

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

19 ES	21	NUMERO	10 A1
	21	470.948	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		20.6.78	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:			32 FECHA			33 PAIS		
31 NUMERO								
47 FECHA DE PUBLICIDAD		51 CLASIFICACION INTERNACIONAL			62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA			
		CO8B; A61E						
64 TITULO DE LA INVENCION								
"METODO DE FABRICAR UN MATERIAL DE CELULOSA PARA PRODUCTOS SANITARIOS ABSORBENTES"								
71 SOLICITANTE (S)								
SCA DEVELOPMENT AKTIEBOLAG								
DOMICILIO DEL SOLICITANTE								
Sundsvall, Suecia								
72 INVENTOR (ES)								
Alf Hugo Karlsson, Hans Einar Lundström y Lars Henrik Olsson								
73 TITULAR (ES)								
74 REPRESENTANTE								
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ				(P.- 69.315)				

1 El presente invento se refiere a un método de
fabricar material absorbente de derivados de celulosa, es-
tando dicho material absorbente especialmente destinado pa
ra empleo en productos sanitarios tales como servilletas o
5 paños sanitarios, tampones, toallas faciales, pañales y si-
milares.

Los éteres de celulosa son derivados de celu-
losa especialmente adecuados, pero también pueden emplear-
se otros derivados de celulosa tales como ésteres de celulo
10 sa. La carboximetil-celulosa (CMC), preferiblemente sus-
sales alcalinas o de amonio, tales como carboximetil-celulo
sa sódica, pueden mencionarse como ejemplos de éteres de
celulosa.

Es sabido hace ya tiempo emplear carboximetil-
15 -celulosa como material de absorción en tampones para absor-
ber líquidos menstruales. La carboximetil-celulosa emplea-
da para este fin ha sido secada de un modo convencional en
un cilindro o rodillo secador sin fijación de la estructu-
ra del material, y después refinada. El grado de sustitución
20 ción (GS) medio para esta carboximetil-celulosa, es decir,
el número de grupos carboximetilo por unidad de glucosa
anhidra en la celulosa, ha ascendido hasta como máximo 0,35.
Sin embargo, este material tiene propiedades que son tan
similares a las propiedades del material no sustituido, es
25 to es, tiene más o menos la misma capacidad de baja absor-
ción, que no puede justificarse el coste de la sustitución.

También es conocido previamente emplear carbo-
ximetil-celulosa que tiene un grado de sustitución medio
mayor de 0,35 para fines de absorción, habiendo sido dicha
30 celulosa tratada con calor, de modo que, de acuerdo con la

1 información suministrada, se ha hecho insoluble en agua.
El tratamiento con calor se efectúa de modo que el mate-
rial se calienta en un horno bajo presión a una temperatu-
ra de 120-170°C durante un período de 1-20 horas, y de es-
5 te modo la CMC se somete a condiciones de reticulación.
Algunos derivados de CMC se han fabricado de este modo y
tienen una absorción relativamente buena. Sin embargo, con
este método, las propiedades de capacidad y velocidad de
absorción se harán dependientes unas de las otras en algún
10 grado, de modo que el material que tenga una elevada capa-
cidad de absorción tendrá una menor velocidad de absorción
y viceversa. Los costos de fabricación relativamente altos
pueden también ser anotados como una desventaja adicional.

La gran capacidad de retención de líquidos y
15 la rápida absorción, pero también el elevado coste, se ob-
tiene cuando el material de absorción se fabrica de acuer-
de con la memoria de la patente de EE.UU. 3.589.364 por
medio de CMC húmeda que tiene un grado de sustitución medio
de 0,4-1,6, siendo reticulada con epíclorhidrina hasta un
20 producto insoluble en agua.

De acuerdo con la memoria descriptiva de la
patente de EE.UU. 3.919.385, un material absorbente se fa-
brica mezclando una "viscosa cianoetilada", y una solución
acuosa de polivinil-pirrolidona con una viscosa no susti-
25 tuída formadora de filamentos, que constituye la parte
principal de la mezcla. Esta mezcla se convierte en fibras
que consisten en celulosa regenerada no sustituida en la
que se distribuyen homogéneamente la cianoetilen-celulosa
regenerada y la polivinil-pirrolidona.

30 La solicitud de patente sueca 7507172 descri

1 be un método de secar un material que contiene celulosa
modificado, en el cual el producto se lleva primeramente a
su máximo hinchamiento por medio de un lavado con agua,
después de lo cual se acidifica a un valor de pH que redu-
5 ce el hinchamiento a un mínimo. El producto se convierte
luego en su forma de sal bajo condiciones de disolvente
que no producen hinchamiento y se seca en un horno por me-
dio de evaporación del disolvente.

10 De acuerdo con la solicitud de patente sueca
publicada 305.714, es difícil o imposible tratar productos
de celulosa eterizados que tienen un grado de sustitución
de 0,1-0,7 en el estado hinchado. Además, se reivindica que
el secado por medio de calor usualmente conduce a la forma-
15 ción de un material duro en forma de cuerno que es difícil-
mente adecuado como material absorbente. Esto constituye
un perjuicio técnico hasta el grado de que dicha dificultad
puede ser fácilmente superada por medio de emplear el pre-
sente invento como se describe con más detalle en lo que
sigue. El fin del presente invento es conseguir un método
20 de fabricar material absorbente de derivados de celulosa,
preferiblemente carboximetil-celulosa, que tiene la mayor
capacidad de absorción posible.

Otro fin del presente invento es conseguir
un procedimiento de fabricación tan económico como sea po-
25 sible, esto es, un procedimiento que de como resultado un
coste para el producto final tan bajo como sea posible.

Otro fin del invento es hacer posible el em-
pleo de instalaciones disponibles para el secado del mate-
rial absorbente.

30 El producto de acuerdo con el invento se

1 caracteriza porque contiene derivados de celulosa tales
como éteres de celulosa, por ejemplo, carboximetil-celulo
sa, carboxietilen-celulosa, carboximetilhidroxietilen-celu
5 metil-celulosa, o ésteres de celulosa, por ejemplo, sulfato
to de celulosa o fosfato de celulosa en forma de fibra,
que tiene un grado de sustitución (GS) medio de como máxi-
mo 0,40, en el cual las fibras han reventado durante el
10 secado de modo que sus superficies se han ampliado conside-
rablemente.

De acuerdo con el invento, esto se consigue
por medio de un derivado de celulosa tal como éter de ce-
lulosa, por ejemplo carboximetil-celulosa, carboxietilen-
-celulosa, carboximetilhidroxietilen-celulosa, hidroxie-
15 etilen-celulosa, hidroxipropilen-celulosa o metil-celulosa,
o un éster de celulosa, por ejemplo, sulfato de celulosa o
fosfato de celulosa en forma de fibra y que tienen un gra-
do de sustitución (GS) medio de como máximo 0,40, que se
lleva al estado hinchado, se fija en dicho estado, y des-
20 pués se seca, eliminándose la parte importante del agente
de hinchamiento al mismo tiempo que se mantiene la estruc-
tura del material hinchado y se evita la contracción.

El invento puede llevarse a cabo con ayuda
de uno o más rodillos secadores calentados por vapor sobre
25 los cuales se fija el material de celulosa en una zona de
agarre de rodillos entre los rodillos o entre un rodillo
de suministro y el rodillo secador, moviéndose una boqui-
lla de revestimiento de un modo alternativo a lo largo del
rodillo secador o los rodillos secadores de modo que el ma-
30 terial de celulosa, que tiene la forma de una pasta, se

1. distribuirá relativamente de un modo uniforme sobre la zona de agarre de rodillos, y una cuchilla rascadora para retirar la esterilla que se forma durante la fijación y se cado sobre el rodillo, siendo dicha cuchilla rascadora
5 ajustable para proporcionar a la banda retirada una estructura plisada.

Durante la cocción, se afecta la estructura cristalina de la celulosa y la cristalinidad también puede afectarse por sustitución. Por medio de la selección
10 de un sustituyente adecuado, por ejemplo, los grupos carboximetilo, se obtiene un efecto estérico, impidiendo dicho efecto de un modo efectivo la unión intermolecular normal entre las unidades de glucosa. Los grupos carboximetilo funcionan como espaciadores entre las fibras y se
15 obtiene así un denominado efecto de globo. Dicho efecto consiste en los hinchamientos que surgen entre las zonas en las que permanece la estructura de fibra cristalina. El efecto estérico se refuerza además por medio de las propiedades hidrófilas del grupo CM. Las ventajas hidrófilas de la CMC pueden ser luego llevadas a la práctica
20 mediante el máximo hinchamiento de la fibra de la CMC seguido por la eliminación del agente de hinchamiento de tal modo que la configuración normal no puede ser reconstituida.

25 En las mezclas de CMC muy sustituidas, la absorción tiene lugar muy lentamente o cesa en su totalidad debido al hecho de que la carboximetil-celulosa se hincha tan pesadamente en su superficie que se impide el transporte adicional de líquido a través del material. Esto es el
30 denominado efecto de capa de parada. El material de CMC

1 puede estar poco sustituido con el fin de que se obtenga
como resultado una buena absorción.

La CMC que tiene un bajo grado de sustitución
ha atraído un interés bastante ligero en la bibliografía,
5 y en algunos casos solamente ha atraído interés en cone-
xión con la fabricación de láminas de CMC. Sin embargo,
ahora inesperadamente se ha descubierto que puede obtener-
se una óptima capacidad de absorción para la CMC que tiene
un grado de sustitución medio de hasta 0,40, preferible-
10 mente hasta 0,30 y se ha encontrado especialmente adecua-
do un grado de sustitución de 0,24. Sin embargo, el grado
de sustitución se ajustará de modo que la estructura de la
fibra se mantenga al mismo tiempo que aún permanece insol-
uble la pasta de madera.

15 Con el fin de conseguir un material que tenga
la máxima capacidad de absorción se fabricó carboximetil-
-celulosa que tenía grado de sustitución (GS) variables
basados en diferentes pastas de madera. Se encontró que
la CMC procedente de celulosa de abedul al sulfato se hizo
20 soluble a un grado de sustitución inferior mientras que la
CMC procedente de celulosa al sulfato, de pino blanqueada
llegó a ser soluble a un grado de sustitución de aproxima-
damente 0,40. Se han obtenido buenos resultados en la
fabricación de CMC a partir de pasta de viscosa y celulosa
25 al sulfato, de pino blanqueada.

Después de que la calidad de la CMC en cues-
tión ha sido fabricada, se seca de tal modo que se obten-
ga la máxima capacidad de absorción.

30 Durante muchos años y ahora, el secado en ro-
dillos calentados ha sido empleado en la producción de

1 carboximetil-celulosa soluble, cola de papel para paredes
y similares; véase por ejemplo la memoria descriptiva de
la patente sueca 147.713. De acuerdo con esta memoria de
la patente, la pasta de madera se deposita como una película
5 la delgada sobre rodillos que tiene una temperatura de
aproximadamente 150°C. La película se seca hasta que sea
quebradiza y luego se refina hasta formar escamas. A pe-
sar del hecho de que esto es un método que ha sido usado
durante largo tiempo, nunca se había utilizado para secar
10 CMC insoluble debido al hecho de que se había considerado
imposible obtener material absorbentes por medio de secado
con calor. Esto ha sido expresado en la patente sueca im-
presa antes mencionada nº 305.714. Hasta la fecha, ha sido
obtenido por secado con calor un material duro similar a un
15 cuerno que no ha sido capaz de ser empleado como material
absorbente.

El material de CMC fabricado se secará luego
de modo que se obtenga la máxima capacidad de absorción.
Esto puede tener lugar preferiblemente de dos modos dife-
20 rentes, es decir liofilización y secado en rodillos. Como
se describe con más detalle más adelante, el material se
lleva primeramente a su estado de máximo hinchamiento. De
acuerdo con el invento este estado se mantiene durante el
secado por medio de la fibra que se fija, y con ello puede
conseguirse la máxima capacidad de absorción deseada. La
25 liofilización se ha empleado principalmente dentro de la
industria alimenticia y se efectúa a vacío a una temperatu-
ra inferior a 0°C. Este procedimiento se emplea para secar
la carboximetil-celulosa de modo que el material se congela
y luego se seca por medio del agua que se elimina en forma
30 de vapor directamente desde su fase de hielo sólida. En la

1 actualidad, esto es un método bastante antieconómico que,
sin embargo, puede incluso en la actualidad estar justifi-
cado porque el material se obtiene en una forma muy venta-
josa, es decir como gránulos que tienen muy buenas propie-
5 dades de absorción, gracias a que las fibras se secan
mientras que se fijan en un estado hinchado por medio de
la congelación. Estos gránulos pueden ser luego refina-
dos adicionalmente según se desee.

10 En relación con el secado en rodillos, se ha
encontrado ahora sorprendentemente que, si se es capaz de
fabricar el material rápidamente sobre el rodillo secador,
esto es suficiente con el fin de fijar el material y con-
servar su estructura de modo que el secado tenga lugar sin
ninguna contracción.

15 En el secado normal de fibras, el agua situada
en el interior de las paredes de las fibras se separa y
las fibras se arrugan. Por medio de la fijación las fi-
bras de acuerdo con el invento, por ejemplo, por medio de
congelación o de secado en rodillo, las fibras quedan me-
cánicamente impedidas de arrugarse, y en lugar de ello las
20 fibras revientan cuando las fuerzas mecánicas llegan a ser
suficientemente grandes. El reventamiento tiene lugar
de tal modo que las fibras se abren primero por reventa-
miento a lo largo de una línea o raja principal y, al ha-
cerlo, la superficie de la fibra reventada que está dis-
25 ponible para la absorción de agua se hace varias veces ma-
yor que en una fibra seca del modo normal sin hinchamiento
y reventamiento.

30 De acuerdo con la realización preferida, la pas-
ta de madera se diluye luego con agua hasta un contenido

1 de sequedad de aproximadamente 10% y se amasa para formar
una pasta que se bombea al rodillo secador o rodillos seca-
dores por medio de una bomba especial. La disposición de
5 secado puede diseñarse para que tenga dos rodillos seca-
dores que forman una zona de agarre de rodillos, o como un
rodillo secador y un rodillo de suministro que se apoya en
dicho rodillo secador y que forman una zona de agarre de
rodillos. La pasta es tan viscosa que la distribución so-
bre el rodillo debe hacerse adecuadamente de modo que la
10 pasta sea suministrada por medio de una boquilla que se
mueva con movimiento alternativo de ida y vuelta a lo lar-
go del rodillo.

Quando la pasta se distribuye sobre el rodi-
llo secador o rodillos secadores tiene lugar una fijación
15 de una película sobre el rodillo secador en la zona de aga-
rre de rodillos y el espesor de esta película se regula
por medio del ajuste de la distancia entre los rodillos en
la zona de agarre. Después de aproximadamente tres cuar-
tos de vuelta del rodillo secador, la película, por medio
20 de la pérdida de agua se ha convertido en una esterilla
que se separa por rascado del rodillo mediante una cuchilla
rascadora. La esterilla puede con ello estar provista
con un aspecto plisado. El contenido seco de la pasta es
de importancia pero no es crítico. En el caso de un con-
25 tenido de sequedad excesivamente elevado, se forma un ma-
terial duro similar a un pergamino que tiene una absorban-
cia muy deficiente y en el caso de un contenido de seque-
dad excesivamente elevado, la cantidad de agua que ha de
evaporarse será excesivamente grande. Un material duro
30 similar a un pergamino puede también resultar si la tempe-

1 ratura del rodillo secador es demasiado elevada o si la
zona de agarre de rodillos es demasiado estrecha, debido a
la evaporación, antes de que el material que pasa a través
de la zona de agarre de rodillos tenga lugar tan rápida-
5 mente que el contenido de sequedad llegue a ser demasiado
grande. Si el contenido de sequedad es demasiado bajo,
puede ser difícil conseguir que el material se adhiera por
sí mismo a los rodillos debido a que se formará una capa de
vapor entre los rodillos y el material. Esto es denominado
10 el fenómeno de Leidenfrost.

Los resultados obtenidos por medio del seca-
do de acuerdo con el invento muestran que se obtiene un
marcado aumento de la capacidad de absorción en compara-
ción con el material secado convencionalmente, siendo di-
15 cha capacidad de absorción aumentada completamente compara-
ble a la que se obtiene por medio de la liofilización. El
invento será descrito con más detalle en relación con los
dibujos que se acompañan, en los que la figura 1 muestra
las curvas de absorción para la CMC secada de acuerdo con
20 el invento y la secada convencionalmente, y la Figura 2
muestra un rodillo secador para secar CMC de acuerdo con
el invento.

Con el fin de establecer adicionalmente
las diferencias y explicar por qué puede obtenerse una ca-
25 pacidad de absorción mejorada con el material de CMC se-
cado de acuerdo con el invento, se ha llevado a cabo una
investigación morfológica por medio del microscopio elec-
trónico.

Se prepararon muestras a STFI por medio de
30 una técnica especial que está basada en revestir el mate-

1 rial en alto vacío con oro metálico hasta un espesor de aproximadamente 500 Å. Las fotografías se tomaron en el microscopio electrónico de exploración STEI, Cambridge Stereoscan 600.

5 Una de las fotografías mostraba CMC secado convencionalmente teniendo un grado de sustitución de 0,25 a partir de una pasta de maderade viscosa ampliada 50 veces. Otra fotografía mostraba la misma fibra ampliada 200 veces. Una tercera fotografía mostraba la fibra de CMC que tiene un grado de sustitución de 0,25 a partir de pasta de madera de viscosa que ha sido hinchada y secada en rodillo, ampliada 50 veces, y una cuarta fotografía mostraba la misma fibra ampliada 200 veces.

15 Como pudo verse en las fotografías mencionadas, la mayor diferencia estaba en el aumento marcado del tamaño de la superficie de la fibra y el aumento concomitante en la capacidad de absorción. La estructura de la fibra es en esencia totalmente abierta y cuarteada, lo que debe ser debido al hecho de que, durante el secado, las fibras estallan o revientan abriéndose debido a que no son capaces de moverse o contraerse debido a la fijación. Las superficies de las fibras que se han secado en rodillo después de hinchamiento de acuerdo con el invento, son, como pueden verse, varias veces mayor que la superficie de la fibra de CMC secada convencionalmente.

20 Cuando el material de absorción de acuerdo con el invento, se fabrica por medio de hinchamiento seguido por secado en rodillos, se obtiene en forma de una banda similar al papel que, preferiblemente puede dotarse con una

1 estructura plisada para una suavidad y elasticidad mejora-
das que es importante para el producto y para la adaptación
de la producción. El material puede emplearse como único
material de absorción para absorber líquidos corporales en
5 diferentes productos sanitarios, higiénicos o de hospita-
les, pero también puede ser ventajosamente combinado con
materiales de absorción tradicionales tales como guata de
celulosa y pasta de madera desfibrada, pasta química o me-
cánica o mezclas de ellas.

10 Tanto si el material se emplea en forma de ho-
ja como desfibrada, se coloca adecuadamente en una capa
separada. En el estado desfibrado, también puede mezclar-
se en proporciones arbitrarias con otros materiales de
absorción orgánicos o inorgánicos con el fin de aumentar
15 su capacidad de retención de los líquidos. La combinación
con otro posible material absorbente también puede efec-
tuarse antes del procedimiento de secado antes descrito.

La razón de la gran libertad de selección de
aplicaciones es que el nuevo material de absorción no da
20 lugar a los efectos de la capa de parada. En lugar de
ello, coopera con el material circundante por medio de su
líquido absorbente del mismo y distribuyendo el líquido
dentro de sí mismo.

Un tipo de método de ensayo adecuado para em-
25 pleo en este grupo de material en el que la absorción capi-
lar ha sido total o parcialmente reemplazada por absorción
de hinchamiento es denominado "humectabilidad según deman-
da", esto es, la absorción de líquido se regula totalmente
por el material y el efecto de parada posible da como re-
30 sultado una absorción lenta o muy baja incluso si se pro-

1. longa el tiempo de ensayo. Un método de ensayo que puede adaptarse fácilmente al material y a las condiciones previas del producto en cuestión es SIS 251228.

5 En el presente caso, un troquel de prensa que proporciona muy buena reproducibilidad incluso cuando el material se expande pesadamente en dirección lateral puede usarse cuando se absorbe líquido. El troquel consiste en un anillo que proporciona superficies de 25 cm^2 y que descansa contra una placa de fondo separable. La placa de fondo tiene diferentes alturas de modo que pueden obtenerse diferentes densidades durante la compresión por medio de un cuerpo de prensa en un barrilete, por ejemplo, 0,3, 0,4, 10 0,5 y $0,6 \text{ g/cm}^3$.

15 Los cuerpos de muestra se colocan luego en un cilindro que impide la expansión lateral y se cargan con un peso. Por medio de un agujero en el fondo del cilindro la muestra se pone en contacto con el líquido que ha de absorberse por medio de una manguera. Esta manguera o tubo está conectado a una bureta que está diseñada de modo que la presión del líquido a través de la manguera se compensa exactamente por el peso colocado sobre la muestra en el cilindro, de modo que solamente la tendencia a la absorción de la muestra hace que el líquido sea absorbido. La presión hidrostática es 0. Tan pronto como la muestra se satura, cesa el transporte de líquido. La cantidad de líquido absorbido puede leerse en la bureta. La velocidad de absorción puede también determinarse con este aparato. 20 25

30 Con una solución de NaCl al 1% como líquido de muestra, este tipo de método de ensayo también proporciona una comprensión realista de por que un material de

1 absorción es realmente capaz de absorber cuando se pone en
contacto con líquidos corporales diferentes. A medida que
los productos de más absorción se someten a carga, cuando
se usan o como las compresas, ya están comprimidos cuando
5 se usan, inicialmente, los ensayos se ha llevado a cabo a
diferentes niveles de densidad.

La Figura 1, en donde en ordenadas se representa
la absorción en g/g de material y en abscisas la densidad en
10 g/cm³, representa una comparación, en forma de diagrama, en-
tre una pasta con pelusa o pasta al sulfato desfibrada, co-
mo material de absorción comúnmente empleado representado
por la línea de trazos discontinuos, y el material de absor-
ción de acuerdo con el invento, representado por la línea
continua. Como no se ha observado ningún efecto de parada
15 cuando el material de absorción se empleó como único compo-
nente, ni en una mezcla con otro material en los ensayos
descritos aquí, el diagrama solamente presenta la absorción
total para el material de acuerdo con el invento.

Las curvas revelan que mientras que la capaci-
20 dad de absorción para el material convencional disminuye
marcadamente con el aumento de densidad, la capacidad de ab-
sorción para el material de acuerdo con el invento es prác-
ticamente hablando independiente de la densidad.

La distancia vertical entre las curvas dibuja-
25 das para una densidad dada muestra la ganancia que se ob-
tiene cuando se emplea el material de absorción de acuerdo
con el invento.

La Figura 2 muestra un dispositivo preferido
para secar el material de acuerdo con el invento. El dis-
30 positivo consiste en dos rodillos secadores calentados por

1 vapor, la y lb que, conjuntamente, forman una zona de agarre de rodillos 2. El material similar a pasta 3 se suministra a la zona de agarre de rodillos 2, por medio de una boquilla 4 de revestimiento. La boquilla 4 de revestimiento puede moverse con movimiento de ida y vuelta a lo largo de los rodillos y distribuye uniformemente el material a lo largo de la zona de agarre 2. El material 3 se fija en la zona de agarre de rodillos 2 formando una película 5a y 5b respectivamente en los rodillos la y lb respectivamente. El espesor de la película puede variarse por medio de la regulación de la anchura de la zona de agarre de rodillos. Después de que los rodillos se han movido tres cuartos de vuelta, el material que ahora es una forma de esterilla, se separa por rascado con ayuda de cuchillas rasadoras 6a y 6b que pueden controlarse de modo que el material reciba una estructura plisada. Las bandas de material 7a y 7b pueden luego enrollarse por medio de dispositivos de enrollado 8a y 8b.

20 Lo siguiente es un ejemplo de como puede fabricarse el material de partida de CMC . Este material se emplea en los ejemplos subsiguientes.

25 10 kilogramos de pasta de madera "seca" que tiene un contenido de sequedad de 94% se añadió a un dispositivo SCA-Fs 160 1. Se accionó el mezclador durante la pulverización simultánea de líquido de sosa al 24% y 5 kilogramos de etanol de 96% durante un período de 20 minutos. La temperatura se mantuvo a 20°C por medio de un suministro de agua fría en una envolvente exterior. El desfibrador de 30 cuchilla rápida del mezclador se hizo funcionar continua-

1 mente.

Una hora después del comienzo, se añadieron 2,95 kg de ácido monocloroacético, 0,5 mol/mol de celulosa, disueltos en 5 kg de etanol del 96%, bajo enfriamiento durante un período de 10 minutos. El material se enfrió durante 20 minutos. Se inició el calentamiento a 60°C que duró 0,5 horas simultáneamente, a medida que el desfiador de cuchilla se conectaba para operación intermitente a intervalos de 1 minuto cada 10 minutos. La reacción se continuó durante 2 horas. La mezcla se enfrió y neutralizó con 3,8 litros de ácido clorhídrico disueltos en 50 litros de etanol al 30%. Posteriormente el material se lavó con etanol y/o agua.

El invento será descrito con más detalle a continuación por medio de realizaciones y con referencia a los resultados de ensayo de la Tabla que figura a continuación.

Ejemplo 1

La GMC que todavía está humedecida con alcohol y tiene un contenido de sequedad de aproximadamente 30%, tomada directamente de la fabricación se diluye con agua hasta un contenido de sequedad de 10%. Se emplea agua templada para acelerar el tratamiento. Por medio de un amasado en un dispositivo Nautamixer, se obtiene una pasta viscosa y espesa después de aproximadamente 15 minutos. Dicha pasta podría transportarse posteriormente por medio de una bomba especial.

Dicha pasta, que consistía en la sal sódica de carboximetil-celulosa en forma de fibra y que tenía un grado de sustitución de 0,24 se mezcló con agua que tenía una

1 temperatura de 100°C, de modo que se obtuvo una suspensión uniforme que tenía un contenido de sequedad de 4%. Esta suspensión se congeló y se secó a una presión de 1,33 Pa (10^{-2} mm de mercurio.).

5 Ejemplo 2

Se llevó a cabo del mismo modo que el Ejemplo 1, pero teniendo un contenido de sequedad de la suspensión de aproximadamente 10%.

Ejemplo 3

10 Se llevó a cabo del mismo modo que el Ejemplo 1, pero el producto se liofilizó a una temperatura máxima de 60°C del material seco y a una presión de aproximadamente 267 Pa (aproximadamente 2 mm de mercurio).

Ejemplo 4

15 Se llevó a cabo de acuerdo con el Ejemplo 2, pero a una temperatura máxima del material seco de 80°C.

Ejemplo 5

20 La pasta que tenía un contenido de sequedad de aproximadamente 10% se congeló en forma de una masa congelada que se granuló y se liofilizó de acuerdo con cualquiera de los Ejemplos 2 ó 3.

Ejemplo 6

25 Carboximetil-celulosa sódica que tenía un grado de sustitución de 0,24 se amasó con agua hasta un contenido de sequedad de aproximadamente 10% y se secó de acuerdo con cualquiera de los Ejemplos 1 a 4.

Ejemplo 7

30 Carboximetil-celulosa sódica que tenía un grado de sustitución de 0,24 se amasó con agua hasta un contenido de sequedad de aproximadamente 10% y se secó

1 con rodillo de acuerdo con la realización preferida. Véase páginas 5 y 6, a una temperatura de 140°C.

Ejemplo 8

5 Se llevó a cabo de acuerdo con el Ejemplo 7, pero se secó con rodillos a 175°C.

Ejemplo 9

Carboximetil-celulosa sódica que tenía un grado de sustitución de 0,28 se trató de acuerdo con cualquiera de los Ejemplos 1 a 7.

10 Ejemplo 10

Carboximetil-celulosa sódica que tenía un grado de sustitución de 0,19 se trató de acuerdo con cualquiera de los Ejemplos 1 a 7.

Ejemplo 11

15 Hidroxietilen-celulosa sódica que tenía un grado de sustitución de 0,24 se amasó del mismo modo que la carboximetil-celulosa sódica de acuerdo con el Ejemplo 1, y se secó en rodillos de acuerdo con el Ejemplo 7.

Ejemplo 12

20 El invento se ensayó sobre sulfato de celulosa del mismo modo que en el Ejemplo 11.

Tabla

25 Muestra las capacidades de absorción de los derivados de CMC poco éterificados e hinchados de NaCl al 1% en agua a una carga de 15 g/cm² y una presión hidrostática de 0. Densidad 0,5 g/cm³.

30

	<u>Ejemplo</u>	<u>GMC</u>	<u>Absorción ml/g</u>	<u>Observaciones</u>
1	A	0,24	6,3	Muestra no tratada
	1	0,24	11,1	
	2	0,24	11,0	
5	3	0,24	10,2	
	4	0,24	11,5	
	5	0,24	12,0	
	6	0,24	11,5	
	7	0,24	10,7	
10	8	0,24	11,0	
	9	0,24	12,0	
	10	0,19	11,2	
	11	0,24	11,0	
	12	0,24	11,0	

15

La Tabla revela que se obtienen muy buenas capacidades de absorción para los materiales fabricados por medio del método de acuerdo con el invento, y que el invento también puede emplearse para otros derivados de celulosa que tienen propiedades similares a la carboximetil-celulosa, tales como carboxietilen-celulosa, carboximetilhidroxietilen-celulosa, hidroxietilen-celulosa, hidroxipropilencelulosa o metil-celulosa, o ésteres de celulosa, por ejemplo, sulfato de celulosa o fosfato de celulosa.

25

30

1

REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

15

20

25

30

1^a.- Método de fabricar un material de celulosa para productos sanitarios absorbentes, caracterizado porque un derivado de celulosa tal como un éter de celulosa, por ejemplo, carboximetil-celulosa, carboxietilencelulosa, carboximetilhidroxietilencelulosa, hidroxietilencelulosa, hidroxipropilencelulosa o metilcelulosa, o un éster de celulosa, por ejemplo, sulfato de celulosa o fosfato de celulosa en forma de fibra que tiene un grado de sustitución medio (GS) como máximo de 0,40, se lleva a un estado hinchado, se fija en dicho estado y se seca a continuación, con lo que se da lugar a que revienten las fibras ampliándose considerablemente sus superficies, separándose la cantidad principal del agente de hinchamiento al mismo tiempo que se mantiene la estructura del material hinchado, y evitándose la contracción.

2^a.- Método de acuerdo con la reivindicación 1^a, caracterizado porque el derivado de celulosa es carboximetil-celulosa.

3^a.- Método de acuerdo con la reivindicación 1^a, caracterizado porque el derivado de celulosa es hidroxietilencelulosa o sulfato de celulosa.

1 4^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1^a-3^a, caracterizado porque el derivado de celulosa tiene un grado de sustitución medio (GS) menor que 0,30.

5 5^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1^a-8^a, caracterizado porque el derivado de celulosa tiene un GS menor que 0,24.

 / 6^a.- Método de acuerdo con la reivindicación 1^a, caracterizado porque el material de celulosa obtenido contiene más de 10% de fibras derivadas de celulosa.

10 7^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1^a-6^a, caracterizado porque se incorporan también otros materiales absorbentes, por ejemplo, pasta de madera termomecánica y bentonita.

15 8^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1^a-6^a, caracterizado porque además de la capa de derivado de celulosa se incorpora también una capa de otro material absorbente.

20 9^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1^a-8^a, caracterizado porque el secado se realiza por medio de liofilización, fijándose la estructura del material por medio de congelación y convirtiéndose a continuación el agente de hinchamiento directamente desde su fase sólida en su fase de vapor.

25 10^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1^a-8^a, caracterizado porque el secado se efectúa por medio de secado en rodillos o cilindros, en el que se aplica una suspensión del material a rodillos calentados por vapor por medio de una boquilla de revestimiento dotada de movimiento alternativo, se hace pasar por una zona de agarre entre los rodillos de modo que se forme una película y

30

1 se fije el material en el rodillo, y se seca hasta formar una esterilla que luego se separa por rascado del rodillo por medio de una cuchilla rascadora después de aproximadamente $3/4$ de vuelta del rodillo.

5 11^a.- Método de acuerdo con la reivindicación 10^a, caracterizado porque la suspensión tiene un contenido seco de aproximadamente 10% cuando se aplica al rodillo.

10 12^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 10^a-11^a, caracterizado porque los rodillos se calientan por vapor a una presión de 3,5-10 horas.

15 13^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 10^a-12^a, caracterizado porque la banda está provista de una estructura plisada cuando se separa por rascado del rodillo.

14^a.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1^a-13^a, caracterizado porque el material se desfibra después del secado.

20 15^a.- Método de acuerdo con la reivindicación 1^a, caracterizado porque el hinchamiento se efectúa suministrando agua bajo trabajo mecánico, por ejemplo, amasado, de modo que se consiga el máximo hinchamiento de las fibras separadas, con lo cual se obtiene un material en forma de una pasta que tiene aproximadamente 10% de contenido seco, aplicándose la pasta obtenida a una zona de agarre entre rodillos calentados por vapor a una presión de 3,5-10 bares, de modo que se forma una película que contiene material en estado hinchado, fijándose dicha película al rodillo, de modo que las fibras separadas del material se mantienen en su relación mutua que se ha conse-

25

30

1 guido durante el hinchamiento, eliminándose rápidamente
la parte principal del agua de la pasta, reventando las
fibras, cuando la película se fija sobre el rodillo de modo
que se evita la contracción de dicho material, y separán-
5 dose luego del rodillo el material que se ha secado de este
modo en forma de una esterilla continua por medio de una
cuchilla rascadora, siendo dicha esterilla capaz de estar
dotada de una estructura plisada, después de lo cual se
enrolla la esterilla.

10 16^a.- Método de fabricar un material de ce-
lulosa para productos sanitarios absorbentes.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede, representado en los dibujos que se acompañan y
con los fines que se han especificado.

15 Esta Memoria consta de veintitrés hojas es-
critas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16. MAR 1979

P.A.

20

Alberto de Elzaburu
Por Poder.

25

30

15039

JL/.

FIG.1

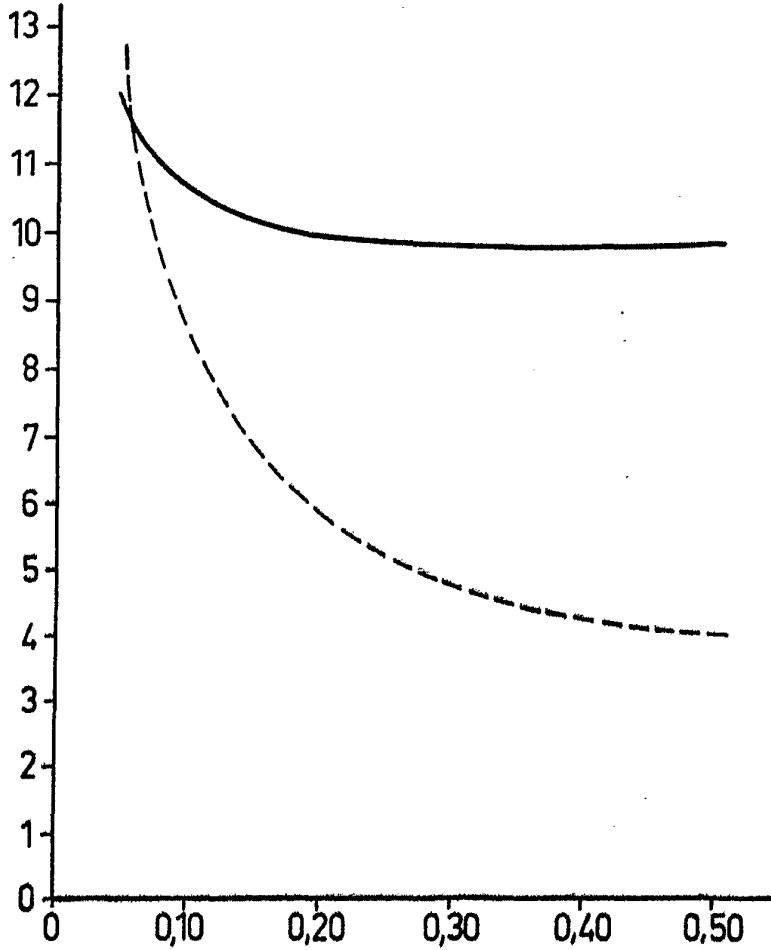
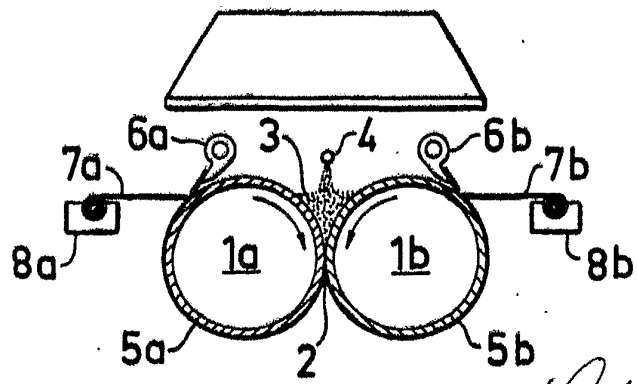


FIG.2



Alberto de Elizaburu
For Today

