

(19)



(10) **LT IP962 A**

(12) **PARAIŠKOS APRAŠYMAS**

- (21) Paraiškos numeris: **IP962** (51) Int. Cl. (2006): **A61F 5/44**
A61F 13/00
(22) Paraiškos padavimo data: **1993 09 10** **A61F 13/15**
A61L 15/16
(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 03 27** **C08F 8/00**
C08F 20/00
(62) Paraiškos, iš kurios dokumentas išskirtas, numeris: — **C08F 220/00**
C08J 3/12
(86) Tarptautinės paraiškos numeris: — **C08J 3/24**
C08L 101/00
(86) Tarptautinės paraiškos padavimo data: —
(85) Nacionalinio PCT lygio procedūros pradžios data: —
(30) Prioritetas: **40 20 780.3, 1990 06 29, DE**
PCT/EP90/01981, 1990 11 20, EP
(71) Pareiškėjas:
CHEMISCHE FABRIK STOCKHAUSEN GmbH, Baekerpfad 25, DE-47705
Krefeld, DE
(72) Išradėjas:
Kurt DAHMEN, DE
Richard MERTENS, DE
(74) Patentinis patikėtinis/atstovas:
Reda ŽABOLIENĖ, Advokatės Redos Žabolienės kontora METIDA, Verslo
centras VERTAS, Gynėjų g. 16, LT-01109 Vilnius, LT

- (54) Pavadinimas:
Netirpūs vandenyje miltelių pavidalo polimerai, jų gamybos būdas ir jų
panaudojimas higieniniuose gaminiuose
(57) Referatas:
—

APRAŠYMAS

Išradimas nagrinėja miltelių pavidalo susiūtuosius polimerus (superabsorbentus), kurie sugeria skysčius, taip pat kraują, ir kurie turi pagerintų brinkimo ir vandens tipo skysčių išlaikymo savybių, kai yra slėgis; šių polimerų gavimo būdą, taip pat jų taikymą absorbuojančiuose sanitarijos gaminiuose: vaikiškuose vystykluose, priemonėse suaugusiems, kurie nelaiko šlapimo, moterų higienos priemonėse bei žaizdoms uždengti.

Superabsorbentai - tai netirpstantys vandenyje susiūtieji polimerai, kurie turi savybę, brikdami ir sudarydami hidrogelius, sugerti didelius kiekius vandens tipo skysčių ir organizmo skysčių, pavyzdžiui, šlapimo ir kraujo, bei išlaikyti absorbuotą kiekį skysčio, esant tam tikram slėgiui. Dėl šių charakteringų absorbcinių savybių šie polimerai daugiausia yra taikomi sanitarijos gaminių gamyboje, pavyzdžiui, vaikiškų vystyklų ir higieninių diržų.

Kalbant apie dabartiniu metu parduodamus superabsorbentus, turimos galvoje susiūtosios alkilo

49

polirūgštys ar susiūtieji prigijusieji krakmolo polimerai su alkilo rūgštimi, kuriuose karboksilo grupės yra iš dalies neutralizuotos natrio hidroksido ar kalio hidroksido tirpalu.

Iš principo miltelių pavidalo superabsorbentai yra gaunami dviem būdais.

Pirmuoju būdu iš dalies neutralizuotą akrilo rūgšties vandeninį tirpalą, pridėjus daugiafunkcinių susiuvimo priemonių perdaro į gelį, kurį po to smulkina (trupina), džiovinama, mala ir sijoja iki reikiamo dydžio dalelių. Ši polimerizacija tirpale gali vykti nepertraukiamai arba periodiškai. Patentinėje literatūroje yra pateiktas platus koncentracijų santykio, temperatūrų, susiuvimo priemonių ir iniciatorių tipo ir kiekio galimų variacijų spektras. Tipiški būdai yra aprašyti, pavyzdžiui, JAV patente 4,286,082 Vokietijos patente 27 06 135 ir JAV patente 4,076,663.

Antrasis būdas - tai suspensinės ar emulsinės polimerizacijos inversinis būdas. Šiame procese vandeninis iš dalies neutralizuotas akrilo rūgšties tirpalas yra disperguojamas hidrofobiniame organiniame tirpiklyje, pridėjus apsauginių koloidų arba emulsiklių. Veikiant radikaliesiems iniciatoriams, prasideda polimerizacijos procesas. Pasibaigus polimerizacijai, iš reakcijos mišinio yra azeotropiškai pašalinamas vanduo, o po to polimerizacijos produktas yra filtruojamas ir džiovinamas. Susiuvimo reakciją galima vykdyti ir tada, kai polimerizacijos procese dalyvauja daugiafunkcinės susiuvimo priemonės, ištirpintos monomerų tirpale, ir/arba tinkamos susiuvimo priemonės, turinčios funkcinių polimerų grupių vienoje iš gavybos stadijų. Būdo

principas aprašytas, pavyzdžiui, JAV patente 4,340,706, Vokietijos patente 37 13 601 ir Vokietijos patente 28 40 010.

Jei superabsorbentų gamyboje pagrindinis dėmesys pirmiausia buvo kreipiamas tik į labai didelį brinkimo pajėgumą, esant kontaktui su skysčiu, dar vadinamąjį laisvąjį brinkimą, tai vėliau buvo pastebėta, kad svarbią reikšmę turi ne tik absorbuojamo skysčio kiekis, bet ir išbrinkusio gelio tvirtumas. Absorbcijos geba arba vadinamasis laisvasis brinkimas, viena vertus, ir gelio tvirtumas susiję polimero atveju, kita vertus, yra priešingos savybės, kaip jau yra žinoma iš JAV patentų 3,247,171 bei Re 32, 649. Tai reiškia, kad labai didelės absorbcinės gebos polimerai turi tik nedidelį išbrinkusio gelio tvirtumą, dėl to gelis, kai yra slėgis (pavyzdžiui, kūno slėgis), deformuojasi ir trukdo tolesniam skysčio susigėrimui ir pernešimui. Todėl pagal JAV patentą Re 32,649 reikia artėti prie išbalansuoto santykio tarp absorbcinės gebos (gelio tūrio) ir gelio tvirtumo, kad, taikant tokio tipo superabsorbentus vystyklams gaminti, būtų garantuotas skysčio sugėrimas, skysčio pernešimas, vystyklo ir odos sausumas. Šiuo atveju kreipiamas dėmesys ne tik į tai, kad polimeras, vėliau atsiradus slėgiui, galėtų išlaikyti skystį po to, kai baigsis laisvasis polimero brinkimas, bet ir į tai, kad skysčio sugėrimas vyktų tuo pačiu metu, t.y. skysčio absorbcijos metu, kaip tai būna praktiškai tada, kada vaikas arba bet koks žmogus sėdi arba guli ant sanitarijos gaminio, arba kada, pavyzdžiui, dėl kojų judesių atsiranda poslinkio poveikis. Ši specifinė absorbcijos savybė EP 0 339 461 vadinama sugėrimu, esant

slėgiui.

Estetiniais sumetimais, taip pat ekologijos požiūriu (deponuojamo tūrio sumažinimas), vis didėjant tendencijai šiuos sanitarijos gaminius daryti vis mažesnius ir plonesnius, buvo pradėta mažinti pūkų turį vystykluose, tuo pačiu metu didinant superabsorbentų dalį. Tokiu būdu superabsorbentams reikia suteikti papildomų funkcijų skysčio sugerimo ir pernešimo atžvilgiu, kurias iki tol atliko pūkai ir kurios iki šio meto žinomuose absorbentuose buvo garantuotos nepakankamai.

Dėl to šio išradimo uždavinys - superabsorbuojančių polimerų gavimas, kurie turėtų charakteringą kombinaciją savybių, tokių kaip didelė išlaikymo geba, didelis gelio atsparumas, taip pat ypatingai didelė absorbcijos geba, esant slėgiui. Kitas šio išradimo uždavinys - tokio absorbento gavimo būdas.

Šis uždavinys yra sprendžiamas skiriamųjų požymių, išdėstytų išradimo apibūrinimo 1 punkte, sąskaita. Netikėtai pasisekė nustatyti, kad dalelyčių tipo absorbuojančią dervą padengus alkilenkarbonatais 0,01 - 5 sv. %, geriausia 0,1 - 4 sv. %, o po to pašildžius iki 150-300°C galima reikšmingai pagerinti absorbcinę gebą, esant slėgiui ir tuo pačiu esant dideliems gelio atsparumo ir išlaikymo dydžiams. Ypatingai gerų rezultatų pasiekama naudojant 0,2 - 3,5 sv. % alkilenkarbonatus.

Vandenį absorbuojančių dervų paviršiaus apdorojimas jau yra žinomas. JAV patente 4,043,952 dispergavimui vandenyje pagerinti yra rekomenduojama vartoti polivalentinius metalo

12

junginius, o JAV patente 4,051,086 sugėrimo greičiui padidinti yra rekomenduojama vartoti glioksalį. EP patente 0 083 022 (dispergavimui vandenyje pagerinti ir absorbcijos gebai padidinti), Vokietijos patentinėje paraiškoje 33 31 644 (druskų tirpalų stabilumui padidinti, esant dideliame vandens sugėrimo greičiui), Vokietijos patentinėje paraiškoje 35 07 775 (taip pat druskų stabilumui padidinti, esant gerai skysčio absorbcijai ir gelio atsparumui), Vokietijos paraiškoje 35 23 617 (takumui pagerinti ir aglomeracijai išvengti), Vokietijos patentinėje paraiškoje 36 28 482 (vandens sugėrimui pagerinti, kai vartojama antrą kartą) ir Europos patentinėje paraiškoje EP 0 349 240 (pusiausvyrai tarp absorbcijos gebos ir sugėrimo greičio, taip pat tarp gelio atsparumo ir susiurbiančios jėgos pasiekti) yra aprašomas papildomas dervų apdorojimas, turinčiomis dvi- ar daugiafunkcines grupes, priemonėmis, kurios gali reaguoti su karboksilo ar karboksilato grupėmis arba kitomis grupėmis, esančiomis polimere. Šiuo atveju arba milteliai yra maišomi su komponentėmis, kai yra būtina naudoti nedidelius vandens ir tirpiklio kiekius, arba milteliai yra disperguojami inertiniame tirpiklyje, arba polimerai, turintys 10 - 40 sv. % vandens, yra disperguojami hidrofiliniame ar hidrofobiniame tirpiklyje ir po to arba vienu metu yra maišomi su susiuvimo priemonėmis. Kaip susiuvimo priemonės gali būti vartojami poliglicidiniai eteriai, galoepoksidiniai junginiai, polioli, poliaminai ar poliizocianatai. Kartu su jais Vokietijos patento (VFR) 33 14 019 paraiškos išradimo aprašyme, Europos patentinėje paraiškoje EP 0 317 106

Catsizvelgiant į aplinkybes, dideliame absorbcijos kiekiui ir dideliame absorbcijos greičiui pasiekti), Vokietijos (VFR) patento 37 37 196 paraiškos išradimo aprašyme (didelei absorbcijos gebai ir dideliame sugėrimo greičiui pasiekti, tuo pačiu metu esant dideliame gelio atsparumui) užsimenama apie funkcinis aziridino junginius akril-di-(tri)-hologenidus ir riebaluose tirpius poliepoksijunginius. Pagal Vokietijos (VFR) patento 35 03 458 paraiškos išradimo aprašymą (polimerams, turintiems didelę vandens absorbcijos gebą, didelį vandens sugėrimo greitį, taip pat didelį gelio atsparumą, esant nelipniam geliui, gauti) polimerinė derva yra dengiama susiuvimo priemonėmis, dalyvaujant inertinėms neorganinėms miltelių pavidalo medžiagoms, kaip SiO_2 , ir nenaudojant organinių tirpiklių. Visiems šiems būdams bendra yra tai, kad po to derva yra termiškai apdorojama, ir toliau tai, kad paviršiui apdoroti vartojamos susiuvimo priemonės turi bent dvi funkcines grupes.

Aukščiau aprašytuose būduose nėra parodyta tai, kad, taikant absorbuojančių dervų paviršinių apdorojimą, galima pagerinti sugėrimą, esant slėgiui, arba, kad kombinacija savybių: didelė išlaikymo geba, didelis gelio atsparumas ir didelė absorbcijos geba, esant slėgiui - gali būti pasiekta vienu metu.

Daugelis iki šio laiko naudojamų susiuvimo priemonių turi neigiamų toksinių savybių. Todėl jų negalima vartoti dėl sveikatai pavojingo lygio tokioje jautrioje srityje kaip higienos sektorius. Be dar santykinai nekenksmingo pavojingumo - odos sudirginimo - epoksidiniai, glicidiliniai,

organiniai galoidiniai junginiai ir izocianatai turi sensibilizuojančio ir daugkartinio kancerogeninio bei mutageninio poveikio. Vartoti poliamidus yra draudžiama dėl galimo nitrozoamino susidarymo. Visais atvejais, prieš taikant vystyklų ir kitų higienos gaminių gamyboje, būtina iš polimerinių dervų kruopščiai pašalinti nesureagavusias toksiškai pavojingas susiuvimo priemonių dedamąsias. Tai lemia papildomų ir brangiai kainuojančių valymo stadijų taikymą, kurios gamybos procesą kainos požiūriu padaro sunkų ir nerentabilų.

Pagal išradimą kaip alkilenkarbonatai, pavyzdžiui, gali būti vartojami: 1,3-dioksolan-2-onas, 4-metil-1,3-dioksolan-2-onas, 4,5-dimetil-1,3-dioksolan-2-onas, 4,4-dimetil-1,3-dioksolan-2-onas, 4-etil-1,3-dioksolan-2-onas, 4-hidroksimetil-1,3-dioksolan-2-onas, 1,3-dioksan-2-onas, 4-metil-1,3-dioksan-2-onas, 4,6-dimetil-1,3-dioksan-2-onas arba 1,3-dioksepan-2-onas. Ypatingai tinka 1,3-dioksolan-2-onas ir 4-metil-1,3-dioksolan-2-onas.

Vandenį absorbuojanti derva, kuri gali būti vartojama padengimui, yra gaunama polimerizuojant 55 - 99,9 sv. % monomerų su rūgšties grupėmis, pavyzdžiui, tokiomis kaip akrilo rūgštis, metakrilo rūgštis, 2-akrilamidmetilpropansulfato rūgštis arba šių monomerų mišiniu; rūgšties grupės bent 25 mol. % yra neutralizuotos ir yra, pavyzdžiui, natrio, kalio ar amonio druskų pavidalo. Geriausia, kad neutralizacijos lygis sudarytų bent 50 mol. %. Ypatingai gera derva, kuri yra gauta iš susiūtosios akrilo rūgšties arba metakrilo rūgšties, neutralizuotos 50 - 80 mol.

%.
55

Vandenį absorbuojančioms dervoms gaminti galima vartoti ir kitus monomerus: 0 - 40 sv. % akrilamidą, metakrilamidą, hidroksietilakrilatą, dimetilaminoalkil(met)-akrilatą, dimetilaminopropilakrilamidą arba akrilamidopropiltrimetilamoniochloridą. Šių monomerų kiekiai, didesni negu 40%, pagerina dervos išbrinkimo galimybes.

Kaip susiuvimo priemonės gali būti vartojami visi junginiai, turintys bent du etileno neprisotintus dvigubinius ryšius arba vieną etileno neprisotintą dvigubinį ryšį ir funkcinę grupę ar kelias funkcinės grupes, galinčią ar galinčias reaguoti su rūgšties grupe. Kaip pavyzdžius reikėtų išvardinti poliolių akrilatus ir metakrilatus, t.y. butandiol-diakrilatą, heksandiol-dimetakrilatą, poliglikol-diakrilatą, trimetilol-propantriakrilatą arba allilakrilatą, diallilakrilamidą, triallilaminą, diallileterį, metilenbisakrilamidą arba N-metilolakrilamidą.

Vandenį sugeriančioje dervoje kaip vandenyje tirpstantys polimerai gali būti 0 - 30 sv. % iš dalies arba visiškai sumuilintas polivinilo spiritas, polivinilpirrolidonas, krakmolas arba jo dariniai, poliglikolis arba akrilo polirūgštis. Šių polimerų molekulinis svoris yra nekritiškas iki to laiko, kol jie tirpūs vandenyje. Geriausi vandenyje tirpstantys polimerai yra krakmolas arba polivinilo spiritas, arba šių polimerų mišinys. Vandenį sugeriančioje dervoje geriausias tokių vandenyje tirpstančių polimerų kiekis yra 1 - 5 sv. %, ypač tada, kai tirpstančiais polimerais būna vartojami krakmolas ir/arba polivinilo spiritas. Vandenyje

176

tirpstantys polimerai gali būti prigijusieji kopolimerai su polimerais, turinčiais rūgšties grupių.

Be dervų, kurios gaunamos iš dalies neutralizuotos akrilo rūgšties susiuvimo polimerizacijos būdu, dažnai yra vartojamos ir tokios, kurios gali papildomai turėti dedamųjų, paveiktų krakmolo ar polivinilo spirito prigijusiosios kopolimerizacijos.

Vartojamos absorbuojančios dervos dalelių formai netaikoma jokių specialių apribojimų. Polimeras gali būti rutuliukų, gaunamų inversinės suspensinės polimerizacijos būdu, formos arba skirtingų dalelių, kurios gaunamos, kai tirpalo polimerizacijos procese gelio masė yra džiovinama ir pulverizuojama, formos. Dalelių matmenys paprastai svyruoja 20/2000 μm intervale, geriausia 50 - 850 μm .

Sugeriančioms vandenį dervoms padengti, jas galima maišyti su alkilenkarbonato vandens - spirito mišiniu. Spirito kiekis yra nustatomas pagal alkilenkarbonato tirpumą ir techniniais sumetimais, pavyzdžiui, kad nesprogtų, turi būti sumažintas iki minimumo. Tinkami spiritai yra metanolas, etanolas, butanolas arba butilglikolis, taip pat šių spiritų mišiniai. Geriausias tirpiklis yra vanduo, kurio kiekis 0,3 - 5,0 sv. %, perskaičiavus dervos atžvilgiu. Taip pat egzistuoja galimybė padengti alkilenkarbonatu iš miltelių pavidalo mišinio, pavyzdžiui, su neorganine medžiaga-nešikliu, pavyzdžiui, SiO_2 .

Pageidaujamoms savybėms gauti yra būtina, kad ant miltelių pavidalo dervos alkilenkarbonatas pasiskirstytų tolygiai. Todėl maišoma tinkamais maišikliais, pavyzdžiui,

maišikliu su pseudosuskystintu sluoksniu, mentiniu maišikliu, velenėliniu maišikliu arba dvisraiginiu maišikliu.

Taip pat egzistuoja galimybė absorbuojančią dervą dengti polimerinės dervos gamybos vienos stadijos metu. Šiam tikslui ypatingai tinka inversinės polimerizacijos būdas.

Terminis apdorojimas yra atliekamas betarpiškai po padengimo proceso 150 - 300°C temperatūroje, geriausia vartojant 180 - 250°C temperatūros alkilenkarbonatus. Jis priklauso nuo poveikio laiko ir alkilenkarbonato tipo. Kad būtų gautos pageidaujamos savybės, 150°C temperatūroje terminį apdorojimą reikia daryti keletą minučių, pavyzdžiui, 0,5 - 5 minučių. Terminį apdorojimą galima atlikti paprastose džiovyklose arba krosnyse, pavyzdžiui, reikėtų paminėti besisukančias krosnis, džiovyklas su pseudosuskystintu sluoksniu, lėkštines džiovyklas arba infraraudonųjų spindulių džiovyklas.

Pramonės tikslams pagal išradimą polimerus galima gauti nepertraukiamu arba periodiniu būdu. Išradime siūlomas priemonės galima naudoti labai įvairiose taikymo srityse. Pavyzdžiui, jei jos vartojamos kaip higieninių diržų ir vystyklų absorbentai ar žaizdų uždengimui, tai jos turi turėti savybę greitai absorbuoti didelį kiekį menstruacinio kraujo, šlapimo ar kitų organizmo skysčių. Absorbcijos geba ir absorbcijos greitis dėl slėgio, tuo pačiu metu veikiant apkrovoms, yra gerokai didesnis negu žinomų produktų. Kadangi išradime siūlomos priemonės absorbuotą skystį išlaiko taip pat esant slėgiui, jas vartoti yra ypatingai patogiu ir higieniška. Jas geriausiai tinka vartoti esant didesnėms

koncentracijoms lyginant su hidrofiline pluoštine medžiaga, pavyzdžiui, pūkais, kas buvo įmanoma iki šio meto, ir jos turi puikias absorbcines savybes koncentracijose, kurios turi 98 - 20 sv. % hidrofilinio pluošto ir 2 - 80 sv. % absorbuojančios dervos.

Pagal išradimą siūlomi, absorbuojančių gaminių, skirtų patiems įvairiausiems tikslams, polimerai, turintys padengimą, yra vartojami, pavyzdžiui, maišyti su popieriumi, pūkais ar sintetiniu pluoštu arba paskirstyti tarp substratų iš popieriaus, pūkų ar neaustos tekstilės, arba deformuoti medžiagose-nešikliuose iki pluošto sudarymo.

Pagal išradimą polimerinėms dervoms padengti vartojami alkilenkarbonatai neturi jokių toksikologiškai pavojingų savybių.

Superabsorbentai, gauti išradime siūlomu padengimo alkilenkarbonatais ir po to einančiu kaitinimo būdu, netikėtai turi skysčių sugėrimo reikšmingą padidėjimą, esant slėgiui, tuo pačiu esant dideliame gelio atsparumui ir dideliame išlaikymui, be to, pasiekiamas ypač didelis skysčio sugėrimo pradinis greitis, esant slėgiui, kadangi 80% bendros talpos pasiekama jau per 15 minučių. Sugėrimas (AUL), esant slėgiui, sudaro 25 g/g, kai apkrova 20 g/cm², geriausiais atvejais per 27 g/g, kai išlaikymo dydžiai (TB) mažiausiai 28 g/g, paprastai daugiau už 30 g/g, jei sugėrimas matuojamas vartojant 0,9% natrio chlorido tirpalą. Sugėrimo ir išlaikymo suma, esant slėgiui, sudaro daugiau kaip 53 g/g, geriausiais atvejais daugiau kaip 60 g/g. Gelio, gauto pagal išradimą, tvirtumas sudaro mažiausiai 2000 N/m², kai gelio turis 28

g/g.

Sugeriančioms vandenį dervoms charakterizuoti buvo atlikti išlaikymo (TB), sugėrimo (AUL), esant slėgiui, ir šlyties modulio matavimai. Išlaikymą nustatinėjo arbatos paketėlio metodu, skaičiuodami trijų matavimų vidutinę reikšmę. Apie 200 mg dervos hermetiškai sudėdavo į arbatos paketėlį ir panardindavo jį 20 minučių į 0,9%-inį NaCl tirpalą. Po to arbatos paketėlį centrifuguodavo centrifūgoje (23 cm diametro, 1.400 aps/min) penkias minutes ir padžiaudavo. Arbatos paketėlį, be vandenį sugeriančios dervos, po tokio pat apdorojimo vertindavo kaip tuščios eigos reikšmę:

$$\text{Išlaikymas} = \frac{\text{svoris po apdorojimo} - \text{tuščios eigos reikšmė}}{\text{svėrinys}} \quad (\text{g/g})$$

Sugėrimą, esant slėgiui, (apkrova, kai slėgis 20 g/cm^2) nustatinėjo metodu, aprašytu Europos patentinėje paraiškoje EP 0 339 461 7p.: į cilindą, kurio dugnas tinklelio pavidalo, įdėdavo superabsorbento svėrinį ir miltelius slėgdavo puansonu, kuris sudarydavo 20 g/cm^2 slėgį. Po to cilindą įdėdavo į absorbcijos testerį Demand (DAT), kuriame superabsorbentą palikdavo valandą, kad jis sugertų 0,9%-inį NaCl tirpalą.

Šlyties modulį matuodavo Carri-Med-Stress reometre, kurio konfigūracija - plokštelė-plokštelė. Carri šlyties

moduliui nustatyti 1 g absorbuojančios vandeni dervos palikdavo valandą brinkti 28 g 0,9%-niame NaCl tirpale, po to matuodavo tokiu būdu gauto išbrinkusio gelio slyties modulį, priklausomai nuo dažnio (0,1 - 10 Hz). Jo 10 Hz reikšmė yra nurodoma kaip kaupimo modulis G' . Toliau pateikiamuose pavyzdžiuose vandeni sugerianti miltelių pavidalo derva, padengta alkilenkarbonatu, buvo gauta taikant žinomus polimerizacijos būdus tirpale arba suspensinė polimerizaciją. Visos % reikšmės galioja milteliams.

1 PAVYZDYS

Miltelių pavidalo akrilo polirūgštį, susiūtą trimetilolpropantrioakrilatu ir neutralizuotą iki 70 mol. % natrio druska, išsijodavo iki grūdelių dydžio nuo 50 iki 850 mm (A milteliai). 100 g A miltelių intensyviai maišant sumaišydavo su 1,3-dioksalan-2-onu, vandens ir etanolo, paimtų po 2,5 g, tirpalu, po to valandą kaitindavo krosnyje, kurioje nustatyta 180°C temperatūra.

Kad galėtų palyginti, 100g A miltelių sumaišydavo su mišiniu, padarytu iš 2,5 g vandens ir 2,5 g etanolo, ir taip pat valandą kaitindavo 180°C temperatūroje.

Atšaldytus miltelius dar kartą išsijodavo iki 50 - 850 mm grūdelių dydžio, po to nustatinėdavo išlaikymą (TB), sugerimą, esant apkrovai dėl slėgio (AUS), taip pat kaupimo modulį G' .

	TB	AUL	TB+AUL	G'
	g/g	g/g	suma	N/m ²
A milteliai	45	6	51	1200
1 pavyzdys	41	33	74	2600
Lyginamasis pavyzdys be 1,3-dioksilan-2-ono	45	6	51	1200

2-4-PAVYŽDZIAI

Tris miltelių pavidalo, skirtingo susiuvimo laipsnio akrilo polirūgštis, neutralizuotas iki 70 mol. % natrio druska (B, C, D milteliai), pagal 1 pavyzdį sumaišydavo su 1,3-dioksilan-2-onu ir valandą kaitindavo krosnyje 180°C temperatūroje:

	1,3-dioksilan- 2-onas, %	(CH ₂ O) %	eta- nolas %	TB g/g	AUL g/g
B milteliai	-	-	-	39	11
2 pavyzdys	1,5	2,0	2,0	36	30
C milteliai	-	-	-	36	13
3 pavyzdys	1,0	2,0	2,0	34	31
D milteliai	-	-	-	31	17
4 pavyzdys	0,2	1,0	2,0	30	30

(tęsinys):

	TB+AUL suma	G' (N/m ²)
B milteliai	50	1800
2 pavyzdys	66	3000
C milteliai	49	2300
3 pavyzdys	65	3200
D milteliai	48	4000
4 pavyzdys	60	4200

5-8 PAVYZDŽIAI

100g B miltelių sumaišo su įvairiais karbonatais, ištirpintais vandens ir etanolio mišinyje, ir kaitina krosnyje 215°C temperatūroje:

Karbonatai	Karbonato kiekis, g	laikas min.	TB g/g	AUL g/g	TB+ AUL	G' N/m ²
B milteliai	-	-	39	11	50	1800
5 pavyzdys 4-metil-1,3 dioksolan- 2-onas	2	20	37	31	68	2500
6 pavyzdys 1,3-dioksan- 2-onas	2	15	37	30	67	2600
7 pavyzdys 4-metil-1,3- dioksan- 2-onas	2	30	36	33	69	2600
8 pavyzdys 4-etil-1,3- dioksolan- 2-onas	2	20	37	30	67	2400

63

9-13 PAVYZDŽIAI

Atitinkamai įvairius kiekius 1,3-dioksalan-2-ono ir vandens sumaišo su 100 g A miltelių ir valandą kaitina krosnyje 180°C temperatūroje:

	1,3-dioksilan- 2-onas, %	(CH ₂ O) %	TB g/g	AUL g/g	TB+ AUL	G' N/m ²
A milteliai	-	-	45	6	51	1200
9 pavyzdys	0,5	0,5	43	28	71	2350
10 pavyzdys	1,0	1,0	41	32	73	2450
11 pavyzdys	1,5	1,5	40	34	74	2500
12 pavyzdys	2,0	2,0	37	34	71	2700
13 pavyzdys	3,5	3,5	32	32	67	2800

14-19 PAVYZDŽIAI

100 g B miltelių sumaišo su 1,3-dioksolan-2-ono vandeniniu tirpalu ir šildo įvairių temperatūrų šiltu oru, patenkančiu iš šilto oro patiklio. Oro srauto temperatūra keičiama iki kontakto su milteliais:

	1,3-diokso lan-2-onas %	H ₂ O. %	T. C°	laikas, min.	TB g/g	AUL g/g	TB +AUL suma
B milteliai	-	-	-	-	39	11	50
14 pavyzdys	2,5	2,0	215	5	38	28	66
15 pavyzdys	2,5	2,0	215	10	36	29	65
16 pavyzdys	2,5	2,5	215	29	34	28	62
17 pavyzdys	1,0	1,5	250	2	38	29	67
18 pavyzdys	1,0	1,0	250	5	36	29	65
19 pavyzdys	1,0	1,0	250	10	34	30	64

20-23 PAVYZDŽIAI

Miltelių pavidalo susiūtasias akrilo polirūgštis, atitinkamai turinčias -krakmolo, polivinilo spirito, 70% neutralizuotas natrio druska (E, G, C, H milteliai), sumaišo su 1,3-dioksalan-2-ono vandens - spirito tirpalu ir 2 valandas kaitina krosnyje 170°C temperatūroje.

	PVS*	krak mol as. %	EC** %	H ₂ O. %	eta nolas. %	TB g/g	AUL	TB+ AUL suma	G' N/m ²
E milteliai	3,5	-	-	-	-	45	7	52	1300
20 pavyzdys	3,5	-	2	1	0	37	30	67	2400
G milteliai	4,5	-	-	-	-	45	6	51	1200
21 pavyzdys	4,5	-	1	1	1	41	28	69	2100
C milteliai	-	3,5	-	-	-	41	7	48	1600
22 pavyzdys	-	3,5	1,5	1	1	35	29	64	2200
H milteliai	-	6,0	-	-	-	40	7	47	1600
23 pavyzdys	-	6,0	1	1	1	34	29	63	2300

* - PVS = polivinilo spiritas

** - EC = 1,3-dioksalan-2-onas;

24-26 PAVYZDŽIAI

Susitautieji miltelių pavidalo akrilo rūgštis su 2-akrilamid-2-metilpropansulfo rūgštimi (K milteliai), akrilo rūgštis su akrilamidu (L milteliai) ir akrilo rūgštis su dimetilaminopropilakrilamidu (M milteliai) kopolimerai yra maišomi su 1,3-dioksolan-2-ono vandens-etanolio tirpalais ir 15 minučių kaitinami krosnyje 215°C temperatūroje:

	AcS/kopoli meras (1) svoris, %	EC %	H ₂ O, %	eta nolis, %	TB g/g	AUL g/g	TB+ AUL suma	G' N/m ²
K milteliai	65/35 AMPS	-	-	-	35	7	42	2700
24 pavyzdys	-	0,3	1,0	2,0	34	29	63	3450
L milteliai	80/20 AcA	-	-	-	37	6	43	1900
25 pavyzdys	-	0,5	1,0	1,0	34	28	62	3000
M milteliai	90/10 DIMAPA	-	-	-	39	6	45	1600
26 pavyzdys	-	0,5	1,0	1,0	36	28	64	2350

(1)

AcS=akrilo rūgštis,

AcA=akrilamidas,

DIMAPA = dimetilaminopropilakrilamidas,

EC = 1,3-dioksolan-2-onas,

AMPS = 2-akrilamid-2-metilpropansulfato rūgštis.

27-30 PAVYZDŽIAI

Išradime siūlomų, vandenį sugeriančių dervų taikymą bando daugiasluoksnėse konstrukcijose iš pūkų ir vandenį sugeriančios dervos. Apvalias konstrukcijas (5,8 cm diametro) iš trijų pūkų sluoksnių ir dviejų vandenį sugeriančios dervos sluoksnių įdeda į Biuchnerio piltuvą ir slegia 20 g/cm³. Biuchnerio piltuvą žarna sujungia su rezervuaru, pripildytu 0,9%-inio NaCl tirpalo. Per 15 min. ar per 1 valandą atitinkamai konstrukciją išsiurbia, po to ją hermetiškai uždaro į didelį arbatos paketą ir 5 minutes centrifuguoja

būgne, kurio diametras 23 cm ir apsisukimų skaičius 1400 per minutę. Dervos absorbcijos gebą apskaičiuoja tokiu būdu:

g/arbato pakėtelis su pūkais ir su derva - g/arbato pakėtelis su pūkais, bet be dervos

Sugėrimas =
dervos svėrinys

	vandenį sugerianti derva iš pavyzdžio	dervos dalis konstrukcijoje, %	Sugėrimas 15 min.	g/g 60 min.
27 pavyzdys	1	40	26	32
28 pavyzdys	11	40	27	34
29 pavyzdys	13	40	25	30
30 pavyzdys	20	40	25	29
palyginimas:	B milteliai	40	10	16
	D milteliai	40	16	20

ISRADIMO APIBRÉŽTIS

1. Miltelių pavidalo, netirpstanti vandenyje, susiūtoji derva, sugerianti vandens arba serozinius skysčius, taip pat kraują, susidedanti iš:

a) - 55-99,9 sv. % polimerizuotų neprisotintų besipolimerizuojančių, turinčių rūgšties grupių, monomerų, kurie neutralizuoti bent 25 mol. %;

b) - 0-40 sv. % polimerizuotų neprisotintų besikopolimerizuojančių su a) monomerais;

c) - 0,1-5,0 sv. % susiuvimo priemonių;

d) - 0,-30 sv. % vandenyje tirpstančio polimero, be to,

a) - d) svoriniai kiekiai yra skaičiuojami bevandeniniam polimerui, besiskirianti tuo, kad miltelių pavidalo derva yra padengta 0,01-5 sv. %, geriausiai 0,1-4 sv. %, alkilenkarbonatu, skaičiuojant miltelių pavidalo dervai, ir pašildyta 150°-300°C temperatūroje.

2. Absorbuojanti derva pagal 1 p., besiskirianti tuo, kad:

a) išlaiko bent 28 g 0,9 %-inio natrio chlorido tirpalo gramui dervos;

b) sugeria bent 25 g 0,9 %-inio natrio chlorido tirpalo gramui dervos, esant slėgiui 20 g/cm²;

c) gelio atsparumas, išmatuotas kaip šlyties modulis, yra bent 2000 N/m², kai gelio tūris - 28 g 0,95 %-inio natrio

chlorido tirpalo gramui dervos.

3. Absorbuojanti derva pagal 1 - 2 p., besiskirianti tuo, kad ji yra gaunama iš akrilo rūgšties, metakrilo rūgšties ir/arba 2-akrilamid-2-metilpropansulfato rūgšties kaip monomerai, turintys rūgšties grupių.

4. Absorbuojanti derva pagal bet kuri iš 1 - 3 p., besiskirianti tuo, kad monomero turimos rūgšties grupės yra neutralizuotos bent 50 mol. %.

5. Absorbuojanti derva pagal bet kuri iš 1 - 4 p., besiskirianti tuo, kad ją gauna iš akrilo rūgšties kaip vienintelį turintį rūgšties grupių monomerą, neutralizuotą 50 - 80 mol. %.

6. Absorbuojanti vandenį derva pagal bet kuri iš 1 - 5 p., besiskirianti tuo, kad vandenyje tirpstantys polimerai yra vartojami 1 - 5 sv. % koncentracijos.

7. Absorbuojanti vandenį derva pagal bet kuri iš 1 - 6 p., besiskirianti tuo, kad kaip vandenyje tirpstantys polimerai yra vartojamas krakmolas ir/arba polivinilo spiritas.

8. Absorbuojanti vandenį derva pagal bet kuri iš 1 - 7 p., besiskirianti tuo, kad jai gauti yra vartojama 2,5 - 3,5 sv. % alkilenkarbonatų.

9. Absorbuojanti vandenį derva pagal bet kuri iš 1 - 8 p., besiskirianti tuo, kad kaip alkilenkarbonatai gali būti vartojami 1,3-dioksolan-2-onas ir/arba 4-metil-1,3-dioksolan-2-onas.

10. Miltelių pavidalo, netirpstančios vandenyje, dervos, sugeriančios vandens ir serozinius skysčius, taip pat

kraują, sudarytos iš:

a) - 55-99,9 sv. % polimerizuotų neprisotintų besipolimerizuojančių, turinčių rūgšties grupių, monomerų, kurie neutralizuoti bent 25 mol. %;

b) - 0-40 sv. % polimerizuotų neprisotintų besikopolimerizuojančių su a) monomerais;

c) - 0,1-5,0 sv. % susiuvimo priemonių;

d) - 0,-30 sv. % vandenyje tirpstančio polimero, be to, a) - d) svoriniai kiekiai yra skaičiuojami bevandeniniam polimerui, gavimo būdas besiskiriantis tuo, kad miltelių pavidalo derva yra padengta 0,01-5 sv. %, geriausiai 0,1-4 sv. %, alkilenkarbonatu, skaičiuojant miltelių pavidalo dervai, ir pašildyta 150°-300°C temperatūroje.

11. Būdas pagal 10 p., besiskiriantis tuo, kad miltelių pavidalo dervą padengia alkilenkarbonatu, ištirpintu vandenyje, spirite ar vandens ir spirito mišinyje.

12. Būdas pagal 11 p., besiskiriantis tuo, kad padengia tirpalu, turinčiu alkilenkarbonato koncentraciją nuo 0,2 iki 3,5 sv. %, skaičiuojant dervai.

13. Absorbuojančios dervos pagal 1 - 9 p. taikomos sanitarijos gaminiuose, absorbuojančiuose organizmo skysčius, tokiuose kaip vystyklai, pagalbinės priemonės, nelaikantiems šlapimo, higieniniai diržai, taip pat gaminiai žaizdoms uždengti.

14. Absorbuojančios dervos pagal 1 - 9 p. taikomos absorbuojančiose konstrukcijose, sudarytose iš 98 - 20 sv. % hidrofilinio pluošto ir 2 - 80 sv. % absorbuojančios dervos.