejam adequados para absorção de líquidos hidrofílicos.
Tais espumas têm os sais de agentes de hidrofilização e
os agentes tensio-activos mencionados anteriormente,
incorporados nas mesmas em quantidades hidrofilizantes,
distribuídas de forma substancialmente uniforme, compreen-
30 dendo pelo menos cerca de 0,05 % em peso da espuma. Tais
espumas, além disso, não contêm mais do que cerca de 50%
em peso da espuma de água livre.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

35 A Figura 1 dos desenhos é uma fotomi-

12 NOV. 1992

1 crografia dos interstícios duma espuma absorvente hidrofili-
lizável típica da presente invenção.

5 A Figura 2 dos desenhos representa
uma vista separadamente fragmentada dos componentes de uma
estrutura de fralda que tem uma configuração do núcleo ab-
sorvente de camada dupla e que emprega um material de es-
puma absorvente hidrofilizada como um dos seus elementos.

10 **DESCRIÇÃO PORMENORIZADA DA INVENÇÃO**

15 O método de hidrofilização da presen-
te invenção destina-se ao tratamento de materiais de espu-
ma polimérica que sejam adequados para absorver líquidos
nas suas estruturas de espuma. As espumas poliméricas podem
em geral ser caracterizadas como as estruturas que resul-
tam quando um gás relativamente livre de monómero ou um lí-
quido relativamente livre de monómero é disperso enquanto
20 bolhas num líquido contendo monómeros polimerizáveis, se-
guindo-se a polimerização dos monómeros polimerizáveis no
líquido contendo monómeros que cerca as bolhas. A dis-
persão resultante polimerizada pode estar na forma de uma
estrutura solidificada porosa que é um agregado de células,
25 compreendendo as fronteiras ou paredes dessas células mate-
rial polimerizado sólido. As próprias células contêm o
gás relativamente livre de monómero ou o líquido relativa-
mente livre de monómero que, antes da polimerização, tinha
formado as "bolhas" no líquido de dispersão.

30 Como será descrito mais pormenoriza-
damente adiante, preparam-se os materiais de espuma poli-
mérica preferidos, úteis na presente invenção, através da
polimerização de um tipo particular de emulsão de água-em-
-óleo. Uma tam emulsão é formada a partir de uma quantidade
35 relativamente pequena de uma fase de óleo contendo monóme-

65.151

Case: 4454

12 NOV. 1992

1 ros polimerizáveis e uma quantidade relativamente grande
duma fase aquosa relativamente isenta de monómeros. A
fase aquosa "interna" e descontínua, relativamente isen-
5 ta de monómeros, forma assim as "bolhas" dispersas rodea-
das pela fase oleosa contínua contendo os monómeros polime-
rizáveis. A subsequente polimerização dos monómeros na fa-
se oleosa contínua forma a estrutura de espuma celular. O
líquido aquoso que permanece na estrutura de espuma forma-
10 da por polimerização pode ser removido pressionando e/ou
secando a espuma.

Preparam-se os materiais de espuma
polimérica altamente preferidos para usar na presente in-
venção através da polimerização de emulsões de água-em-óleo
15 em que fase oleosa de tais emulsões contém certos monómeros
polimerizáveis, tais como estireno, alquil(met)acrilatos
e/ou divinilbenzeno. Os materiais de espuma polimérica
mais preferidos deste tipo são os descritos no pedido de
patente U.S. intitulado "Absorbent Foam Materials for
20 Aqueous Body Fluids and Absorbent Articles Containing
Such Materials", depositado em Portugal em 12/08/1992
como Modelo de Utilidade, em nome da requerente e para
"Estruturas de espuma absorvente para fluidos corporais
aquosos e artigos absorventes contendo tais materiais",
25 pedido que é aqui incorporado como referência. Tais mate-
riais de espuma altamente preferidos terão geralmente um
volume de poro de cerca de 12 a 100 ml/g e uma área de
superfície específica de sucção capilar de cerca de 0,5
a 5,0 m²/g. Estas espumas podem ser preparadas a partir
30 de emulsões de água-em-óleo em que a proporção em peso
de água para óleo varia entre cerca de 12:1 e 100:1, mais
preferivelmente entre cerca de 20:1 e 70:1.

Um outro tipo de material de espuma
35 polimérica vulgar útil na presente invenção compreende os

12 NOV. 1995

1 poliuretanos. As espumas de poliuretano são as que se
preparam fazendo reagir um poliisocianato tal como um di-
-isocianato com um material contendo hidroxilo, tal como
5 um poliéter de poliol, na presença de água e um catalisa-
dor. À medida que o polímero se forma, a água reage com
os grupos isocianato para causar reticulação. Produz-se
também dióxido de carbono causando espuma. Podem também
ser empregues trifluorometano ou outros materiais voláteis
10 como um agente de sopro.

As espumas poliméricas, incluindo as
espumas preferidas no presente invento preparadas a partir
de emulsões de água-em-óleo polimerizáveis, podem ter cé-
lulas de tipo relativamente fechado ou aberto que determi-
15 nam o respectivo carácter da espuma, dependendo das pare-
des ou fronteiras das células, isto é, das janelas das
células, estarem ou não preenchidas ou ocupadas por mate-
rial polimérico e/ou da extensão em que tal aconteça. Os
materiais de espuma poliméricos úteis no método da presen-
20 te invenção são os que têm células de tipo relativamente
aberto em que a maior parte das células individuais da
espuma não estão completamente isoladas umas das outras
pelo material polimérico das paredes das células. Assim,
as células em tais estruturas de espuma de células subs-
25 tancialmente abertas têm aberturas intercelulares ou "ja-
nelas" que são suficientemente grandes para permitir
uma rápida transferência de fluido de uma célula para outra
dentro da estrutura de espuma.

30 Em estruturas de células substancial-
mente abertas do tipo que é útil na presente invenção, a
espuma terá geralmente um carácter reticulado com as célu-
las individuais a serem definidas por uma pluralidade de
teias tridimensionalmente ramificadas, mutuamente ligadas.
35 Os cordões de material polimérico que constituem as teias

12 NOV 1992

ramificadas da estrutura de espuma de células abertas podem-se designar como "suportes". As espumas de células abertas possuindo uma estrutura típica tipo-suporte são mostradas a título de exemplo na fotomicrografia revelada na Figura 1. Para os fins da presente invenção, um material de espuma é de "células abertas" se pelo menos 80% das células na estrutura de espuma permitem a transferência de fluido para pelo menos uma célula adjacente.

Os materiais poliméricos que formam as espumas, os quais são usados como os materiais de partida no método desta invenção não serão geralmente intumescíveis em líquidos aquosos e estarão também geralmente isentos de grupos funcionais polares nas suas estruturas poliméricas. Assim, depois das estruturas de tais espumas se terem formado, as superfícies da estrutura da espuma compreendem materiais poliméricos que, na ausência de quaisquer agentes tensio-activos ou outros agentes de hidrofilização residuais ou adicionados, teriam um carácter substancialmente hidrofóbico.

A extensão em que os materiais de espuma poliméricos são quer "hidrofóbicos", quer "hidrofílicos", pode ser quantificada através da imputação da "tensão de adesão" exibida por tais espumas quando em contacto com um líquido de teste absorvível. A tensão de adesão é definida pela fórmula

$$TA = \gamma \cos \theta$$

em que TA é tensão de adesão em dines/cm;

γ é a tensão superficial de um líquido de teste absorvido pelo material de espuma em dines/cm;

θ é o ângulo de contacto em graus entre a super-

12 NOV. 1992

1 fície do material de espuma polimérica e o vector
que é tangente ao líquido de teste no ponto em que
o líquido de teste contacta com a superfície do
5 polímero de espuma.

Para um dado material de espuma, a
tensão de adesão exibida pela espuma pode ser experimen-
talmente determinada usando um procedimento pelo qual o pe-
so por elevação uma amostra de espuma, de um líquido de
10 teste hidrofílico, p. ex., urina sintética é medido para
uma amostra de espuma de dimensões e área de superfície
específica de sucção capilar conhecidas. Tal procedimento
é descrito com grande pormenor na secção de MÉTODOS DE
TESTE mais adiante.

15 Para os propósitos da presente inven-
ção, considera-se que um material de espuma particular é
substancialmente hidrofóbico se, na ausência substancial
de quaisquer agentes tensio-activos residuais ou adiciona-
dos ou outros agentes de hidrofilização, ele exibe uma ten-
20 são de adesão menos do que cerca de 15 dines/cm determina-
da pela elevação por sucção capilar de urina sintética com
uma tensão superficial de 65 ± 5 dines/cm. Inversamente,
considera-se que um material de espuma polimérica é rela-
25 tivamente hidrofílico quando exibe uma tensão de adesão
de 15 dines/cm ou maior, preferivelmente 20 dines/cm ou
maior, determinada pela elevação por sucção capilar da
mesma urina sintética.

30 Num primeiro passo do método da pre-
sente invenção, trata-se uma espuma polimérica substanci-
almente hidrofóbica de forma a incorporar no material de
espuma tanto um certo tipo de agente tensio-activo, como
uma solução compreendendo um tipo particular de agente
de hidrofilização que é dissolvido num solvente adequado.
35 O agente tensio-activo que é incorporado no material de es-

12 NOV 1992

1 puma pode compreender qualquer composto de agente tensio-ativo
ativo substancialmente insolúvel em água, suave e relativa-
mente não irritante que tenda a reforçar a humidificabili-
5 dade das superfícies poliméricas com que contacta e sobre
onde pode ser depositado. Tais agentes tensio-activos po-
dem incluir, por exemplo, ésteres de ácidos gordos de sor-
bitano, ésteres de ácidos gordos de poliglicerol, e ésteres
e ácidos gordos de polioxietileno (POE). Os exemplos de
10 agentes tensio-activos destes tipos incluem TRIODAN[®] 20
que é um éster de poliglicerol comercialmente disponível
distribuído por Grindstead e EMSORB[®] 2502 que é um ses-
quiolateo de sorbitano distribuído pela Henkel.

15 São especialmente preferidos os és-
teres de ácidos gordos de sorbitano tais como monolaurato
de sorbitano (SPAN[®] 20), monooleato de sorbitano (SPAN[®]
80) e combinações de trioleato de sorbitano (SPAN[®] 85)
e monooleato de sorbitano (SPAN[®] 80). Uma tal combina-
20 ção de agente tensio-activo particularmente preferido com-
preende a combinação de monooleato de sorbitano e trioleato
de sorbitano numa proporção de peso maior ou igual a cerca
de 3:1, mais preferivelmente maior do que cerca de 4:1.

25 Um outro éster de ácido gordo de
sorbitano particularmente preferido é, como indicado, mono-
laurato de sorbitano (SPAN[®] 20). O monolaurato de sor-
bitano é, de facto, tão benéfico a conferir características
de hidrofiliçidade às espumas absorventes que o seu uso
como um agente de hidrofilização é a matéria do pedido de
30 patente U.S. apresentado em Portugal em 12/08/1992 em nome
da requerente e para "Método para hidrofilização de mate-
riais de espuma absorvente utilizando monolaurato de sor-
bitano, pedido que é aqui incorporado como referência. Este
material de monolaurato de sorbitano é por conseguinte alta-
35 mente preferido para usar como o material de agente ten-
sio-activo para incorporar nas espumas da presente inven-

65.151

Case: 4454

12 NOV. 1992
[Handwritten signature]

ção.

Os materiais de agente tensio-activo do tipo anterior pode ser incorporado nos materiais de espuma da presente invenção por quaisquer meios adequados que resultem no contacto do(s) agente(s) tensio-activo(s) com as superfícies poliméricas do material de espuma. Isto pode realizar-se, o mais preferivelmente, empregando o(s) material(is) de agente tensio-activo como um componente do processo que é usado para preparar os materiais de espuma da presente invenção. Para as espumas aqui preferidas, preparadas pela polimerização de emulsões de água-em-óleo, os materiais de agentes tensio-activos substancialmente insolúveis em água podem ser adicionados como agentes emulsionantes à fase oleosa de tais emulsões que contém o monómero. Desta forma, os materiais de agentes tensio-activos desempenham um papel duplo estabilizando as emulsões a polimerizar e actuando como agentes de hidrofilição residuais que contactam e preferivelmente revestem as superfícies poliméricas da estrutura de espuma após esta estrutura se ter formado. Os materiais de agentes tensio-activos podem ser adicionados à fase oleosa contendo monómeros polimerizável numa quantidade de cerca de 0,5 % a cerca de 20 % do peso dos materiais de monómero polimerizável na fase oleosa.

Alternativamente, os materiais de agentes tensio-activos usados na presente invenção podem ser introduzidos ou reintroduzidos nos materiais de espuma que foram produzidos sem agente tensio-activo ou dos quais foram removidos agentes tensio-activos residuais. Tal introdução ou reintrodução de agente tensio-activo pode ser realizada tratando tais espumas com uma solução ou suspensão de agente tensio-activo apropriado. Assim, os agentes tensio-activos insolúveis em água úteis na pre-

12 NOV 1992

1 sente invenção podem ser dissolvidos ou dispersos num sol-
vente adequado ou veículo tal como isopropanol, e a solu-
5 ção ou suspensão resultante pode ser posta em contacto
com o material de espuma que a mesma deverá tratar. Des-
ta forma, os materiais de agentes tensio-activos podem ser
incorporados nos interstícios da estrutura de espuma.

Os materiais de agentes tensio-acti-
vos usados na presente invenção são geralmente incorpora-
10 do nos materiais de espuma em quantidades que, em conjunto
com o componente de sal de agente de hidrofilização, con-
firmam características de hidrofiliçidade adequadas às es-
pumas assim tratadas. Frequentemente tais quantidades de
agente tensio-activo incorporado variarão de cerca de 0,5%
15 a 20 % em peso do material de espuma polimerizada, mais pre-
ferivelmente de cerca de 1 % a cerca de 16 % em peso do ma-
terial de espuma polimérica.

Conforme indicado, o primeiro passo
do método da presente invenção envolve a incorporação nos
20 materiais de espuma aqui inseridos dum certo tipo de solu-
ção de sal de agente de hidrofilização. O componente essen-
cial de uma tal solução de sal de agente de hidrofilização
é um sal de agente de hidrofilização que é seleccionado a
partir de sais de cálcio e magnésio, hidratados ou hidratá-
25 veis, toxicologicamente aceitáveis.

Os exemplos não limitativos dos
sais de agentes de hidrofilização úteis na presente inven-
ção incluem materiais hidratados ou hidratáveis, tais como
30 os seguintes: tetrahidrato de tartrato de cálcio; hexa-
hidrato de tiosulfato de cálcio; hexahidrato de cloreto
de cálcio; tetrahidrato de cloreto de cálcio; tetra-
hidrato de citrato de cálcio; tetrahidrato de brometo de
cálcio; hexahidrato de brometo de cálcio; dihidrato de
35 sulfato de cálcio; octahidrato de ortofosfato de magné-

12 NOV. 1992

1 sio; pentahidrato de tartrato de magnésio; hexahidrato
de cloreto de magnésio; pentahidrato de citrato de magné-
sio; octahidrato de iodeto de magnésio; heptahidrato
5 de sulfato de magnésio e tetrahidrato de salicilato de mag-
nésio. Os agentes de hidrofilização preferidos na presente
invenção incluem sais higróscópicos ou deliquescentes,
tais como os seguintes: cloreto de cálcio; brometo de
cálcio; cloreto de magnésio e iodeto de magnésio. Podem-
10 -se também empregar misturas destes sais.

Os sais de magnésio e cálcio usados
na presente invenção devem, efectivamente, ser toxicologica-
mente aceitáveis. Os sais toxicologicamente aceitáveis são
aqueles que apresentam um risco pequeno ou inexistente para
15 os seres humanos ou animais que acidentalmente os ingeram
ou inalem em quantidades que podem ser encontradas nas es-
pumas hidrofilizadas da presente invenção durante o uso,
fabrico ou depois do emprego das mesmas. Assim, por exem-
plo, o arsenato de magnésio hidratado pode muito bem pro-
20 porcionar espumas de adequada hidrofilicidade. Contudo,
este sal é tóxico se ingerido ou inalado e não se encontra
por isso, inserido dentro do espírito da presente invenção.

Os sais de agentes de hidrofiliza-
25 ção conforme foram aqui anteriormente descritos serão geral-
mente dissolvidos num solvente adequado para formar uma so-
lução que possa ser incorporada no material de espuma poli-
mérico a tratar de acordo com o método da presente inven-
ção. A água é o solvente preferido para usar na preparação
30 desta solução de tratamento, mas podem também ser empregues
vários álcoois ou solventes de água/álcool. O agente de
hidrofilização pode ser incorporado na solução a qualquer
concentração conveniente. Tipicamente, usam-se soluções
contendo de cerca de 1 % a 10 % de agente de hidrofiliza-
35 ção em peso de solução, mas podem empregar-se concentra-

12 NOV. 1982


ções mais elevadas até soluções saturadas. Quando se usa cloreto de cálcio como agente de hidrofilização, emprega-se geralmente em solução aquosa a uma concentração de cerca de 1 % a 5 % em peso.

Tal como o agente tensio-activo, a solução que contém o sal do agente de hidrofilização pode ser incorporada na estrutura do material de espuma polimérica substancialmente hidrofóbica através de qualquer procedimento adequado que resultará no preenchimento de um número significativo de células no interior da espuma por solução. Mais preferivelmente, isto pode realizar-se empregando mesmo a solução de agente de hidrofilização no processo que é usado para preparar a estrutura de espuma. Assim, por exemplo, um sal de cálcio e/ou magnésio apropriado pode ser adicionado à fase de água de uma emulsão de água-em-óleo que seja usada para preparar a espuma polimérica. Quando uma tal emulsão é subsequentemente polimerizada, a estrutura celular sólida da espuma forma-se à volta do material da fase de água residual com o sal de agente de hidrofilização desejado dissolvido na mesma.

Alternativamente, as espumas feitas sem o uso de qualquer solução de agente de hidrofilização no seu processo de preparação podem, após a formação, ser tratadas por contacto repetido e lavagem com uma solução apropriada do sal de agente de hidrofilização para assim se incorporar a solução na espuma. Contudo, tal tratamento de materiais de espuma, substancialmente hidrofóbicos quando formados, pode ser difícil, porque as soluções de agente de hidrofilização, que são frequentemente aquosas, podem não ser prontamente absorvidas pelas espumas hidrofóbicas. Em tais situações, pode ser necessário forçar a solução de agente de hidrofilização a entrar na estrutura de espuma por aplicação de pressão ou por meio da repetição dos

12 NOV 1992

1 passos de lavagem e/ou compressão da espuma. Pode também
ser necessário, por exemplo, no caso de espumas hidrofóbi-
cas de células relativamente grandes ($> 90 \mu$) tais como
5 poliuretanos, empregar um solvente de álcool ou água/álcool
para o agente de hidrofilização de forma a realizar, acei-
tavelmente, a distribuição uniforme do sal de agente de
hidrofilização dentro da estrutura espuma.

10 É possível de facto, empregar uma
combinação das técnicas anteriores para incorporar a solu-
ção de sal de agente de hidrofilização na estrutura de espu-
ma a tratar. Assim, por exemplo, uma parte do sal do agen-
te de hidrofilização eventualmente desejado pode ser incor-
porada nos líquidos de processo usados na preparação da
15 espuma. Após formação duma tal espuma, pode incorporar-se
sal de agente de hidrofilização adicional ou substituto
durante o subsequente tratamento de pós-formação, p. ex.,
lavagem da espuma com solução de agente de hidrofilização.

20 Num segundo do processo do presen-
te método, o material de espuma polimérica, incorporando
agente tensio-activo e solução de sal de agente de hidro-
filização é sujeito a procedimentos de de secagem para
remover do mesmo o solvente da solução de sal de agente de
25 hidrofilização. A secagem pode ser feita por tratamento
de ar, calor ou micro-ondas ou por outros métodos conven-
cionais que sirvam para remover o solvente, mas não quan-
tidades excessivas do próprio sal do agente de hidrofili-
zação, da estrutura de espuma.

30 Seria possível de acordo com esta
invenção remover completamente da espuma solvente que ti-
vesse sido usada para distribuir o sal do agente de hidro-
filização na espuma. Tal remoção completa do solvente pelo
passo de secagem deixaria partículas finas do sal de agen-
35 te de hidrofilização depositadas nas superfícies da espu-

12 NOV. 1982

1 ma. Apreciar-seà pela argumentação apresentada a seguir que
a espuma tratada desta maneira pode ser descrita como
5 "seca em excesso" porque, sujeito a secagem completa, o
sal de agente de hidrofilização perde as suas águas de hi-
dratação. De acordo com isso, a espuma resultante parece
ser hidrofóbica. Todavia, na presença de humidades relati-
vas superiores a cerca de 40 %, a superfície hidrofílica
de tal espuma completamente seca será restaurada. Mais pre-
10 ferivelmente, a espuma não deve ser completamente seca
até esse estado. De preferência, as condições de secagem
serão preferivelmente ajustadas de tal forma que o sal do
agente de hidrofilização retenha as suas águas de hidrata-
ção, e, como tal, a espuma resultante fique hidrofílica as
15 sim que for feita. Frequentemente, o solvente será removi-
do das estruturas de espuma tratadas pelo método da pre-
sente invenção de tal modo que o solvente residual na espu-
ma, p.ex., água livre, não constitua mais do que cerca de
50 % do peso da espuma (seca), mais preferivelmente não
20 mais do que cerca de 10 % do peso da espuma (seca).

Apreciar-se-à que a quantidade de
sal de agente de hidrofilização introduzida em toda a rede
de espuma e sobre as superfícies da estrutura da rede de
espuma através do presente método pode variar, de acordo
25 com o grau de hidrofilização desejado e de acordo com a
eficácia do sal de agente de hidrofilização escolhido. Por
exemplo, com sais de agentes de hidrofilização verdadeira-
mente deliquescentes, pode ser necessária uma proporção
menor para se obterem resultados satisfatórios. Com mate-
30 riais de sais que formam hidratos mais baixos, deve ter
que se usar um pouco mais de sal de agente de hidrofiliza-
ção. Em geral, o objectivo da presente invenção é incorpo-
rar uma quantidade hidrofilizante do agente tensio-activo
e o(s) sal(sais) de magnésio e/ou cálcio dentro e sobre a
35 estrutura de espuma. Para os fins desta invenção, um tal

65.151

Case: 4454

Al
12 NOV 1992

1 montante pode ser definido como aquela quantidade de agente tensio-activo e de sal(sais) de cálcio e/ou magnésio
que, quando os sais estão completamente hidratados, fornece
5 uma espuma que exhibe uma tensão de adesão de pelo menos cerca de 15 dines/cm, preferivelmente pelo menos 20 dines/cm, conforme determinada pela elevação por sucção capilar a 37°C de urina sintética com uma tensão superficial de 65 ± dines/cm.

10 Tipicamente, a espuma seca compreenderá pelo menos cerca de 0,05 % em peso do agente tensio-activo mais o sal de agente de hidrofilição. Quando se usam materiais tal como cloreto de cálcio, as espumas conterão geralmente de cerca de 0,1 % a 7 % em peso do sal de
15 agente de hidrofilição com base no peso do material de espuma. Podem-se usar níveis maiores, mas dever-se-à cuidar que montantes maiores do sal do agente de hidrofilição não servirão em geral, qualquer propósito útil e podem originar que a espuma resultante largue partículas de pó devido a uma sobrecarga do sal do agente de hidrofilição seco.

20
25
30
35
Apreciar-se-à que para o agente tensio-activo e sal de agente de hidrofilição serem eficazes a conferir características hidrofílicas à espuma tratada com os mesmos, tanto o agente tensio-activo como o sal de agente de hidrofilição devem estar substancialmente e uniformemente distribuídos dentro da estrutura interna da espuma. Se o agente tensio-activo e/ou o sal de agente de hidrofilição forem depositados dentro da espuma só em zonas descontínuas discretas, como pode por exemplo acontecer se o agente tensio-activo ou a solução de sal de agente de hidrofilição constituírem glóbulos ou gotículas dentro da estrutura de espuma formada pelos suportes poliméricos, então o efeito completo da hidrofilição da espuma proporcionado pelo método da presente in-

A handwritten signature in dark ink is written over a rectangular stamp. The stamp contains the text "12 NOV. 1992" in a bold, sans-serif font.

1 venção pode não se realizar.

5 O tratamento dos materiais de espuma polimérica de acordo com o método da presente invenção torna mais materiais de espuma adequados para absorção de líquidos hidrofílicos. Embora não limitado pela teoria, parece que o agente tensio-activo e os sais de agentes de hidrofilização especificamente usados aqui, de facto, não interagem quimicamente com o material de espuma, polimérica.

10 Mais exactamente parece que os sais de agente de hidrofilização da presente invenção funciona fornecendo simplesmente moléculas de água de hidratação uniformemente distribuídas à superfície da água. Conforme realçado, as espumas tratadas com os sais de agentes de hidrofilização

15 podem ser "secas em excesso" pela remoção da água de hidratação dos sais da espuma. Tais espumas secas em excesso parecerão então hidrofóbicas. Todavia, tais espumas podem ser colocadas num ambiente de elevada humidade por um espaço de tempo razoavelmente curto, no qual o seu carácter

20 hidrofílico pode ser consideravelmente restaurado.

25 Nos meios em que as espumas da invenção se destinam a ser usadas, particularmente em tampões higiénicos, fraldas, e semelhantes, a humidade perto do corpo ou em contacto com a pele é quase 100 %. As espumas tratadas de acordo com o presente método com sais de agentes de hidrofilização hidratados ou hidratáveis re-

30 têm (ou restauram) o seu carácter hidrofílico na presença de água. Assim, durante o uso, os sais hidratáveis podem-se hidratar ou re-hidratar completamente, quer devido à humidade do ar quer devido à humidade fornecida pela estreita proximidade com o corpo. Desta forma, podem-se proporcionar espumas hidrofílicas adequadas úteis para absorção dos fluídos corporais, aquosos. Qualquer que seja o mecanismo, os sais de agentes de hidrofilização hidra-

35 tados ou hidratáveis da presente invenção, em combinação

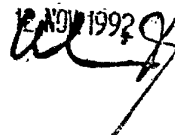
22 NOV. 1992

1 com o componente de agente tensio-activo, funcionam da ma-
neira desejada para fornecer tais espumas hidrofílicas
sem algumas das desvantagens aqui mencionadas anteriormen-
5 te em relação a outros meios para hidrofilização que não
as espumas hidrofóbicas.

Os materiais de espuma hidrofiliza-
da da presente invenção são especialmente úteis com absor-
ventes para absorver fluídos corporais aquosos em artigos
10 absorventes tais como fraldas, tampões para incontinentes,
produtos cataminiais e semelhantes. O carácter hidrofílico
de tais espumas absorventes tratadas permite a esses mate-
riais aceitar rapidamente fluidos corporais tais como urina
e fluxos menstruais nas suas estruturas de espuma. Os mate-
15 riais de espuma hidrofilizada exibirão em geral proprieda-
des de transporte de fluído, p.ex., impregnação, desejá-
veis para fluídos aquosos tais como fluídos corporais de
forma que o líquido absorvido possa movimentar-se dentro
do material de uma região da espuma absorvente para ou-
20 tra.

A velocidade a que o material de es-
puma polimérica será impregnada, e especialmente impregna-
do verticalmente, por fluído aquoso, pode ser, de facto,
25 usada como um teste de restreio para medir a extensão em
que um dado material de espuma polimérica se tornou hidrofí-
lico. Pode-se medir a velocidade de impregnação vertical
medindo o espaço de tempo que uma tira de teste de espuma
de tamanho específico leva a impregnar um fluido de teste
30 colorido tal como urina sintética a uma distância verti-
cal especificada (p. ex., 5 cm para espumas que impregnem
fluído até essa altura). Um tal método de determinação da
Velocidade de Impregnação Vertical é exposto com grande
pormenor mais adiante na secção de MÉTODOS DE TESTE.

35 Um teste de restreio igualmente sim-
ples útil para determinação da hidrofilicidade relativa de

12 NOV 1992


amostras de espuma tratadas envolve a medição do tempo de submersão da amostra de espuma. Nesse teste, deitam-se amostras de espuma para dentro de um copo largo com fluído de teste aquoso, p.ex., urina sintética, e regista-se o tempo que as amostras demoram a submergir. Observam-se menores tempos de submersão em amostras com maior hidrofili-
cidade. Descreve-se um teste de tempo de submersão típico com grande pormenor mais adiante na secção de MÉTODOS DE TESTE.

MÉTODOS DE TESTE

Na descrição do presente invento revelam-se certas características dos materiais de espuma absorvente. Onde foi referido, estas características podem ser determinadas usando os seguintes fluídos de teste e métodos de teste.

I) Fluidos de Teste e Preparação da Amostra de Espuma

A) Fluído de Teste - Urina Sintética

Várias medições referidas nos testes da presente descrição envolvem o uso de um fluído de teste, tal como urina sintética ou etanol. A urina sintética utilizada nos testes descritos daqui em diante é feita de uma preparação de urina sintética comercialmente disponível fabricada por Jayco Pharmaceuticals (Mechanicsburg, PA, 17055). Esta urina sintética Jayco feita da preparação compreende 0,2 % de KCl; 0,2 % de Na_2SO_4 ; 0,085% de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$; 0,015 % de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$; 0,025 de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; e 0,05 % de $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. (em % de peso) As amostras de urina sintética são preparadas usando água destilada de acordo com as instruções da etiqueta. Para auxiliar a dissolução, adiciona-se lentamente à água a

12 NOV. 1992

1 mistura de sal Jayco. Se necessário, filtra-se a amostra
para remover quaisquer partículas. Qualquer urina sinté-
tica não usada é rejeitada após uma semana. Para melho-
5 rar a visibilidade do fluido podem-se adicionar 5 gotas
de cor de alimentação azum por litro de solução de urina
sintético. A urina sintética Jayco utilizada tem uma
tensão superficial de 65 ± 5 dines/cm.

10 B) Preparação da Amostra de Espuma

Os testes seguintes de Tensão de Ade-
são e de Velocidade de Impregnação Vertical envolvem a pre-
paração e teste de amostras de espuma com um tamanho par-
15 ticularmente especificado. Estas amostras de espuma com
o tamanho requerido devem ser cortadas de blocos de es-
puma maiores usando uma faca de serrilha de movimento al-
ternado afiada. O uso de um dispositivo de corte de espu-
ma deste tipo ou equivalente serve para eliminar substan-
20 cialmente irregularidades na orla das amostras de espuma
que poderiam ter impacto adverso em certas medições fei-
tas ao serem levados a cabo os procedimentos de teste des-
critos daqui para a frente.

A especificação do tamanho da amos-
25 tra também inclui uma dimensão para o compasso de calibre
ou espessura da amostra de espuma. As medições de compas-
so de calibre ou espessura para os fins da presente in-
venção devem ser efectuadas quando a amostra de espuma
está sob uma pressão a confinar 350 Pa (0,05 psi).

30 II) Determinação da Tensão de Adesão

A tensão de adesão exibida pelas a-
mostras de espuma hidrofílicas que embebem fluídos de
35 teste através de sucção capilar é igual ao produto da ten

A handwritten signature in dark ink is written over a rectangular stamp that contains the text "NOV. 1997".

são superficial, γ , do fluído de teste vezes o co-seno do ângulo de contacto, θ , exibido pelo fluído de teste em contacto com as superfícies interiores da amostra de espuma. A tensão de adesão pode ser experimentalmente determinada medindo o peso de equilíbrio elevado por sucção capilar exibido por duas amostras de teste da mesma espuma usando dois líquidos de teste diferentes. No primeiro passo dum tal procedimento, determina-se a área de superfície específica da amostra de espuma usando etanol como o fluído de teste. A área de superfície específica assim determinada é então usada como um factor na determinação experimental da tensão de adesão por medição da elevação por sucção capilar de um segundo fluido de teste, a urina sintética.

A) Medições da Área de Superfície Específica

A área de superfície específica de sucção capilar das espumas absorventes empregues na presente invenção pode-se determinar a partir da elevação do peso de equilíbrio de um líquido de teste com uma tensão superficial baixa conhecida. Neste caso, usa-se etanol absoluto (o ponto de inflamação é 10°C).

Para conduzir o teste, equilibra-se uma tira de amostra de espuma tarada de dimensões adequadas (p. ex., 25 cm de comprimento x 2 cm de largura x 0,8 cm de espessura) a $22 \pm 2^{\circ}\text{C}$, posiciona-se a tira verticalmente e imerge-se a mesma numa extremidade 1-2 mm dentro dum reservatório de etanol usando uma alavanca de laboratório. Permite-se que o etanol impregne a tira de espuma subindo à sua altura de equilíbrio que deverá ser menor do que o comprimento da amostra. A tira contendo etanol é então pesada enquanto está a tocar o reservatório para determinar o peso do total de etanol elevado.

2001 1992

1 Durante este procedimento a amostra deve ser protegida para evitar a evaporação de etanol.

5 A área de superfície específica da amostra de espuma pode ser calculada a partir da seguinte fórmula:

$$S_c = \frac{M_e G L_n}{M_n \gamma_e}$$

15 onde S_s = área de superfície específica de sucção capilar em cm^2/g ; M_e = massa de líquido elevado de EtOH em gramas; G = a constante gravitacional que é 980 cm/s^2 ; L_n = comprimento total da amostra em cm; M_n = massa da amostra de espuma seca em gramas; e γ_e = tensão superficial de EtOH que é 22,3 dines/cm.

20 B) Medições da Tensão de Adesão

25 Repete-se de seguida o procedimento de elevação por sucção capilar usado da forma descrita para determinar a área de superfície específica da amostra de espuma noutras amostras da mesma amostra de espuma de modo idêntico ao procedimento para o etanol, mas usando agora urina sintética Jayco como fluido de teste e o teste é levado a cabo a 37°C . Pode-se então calcular o ângulo de contacto da urina sintética como se segue a partir de dados conhecidos da área de superfície específica e da elevação de urina sintética:

$$\cos\theta = \frac{M_U G L_N}{M_N \gamma_U S_c}$$

12 Nov 1992

1 onde θ_U = ângulo de contacto da urina sintética Jayco em
 graus; M_U = massa de líquido elevada de urina sintética
 Jayco em gramas; G = constante gravitacional que é 980
 5 cm/s^2 ; M_N = massa de amostra de espuma seca em gramas;
 γ_U = tensão superficial da urina Jayco que é ~ 65 dynes/
 /cm; S_c = área de superfície específica da amostra de
 espuma em cm^2/g da forma determinada pelo procedimento da
 elevação do etanol; e L_n = comprimento da amostra de
 10 espuma em cm.

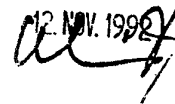
Quando está presente um agente ten-
 sio-activo (por exemplo, emulsificante residual nas super-
 fícies da amostra de espuma e/ou no líquido de teste que
 avança), a caracterização da frente de líquido que avan-
 15 ça é definida pela aplicação da equação da tensão de ade-
 são (A):

$$TA = \frac{M_t G L_N}{M_N S_c}$$

25 onde M_t é a massa do líquido de teste elevada pela amos-
 tra de espuma, e G , L_N , M_N , e S_c são como definidas
 antes.

[Veja-se Hodgson e Berg, J. Coll. Int.Sci., 121 (1),
 1988, pp. 22-31]

30 Na determinação da tensão de adesão
 de um dado líquido de teste, nenhuma suposição é feita
 do valor numérico da tensão superficial em qualquer ponto
 do tempo, de forma a que possíveis alterações da concen-
 tração do agente tensio-activo nas superfícies da amostra
 35 e/ou no líquido que avança durante a impregnação sejam

12. NOV. 1992


irrelevantes. O valor experimental da tensão de adesão ($\gamma \cos \theta$) é especialmente útil quando analisado como uma percentagem da tensão de adesão máxima que é a tensão superficial do líquido de teste (p.ex., a tensão de adesão máxima usada-se urina sintética Jayco seria $[65 \pm 5] [\cos 0^\circ] = 65 \pm 5/\text{cm}$).

III) Determinação da Velocidade de Impregnação Vertical

A velocidade de impregnação vertical mede a capacidade duma espuma seca se impregnar verticalmente com fluído de um reservatório. O tempo requerido para a frente de fluído impregnar um comprimento de 5 cm na vertical de uma tira de espuma pode ser medido para dar uma velocidade de impregnação vertical, pelo menos para espumas que têm alturas de impregnação verticais de equilíbrio maiores do que 5 cm.

Usa-se urina sintética Jayco colorida com coloração de alimentação azul no método seguinte para determinar a velocidade de impregnação vertical. Neste procedimento de teste, os materiais são equilibrados a 22°C e o teste é realizado à mesma temperatura.

1) **Preparação da Amostra**

i) Uma tira de espuma de aproximadamente 25 cm x 2 cm x 0,8 cm é preparada como no teste de Tensão de Adesão descrito anteriormente.

ii) Coloca-se um reservatório de fluído no topo de uma alavanca de laboratório e prende-se a amostra de espuma numa extremidade de forma a ficar verticalmen-

12 NOV 1992

1

te suspensa sobre o reservatório de fluído.

5

iii) Fixa-se uma régua próximo da amostra de espuma de modo a que a base (0 cm) da régua fique cerca de 1 - 2 mm acima da base da amostra de espuma.

10

iv) Enche-se o reservatório de fluído até cerca de 3/4 do total com a solução de urina sintética tingida.

2) Velocidade de Impregnação Vertical

15

i) Eleva-se o reservatório até à base da amostra de espuma com a alavanca de laboratório. Inicia-se uma cronometragem assim que o fluído contacta a base da amostra de espuma.

20

ii) Eleva-se imediatamente o reservatório até o líquido contactar somente a base da régua. Pode haver necessidade de ajustar a alavanca de laboratório para manter 1 - 2 mm da amostra imersa e deverá proteger-se a amostra para evitar a evaporação.

25

30

iii) Regista-se o tempo que a frente de fluído leva para alcançar 5 cm. Para fins de comparação registam-se também os tempos que o fluído de teste demora para alcançar 2 cm e 10 cm se a amostra de espuma tiver características de impregnação tais que o fluído de teste impregne até essa altura.

35

A.M. 1992

IV) Determinação do Tempo de Submersão

Cortam-se amostras de espuma cilíndricas com um diâmetro de 2,86 cm (1,125 polegadas) de qualquer espessura adequada (p. ex., 0,8 cm) a partir de pedaços de espuma maiores. Deixam-se cair as amostras cilíndricas de uma altura de 5-7,6 cm (2-3 polegadas) num copo largo de 250 ml contendo aproximadamente 100 ml de urina sintética Jayco de tal forma que a superfície cilíndrica plana contacte o fluído de teste no copo. Inicia-se a contagem de tempo num cronómetro logo que a parte inferior da amostra de espuma contacte o líquido de teste. Observa-se a amostra até o fluído de teste se impregnar até à face superior da amostra. Quando a face superior da amostra de espuma está substancialmente molhada por fora para-se o cronómetro e regista-se o tempo de submersão.

A temperatura do fluído de teste pode afectar significativamente o tempo de submersão, especialmente nas espumas preferidas da presente invenção à base de emulsões de água-em-óleo. Dessa forma, o fluído de teste deve ser mantido à mesma temperatura para todas as amostras que sejam comparativamente testadas num particular exercício de restreio do tempo de submersão. Empregam-se frequentemente temperaturas de teste de fluído "frias" de cerca de 21-27°C (70-80°F) e temperaturas de teste de fluído "quentes" de cerca de 43-49°C (110-120°F)).

EXEMPLOS

Os exemplos seguintes ilustram a preparação de materiais de espuma absorvente hidrofili-zada, as características de tais materiais de espuma hidrofili-zada e a utilização destas espumas absorventes hi-

12 NOV 1992

drofóbicas numa fralda descartável.

EXEMPLO I

Este exemplo ilustra a preparação de uma espuma hidrofilizada absorvente numa escala de fabrico semi-piloto.

Preparação da Emulsão

Dissolvem-se em 32 litros de água destilada (320 g) de cloreto de cálcio e (48 g) de persulfato de potássio. Isto fornece a fase aquosa usada para formar uma emulsão de fase interna elevada.

Adiciona-se monooleato de sorbitano (960 g de SPAN[®] 80) e trioleato de sorbitano (240 g de SPAN[®] 85) a uma combinação de monómeros compreendendo estireno (900 g), divinilbenzeno (1260 g) e 2-etilhexilacrilato (3840 g). Depois de misturar, isto constitui a fase de óleo usada na formação da emulsão de fase interna elevada.

A temperaturas na gama de 55°C a 65°C, correntes separadas da fase oleosa e da fase aquosa alimentam uma câmara de mistura dinâmica. A mistura completa das correntes combinadas realiza-se na câmara de mistura dinâmica por meio de um impulsor de pinos. A esta escala de operação, um impulsor de pinos apropriado compreende um veio cilíndrico com cerca de 22 cm de comprimento e cerca de 1,9 cm de diâmetro. O veio fixa duas filas de 17 e duas filas de 16 pinos cilíndricos, cada um possuindo um diâmetro de 0,5 cm e prolongando-se radialmente para fora do eixo central do veio a um comprimento de 1,6 cm. As quatro filas estão posicionadas em ângulos de 90° à volta da circunferência do veio impulsor. As filas

12 NOV. 1992

1 que são perpendiculares entre si estão deslocadas ao lon-
go do comprimento do veio de forma que não estejam pinos
perpendiculares entre si no mesmo plano radial extenden-
do-se a partir do eixo do veio. O impulsor de pinos é
5 montado numa manga cilíndrica que forma a câmara de mis-
tura dinâmica, existindo um espaço vazio de 0,8 mm entre
os pinos do impulsor e as paredes da manga cilíndrica.
Opera-se o impulsor a uma velocidade de 800 revoluções por
10 minuto.

Monta-se um misturador estático
[35,6 cm (14 polegadas) de comprimento por um diâmetro
do lado externo de 1,3 cm (0,5 polegada) por um diâmetro
interno de 1,12 cm (0,43 polegada] que favorece a corren-
15 te descendente da câmara de mistura dinâmica para ajudar
a proporcionar alguma pressão posterior. Isto ajuda a man-
ter cheia a câmara de mistura dinâmica compreendendo a man-
ga cilíndrica com os seus pinos impulsores. Isto também
ajuda a assegurar uma mistura apropriada e completa das
20 fases de óleo e água.

Aproximal-se gradualmente da pro-
porção requerida as fases de água e óleo de uma emulsão.
No início, as velocidades de fluxo são ajustadas para que
25 3 partes em peso da fase de água e uma parte em peso da
fase de óleo entrem na câmara de mistura dinâmica com o
impulsor de pinos a uma velocidade de fluxo de fase de óleo
de 0,75 g/s (0,1 libras/minuto). Aumenta-se a proporção
da fase de água para óleo, durante um período de alguns
minutos, até que esteja a passar para a câmara de mistura
30 dinâmica uma proporção de 29 partes da fase de água para
1 parte da fase de óleo, a uma velocidade de 23 ml/s.
Visualmente, a emulsão neste estágio flui do orifício do
misturador estático com a consistência de um creme movi-
mentando-se e "põe-se" com uma consistência que lembra
35 um iogurte cremoso.

12 NOV. 1982

Polimerização da Emulsão

Nesta altura, a emulsão que emerge do misturador estático está pronta para ser curada. A emulsão alimenta um molde geralmente rectangular o qual é feito de polietileno e que tem as dimensões de 38 cm de comprimento; 25 cm de largura e 22 cm de profundidade. A emulsão é transferida para esses moldes até cada molde conter aproximadamente 20 000 ml da emulsão a curar.

A cura efectua-se colocando os moldes contendo a emulsão numa estufa de secagem a uma temperatura de 60°C durante um período de cerca de 16 horas. Após secagem, o material de espuma polimerizada sólida resultante contém até 98 % de água estando macio e ensoado de humidade ao toque.

Lavagem e Hidrofilização da Espuma

Remove-se o material de espuma curada húmido dos moldes de cura e sujeita-se a tratamento adicional. Espreme-se a fase de água residual da espuma aplicando pressão suficiente ao material de espuma, ou a bocados mais finos do material de espuma, para fazer sair pelo menos 90 % do material da fase de água residual original, retido.

Lava-se então a amostra de espuma durante 20 segundos em água a 60°C contendo cloreto de cálcio como sal de agente de hidrofilização. Uma tal solução de hidrofilização contém 1 % em peso de cloreto de cálcio.

A solução de cloreto de cálcio usada na primeira lavagem é novamente espremida usando pressão e a espuma é então tratada com uma segunda lavagem

12 NOV. 1992

1 com a solução de cloreto de cálcio a 60°C. Este segundo
enxaguamento pretende deixar um resíduo tanto de emulsio-
nante/agente tensio-activo (16 % em peso) como de cloreto
5 de cálcio na espuma tornando, dessa forma, as superfícies
interna da espuma relativamente hidrofílicas.

Desidratação da Espuma

10 A espuma hidrofílica duas vezes
é então novamente pressionada para espremer o excesso
de solução de hidrofílica de dentro da sua estrutura
porosa. O material de espuma é então seco por sujeição
a secagem de estufa durante 12 horas a 60°C. Depois da
15 secagem corta-se o material de espuma em pedaços de a-
mostras adequados para o teste de Velocidade de Impregna-
ção Vertical descrito adiante.

EXEMPLO II

20 Prepara-se um outro material de es-
puma polimérica de modo igual, no geral, ao exposto an-
tes no Exemplo I. Neste exemplo, os procedimentos de
preparação da emulsão, polimerização, lavagem, hidro-
filização e secagem são levados a cabo como no Exemplo I
25 exceptuando o uso de uma solução de CaCl_2 a 10 %
(3200g CaCl_2) como a fase de água.

EXEMPLO III

30 Neste exemplo, testam-se materiais
de espuma polimérica preparados de acordo com os proce-
dimentos gerais dos Exemplos I e II quanto à sua propen-
são para se impregnarem verticalmente de urina sintética.
Testam-se também materias de espuma comparativos, que se
35 sujeitam a diferentes procedimentos de lavagem para remo-

65.151

Case: 4454

12 NOV 1998

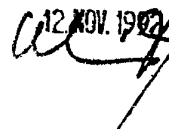
1 ver ou substituir dos mesmos o sal de agente de hidrofili-
lização de CaCl_2 .

5 Todas as amostras de espuma são pre-
paradas e testadas quanto à Velocidade de Impregnação Ver-
tical e Tempo de Submerção da forma antes descrita na sec-
ção de MÉTODOS DE TESTE. No Quadro I descrevem-se as
10 descrições das amostras de espuma, as soluções do trata-
mento de lavagem da espuma e as Velocidades de Impregna-
ção Verticais e Tempos de Submersão exibidos por estas
amostras de espuma.

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

65.151

Case: 4454

12 NOV. 1982
QUADRO IVELOCIDADES DE IMPREGNAÇÃO VERTICAIS

Tipo de Espuma:	Exemplo I	Exemplo I	Exemplo I	Exemplo I
	(CaCl ₂)	(só H ₂ O) ^a	(FeSO ₄ H ₂ O) ^b	(CuCl ₂) ^c

Tempo de Impregnação Para:

(Min:Seg)

2 cm 0:28 4:44 > 60:00 12:37

5 cm 1:56 8:33 -- > 60:00

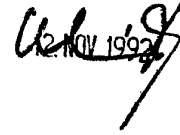
10 cm 12:43 > 60:00 -- --

Tempo de Submersão (seg) 29 159 > 360 > 360

a 22°C

65.151

Case: 4454


12 NOV 1992

1

5

10

15

20

25

30

35

Exemplo II
(MgCl₂)^yExemplo II
(só H₂O)^xExemplo II
(CaCl₂)

Tipo de Espuma:

Tempo de Impregnação Para:

(Min:Seg)

2 cm

0:48

--

0:15

5 cm

2:42

10:10

1:17

10 cm

9:23

21:36

8:39

Tempo de Submersão (seg)

6

308

4

a 22°C

" 36 "

65.151

Case: 4454

16 NOV 1992

1

a - Exemplo I espuma lavada com água da torneira a 60°C não contendo sal adicionado

5

b - Exemplo I espuma lavada com água da torneira a 60°C contendo $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a 2 %

c - Exemplo I espuma lavada com água da torneira a 60°C contendo CuCl_2 a 1 %

10

x - Exemplo II espuma lavada com água da torneira a 60°C não contendo sal adicionado

y - Exemplo II espuma lavada com água da torneira a 60°C contendo MgCl_2 a 1 %

15

Os dados do Quadro III mostram que ambos os tratamentos de CaCl_2 e MgCl_2 dos materiais de espuma dos Exemplos I e II proporcionam velocidades de impregnação verticais desejavelmente elevadas e tempos de submersão desejavelmente curtos. Por outro lado, os tratamentos só com água ou com outros sais hidratados ou hidratáveis, são muito menos eficazes a tornarem as espumas hidrofílicas como demonstram as velocidades de impregnação vertical relativamente baixas e os tempos de submersão relativamente maiores exibidos pelas espumas assim tratadas.

20

25

EXEMPLO IV

prepara-se e hidrofílica-se a espuma do Exemplo II usando, soluções aquosas a 10 % dos seguintes sais, respectivamente:

CaCl_2 : MgCl_2 (mistura de 1:1 em peso); MgSO_4 ; e MgI_2 .

35



12 NOV 1992

EXEMPLO V

Prepara-se uma espuma de poliuretano de forma convencional usando di-isocianato de tolueno e polioliol. A espuma é repetidamente embebida e espremida numa solução a 10 % de CaCl_2 e monooleato de sorbitano/trioleato de sorbitano em isopropanol. Espreme-se a solução em excesso usando pressão manual. Permite-se que a espuma seque ao ar, sendo assim hidrofílica, em virtude do agente tensio-activo e CaCl_2 residuais que permanecem na mesma.

EXEMPLO VI

Prepara-se uma fralda de bebé descartável usando uma espuma absorvente que tenha sido hidrofílica de acordo com esta invenção como se segue usando a configuração e componentes mostrados na representação expandida e separadamente fragmentada da Figura 2. Uma tal fralda compreende uma folha superior de polipropileno termicamente ligada, 70, uma folha inferior de polietileno impermeável aos fluídos, 71, e um núcleo absorvente de camada dupla posicionado entre as folhas superior e inferior. O núcleo absorvente de camada dupla compreende uma camada em forma de ampulheta modificada de armazenamento/redistribuição de fluído, 72, compreendendo uma espuma absorvente hidrofílica do tipo do Exemplo I posicionada por baixo de uma camada em forma de ampulheta modificada de aquisição/distribuição de fluido, 73. A folha superior contém duas faixas substancialmente paralelas com bainhas de elásticos, 74, que servem de barreira às pernas. Afixados à folha inferior da fralda estão dois componentes da cintura, 75, rectangulares e elastificados. Também afixados a cada parte final da folha inferior de polietileno estão dois elementos de protecção da cintura, 76, construí-

Ced. 1992

1 dos em polietileno. Estão ainda afixadas à folha inferior
duas tiras elásticas paralelas para as pernas, 77. No la-
do externo da folha inferior está afixada uma folha de
5 polietileno, 78, superfície essa dedicada à fixação de
duas peças, 79, tipo Y que podem ser utilizadas para fixar
a fralda à volta do utilizador.

10 A camada de aquisição/distribuição
do núcleo da fralda compreende 92 % - 98 % de uma mistura
para depósito da humidade de fibras celulósicas fortale-
cidas, enroladas e onduladas e fibras celulósicas não-endu-
recidas convencionais. As fibras celulósicas fortalecidas
15 enroladas e onduladas são feitas de polpa "kraft" de ma-
deira macia do sul (Foley fluff) as quais foram reticuladas
com glutaraldeído numa quantidade de cerca de 2,5 mole %
numa base anidroglicose de celulose de fibra seca. As fi-
bras são reticuladas de acordo com o "dry crosslinking
process" descrito em Dean, Moore, Owens e Schoggen; Pa-
tente U.S. 4 822 453, concedida em 18 de Abril de 1989,
20 aqui incorporada como referência.

Estas fibras fortalecidas são seme-
lhantes às fibras com as características descritas no Qua-
dro II apresentado a seguir.

QUADRO II

Fibras de Celulose Fortalecidas, Enroscadas e Onduladas

(STCC)

Tipo = polpa "kraft" de madeira macia do sul re-
ticulada com glutaraldeído numa quantidade
de 1,41 mole % numa base de anidroglicose
35 de celulose de fibra seca

Adm. 9
22 NOV 1997

1 QUADRO II (Cont.)

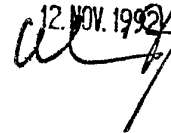
Contagem de enrolamento seco	= 6,8 nós/mm
Contagem de enrolamento húmido	= 5,1 nós/mm
Valor de Retenção de Álcool	
Isopropílico	= 24 %
Valor de Retenção de Água	= 37 %
Factor de Ondulação	= 0,63

15 As fibras de celulose não fortalecidas convencionais usadas em combinação com as fibras STCC são também feitas de "Foley fluff". Estas fibras de celulose não fortalecidas são refinadas a cerca de 200 CSF (Canadian Standard Freeness).

20 A camada de aquisição/distribuição tem uma densidade média quando seca de cerca de 0,07 g/cm³, uma densidade média quando saturada com urina sintética, numa base de peso seco, de cerca de 0,08 g/cm³ e um peso base médio de cerca de 0,03 g/cm². Usam-se no núcleo da fralda cerca de 9,2 gramas de camada de aquisição/distribuição de fluido. A área da superfície da camada de aquisição/distribuição é de cerca de 302 cm² (46,8 in²). Ela tem um compasso de calibre de cerca de 0,44 cm.

30 A camada de armazenamento/redistribuição de fluido do núcleo da fralda compreende uma peça em forma de ampulheta modificada constituída por uma espuma absorvente hidrofílica do tipo descrito antes no Exemplo I. Usam-se cerca de 12 gramas desta espuma para formar esta camada de armazenamento /redistribuição que tem uma área de superfície de cerca de 425 cm² (65,9 in²) e um compasso de calibre de cerca de 0,826 cm (0,325 in).

12 NOV 1992



Uma fralda com esta configuração de núcleo particular exibe uma utilização especialmente desejável e eficiente do núcleo para reter a urina descarregada e de acordo com isso proporciona uma incidência de derrame excepcionalmente baixa quando usada por uma criança de forma normal.

EXEMPLO VII

Um pensinho diário leve adequado para uso entre períodos menstruais compreende um tampão de espuma hidrofilizada de acordo com o Exemplo II (área de superfície 117 cm^2 ; espessura 1,5 mm), estando o referido tampão interposto entre uma folha superior formada por película porosa de acordo com a Patente U.S. 4 463 045 de Ahr e outros, concedida em 31 de Julho de 1984 e uma folha inferior que compreende uma película de polietileno com 0,03 mm de espessura.

EXEMPLO VIII

Prepara-se um penso higiênico de acordo com o Exemplo VII, mas emprega-se um tampão de espuma hidrofilizada de 4 mm de espessura de acordo com o Exemplo I e uma folha superior formada por película porosa não lustrosa. Na Patente U.S. 4 687 478, de Van Tilburg, concedida em 18 de Agosto de 1987, descreve-se a configuração do penso higiênico.

EXEMPLO IX

Este exemplo ilustra a preparação de um outro tipo de material de espuma HIPE hidrofílica por agente tenso-activo/ CaCl_2 que cai dentro do âmbito da presente invenção.

65.151

Case: 4454

12 NOV 1992
al

Preparação da Emulsão

Dissolvem-se em 378 litros de água (36,32 kg) de cloreto de cálcio e (568 g) persulfato de potássio. Isto fornece a corrente da fase aquosa para usar num processo contínuo para formação duma Emulsão de Fase Interna Elevada (HIPE) polimerizável.

Adiciona-se monolaurato de sorbitano (960 g de SPAN[®] 20) a uma combinação de monómeros compreendendo estireno (1600 g), divinilbenzeno de grau técnico 55 % (1600 g) e 2-etilhexilacrilato (4800 g). Depois de misturar, deixa-se que esta combinação de materiais assente durante a noite. Retira-se o sobrenadante e usa-se como fase oleosa num processo contínuo para formar uma emulsão de HIPE polimerizável. (Rejeitam-se cerca de 75 gramas de um resíduo pegajoso).

A uma temperatura da fase aquosa de 48-50°C e a uma temperatura de fase oleosa de 22°C, correntes separadas da fase oleosa e da fase aquosa alimentam um aparelho de mistura dinâmica. A mistura completa das correntes combinadas é realizada no aparelho de mistura dinâmica por meio de um impulsor de pinos. A esta escala de operação, um impulsor de pinos apropriado compreende um veio cilíndrico com cerca de 21,6 cm de comprimento por um diâmetro de cerca de 1,9 cl. O veio, tal como descrito no Exemplo I, fixa 4 filas de pinos, tendo 2 filas 17 e outras 2 filas 16 pinos, cada pino possui um diâmetro de 0,5 cm e prolonga-se por um comprimento de 1,6 cm para fora do eixo central do veio. O impulsor de pinos está montado numa manga cilíndrica que forma o aparelho de mistura dinâmico, existindo um espaço vazio de 0,8 mm entre os pinos e as paredes da manga cilíndrica.

Monta-se um misturador estático de es-

12 NOV 1992

1 piral na corrente descendente do aparelho de mistura dinâmi
co para proporcionar alguma pressão posterior no misturador
dinâmico e para proporcionar melhor incorporação dos compo-
5 nentes na emulsão que eventualmente se forme. Tal mistura-
dor estático tem 35,6 cm (14 polegadas) de comprimento
por um diâmetro do lado externo de 1,3 cm (0,5 polegada). O
misturador estático é um Modelo 070-821 da TAH Industries
modificado por se eliminarem 6,1 cm (2,4 polegadas).

10 Enche-se o aparelho de mistura combi-
nado, armado, com fase de óleo e fase de água numa propor-
ção de 2 partes de água para uma parte de óleo. O apare-
lho de mistura dinâmica é provido de abertura para deixar
sair o ar enquanto se enche completamente o aparelho. As
15 velocidades de fluxo durante o enchimento são 1,127 g/s
para a fase de óleo e 2,19 cm³/s para a fase de água.

20 Uma vez que o aparelho armado esteja
cheio, começa-se a agitação no misturador dinâmico, com o
impulsor rodando a 1800 RPM. A velocidade de fluxo da fase
de água é então aumentada regularmente para uma velocidade
de 35,56 cm³/s durante um período de 130 seg. A pressão
posterior criada pelos misturadores dinâmico e estático
é nesta altura de 51,75 kPa (7,5 PSI). A velocidade do im-
25 pulsor é então regularmente diminuída para uma velocidade
de 1200 RPM durante um período de 60 seg. A pressão pos-
terior cai para 31,05 kPa (4,5 PSI). Nesta altura, a velo-
cidade do impulsor é instantaneamente aumentada para 1800
RPM. a pressão posterior do sistema permanece constante
30 depois disso a 31,05 kPa (4,5 PSI).

Polimerização da Emulsão

35 A emulsão formada que escorre do mis-
turador estático nesta altura é recolhida em caixas Rubber-
maid Economy Cold food Storage Boxes, Modelo 3500. Estas

02 NOV. 1992

1 caixas são construídas com polietileno de qualidade aliment-
tar e têm dimensões nominais de 45,7 cm x 66 cm x 22,9 cm
(18" x 26" x 9"). As verdadeiras dimensões interiores
5 destas caixas são 38,1 cm x 58,4 cm x 22,9 cm (15" x 23" x
x 9"). Estas caixas são pré-tratadas com uma película de
uma solução compreendendo uma solução a 20 % de SPAN[®] 20
numa mistura de solvente de peso igual de xileno e isopro-
panol. Deixa-se a mistura de solvente evaporar para dei-
10 xar só SPAN[®] 20. Recolhem-se 47 litros de emulsão em
cada caixa.

As caixas contendo emulsão são manti-
das numa sala à temperatura de 65°C durante 18 horas
para realizar a polimerização da emulsão nas caixas e des-
15 se modo se formar o material de espuma polimérica.

Lavagem, Hidrofilização e Desidratação da Espuma

20 Após a cura estar completa, o material
de espuma curada húmido é removido das caixas de secagem.
Nesta altura a espuma contém cerca de 30-40 vezes o peso
do material polimerizado (30-40X) da fase aquosa residual
contendo dissolvidos emulsionantes, electrolito e ini-
ciador. O material de espuma é cortado com uma lâmina
25 serrilhada de movimento alternado afiada, em folhas que
têm um compasso de calibre de 0,89 cm (0,350 polegadas).
Estas folhas são então sujeitas a compressão numa sequên-
cia de 3 cilindros de estreitamento que gradualmente redu-
zem o teor da fase aquosa residual da espuma para cerca
de 6 vezes (6X) o peso do material polimerizado. Nesta
30 altura, as folhas são então ressaturadas com uma solução
de CaCl₂ a 1 % a 60°C, são espremidas num estreitamento
para um teor de fase aquosa de cerca de 10X, ressaturadas
com a solução de CaCl₂ a 1 % a 60°C e, então, são espremi-
35 das novamente num estreitamento para um teor de fase aquo

12 NOV. 1992

sa de cerca de 10X.

As folhas de espuma, contendo agora cerca de 10X do que é essencialmente uma solução de CaCl_2 a 1 % passam-se através de um estreitamento final equipado com uma fenda de vácuo. O último estreitamento reduz o teor de solução de CaCl_2 para cerca de 5 vezes (5X) o peso do polímero. A espuma permanece comprimida depois do estreitamento final a um compasso de calibre de cerca de 0,2 cm (0,080 polegadas). A espuma é então seca numa estufa de ar circulante regulada a cerca de 60°C durante cerca de três horas. Essa secagem reduz o teor de humidade para cerca de 5 - 7 % em peso do material polimerizado. Nesta altura, as folhas de espuma têm um compaço de calibre de cerca de 0,19 cm (0,075 polegadas) e são muito dobráveis. A espuma também contém cerca de 5 % em peso (numa base anidra) de cloreto de cálcio hidratado residual como um agente de hidrofilização conjuntamente com cerca de 11% em peso de monolaurato de sorbitano residual (SML). No estado de colapso, a densidade de espuma é cerca de 0,17 g/cm³. Quando expandida à sua capacidade absorvente livre (26,5 ml/g) em urina sintética Jayco, a espuma expandida tem uma área de superfície específica de sucção capilar de cerca de 2,24 m²/g, um volume de poro de cerca de 29,5 cc/g e um tamanho de célula médio de cerca de 15 microns.

As folhas de espuma hidrofilizadas por SML/ CaCl_2 preparadas como no Exemplo IX representam uma forma de realização preferida "fina-até-molhar" da presente invenção, visto que estas folhas de espuma hidrofilizada estão na forma de material de espuma em colapso que se expandirá ao contactar com fluídos corporais aquosos. Uma vez expandidos, os materiais de espuma são úteis para absorver os fluídos corporais que provocaram a expansão da espuma. Tais espumas em colapso

24/01/1992

1 preferidas são as que se formam a partir de um material
polimérico não hidrof়ilizado, que possuem uma área de
superfície específica de sucção capilar de cerca de 0,5
5 a 5,0 m²/g, que contêm de cerca de 0,5 % a 20 % de emul-
sionante residual e que contêm de cerca de 0,1 % a 7 % em
peso (numa base anidra) do material de espuma de um sal
toxicologicamente aceitável, hidrosκόpico e hidratado,
que é preferivelmente cloreto de cálcio ou cloreto de
10 magnésio, como um sal de agente de hidrof়ilização.

No seu estado de colapso, esse mate-
rial de espuma hidrof়ilizado terá um teor de água residu-
al de cerca de 4 % a 15 % em peso do material polimerizado
quando é armazenado em condições ambientais de 22°C (72°F)
15 e 50 % de humidade relativa. Este teor de água inclui
tanto a água de hidratação associada ao sal hidratado,
higrscópico, como a água no estado livre absorvida den-
tro da espuma. Tal material de espuma hidrof়ilizada em
estado de colapso terá também uma densidade numa base seca
20 variando entre cerca de 0,08 e 0,3 g/cm³.

No seu estado expandido, tais mate-
riais de espuma hidrof়ilizados por SML/CaCl₂, finos-até-
-molhar, preferidos terão um volume de poro de cerca de
12 a 100 ml/g e exibirão uma resistência à flexão por
25 compressão tal que uma pressão a confinar 5,1 kPa produz
depois de 15 minutos de tensão de cerca de 5 % a cerca
de 95 % de compressão da estrutura, quando a sua capaci-
dade absorvente livre está saturada a 37°C por urina sin-
tética com uma tensão superficial de 65 ± 5 dines/cm. O
30 tamanho de célula médio destes materiais de espuma hidro-
filizada, finos-até-molhar, preferidos no estado expan-
dido variará entre cerca de 5 e 30 microns. A densidade
de base seca do material de espuma hidrof়ilizada expandi-
da, sujeita a saturação da sua capacidade de absorção
35 livre por esta urina sintética, variará de cerca de 9%

65.151

Case: 4454

17 NOV 1972

1 a 28 % da sua densidade de base seca no estado de colapso.

5 EXEMPLO X

Testam-se as características de hidrofili-
cidade de um material de espuma preparado em geral
como no Exemplo IX usando o procedimento do Tempo de
Submersão descrito na secção de MÉTODOS DE TESTE. Tal
10 material de espuma é também sujeito a vários procedimentos
de tratamento para remover do mesmo agentes de hidrofili-
zação residuais ou adicionais e para reintroduzir selec-
tivamente certos materiais para testar a sua eficácia para
conferir características de hidrofili-
15 cidade ao material
de espuma.

Apresentam-se seguidamente no Quadro
III o material de espuma, agentes de tratamento e resulta-
dos do teste de tempo de emersão.

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

20

25

30

35

65.151

Case: 4454

12 NOV. 1992

Quadro III

	CaCl ₂	SML ¹	Tempo de Imersão na Urina Sintética JAYCO	
			Frio (~21-27°C)	Quente (~43-49°C)
	peso-%	peso-%		
ESPUMA TIPO EXEMPLO IX				
Conforme produzida	3,7 %	11 %	70 seg	3 seg
Lavada com água				
-Forma Expandida	-0-	11 %	20 min	4 seg
-Forma de Colapso	-0-	11 %	300 seg	2 seg
-Tratada novamente com CaCl ₂	3,6 %	11 %	180 seg	3 seg
(de H ₂ O)				
-Lavada com IPA ²	-0-	-0-	*** Flutuou indefinidamente ***	
-Tratada novamente com NaCl ₂	5 %	-0-	Flutuou durante horas	Flutuou 15 min
(de IPA)				

" 48 "

35

30

25

20

15

10

5

1

65.151

Case: 4454

12 NOV 1992

Quadro III (Cont.)

CaCl ₂	SML ¹	Tempo de Imersão na Urina Sintética JAYCO
Peso-%	Peso-%	Frio (~21-27°C) Quente (~43-49°C)

-Tratada novamente

côo SML₃

(de IPA)

-Tratada + 1 vez c/

SMO/STO₃

(de IPA)

¹ SML = Monolaurato de sorbitano (SPAN^(R) 20)² IPA = Isopropanol

³ SMO/STO = Monooleato de sorbitano (SPAN^(R) 80) e trioleato de sorbitano
(SPAN^(R) 85) numa proporção de peso de 4:1

65.151

Case: 4454

12 NOV 1992
[Handwritten signature]

1 Os dados do Quadro I (Exemplo III) e
Quadro III considerados em conjunto mostram que a combi-
nação de CaCl_2 e agente tensio-activo incorporada nas amos-
5 tras de espuma dos tipos dos Exemplos I, II, e IX propor-
ciona espumas possuindo características de hidrofiliidade
que são em geral superiores aquelas que não têm quaisquer
agentes de hidrofilização incorporados ou que têm apenas
10 CaCl_2 ou agente tensio-activo.

EXEMPLO XI

15 Prepara-se uma fralda com uma confi-
guração substancialmente similar à descrita no Exemplo IV
usando como camada de armazenagem/redistribuição de fluido
uma folha de espuma absorvente hidrofilizada por SML/CaCl_2 ,
20 em colapso fina-até-molhar do tipo descrito no Exemplo IX.
Numa tal fralda, a camada de aquisição/distribuição de fluí-
do, compreendendo fibras celulósicas fortalecidas, enrola-
das e enduladas, é usada numa quantidade de cerca de 13
gramas, A camada de armazenagem/redistribuição de fluído
25 hidrolizada por SML/CaCl_2 , fina-até-molhar é também usada
numa quantidade de cerca de 13 gramas.

Uma fralda com esta particular con-
figuração de núcleo exhibe uma utilização especialmente
30 desejável e eficiente do núcleo absorvente para reter a
urina descarregada e de acordo com isso proporciona uma
tendência de derrame excepcionalmente baixa quando usada
por uma criança de forma normal.

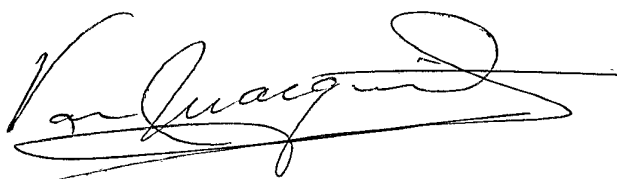
35

65.151

Case: 4454

Lisboa, 12 NOV. 1992

Por THE PROCTER & GAMBLE COMPANY



VASCO MARQUES LEITE
Agente Oficial
da Propriedade Industrial
Cartório - Arco de Conceição, 3, 1.º - 1100 LISBOA

12 NOV 1992

1

= R E I V I N D I C A Ç Õ E S =

5

1ª - Método para tornar substancialmente hidrofóbico um material de espuma polimérica apropriado para absorver líquidos hidrofílicos caracterizado por compreender:

10

A) incorporar num material de espuma polimérica, de preferência, poliuretano que quando substancialmente livre de agentes de hidrofilização residual ou acrescida é substancialmente hidrofóbico, um agente tensoactivo relativamente não irritante, suave substancialmente, insolúvel em água, seleccionado, de preferência, de entre ésteres de ácido gordo de sorbitano, ésteres de ácido gordo de poliglicerol, ácidos gordos de polioxietileno e ésteres e uma solução de sal de agente de hidrofilização formada a partir de um solvente, de preferência, seleccionado de entre água, isopropanol e misturas correspondentes, e um sal de agente de hidrofilização dissolvido seleccionado de entre sais de cálcio e magnésio hidratáveis ou hidratados, toxicologicamente aceitáveis, de preferência seleccionados de entre haletos de cálcio, haletos de magnésio e misturas correspondentes; e

15

20

25

30

35

B) subsequentemente secar material de espuma polimérica para remover o solvente, de preferência, com a extensão de que não contém mais do que 50 % em peso de espuma de água livre, e desse modo deixar incorporado no seio do material de espuma polimérica uma quantidade de hidrofilizante distribuído substancial e uniformemente, de preferência, pelo menos 0,05 % em peso

12 NOV, 1992
al

1 do referido agente tensioactivo e referido agente
hidrofilizante.

5 2ª - Método de acordo com a reivindica-
ção 1, caracterizado por o material de espuma polimérica
ser uma emulsão de água em óleo polimerizada do tipo espuma,
de preferência compreendendo monómeros seleccionados de
entre estireno, alquil(met)acrilatos, divinilbenzeno
10 e combinações destes monómeros.

3ª - Método de acordo com qualquer das
reivindicações 1 a 2, caracterizado por compreender:

15 A) Incorporar uma solução aquosa contendo entre 1 % a
10 %, de preferência entre 1 % a 5 % em peso de
cloreto de cálcio em água num material de espuma
polimérica preparado pela polimerização de uma
emulsão água em óleo contendo monómeros polimerizá-
veis e entre 0,5 % a 20 % em peso de monómeros poli-
20 merizáveis de um agente tensioactivo seleccionado
de entre monolaurato de sorbitano e misturas de mono-
oleato de sorbitano e trioleato de sorbitano na fase
oleosa da referida emulsão; e

25 B) subsequentemente secar o referido material de espuma
polimérica para remover água e deixar incorporado
no seio de material de espuma pelo menos 0,05 %, de
preferência, entre 1 % a 7 % em peso de material
de espuma de agente tensioactivo mais cloreto de
30 cálcio e não mais do que 50 %, de preferência, não
mais do que 10 % em peso do referido material de es-
puma de água livre.

35 4ª - Material de espuma polimérica
hidrofilizado apropriado para absorver líquidos hidrofíli-
cos caracterizado por compreender o referido material de

65.151

Case: 4454

CE NOV. 1992

1 espuma polimérica, de preferência um material de espuma de
preferência poliuretano alveolar que quando substancialmen-
te livre de agentes de hidrofilição adicionados ou resi-
5 duais é substancialmente hidrofóbico; uma quantidade de
hidrofilizante de pelo menos 0,05 % em peso do referido
material de espuma de hidrofilição distribuído uniforme-
mente resultante da combinação de um agente tensioactivo
não irritante, suave, substancialmente insolúvel em água,
10 seleccionado, de preferência, de entre ésteres de ácidos
gordos de sorbitano, ésteres de ácidos gordos de poliglic-
cerol e ésteres e ácidos gordos de polioxietileno e um sal
de agente de hidrofilição seleccionado de entre sais de
cálcio e manganésio hidratáveis ou hidratados aceitáveis
15 sob o ponto de vista toxicológico, seleccionados, de prefe-
rência de entre haletos de cálcio, haletos de magnésio e
misturas correspondentes, incorporados no referido materi-
al de espuma; e não mais do que 50 % em peso do referido
material de espuma de água livre incorporada no seio do
20 material de espuma.

5ª - Material de espuma polimérica de
acordo com a reivindicação 4, caracterizado por a quanti-
dade de agente tensioactivo incorporada no seio do mate-
25 rial de espuma variar entre 0,5 % e 20 %, em peso de mate-
rial de espuma, sendo de preferência o agente tensioactivo
seleccionado de entre monolaurato de sorbitano e misturas
de monooleato de sorbitano e trioleato de sorbitano; a
quantidade de sal de agente de hidrofilição incorporado
no seio do material de espuma varia entre 0,1 % e 7 % em
30 peso do material de espuma; a quantidade de água livre
incorporada no seio do material de espuma compreende não
mais do que 10 % em peso do material de espuma; e os sais
de agentes de hidrofilição, de preferência, cloreto de
cálcio, estão totalmente hidratados.

65.151

Case: 4454

1

6ª - Material de espuma polimérica
hidrofílico de acordo com quaisquer das reivindicações 4 a
5, caracterizado por o material de espuma polimérica ser
uma emulsão do tipo espuma polimerizada de água em óleo
compreendendo, de preferência, monómeros polimerizados
seleccionados de entre estireno, alquil(met)acrilatos,
divinilbenzeno e combinações destes monómeros.

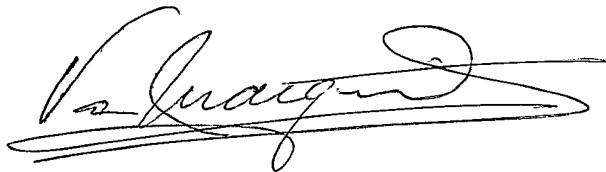
5

10

Lisboa, 12 NOV. 1992

15

Por THE PROCTER & GAMBLE COMPANY



20

VASCO MARQUES ~~1274~~
Agente Oficial
da Propriedade Industrial
Cartório - Arco de Condição, 3, 1.º - 1100 LISBOA

25

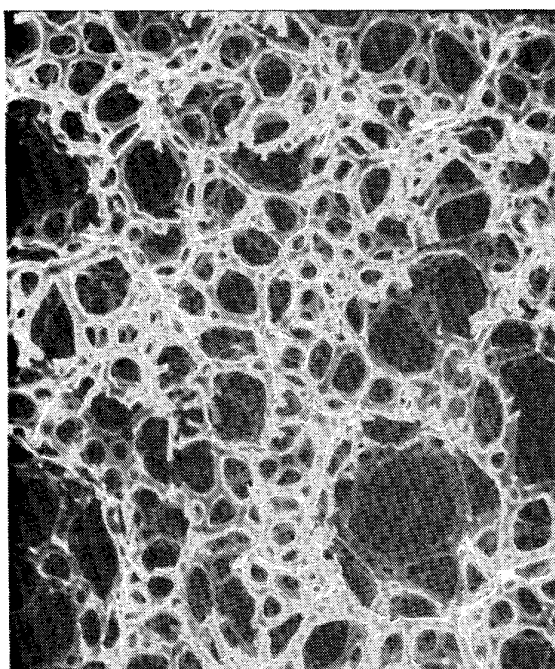
30

35

12 NOV. 1992

Fig. 1

1/2



0 10 μ

12 NOV 1992
al

2/2

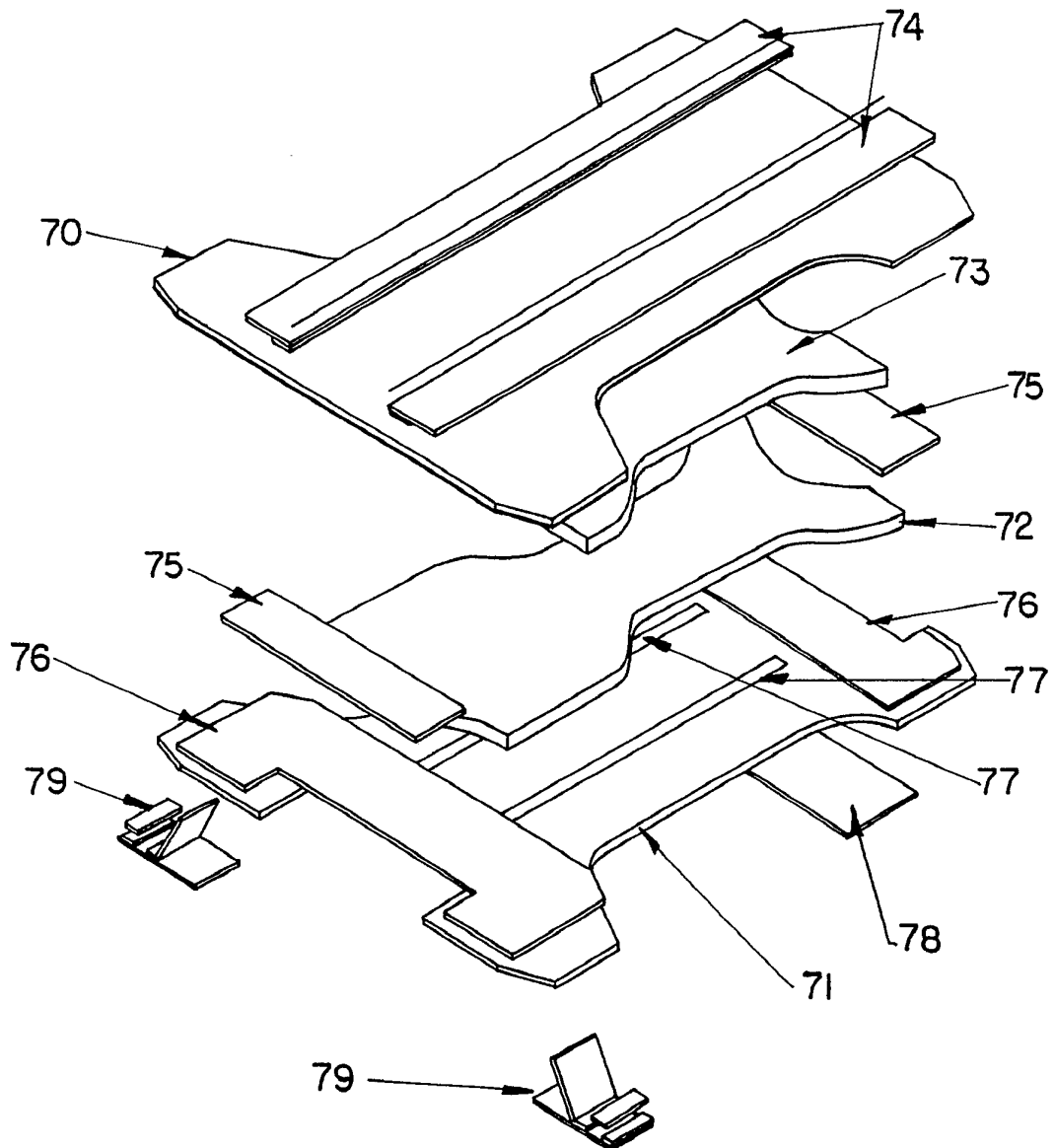


FIG. 2