

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



DELEGATURA PROPIEDAD INDUSTRIAL

División de Nuevas Creaciones

PC
SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No.

04-28795

54 **TITULO** ARTICULOS QUE COMPRENDEN MATERIALES SUPERABSORBENTES QUE TIENEN UNA
DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA BIMODAL

51 **CLASIFICACION INTERNACIONAL** A 612 15/60; A61F13/13
A61F13/53; A61F 5/44

71 **SOLICITANTE** KIMBERLY - CLARK WORLDWIDE. INC.

DOMICILIO KEENAH. WISCONSIN. ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

74 **APODERADO** RAMIRO CASTRO DUQUE

22 **SANTAFE DE BOGOTA, D.C.** _____

PETITORIO

AS 92 923

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA 4 028795 00

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO
Radicación: 04028795 00000000 Folios 113
Fecha (AMB): 2004-03-26 17:03:36
Trámite: 011 PCT-PRIEMI 379 FASE NULI 411 PRESEMIAL
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL

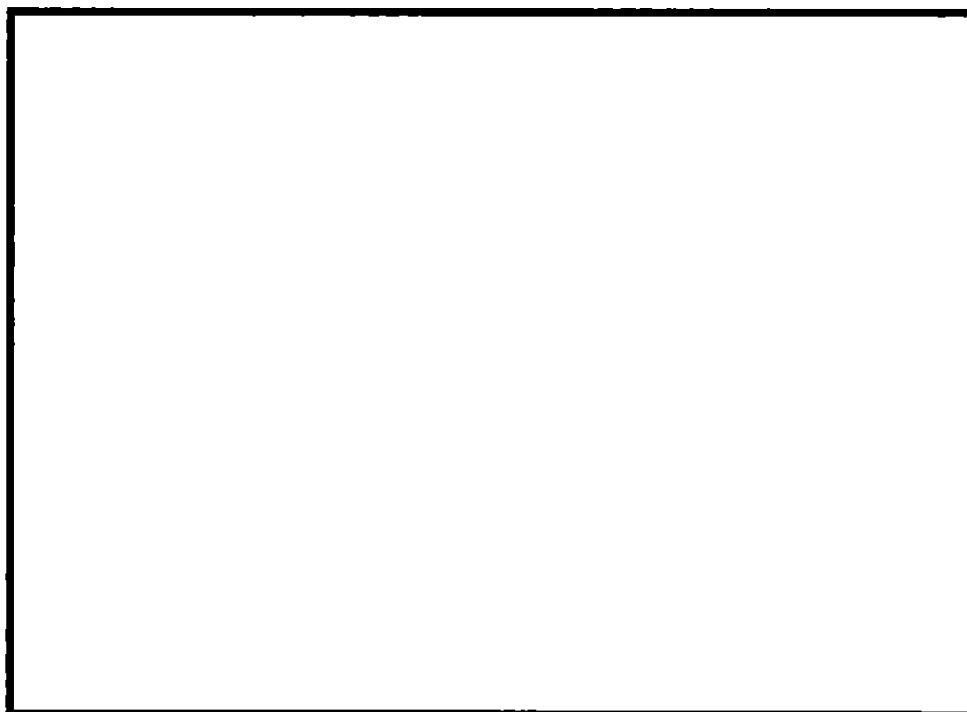
1 SOLICITUD DE			
☒ Patente de Invención		☐ Patente de Modelo de Utilidad	
☐ Capítulo I		☒ Capítulo II	
2 SOLICITANTE (71)	Nombre KIMBERLY - CLARK WORLDWIDE, INC Dirección 401 North Lake Street, Neenah, Wisconsin 54956, USA Nacionalidad o Domicilio Estados Unidos Lugar de Constitución Estados Unidos Teléfono Fax E-mail	IDENTIFICACION CC ☐ NIT ☐ CE ☐ Otro ☐ Cual _____ Número _____	
3 REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre RAMIRO CASTRO DUQUE Dirección Cra. 7 No 16-56 Piso 9 Teléfono 380-2200 Fax. 380-2700 E-mail	IDENTIFICACION CC ☒ NIT ☐ CE ☐ Otro ☐ Cual _____ Número 170.322 TP 1003	
4 INVENTOR (ES) (72)	Nombre Michael John Niemeyer, Richard Norris Dodge II, Sridhar Ranganathan Dirección 4125 N Wedgewood, Appleton, WI 54914, US, 2717 N McDonald Street, Appleton, WI 54911, US, 8441 Sundial Court, Suwanee, GA 30024, Estados Unidos de América Nacionalidad o Domicilio Estados Unidos de América		
5 PCT (86) Solicitud Internacional No PCT/US02/17622 Fecha 03-06-2002 Publicación Internacional No WO 03/030954 A1 Fecha 17-04-2003			
6 Título (54) <u>ARTÍCULOS QUE COMPRENDEN MATERIALES SUPERABSORBENTES QUE TIENEN UNA DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA BIMODAL</u>			
7 Clasificación Internacional (51) <u>A 61 L 15/60</u>			
8 Prioridad	(33) País de Origen	(32) Fecha	(31) Número de Solicitud
SI ☒ NO ☐	US	09-10-2001	09/974.638
9 Comprobante de pago No. 04-1611 Fecha 23-03-2004			
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página			

10

ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud \$422.000
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso. Protocolo No. 17397
- ☒ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones
- ☒ Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☐ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☒ Otros Tarjeta de Propietarios

11 FIGURA CARACTERÍSTICA.



12 Solicito la concesión de la patente:

NOMBRE: RAMIRO CASTRO DUQUE

FIRMA

C.C. 170.322 de Bogotá T.R. 1003 del C.S.J.

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página

3
7

NIT : 000176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA 04 - 1 611
FECHA ENERO 9 DE 2004

RECEIVED
Radiracion : 04/01/04
Fecha (REC) : 2004-01-09
Tramite : 001 PLI PRITHI
Dependencia : 30-0 DIVISION DE SERVICIOS

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No PAGO	FECHA PAGO	Vr PAGO
BRIGARD & CASTRO LTDA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	21589320	09/01/2004	11 186 000 00

***** CONCEPTO *****

CANT	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL DE PATENTE DE IN	422,000 00
		TOTAL	422,000 00

SOM CUATROCIENTOS VEINTIDOS MIL PESOS

RESPONSABLE 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No _____

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
17 April 2003 (17.04.2003)

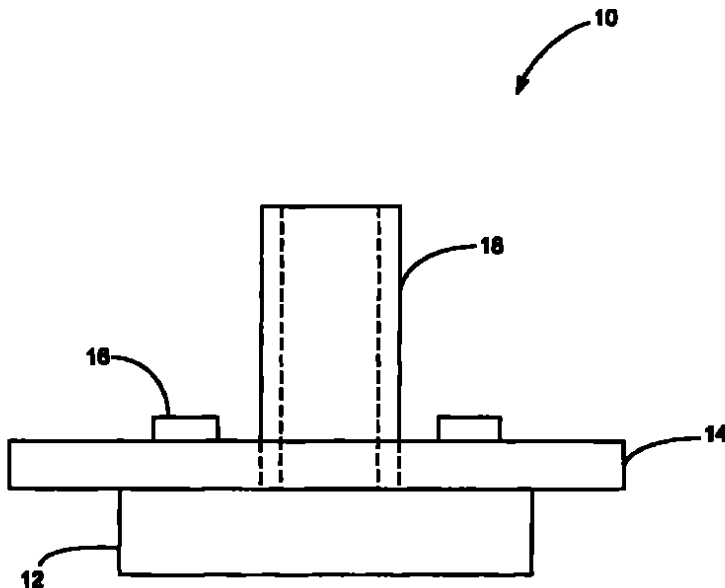
PCT

(10) International Publication Number
WO 03/030954 A1

- (51) International Patent Classification⁷ A61L 15/60, 54911 (US). RANGANATHAN, Sridhar 8441 Sundial Court, Suwanee, GA 30024 (US).
- (21) International Application Number⁸ PCT/US02/17622 (74) Agents GREEN, Theodore, M. et al Kilpatrick Stock ton LLP Suite 2800, 1100 Peachtree Street, Atlanta, GA 30309 (US)
- (22) International Filing Date⁹ 3 June 2002 (03.06.2002)
- (25) Filing Language¹⁰ English
- (26) Publication Language¹¹ English
- (30) Priority Data 09/974,638 9 October 2001 (09.10.2001) US
- (71) Applicant KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC. [US/US] 401 N Lake Street Neenah WI 54956 (US).
- (72) Inventors NIEMEYER, Michael, John 4125 N Wedgewood, Appleton WI 54914 (US) DODGE II, Richard, Norris 2717 N McDonald Street, Appleton WI
- (81) Designated States (national) AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CQ, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GR, GM, GN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KR, KG, KP, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Designated States (regional) ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[Continued on next page]

(54) Title ARTICLES COMPRISING SUPERABSORBENT MATERIALS HAVING A BIMODAL PARTICLE SIZE DISTRIBUTION



(57) Abstract¹² The present invention is directed to an absorbent product including an absorbent composite containing superabsorbent material. The superabsorbent material is in the form of superabsorbent particles having a bimodal particle size distribution. Use of superabsorbent material having a bimodal particle size distribution in the absorbent structure results in enhanced capillary driven fluid distribution and enhanced fluid intake of the absorbent composite. The absorbent product may be in the form of a disposable personal care product.

WO 03/030954 A1



Declarations under Rule 4.17

— as to applicant's entitlement to apply for and be granted a patent (Rule 4 17(ii)) for the following designations AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM) European patent

(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR) OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

— as to the applicant's entitlement to claim the priority of the earlier application (Rule 4 17(ii)) for all designations

Published.

— with international search report

For two-letter codes and other abbreviations refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

85

ARTICLES COMPRISING SUPERABSORBENT MATERIALS HAVING A BIMODAL PARTICLE SIZE DISTRIBUTION

5 FIELD OF THE INVENTION

The present invention relates to absorbent articles including composites containing superabsorbent materials. More particularly the composites contain superabsorbent materials having a bimodal particle size distribution and exhibit improved fluid intake and distribution properties.

10

BACKGROUND OF THE INVENTION

The use of water-swellaable, generally water-insoluble absorbent materials, commonly known as superabsorbents, in disposable absorbent personal care products is known. Such absorbent materials are generally employed in absorbent products such as diapers, training pants, adult incontinence products, and feminine care products in order to increase the absorbent capacity of such products, while reducing their overall bulk. Such absorbent materials are generally present as a composite of superabsorbent particles (SAP) mixed in a fibrous matrix, such as a matrix of wood pulp fluff. A matrix of wood pulp fluff generally has an absorbent capacity of about 6 grams of liquid per gram of fluff. The superabsorbent materials (SAM) generally have an absorbent capacity of at least about 10 grams of liquid per gram of SAM, desirably of about 20 grams of liquid per gram of SAM, and often up to about 40 grams of liquid per gram of SAM. Clearly, incorporation of such absorbent materials in personal care products can reduce the overall bulk, while increasing the absorbent capacity of such products.

25

Capillary driven fluid distribution within the absorbent material is typically hindered due to the presence of the superabsorbent. The fluid distribution may be enhanced by optimizing various superabsorbent physical and functional attributes, however, such modifications traditionally have reduced the pressure driven (forced flow) fluid intake performance of the absorbent core.

30

Different superabsorbent particle sizes have been used to enhance different composite performance attributes, such as composite intake and distribution. Large particles have been used to create larger voids when swelling to improve fluid intake rate; however, these particles negatively affect fluid

distribution. Smaller particles have been used to create smaller voids when swelling to improve capillarity and rate of fluid distribution. However, neither approach has been able to improve one of the properties of intake or distribution without negatively affecting the other property.

5 What is needed in the art is a composite material comprising superabsorbent material, wherein the composite material has improved intake, as well as, improved distribution.

SUMMARY OF THE INVENTION

10 The present invention is directed to an absorbent product containing an absorbent composite. The composite includes a superabsorbent material (SAM), wherein the superabsorbent material (SAM) contains superabsorbent particles having a bimodal particle size distribution. The bimodal particle size distribution includes large particles having a mass median particle size from about
15 850 to about 1800 microns, and small particles having a mass median particle size from about 50 to about 200 microns. The bimodal particle size distribution of the superabsorbent particles in the absorbent structure of the present invention enables enhanced capillary driven fluid distribution without hindering the fluid intake of the absorbent core.

20 More particularly, the absorbent composite contains superabsorbent particles having an overall mass median particle size of about 60 to about 1750 microns. The mass ratio of large particles to small particles is from about 90:10 to about 50:50, and the absorbent composite may comprise from about 20% to about 100% by weight superabsorbent material.

25 The present invention is also directed to an absorbent composite including a superabsorbent material having a bimodal particle size distribution, wherein the composite has a third liquid insult intake time of less than about 85 seconds.

30 The absorbent composite is particularly useful in disposable personal care products such as diapers, training pants, feminine pads, panty liners, incontinence products, as well as personal health products such as wound dressings, and delivery systems.

X
6**BRIEF DESCRIPTION OF THE FIGURES**

Figure 1 is a graph illustrating the relationship of mass fraction versus particle size for superabsorbent materials used in the present invention

Figure 2 is a perspective view of a liquid addition device.

5

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

At the levels of SAM currently used in the absorbent core of diapers (about 40%), the volume occupied by the superabsorbent material (SAM) as it swells becomes significantly greater than that occupied by the fibrous material. Though the fibers continue to play an important role in capillary driven fluid movement on subsequent fluid insults, adjusting the packing fraction of the swollen superabsorbent particles to maximize the capillary drive can lead to significantly improved fluid wicking. As used herein, the term "packing fraction" refers to the ratio of solid volume to total volume of the composite

The present invention fulfills the above-described need by providing an absorbent composite having enhanced fluid intake of the absorbent core and improved capillary driven fluid distribution. Uniform distribution of the superabsorbent material within the absorbent composite is preferred. In one embodiment of the present invention, the improved properties of the absorbent composites of the present invention result from the use of a SAM having a bimodal distribution of superabsorbent particle sizes within the absorbent core.

The following terms are used to describe the absorbent composites of the present invention. A general definition of each term is given below

As used herein, the term "bimodal" refers to a superabsorbent material having two distinct peaks in the mass fraction versus particle size curve for the superabsorbent material. A graph containing the mass fraction versus particle size curves for several SAMs is illustrated in Fig. 1

As used herein, the term "uniform distribution" with respect to superabsorbent material means the absorbent composite has an equal amount of superabsorbent material located in all three dimensions of the composite

As used herein, the term "superabsorbent material" refers to a water-swellaable, water-insoluble organic or inorganic material capable, under the most favorable conditions, of absorbing more than 15 times its weight in an aqueous solution containing 0.9 weight percent sodium chloride

Desirably, the absorbent composites of the present invention comprise superabsorbent material in combination with a fibrous matrix containing one or more types of fibrous materials. A discussion of the absorbent composite components is given below

5

Superabsorbent Materials

Materials suitable for use as a superabsorbent material of the present invention may include natural materials such as agar, pectin, guar gum, and the like, as well as synthetic materials, such as synthetic hydrogel polymers. Such hydrogel polymers include, but are not limited to, alkali metal salts of polyacrylic acids, polyacrylamides, polyvinyl alcohol, ethylene maleic anhydride copolymers, polyvinyl ethers, hydroxypropylcellulose, polyvinylmorpholinone, and polymers and copolymers of vinyl sulfonic acid, polyacrylates, polyacrylamides, polyvinylpyrrolidone, and the like. Other suitable polymers include hydrolyzed acrylonitrile grafted starch, acrylic acid grafted starch, and isobutylene maleic anhydride copolymers and mixtures thereof. The hydrogel polymers are desirably lightly crosslinked to render the material substantially water insoluble. Crosslinking may, for example, be by irradiation or by covalent, ionic, van der Waals, or hydrogen bonding. The superabsorbent materials may be in any form suitable for use in absorbent composites including particles, flakes, spheres, and the like

While a wide variety of superabsorbent materials are known, the present invention relates, in one aspect, to the proper selection of superabsorbent materials to allow the formation of improved absorbent composites and disposable absorbent garments. The present invention is directed to a method of achieving optimum performance in an absorbent composite due to the discovery that superabsorbent materials having a particular bimodal particle size distribution provide unexpected improvements in the combined properties of capillary driven fluid distribution and intake performance. More specifically, the absorbent composites of the present invention desirably contain superabsorbent material having a bimodal particle size distribution, wherein the superabsorbent material comprises large particles having a mass median particle size of from about 850 to about 1800 microns and small particles having a mass median particle size of from about 50 to about 200 microns. Preferably, the superabsorbent material contains

30

large particles having a mass median particle size from about 1000 to about 1600 microns and small particles having a mass median particle size from about 65 to about 150 microns

5 Another desirable feature of the present invention is the difference between the mass median particle size of the large particles and the mass median particle size of the small particles within the absorbent composites of the present invention. Desirably, the ratio of the mass median particle size of the large particles to the mass median particle size of the small particles is from about 4:1 to about 36:1. More desirably the ratio of the mass median particle size of the large particles to the mass median size of the small particles is from about 6:1 to about 25:1.

15 In one embodiment of the present invention, the absorbent composite contains superabsorbent material having a bimodal particle size distribution, wherein the superabsorbent material includes large particles having a mass median particle size of less than about 1200 microns, and small particles having a mass median particle size of less than about 150 microns, wherein the difference ($d_{1/2}$) between the mass median particle size of the large particles and the mass median particle size of the small particles is greater than about 500 microns. In a further embodiment, the absorbent composite contains superabsorbent material having a bimodal particle size distribution, wherein the superabsorbent material includes large particles having a mass median particle size of less than about 1100 microns, and small particles having a mass median particle size of less than about 100 microns, wherein the difference ($d_{1/2}$) between the mass median particle size of the large particles and the mass median particle size of the small particles is greater than about 900 microns.

20 While not being bound by any particular theory, it is believed that the composites of the present invention exhibit enhanced fluid distribution for the following reasons. In composites containing high levels of superabsorbent material (i.e., greater than 30 wt%), the volume occupied by the superabsorbent material, as it swells, becomes significantly greater than that occupied by the fibers. If there is too much empty space between the particles and fibers (void space), the capillarity of the composite system becomes too low to effectively wick fluid to higher areas in the composite. However, if the packing of the swollen superabsorbent particles can be adjusted to minimize the amount of void space between the swollen

superabsorbent particles, the capillary drive within the system will be maintained resulting in improved fluid wicking. Surprisingly, it has been found that composites of the present invention that exhibit improved fluid wicking also exhibit improved fluid intake.

Thus, it is preferred that the superabsorbent material be uniformly distributed within the absorbent composite. However, the superabsorbent material may be distributed throughout the entire absorbent composite or may be distributed within a small, localized area of the absorbent composite.

Relationships have been identified between the amount of void space in multi-component systems and the ratio of the smallest and largest particles in the system. From these relationships, the maximum packing of particles in a two-component system can be determined. See C C Furnas, Industrial and Engineering Chemistry, vol 23, no 9, 1052-1058 (1931). The equation that is used is

$$\Phi = \phi_1 + (1 - \phi_1)$$

$$\phi_1 = [(1 - v_1) \cdot \rho_1] + [(1 - v_1) \cdot \rho_1 + v_1 \cdot (1 - v_2) \cdot \rho_2]$$

wherein v_1 and v_2 are the void space in a system of particles 1 (i.e., the large particles) and particles 2 (i.e., the small particles), respectively, and ρ_1 and ρ_2 are the true specific gravity of particles 1 (i.e., the large particles) and particles 2 (i.e., the small particles), respectively. The value of ϕ_1 represents the degree to which the first component, the large particles, is saturated by the second component, the small particles. The weight of the large particles for densest packing will be ϕ_1 and the weight of the small particles for densest packing will be $(1 - \phi_1)$.

Each of these quantities divided by Φ will then give the proportion, by weight, of each component for densest packing. The optimal large particle to small particle ratio can be calculated based on the maximum packing of the particles at full saturation, since, at this saturation level, the packing within the structure will primarily be determined by the superabsorbent material rather than the fibers.

Given the above-described calculation, it has been determined that the absorbent composites of the present invention desirably contain superabsorbent



material, wherein the mass ratio of "large" particles (i.e., the sample of particles having the greater mass median particle size) to "small" particles (i.e., the sample of particles having the smaller mass median particle size) is from about 90/10 to about 50/50. More desirably, the absorbent composites of the present invention contain superabsorbent material, wherein the mass ratio of "large" particles to "small" particles is from about 90/10 to about 80/20. Even more desirably, the absorbent composites of the present invention contain superabsorbent material, wherein the mass ratio of "large" particles to "small" particles is about 85/15.

Further, the absorbent composites of the present invention desirably contain the above-described bimodal particle size distribution and an overall mass median particle size of from about 60 to about 1750 microns. More desirably, the absorbent composites of the present invention desirably contain the above-described bimodal particle size distribution and an overall mass median particle size of from about 800 to about 1200 microns. Even more desirably, the absorbent composites of the present invention desirably contain the above-described bimodal particle size distribution and an overall mass median particle size of from about 900 to about 1100 microns.

In one embodiment of the present invention, the superabsorbent material comprises a sodium salt of a cross-linked polyacrylic acid. Suitable superabsorbent materials include, but are not limited to, Dow AFA-177-140 and Drytech 2035 both available from Dow Chemical Company, Midland, MI, Favor SXM-880 available from Stockhausen, Inc. of Greensboro, NC, Sanwet IM-632 available from Tomen America of New York, NY, and Hysorb P-7050 available from BASF Corporation, Portsmouth, VA.

Fibrous Materials

Desirably, the absorbent composites of the present invention contain the above-described superabsorbent materials in combination with a fibrous matrix containing one or more types of fibrous materials. The fibrous material forming the absorbent composites of the present invention may be selected from a variety of materials including natural fibers, synthetic fibers, and combinations thereof. A number of suitable fiber types are disclosed in U.S. Patent No. 5,601,542, assigned to Kimberly-Clark Worldwide, Inc., the entirety of which is incorporated herein by reference.

The choice of fibers depends upon, for example, the intended end use of the finished absorbent composite. For instance, suitable fibrous materials may include, but are not limited to, natural fibers such as non-woody fibers, including cotton fibers and cotton derivatives, abaca, kenaf, sabai grass, flax, esparto grass, straw, jute hemp, bagasse, mulkweed floss fibers, and pineapple leaf fibers, and woody fibers such as those obtained from deciduous and coniferous trees, including softwood fibers, such as northern and southern softwood kraft fibers, hardwood fibers, such as eucalyptus, maple, birch, aspen, or the like. Wood fibers may be prepared in high-yield or low-yield forms and may be pulped in any known method, and include kraft, sulfite, groundwood, thermomechanical pulp (TMP), chemithermomechanical pulp (CTMP) and bleached chemithermomechanical pulp (BCTMP). Recycled fibers are also included within the scope of the present invention. Any known pulping and bleaching methods may be used.

Similarly, regenerated cellulosic fibers such as viscose rayon and cuprammonium rayon, modified cellulosic fibers, such as cellulose acetate, or synthetic fibers such as those derived from polyesters, polyamides, polyacrylics, etc., alone or in combination with one another, may likewise be used. Chemically treated natural cellulosic fibers may be used such as mercerized pulps, chemically stiffened or crosslinked fibers, sulfonated fibers, and the like. Suitable papermaking fibers may also include recycled fibers, virgin fibers, or mixtures thereof. Blends of one or more of the above-mentioned fibers may also be used if so desired.

Absorbent Composites

As described above, the absorbent structures according to the present invention desirably include a superabsorbent material and a fibrous matrix for containing the superabsorbent material. However, it should be noted that any device capable of containing the above-described superabsorbent material, and in some cases, is capable of being located in a disposable absorbent garment, is suitable for use in the present invention.

Many such containment devices are known to those skilled in the art. For example, the containment device may comprise a fibrous matrix such as an air-formed or wet-laid web of cellulosic fibers, a meltblown web of synthetic

X 9

polymeric fibers, a spunbonded web of synthetic polymeric fibers, a coformed matrix comprising cellulosic fibers and fibers formed from the synthetic polymer material, airlaid, heat-fused webs of synthetic polymeric materials, open-celled foams, and the like

5 The containment device is desirably a fibrous matrix having a form such as a fibrous network, which is, generally, a random plurality of fibers that can, optionally, be joined together with a binder. The fibrous material can alternatively have the form of a batt of comminuted wood pulp fluff, a tissue layer, a hydroentangled pulp sheet, a woven sheet, a nonwoven sheet, a tow, or a
10 mechanically softened pulp sheet. Any papermaking fibers, as previously defined, or mixtures thereof may be used to form the fibrous matrix.

 The absorbent composites of the present invention may be formed from a single layer of absorbent material or multiple layers of absorbent material. In the case of multiple layers, the layers may be positioned in a side-by-side or
15 surface-to-surface relationship and all or a portion of the layers may be bound to adjacent layers. In those instances where the absorbent composite includes multiple layers, the entire thickness of the absorbent composite may contain one or more superabsorbent materials or each individual layer may separately contain some or no superabsorbent materials.

20 In one embodiment of the present invention, the absorbent composite contains superabsorbent material and fibrous material wherein the relative amount of superabsorbent material and fibrous material used to produce the absorbent composite may vary depending on the desired properties of the resulting product, and the application of the resulting product. Desirably, the amount of
25 superabsorbent material in the absorbent composite is from about 20 wt% to about 100 wt% and the amount of fibrous material is from about 80 wt% to about 0 wt%, based on the total weight of the absorbent composite. More desirably, the amount of superabsorbent material in the absorbent composite is from about 30 wt% to about 90 wt% and the amount of fibrous material is from about 70 wt% to about 10
30 wt%, based on the total weight of the absorbent composite. Even more desirably, the amount of superabsorbent material in the absorbent composite is from about 40 wt% to about 80 wt% and the amount of fibrous material is from about 60 wt% to about 20 wt%, based on the total weight of the absorbent composite.

In another embodiment, the basis weight of superabsorbent material used to produce the absorbent composites of the present invention may vary depending on the desired properties, such as total composite thickness and basis weight, in the resulting product, and the application of the resulting product. For example, absorbent composites for use in infant diapers may have a lower basis weight and thickness compared to an absorbent composite for an incontinence device. Desirably, the basis weight of superabsorbent material in the absorbent composite is greater than about 80 grams per square meter (gsm). More desirably, the basis weight of superabsorbent material in the absorbent composite is from about 80 gsm to about 800 gsm. Even more desirably, the basis weight of superabsorbent material in the absorbent composite is from about 120 gsm to about 700 gsm. Even more desirably, the basis weight of superabsorbent material in the absorbent composite is from about 150 gsm to about 600 gsm.

Method of Making the Absorbent Composite

The absorbent composites of the present invention may be made by any process known to those having ordinary skill in the art. In one embodiment of the present invention, the method of forming the absorbent composite may include combining superabsorbent material containing superabsorbent particles with a substrate. The superabsorbent particles have a bimodal particle size distribution with large particles having a mass median particle size from about 850 to about 1800 microns and small particles having a mass median size from about 50 to about 200 microns. Preferably, the large particles have a mass median size from about 1000 to about 1600 microns, and the small particles have a mass median size from about 65 to about 150 microns.

Alternatively, the method may include combining superabsorbent material with a substrate wherein the composite has a third liquid insult intake time less than about 100 seconds and a third intermittent vertical wicking time less than about 600 seconds. The superabsorbent material is uniformly distributed within the composite.

In a further embodiment of the present invention, superabsorbent material containing superabsorbent particles is incorporated into an existing substrate. Preferably, the substrate contains fibrous material. Suitable fibrous substrates include, but are not limited to, nonwoven and woven fabrics. In many

X/10

embodiments, particularly personal care products, preferred substrates are nonwoven fabrics. As used herein, the term "nonwoven fabric" refers to a fabric that has a structure of individual fibers or filaments randomly arranged in a mat-like fashion. Nonwoven fabrics may be made from a variety of processes including, but not limited to, air-laid processes, wet-laid processes, hydroentangling processes, staple fiber carding and bonding, and solution spinning. The superabsorbent material may be incorporated into the fibrous substrate as a solid particulate material. The superabsorbent materials may be in any form suitable for use in absorbent composites including particles, flakes, spheres, and the like.

In an alternative embodiment of the present invention, fibrous material and the superabsorbent material containing superabsorbent particles are simultaneously mixed to form an absorbent composite. Desirably, the composite materials are mixed by an air-forming process known to those of ordinary skill in the art. Air-forming the mixture of fibers and superabsorbent material is intended to encompass both the situation wherein preformed fibers are air-laid with the superabsorbent material, as well as, the situation in which the superabsorbent material is mixed with the fibers as the fibers are being formed, such as through a meltblowing process.

For example, the following description is meant to be illustrative of an air-forming process used to form the composites of the present invention, but is not meant to be limiting. Several process components may be used to make the absorbent composites of the present invention. These include first a method to fiberize pulp sheets into fiberized fluff. These fiberized fluff fibers are conveyed by air into a forming chamber. Next, a method of adding superabsorbent particles is used to meter and convey superabsorbent particles to the forming chamber. More than one superabsorbent feeder has been found to be useful in controlling the individual amounts of superabsorbent particles of different types to the forming chamber. The forming chamber causes the fiberized fluff fibers and the superabsorbent particles to become mixed together. A moving forming screen is located at the bottom of the forming chamber. This screen is air permeable and is typically connected to a vacuum source. This vacuum removes air from the forming chamber and causes the fiberized fluff fibers and superabsorbent particles to be deposited onto the forming screen to form a composite web. Tissue may be unwound onto the forming wire such that the fibers and particles are laid onto the

tissue to aid in conveying. The speed of the pulp sheets, superabsorbent feeders, and the forming screen can all be independently adjusted to control the composition and basis weight of the resulting composite. Following formation of the composite web on the forming wire, a roller may be used to compress the composite to a desired level. At the end of the forming screen the composite web is wound into a continuous roll.

Properties of the Absorbent Composites

The absorbent composites of the present invention possess improved capillary driven fluid distribution, as well as, enhanced fluid intake over the life of the composite, when compared to known absorbent composites. One method of measuring the capillary driven fluid distribution of an absorbent composite is with the Intermittent Vertical Wicking (IVW) test. This test measures the rate of wicking of a material or composite during a series of liquid contacts.

The IVW test consists of contacting a lower edge of a vertically suspended absorbent composite with a solution, and is described in detail below. The fluid distribution profile obtained from the IVW test may be analyzed in terms of liquid saturation of the composite at varying distances from the lower edge of the composite. Preferably, the absorbent composites of the present invention display a liquid saturation at 3 to 3.5 inches from the lower edge of the composite equal to at least 65% of the liquid saturation at 0 to 0.5 inches from the lower edge of the composite. More preferably, the liquid saturation at 4 to 4.5 inches from the lower edge of the absorbent composite is equal to at least 50% of the liquid saturation at 0 to 0.5 inches from the lower edge of the composite, and still more preferably the liquid saturation at 4.5 to 5.0 inches from the lower edge of the composite is equal to at least 35% of the liquid saturation at 0 to 0.5 inches from the lower edge of the absorbent composite.

Further, it is desired that the absorbent composites of the present invention demonstrate a third intermittent vertical wicking pickup time of less than about 600 seconds. More desirably, the absorbent composites demonstrate a third intermittent vertical wicking pickup time of less than about 300 seconds.

One method of measuring the fluid intake of an absorbent composite is with the Fluid Intake Evaluation (FIE) test, which is described in detail below.

211

This test measures the intake capability of a material or composite when subjected to multiple liquid insults

Desirably, an absorbent composite of the present invention possesses a third liquid insult intake time of less than about 100 seconds, more desirably less than about 85 seconds, and even more desirably less than about 60 seconds

Another unique characteristic of the absorbent composites of the present invention is that the superabsorbent particles contained in the composite have different swelling times due to the distinct sizes of the particles. The swelling time is defined as the amount of time it takes for the superabsorbent particles to reach 60% liquid capacity, and may be determined using the Blotted FAUZL Test which is explained in detail below. Preferably, the swelling time of the small particles used in the absorbent composite of the present invention is from about 15 seconds to about 35 seconds, and the swelling time of the large particles is from about 300 seconds to about 700 seconds. More preferably, the swelling time of the small particles is from about 20 seconds to about 30 seconds, and the swelling time of the large particles is from about 400 seconds to about 600 seconds. In addition, it is desired that the swelling time of the small particles is approximately 20 times shorter than the swelling time of the large particles

Methods of Using the Absorbent Structures

In one embodiment of the present invention, a disposable absorbent product is provided, which includes a liquid-permeable topsheet, a backsheet attached to the topsheet, and an absorbent composite of the present invention positioned between the topsheet and the backsheet. Those skilled in the art will recognize materials suitable for use as a topsheet and a backsheet. Exemplary materials suitable for use as a topsheet are liquid-permeable materials, such as spunbonded polypropylene or polyethylene having a basis weight of from about 15 to about 25 grams per square meter. Exemplary materials suitable for use as a backsheet are liquid-impervious materials, such as polyolefin films, as well as vapor-pervious materials, such as microporous polyolefin films.

Disposable absorbent products, according to all aspects of the present invention, are generally subjected during use to multiple insults of a body liquid. Accordingly, the disposable absorbent products are desirably capable of

absorbing multiple insults of body liquids in quantities to which the absorbent products and structures will be exposed during use. The insults are generally separated from one another by a period of time. The absorbent products of the present invention should be present in an amount effective to form a
5 superabsorbent composition effective to result in the absorption of a desired amount of liquid

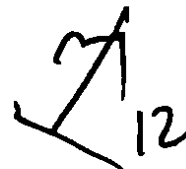
The absorbent composites according to the present invention are suited to absorb many fluids including body fluids such as urine, menses, and blood, and are particularly suited for use in disposable absorbent products such as
10 disposable personal care products including, but not limited to absorbent garments such as diapers, incontinence products, bed pads, and the like; catamenial devices such as sanitary napkins, panty liners, tampons, and the like; personal health products such as wound dressings, and delivery systems, as well as wipes, bibs, food packaging and the like. Accordingly, in another aspect, the present invention
15 relates to a disposable absorbent garment comprising an absorbent composite as described above. A wide variety of absorbent garments are known to those skilled in the art. The absorbent composites of the present invention can be incorporated into such known absorbent garments. Exemplary absorbent garments are generally
20 described in US Pat Nos 4,710,187 issued Dec 1, 1987, to Boland et al., 4,762,521 issued Aug 9, 1988, to Roessler et al., 4,770,656 issued Sep 13, 1988, to Proxmire et al., 4,798,603 issued Jan 17, 1989, to Meyer et al., which references are incorporated herein by reference.

As a general rule, the absorbent disposable garments according to the present invention comprise a body-side liner adapted to contact the skin of a
25 wearer, an outer cover superposed in facing relation with the liner, and an absorbent composite, such as those described above, superposed on said outer cover and located between the body-side liner and the outer cover

TEST METHODS

For Testing Superabsorbent Materials

The methods for determining the particle size distribution and the mass median particle size of a given sample of superabsorbent material is described below. In addition, the method for determining the swelling time and gel bed void space of the superabsorbent particles is set forth below

***Particle Size Distribution (PSD) Test Method***

5 The PSD test method used in the present invention determines the particle size distribution of a superabsorbent material by sieve size analysis. A stack of sieves with different size openings are used to determine the particle size distribution of a given sample. Thus, for example, in principle, a particle that is retained on a sieve with 710 micron openings is considered to have a particle size greater than 710 microns. A particle that passes through a sieve having 710 micron openings and is retained on a sieve having 500 micron openings is considered to have a particle size between 500 and 710 microns. Further, a particle that passes through a sieve having 500 micron openings is considered to have a particle size less than 500 microns.

10 The sieves are placed in order of the size of the openings with the largest openings on the top of the stack and the smallest openings on the bottom of the stack. A 25 gram sample of superabsorbent particles is placed into the sieve with the largest openings. The sieve stack is shook for 10 minutes with a Ro-Tap Mechanical Sieve Shaker, Model B, available from W S Tyler of Mentor, Ohio, or other similar shaking device. After shaking is complete, the superabsorbent particles retained on each sieve are removed and the weight is measured and recorded. The percentage of particles retained on each sieve is calculated by dividing the weights of the particles retained on each sieve by the initial sample weight.

Mass Median Particle Size Test Method

25 As used herein, the term "mass median particle size" of a given sample of superabsorbent particles is defined as the particle size, which divides the sample in half on a mass basis, i.e., half of the sample by weight has a particle size greater than the mass median particle size and half of the sample by mass has a particle size less than the mass median particle size. Thus, for example, the mass median particle size of a sample of superabsorbent particles is 500 microns if one half of the sample by weight is retained on a sieve with openings of 500 microns.

Blotted FAUZL (Flooded Absorbency Under Zero Load) Test

30 The mass of an Absorbency Under Load (AUL) cup and plunger is weighed and recorded as "Me". The AUL cup is made from one inch inside

diameter thermoplastic tubing which is machined-out slightly to obtain concentricity. The AUL cup has a 400 mesh stainless steel screen that is adhered to the bottom of the cup by means of an adhesive. Alternatively, the screen can be fused to the bottom of the cylinder by heating the wire screen in a flame until red hot, after which the AUL cup is held onto the screen until cooled. A soldering iron can be used to touch up the seal if unsuccessful or if it breaks. Care must be taken to maintain a flat, smooth bottom, and not distort the inside of the AUL cup. The plunger is made from one inch diameter solid material (e.g. Plexiglass) and is machined to closely fit without binding in the AUL cup. Prior to placing the superabsorbent onto the screen of the AUL cup, the superabsorbent material is sieved to the appropriate size for testing.

Approximately 0.160 gram of superabsorbent material is placed in the AUL cup, wherein the superabsorbent material is evenly distributed over the bottom of the cup. A plunger weighing 4.0 grams is placed on top of the dry superabsorbent material, thereby yielding a pressure of approximately 0.01 psi. The mass of the AUL cup, plunger and dry superabsorbent material is weighed and recorded as "Mo". 0.9% by weight saline solution is added to a petri dish (at least 2 inches in diameter) to a depth of about 0.5 cm. A plastic screen having approximately 16 openings per square inch is placed on the bottom of the petri dish.

The AUL cup is placed in the saline for 15 seconds to allow the saline to be absorbed into the superabsorbent material. The bottom of the AUL cup is quickly placed on a paper towel to remove any liquid in the screen or in the interstitial spaces between the superabsorbent particles. The time from removal of the AUL cup from the saline to placement on the paper towel should be 3 seconds or less. The cup is moved to dry portions of the paper towel until no more liquid is seen being transferred from the cup to the towel. Next, the AUL cup, plunger and superabsorbent material are weighed and the mass is recorded as "Mt". The total time to remove liquid from the interstitial spaces, weigh the AUL cup, and place the AUL cup back into the saline should be less than 30 seconds. The AUL cup is quickly placed back into the saline for an additional 15 seconds to allow saline to be absorbed by the superabsorbent material. Again, the bottom of the cup is dried and Mt is determined. Mt is obtained for the following cumulative exposure times, wherein "exposure time" is defined as the time the superabsorbent is immersed in

~~13~~

the liquid 0.25, 0.5, 0.75, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 5.0, 10, 20, 40 and 60 minutes. The entire test is conducted three times for each superabsorbent material to be examined, and the average pickup for the three replicates is determined for each exposure time

5

Data Analysis

The amount of saline picked up during each exposure time is determined by the following equation

10

$$\text{g saline/g superabsorbent} = (M_t - M_o) / (M_o - M_s)$$

The g/g pickup value at 60 minutes cumulative exposure time is determined and recorded as g/g(e). The characteristic time to reach 60 percent of the 60 minute g/g pickup value is determined by the following equation

15

$$\text{Characteristic pickup value} = 0.6 * \text{g/g(e)}$$

A table listing the exposure time and pickup value is used to interpolate the characteristic time to pick up 60% of the 60 minute pickup value

20

Gel Bed Void Space Experimental Procedure

The Centrifuge Retention Capacity (CRC) of the superabsorbent particles is measured to obtain the full saturation capacity of the gel particles. 2.0 grams of the dry superabsorbent particles is then measured. An amount equal to (2.0 x CRC) grams of 0.9 wt % saline solution is measured into a 200 ml beaker. The 2.0 grams of dry superabsorbent particles is added to the 0.9 wt % saline solution and stirred for 10 seconds to ensure no particle clumping. The beaker is then covered with paraffin or another suitable cover and the superabsorbent is allowed to swell, undisturbed for at least two hours in order for the swelling to reach equilibrium. After the superabsorbent swelling reaches equilibrium, the average swelling height is marked within the beaker by placing a light-weight acrylic platen (<0.02 psi) on top of the swollen gel bed and marking the height of the bottom of the platen on the side of the beaker. The contents of the beaker is then emptied. After the beaker is tared it is filled with water up to the mark

30

designating the height of the swollen gel bed. The beaker is weighed to obtain the total volume of the swollen gel bed using the following equation: $\text{Volume} = \text{weight (grams)} / 1.0 \text{ gm/cc}$. The void spaces are then determined by subtracting the volume due to the saline and gel with the formula: $\text{Voids} = \text{Water Volume} - [(2.0 \times \text{CRC}) / (\text{specific gravity of } 0.9 \text{ wt. \% saline})] + (2.0 \text{ gm of superabsorbent} / 1.5 \text{ gm/cc})]$

For Testing Absorbent Composites

The test methods for determining the Saturation Capacity (SC), Intermittent Vertical Wicking (IVW), and Fluid Intake Evaluation (FIE) of a given absorbent composite are described below.

Saturation Capacity (SC) Test

A composite of superabsorbent and fluff, or fluff only, is air-formed on tissue to a desired basis weight and density. Composite samples are cut to a desired size; in this case, the composite samples are cut to a 3.5 inch (8.89 cm) by 10 inch (25.40 cm) rectangle. The weight of each composite sample is then measured and recorded. This is the dry weight of the composite. The composite samples are then soaked in a bath of 0.9 wt% NaCl solution for 20 minutes. After 20 minutes of soaking, the composite samples are placed under 0.5 psi (14" H₂O) vacuum pressure for 5 minutes. The composite samples are then weighed again. This is the wet composite weight. The capacity of each composite sample is calculated by subtracting the dry composite weight from the wet composite weight for each sample.

Intermittent Vertical Wicking (IVW) Test

The Intermittent Vertical Wicking (IVW) test measures the rate of wicking and the fluid distribution profile of a material or composite during a series of liquid contacts. The test consists of three separate contacts between a lower edge of a vertically suspended absorbent composite sample and a saline solution. Each separate contact, or liquid insult to the composite, represents 15% of the saturation capacity of the absorbent composite as measured in the SC test described above. Each separate liquid insult in the IVW test equals $(0.15) \times (m_{\text{total}})$ so that the

14

composite has a desired degree of absorption capacity during each insult. The absorbent composite sample is allowed to wick liquid as described below.

A composite of superabsorbent and fluff, is air-formed on tissue to a desired basis weight and density. Composite samples are cut to a desired size, in this case, the composite samples are cut to a 3.5 inch (8.89 cm) by 10 inch (25.40 cm) rectangle. The saturation capacity of the sample (m_{total}) is determined as described above. An amount equal to $(0.15) \times (m_{total})$ is calculated.

A separate sample is vertically suspended so that the long dimension of the sample is in the vertical direction. The suspended sample is attached to a strain gauge. The sample is then lowered into a reservoir containing a 0.9 wt% NaCl solution. The amount of sample which is in contact with the solution should be $\frac{1}{4}$ inch or less. The amount of liquid pickup is measured as a function of time, and allowed to continue until 15% of the saturation capacity of this absorbent composite $[(0.15) \times (m_{total})]$ has been recorded on the strain gauge. The sample is then removed from the NaCl solution, but is kept in a vertical configuration.

After a period of 30 minutes, the sample is again lowered into the 0.9 wt% NaCl solution. The amount of liquid pickup is measured as a function of time, and allowed to continue until 15% of the saturation capacity of this absorbent composite $[(0.15) \times (m_{total})]$ has been recorded on the strain gauge. The sample is then removed from the NaCl solution, but is kept in a vertical configuration.

After a period of 30 minutes, the sample is lowered into the 0.9 wt% NaCl solution for a third time. The amount of liquid pickup is measured as a function of time, and allowed to continue until 15% of the saturation capacity of this absorbent composite $[(0.15) \times (m_{total})]$ has been recorded on the strain gauge. The sample is then removed from the NaCl solution, but is kept in a vertical configuration.

The sample is then subjected to test methods to determine the fluid distribution profile of the sample. Any test method may be used to determine the fluid distribution profile of the sample. One known method is to cut the absorbent composite into strips having a width of $\frac{1}{2}$ inch (1.27 cm), and weighing the strips to determine the amount of fluid within a given strip. In the above sample, twenty strips having a width of $\frac{1}{2}$ inch (1.27 cm) and a length of 3.5 inch (8.89 cm) are produced from each composite sample. A fluid distribution profile is determined by weighing each strip to determine the amount of fluid in each strip. The fluid

amount is determined for each strip by the following equation Fluid amount per strip = wet weight of strip - (dry weight of full sample/20)

The IVW procedure is repeated with two more composite samples cut from the same composite material An average pickup time is determined for the three first liquid pickups, the three second liquid pickups, and the three third liquid pickups. Further, the average amount of liquid in each 1/2 inch segment of the three composite sample is determined as described above.

Fluid Intake Evaluation (FIE) Test

The Fluid Intake Evaluation (FIE) test measures the intake capability of a material or composite The test consists of subjecting an absorbent composite to three liquid insults, wherein each liquid insult represents 30% of the saturated capacity of the composite as determined by the SC test described above. The three liquid insults are spaced apart at 15 minute intervals

A composite of superabsorbent and fluff is air-formed on tissue to a desired basis weight and density A composite sample is cut to a desired size, in this case, the composite sample is cut to a 3.5 inch (8.89 cm) by 5 inch (12.70 cm) rectangle. The saturation capacity of the sample (m_{total}) is determined as described above An amount equal to $(0.30) \times (m_{\text{total}})$ is calculated.

A liquid addition device 10, as shown in Fig. 2, is placed on the top of a separate composite sample 12 (also cut to a 3.5 inch (8.89 cm) by 5 inch (12.70 cm) rectangle) to produce a pressure of approximately 0.13 psi (8966 dynes/cm²) The liquid addition device includes a base 14 and additional brass weight 16 to make the total mass of the device 10 equal to 1223 grams Liquid is brought into contact with the sample 12 by introducing the liquid through a tube 18 located on the liquid addition device 10 A first liquid insult of a 0.9 wt% NaCl solution, equal to 30% of the saturation capacity of the absorbent composite $[(0.30) \times (m_{\text{total}})]$, is introduced through the tube 18 and brought into contact with the composite sample 12 The amount of time required for all of the first liquid insult to be soaked into the composite sample 12 is measured After 15 minutes from the beginning of the first insult, a second liquid insult of the 0.9 wt% NaCl solution, equal to 30% of the saturation capacity of the absorbent composite $[(0.30) \times (m_{\text{total}})]$, is brought into contact with the composite sample 12 The amount of time required for all of the second liquid insult to be soaked into the composite sample

15
16

12 is measured. After an additional 15 minutes from the beginning of the second insult, a third liquid insult of the 0.9 wt% NaCl solution, equal to 30% of the saturation capacity of the absorbent composite $[(0.30) \times (m_{\text{total}})]$, is brought into contact with the composite sample 12. The amount of time required for all of the third liquid insult to be soaked into the composite sample 12 is measured.

The procedure is repeated with two more composite samples cut from the same composite material. An average intake time is calculated for the three first, for the three second, and for the three third liquid insults. Additionally, a total insult average intake time is calculated as the sum of the first, second, and third insult average intake times.

Those skilled in the art will readily understand that the superabsorbent materials and absorbent composites of the present invention may be advantageously employed in the preparation of a wide variety of products, including but not limited to, absorbent personal care products designed to be contacted with body fluids. Such products may only comprise a single layer of the absorbent composite or may comprise a combination of elements as described above. Although the superabsorbent materials and absorbent composites of the present invention are particularly suited for personal care products, the superabsorbent materials and absorbent composites may be advantageously employed in a wide variety of consumer products.

The present invention is further illustrated by the following examples, which are not to be construed in any way as imposing limitations upon the scope thereof. On the contrary, it is to be clearly understood that resort may be had to various other embodiments, modifications, and equivalents thereof which, after reading the description herein, may suggest themselves to those skilled in the art without departing from the spirit of the present invention and/or the scope of the appended claims.

EXAMPLES

In the Examples below, absorbent composites were produced using the following superabsorbent materials and fibrous materials:

Superabsorbent Material

AFA-177-9A, AFA-177-9B, AFA-177-140 and Drytech 2035, supplied by Dow Chemical Co. of Midland, MI

Fibrous Material

Fluffed pulp fibers, CR-1654, supplied by Alliance Forest Products of Coosa Pines, AL

5

EXAMPLE 1

Determining the Particle Size Distribution of Superabsorbent Material Samples

Two 100 g samples of AFA-177-9A and AFA-177-9B were supplied by Dow Chemical Co of Midland, MI The particle size distribution of each sample was measured using the above-described PSD Test Method Sieves having the following mesh sizes were used for Sample AFA-177-9A. 1680 microns, 1190 microns, 1000 microns, and 850 microns Sieves having the following mesh sizes were used for Sample AFA-177-9B 150 microns, 105 microns, and 63 microns

10

15

The particle size distributions of Samples AFA-177-9A and AFA-177-9B are given below in Tables 1 and 2

Table 1 Particle Size Distributions of Sample AFA-177-9A.

20

Particle Size (microns)	Mass % of Total
greater than 1680	0.02
1190-1680	31.2
1000-1190	27.25
850-1000	36.51
less than 850	5.03

1

Table 2 Particle Size Distributions of Sample AFA-177-9B

25

Particle size (microns)	Mass % of total
greater than 150	1.74

16
✓

105-150	45 05
63-105	48 97
less than 63	4 23

As can be seen from Tables 1 and 2 above, the mass median particle size of the particles in Samples AFA-177-9A and AFA-177-9B are about 1100 microns and 100 microns respectively

EXAMPLE 2

Preparation of Absorbent Composites of the Present Invention

Absorbent composites were formed using superabsorbent material AFA-177-140 supplied by Dow Chemical Co of Midland, MI and pulp fibers, CR-1654, supplied by Alliance Forest Products of Coosa Pines, AL. Superabsorbent material AFA-177-140 had essentially the same chemical composition as samples AFA-177-9A and AFA-177-9B of Example 1. The AFA-177-140 superabsorbent material was ground using methods known in the art to yield two samples, Sample 1A and Sample 1B, having particle size distributions similar to Samples AFA-177-9A and AFA-177-9B described in Example 1. The composites were formed via a conventional air-forming unit. The mass ratio of Sample 1A (large particles) to Sample 1B (small particles) in the composites was varied as follows: 50/50, 70/30, 80/20, and 90/10. The composites had a target total basis weight of 500 gsm, a target density of 0.2 g/cc, and a SAP concentration of 50% by mass.

The mass median particle size of the particles in Samples 1A and 1B at a saturation level of 30 gm of 0.9 wt. % of NaCl solution per gm of SAP was determined. Further, the void spaces in the saturated superabsorbent particle beds and the specific gravity of the particles were determined experimentally using the Gel Bed Void Space Experimental Procedure. The results are given in Table 3 below.

Table 3 Parameters For Theoretical Particle Ratio Calculation

	Mass Medium Dry Diameter (microns)	Mass Medium Saturated Diameter (microns)	Voids @30g/g (v)	Specific Gravity (ρ)
Component 1	1100	3930	0.18	1.02
Component 2	105	375	0.07	1.02

5 Using the equations above along with the values for v_1 (the void space in a system of Sample 1A particles), v_2 (the void space in a system of Sample 1B particles), ρ_1 (the true specific gravity of Sample 1A particles), and ρ_2 (the true specific gravity of Sample 1B particles), determined experimentally, the theoretical optimum large particle (Sample 1A particles) to small particle (Sample 1B particles) ratio was determined as shown below

10
$$\begin{aligned}\phi_1 &= [(1 - v_1) \cdot \rho_1] + [(1 - v_1) \cdot \rho_1 + v_1 \cdot (1 - v_2) \cdot \rho_2] \\ &= [(1 - 0.18) \cdot 1.02] + [(1 - 0.18) \cdot 1.02 + 0.18 \cdot \\ &\qquad (1 - 0.07) \cdot 1.02] \\ &= 0.83\end{aligned}$$

15
$$\begin{aligned}\Phi &= \phi_1 + (1 - \phi_1) \\ &= 0.83 + (1 - 0.83) \\ &= 1\end{aligned}$$

20 The theoretical weight percent of each component should be ϕ_i / Φ = weight % of component

25
$$\begin{aligned}\text{Wt \% of Sample 1A (large particles)} &= (\phi_1 / \Phi) \times 100 = 83\% \\ \text{Wt \% of Sample 1B (small particles)} &= [(1 - \phi_1) / \Phi] \times 100 = 17\%\end{aligned}$$

 Since both components are assumed to be at the same saturation level at equilibrium, the dry weight percentages will be the same as the saturated weight percentages calculated above

13/17

EXAMPLE 3***Preparation of Control Absorbent Composites Using a Conventional Particle Size Distribution***

A control absorbent composite was made using the same materials as in Example 2, except that the superabsorbent material had a particle size distribution ranging from 0 to 850 microns. This control is referred to herein as Control 1. Specifically, Control 1 was determined to have a particle size distribution as shown below.

Table 4 Mass Median Particle Size Distribution of Control 1

Particle size (microns)	Weight % of total
600-850	25
300-600	50
65-300	25

A second control composite was prepared using 50% Drytech 2035 supplied by Dow Chemical Co. of Midland, MI and 50% Alliance CR-1654 fluff supplied by Alliance Forest Products of Coosa Pines, AL. This composite was formed in order to compare the composites of the present invention with a composite comprising a representative superabsorbent material that is used in commercial products. The control composite containing the Drytech 2035 is hereinafter referred to as Control 2. Table 5 sets forth the particle size distribution of Control 2.

Table 5 Mass Median Particle Size Distribution of Control 2

Particle size (microns)	Weight % of total
600-850	20
300-600	55
65-300	25

EXAMPLE 4***Wicking Performance of Absorbent Composites of the Present Invention and Control Composites***

5 The wicking performance of the composites of Examples 2 and 3
were assessed using the Intermittent Vertical Wicking (IVW) test described above
The fluid distribution within each composite was analyzed after the third liquid
insult by determining the liquid amount in each 0.5 inch segment of the composite.
The liquid amount in each section was divided by the liquid amount for that sample
10 in the 0-0.5 inch segment for that sample. This value was multiplied by 100 to
obtain the percentages displayed below in Table 6

5/18

Table 6 Average Fluid Distribution After 3rd Insult

Distance From Lower Edge (inches)	Absorbent Composite Average Fluid Distribution After 3 rd Insult (% of lowest segment saturation level)					
	50 50	70 30	80 20	90 10	Control 1	Control 2
0-0.5	100%	100%	100%	100%	100%	100%
0.5-1.0	110%	102%	103%	95%	101%	98%
1.0-1.5	98%	97%	94%	92%	94%	93%
1.5-2.0	89%	91%	92%	78%	95%	83%
2.0-2.5	83%	83%	83%	81%	84%	77%
2.5-3.0	78%	79%	74%	68%	63%	71%
3.0-3.5	68%	69%	70%	69%	49%	62%
3.5-4.0	65%	61%	54%	59%	44%	57%
4.0-4.5	58%	50%	42%	47%	26%	45%
4.5-5.0	47%	39%	28%	32%	14%	33%
5.0-5.5	32%	28%	10%	25%	4%	12%
5.5-6.0	15%	13%	5%	10%	4%	1%
6.0-6.5	4%	5%	5%	5%	4%	0%
6.5-7.0	3%	4%	4%	5%	3%	0%

5 As can be seen from the data in Table 6, better fluid distribution and wicking was experienced with the composites containing a bimodal superabsorbent particle size distribution. This is evident by the larger amounts of fluid located in the higher portions of the composites (> 5")

10 The fluid distribution of the absorbent composites of the present invention was enhanced by the presence of a bimodal particle size distribution as seen by the increased amount of fluid in the higher portions of the composites. The rate of fluid pickup during the IVW test was also found to be enhanced in some of the bimodal systems as shown in Tables 7 and 8 below

15

Table 7 Average 3rd Insult Pickup Versus Time

Time Interval (seconds)	Absorbent Composite					
	Average 3 rd Insult Pickup Amount at Given Time (g)					
	50 50	70 30	80 20	90 10	Control 1	Control 2
50	8 5	10 5	15 5	10 5	11 0	12 3
100	12 0	15 5	18 5	12 5	14 1	15 0
150	14 0	17 5	22 0	15 0	17 0	18 0
200	16 0	20 5	24 5	16 5	17 7	19 6
250	16 5	22 5	25 0	17 5	18 9	20 5
300	17 0	23 0		18.5	20 5	19 5
350	19 5	23 5		20 0	21 7	20 9
400	21 0	24 0		21 5	22 7	22.1
450	21 5	24 5		22 0	24.2	23 1
500	21 8	25 0		23 0	24 8	23 9
Target Pickup Amount (gm)	25 0	25 0	25 0	25 0	25 0	31 0

19

Table 8 Average 3rd Insult Pickup

Time Interval (seconds)	Absorbent Composite Average 3 rd Insult Pickup Amount Expressed As Percentage of Target Pickup Amounts					
	50 50	70 30	80 20	90 10	Control 1	Control 2
50	34%	42%	62%	42%	44%	40%
100	48%	62%	74%	50%	56%	48%
150	56%	70%	88%	60%	68%	58%
200	64%	82%	98%	66%	71%	63%
250	66%	90%	100%	70%	76%	66%
300	68%	92%		74%	82%	63%
350	78%	94%		80%	87%	67%
400	84%	96%		86%	91%	71%
450	86%	98%		88%	97%	75%
500	87%	100%		92%	99%	77%

5

/

10

As can be seen from the data in Table 7 and Table 8, wicking rates were affected by the amount of large and small particles present in the absorbent composite. The average 3rd insult fluid pick up suggests that the presence of too many small particles or large particles negatively impacts the wicking rate of the composite. It is believed that the tendency of small particles to cause gel blocking and the reduced capillarity caused by the large particles negatively impacts the wicking rate of the composite.

15

Further, it should be noted that the wicking rate of an absorbent composite having a bimodal particle distribution and a 80/20 wt/wt ratio showed improvement over the control composites having a regular particle distribution.

The above data from Tables 6-8 suggests that the fluid distribution and wicking rate can be improved in composites containing the proper large particle to small particle ratio in a bimodal superabsorbent particle size distribution.

EXAMPLE 5

Fluid Intake Performance of Absorbent Composites of the Present Invention and Control Composites

5 The intake performance of the composites of Example 2 and the Control composites of Example 3 were evaluated using the Fluid Intake Evaluation (FIE) as described in the "Test Method" section above. The FIE results are given below in Table 9

Table 9 FIE Results For Absorbent Composites

10

Sample	Weight Ratio of Sample 1A to Sample 1B	First Insult Average Intake Time (sec)	Second Insult Average Intake Time (sec)	Thurd Insult Average Intake Time (sec)	Total Insult Average Intake Time (sec)
Ex 2	50 50	71 2	73 2	96.2	240 6
Ex 2	70 30	38 7	38 6	63 6	140 9
Ex 2	80-20	45.2	29 5	46 8	121 5
Ex 2	90 10	61 6	38 9	80 8	181 3
Control 1	n/a	46 6	101.2	170 2	318 0
Control 2	n/a	41 6	55 7	108	205 3

15 As seen from the data in Table 9, composite samples having a superabsorbent material weight ratio of 80 wt% of Sample 1A (large particles) to 20 wt% of Sample 1B (small particles) yielded the lowest total insult average intake time, as well as, the lowest average second and third insult intake time.

20

EXAMPLE 6

X
20

**Swelling Time Determination of Superabsorbent Particles in Absorbent Composites
of the Present Invention**

5 The swelling time of the large particles of Sample AFA-177-9A and
the small particles of Sample AFA-177-9B was determined using the Blotted
FAUZL test as described above. The results of the test are provided in Table 10
below

Table 10 Swelling Time of Superabsorbent Particles

Particle Size	Time to reach 60% saturation (in seconds)
Sample AFA-177-9A (large particles)	578
Sample AFA-177-9B (small particles)	28 3

10 The above disclosed examples are preferred embodiments and are
not intended to limit the scope of the present invention in any way. Various
modifications and other embodiments and uses of the disclosed superabsorbent
polymers, apparent to those of ordinary skill in the art, are also considered to be
15 within the scope of the present invention

5 **WHAT IS CLAIMED IS**

1 An absorbent product including an absorbent
composite, the absorbent composite comprising superabsorbent material,
wherein the superabsorbent material comprises superabsorbent particles
10 having a bimodal particle size distribution with large particles having a mass
median particle size from about 850 to about 1800 microns and small particles
having a mass median particle size from about 50 to about 200 microns

15 2 The absorbent product of Claim 1, wherein the large
particles have a mass median particle size from about 1000 to about 1600
microns

20 3 The absorbent product of Claim 1, wherein the small
particles have a mass median particle size from about 65 to about 150
microns

25 4 The absorbent product of Claim 1, wherein the
superabsorbent particles have an overall mass median particle size of about 60
to about 1750 microns

5 5 The absorbent product of Claim 1, wherein the
superabsorbent particles have an overall mass median particle size of about
800 to about 1200 microns.

30 6 The absorbent product of Claim 1, wherein the mass
median particle size of the large particles and the mass median particle size of
the small particles differs by at least about 500 microns.

35

21

5 7 The absorbent product of Claim 6, wherein the ratio of
the mass median particle size of the large particles to the mass median particle
size of the small particles is from about 4 : 1 to about 36 : 1

10 8 The absorbent product of Claim 7, wherein the ratio of
the mass median particle size of the large particles to the mass median particle
size of the small particles is from about 6 : 1 to about 25 : 1

15 9 The absorbent product of Claim 6, wherein the mass
median particle size of the large particles is from about 1000 to about 1200
microns, and the mass median particle size of the small particles is from about
50 to about 150 microns

20 10 The absorbent product of Claim 6, wherein the mass
median particle size of the large particles is from about 1000 to about 1100
microns, and the mass median particle size of the small particles is from about
50 to about 100 microns

25 11 The absorbent product of Claim 1, wherein the mass
ratio of large particles to small particles is from about 90 : 10 to about 50 : 50

12 The absorbent product of Claim 1, wherein the mass
ratio of large particles to small particles is from about 90 : 10 to about 80 : 20

30 13 The absorbent product of Claim 1, wherein the mass
ratio of large particles to small particles is about 85 : 15

35 14 The absorbent product of Claim 1, wherein the
superabsorbent material is uniformly distributed within the absorbent
composite

15 The absorbent product of Claim 1, wherein the
absorbent composite comprises from about 20% to about 100% by weight
superabsorbent material

5

16 The absorbent product of Claim 1, wherein the absorbent composite comprises from about 30% to about 90% by weight superabsorbent material

10

17 The absorbent product of Claim 1, further comprising a containment device.

15

18 The absorbent product of Claim 17, wherein the containment device is a fibrous matrix.

20

19 The absorbent product of Claim 1, wherein the absorbent composite has a third liquid insult intake time less than about 100 seconds

20 The absorbent product of Claim 1, wherein the absorbent composite has a third liquid insult intake time less than about 85 seconds.

25

21 The absorbent product of Claim 1, wherein the absorbent composite has a third liquid insult intake time less than about 60 seconds

30

22 The absorbent product of Claim 1, wherein the absorbent composite has a third intermittent vertical wicking pickup time less than about 600 seconds

35

23 The absorbent product of Claim 1, wherein the absorbent composite has a third intermittent vertical wicking pickup time less than about 300 seconds

24 The absorbent product of Claim 1, wherein the small particles have a swelling time from about 15 to about 35 seconds and the large particles have a swelling time from about 300 to about 700 seconds



5 25 The absorbent product of Claim 24, wherein the swelling time of the small particles is about 20 times shorter than the swelling time of the large particles

10 26 The absorbent product of Claim 1, wherein the product is a diaper, training pant, catamenial device, incontinence product, wound dressing, delivery system or food packaging.

15 27 The absorbent product of Claim 26, wherein the product is disposable

20 28 An absorbent product including an absorbent composite, the absorbent composite comprising superabsorbent material, wherein the superabsorbent material comprises superabsorbent particles having a bimodal particle size distribution, and wherein the absorbent composite has a third liquid insult intake time less than about 100 seconds

25 29 The absorbent product of Claim 28, wherein the absorbent composite has a third liquid insult intake time less than about 85 seconds

30 30 The absorbent product of Claim 28, wherein the absorbent composite has a third liquid insult intake time less than about 60 seconds

35 31 The absorbent product of Claim 28, wherein the absorbent composite has a third intermittent vertical wicking pickup time less than about 600 seconds

 32 The absorbent product of Claim 28, wherein the absorbent composite has a third intermittent vertical wicking pickup time less than about 300 seconds

5 33 The absorbent product of Claim 28, wherein the
superabsorbent material is uniformly distributed within the composite.

 34 The absorbent product of Claim 28, wherein the
superabsorbent particles comprise small particles having a swelling time from
10 about 15 to about 35 seconds and large particles having a swelling time from
about 300 to about 700 seconds

 35 The absorbent product of Claim 34, wherein the
swelling time of the small particles is about 20 times shorter than the swelling
15 time of the large particles

 36 The absorbent product of Claim 28, wherein the
superabsorbent particles comprise large particles having a mass median
particle size from about 850 to about 1800 microns
20

 37 The absorbent product of Claim 28, wherein the
superabsorbent particles comprise small particles having a mass median
particle size from about 50 to about 200 microns.

25 38 The absorbent product of Claim 28, wherein the
absorbent composite comprises from about 30% to about 90% by weight
superabsorbent material

 39 The absorbent product of Claim 28, wherein the mass
30 ratio of large particles to small particles is from about 90 10 to about 50 50

 40 An absorbent product comprising superabsorbent
material, wherein the superabsorbent material is uniformly distributed within
the composite, and wherein the composite has a third liquid insult intake time
35 less than about 100 seconds and a third intermittent vertical wicking pickup
time of less than about 600 seconds



5 41 The absorbent product of Claim 40, wherein the absorbent composite has a third liquid insult intake time is less than about 85 seconds.

10 42 The absorbent product of Claim 40, wherein the absorbent composite has a third liquid insult intake time is less than about 60 seconds.

15 43 The absorbent product of Claim 40, wherein the absorbent composite has a third intermittent vertical wicking pickup time of less than about 300 seconds

20 44 The absorbent product of Claim 40, wherein the absorbent composite comprises from about 20% to about 100% by weight superabsorbent material

 45 The absorbent product of Claim 40, wherein the absorbent composite comprises from about 30% to about 90% by weight superabsorbent material

25 46 The absorbent product of Claim 40, wherein the product is a diaper, training pant, catamenial device, incontinence product, wound dressing, delivery system or food packaging.

30 47 The absorbent product of Claim 46, wherein the product is disposable.

1/2

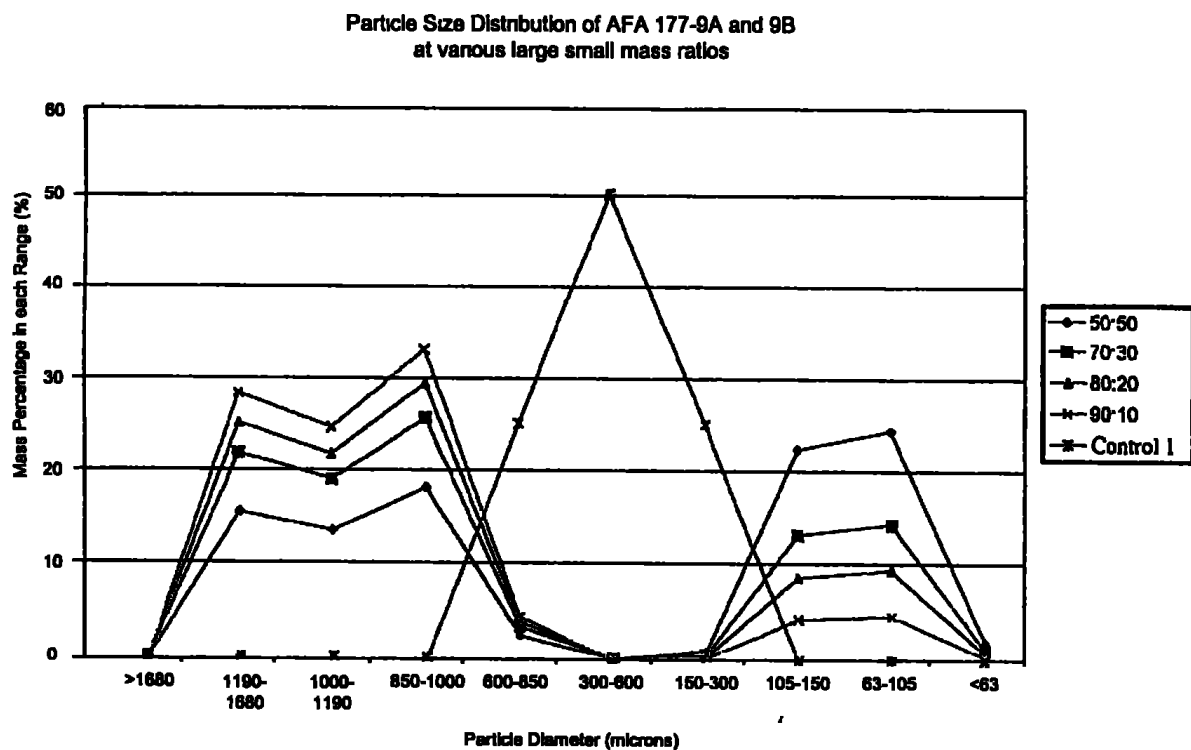


FIGURE 1

1/24

2/2

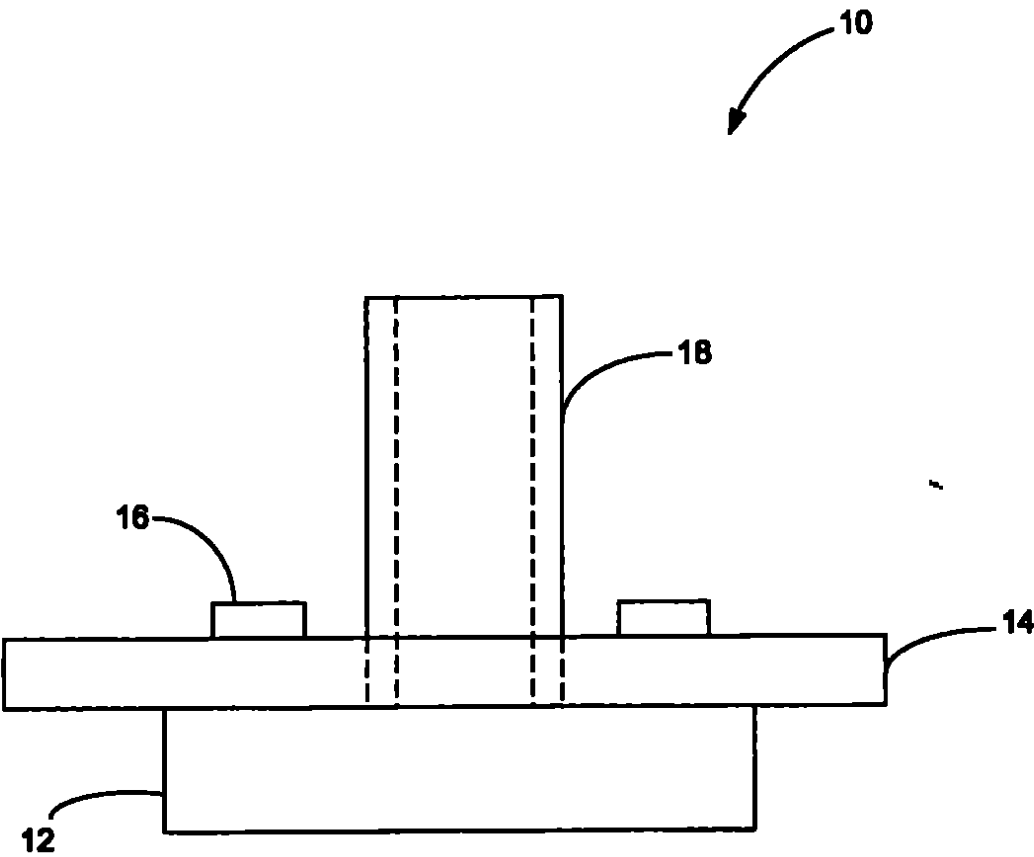


FIGURE 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/US 02/17622

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 A61L15/60 A61F13/15

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 A61L A61F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 99 63924 A (GROSS JAMES R ,BUCKEYE TECHNOLOGIES INC (US)) 16 December 1999 (1999-12-16) page 10, line 30 -page 11, line 5 table 1 example 5 claims ---	1-27
X	DE 198 13 443 A (STOCKHAUSEN CHEM FAB GMBH) 8 October 1998 (1998-10-08) page 6, line 4 - line 17 page 7, line 1 - line 9 ---	1-27
X	US 5 714 156 A (SCHMIDT MATTIAS ET AL) 3 February 1998 (1998-02-03) column 9, line 23 - line 48 claims --- -/--	1-27

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents

A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E* earlier document but published on or after the international filing date

L* document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X* document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y* document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

A document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 October 2002

Date of mailing of the international search report

27. 01. 03

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P. B. 3518 Patentlaan 2
NL 2280 HV Rijswijk
Tel (+31 70) 340-2040, Tx 31 661 epo nl,
Fax (+31 70) 340-3016

Authorized officer

Fey-Lamprecht, F

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter of Application No
PC , JS 02/17622

25
25

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 781 539 A (UNI CHARM CORP) 2 July 1997 (1997-07-02) column 1, line 30 - line 36 column 3, line 18 - line 31 figure 3 claims	1-27
Y	DE 199 17 919 A (BASF AG) 1 February 2001 (2001-02-01) page 1, line 10 - line 12 page 9, line 61 - line 67 -----	1-27

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US 02/17622

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This International Search Report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons.

- 1 ☐ Claims Nos. _____
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority namely _____
- 2 ☐ Claims Nos. _____
because they relate to parts of the International Application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful International Search can be carried out, specifically _____
- 3 ☐ Claims Nos. _____
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this International application, as follows:

- 1 ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers all searchable claims.
- 2 ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
- 3 ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos. _____
- 4 ☒ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently this International Search Report is restricted to the invention first mentioned in the claims. It is covered by claims Nos. _____

1-27

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
- ☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows

1 Claims 1-27

Absorbent product including absorbent composite which comprise superabsorbent PARTICLES having a BIMODAL PARTICLE SIZE DISTRIBUTION with LARGE PARTICLES (850 TO 1800 MICRONS) and SMALL PARTICLES (50 TO 200 MICRONS)

2 Claims 28-39

Absorbent product including absorbent composite which comprise superabsorbent PARTICLES having a BIMODAL PARTICLE SIZE DISTRIBUTION, the absorbent having a THIRD LIQUID INSULT INTAKE TIME LESS THAN 100 SECONDS

3 Claims 40-47

Absorbent product comprising superabsorbent MATERIAL which is UNIFORMLY DISTRIBUTED WITHIN THE COMPOSITE, the absorbent having a THIRD LIQUID INSULT INTAKE TIME LESS THAN 100 SECONDS and a THIRD INTERMITTENT VERTICAL WICKING PICKUP TIME LESS THAN 600 SECONDS

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

continuation of patent family members

International Application No.

PC¹/JS 02/17622

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9963924 A	16-12-1999	US 6353148 B ⁻ AU 4437999 A DE 19983287 T JP 2002517561 T	05-03-2002 30-12-1999 02-08-2001 18-06-2002
DE 19813443 A	08-10-1998	NONE	
US 5714156 A	03-02-1998	EP 0691133 A AT 187341 T AU 2959195 A BR 9508234 A CA 2192805 A CN 1151707 A,B DE 69422030 D DE 69422030 T ES 2139687 T GR 3032095 T HK 1013265 A JP 10502954 T KR 259729 B WO 9601657 A	10-01-1996 15-12-1999 09-02-1996 23-12-1997 25-01-1996 11-06-1997 13-01-2000 13-07-2000 16-02-2000 31-03-2000 24-11-2000 17-03-1998 01-07-2000 25-01-1996
EP 0781539 A	02-07-1997	JP 9149916 A AU 706066 B AU 7197896 A BR 9604629 A CA 2191388 A DE 69614353 D DE 69614353 T ES 2160798 T SG 64408 A US 5800419 A	10-06-1997 10-06-1999 05-06-1997 23-06-1998 31-05-1997 13-09-2001 16-05-2002 16-11-2001 27-04-1999 01-09-1998
DE 19917919 A	01-02-2001	BR 0009873 A WO 0063295 A EP 1175460 A	23-04-2002 26-10-2000 30-01-2002

ARTICULOS QUE COMPRENDEN MATERIALES SUPERABSORBENTES QUE TIENEN
UNA DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA BIMODAL

Campo de la Invención

5

La presente invención se refiere a artículos absorbentes que incluyen compuestos que contienen materiales superabsorbentes. Más particularmente los compuestos contienen compuestos materiales superabsorbentes que tienen una
10 distribución de tamaño de partícula bimodal y exhiben propiedades de distribución y de toma de fluido mejoradas.

Antecedentes de la Invención

15

Se conoce el uso de materiales absorbentes generalmente insolubles en agua e hinchables en agua, conocidos comúnmente como superabsorbentes, en los productos para el cuidado personal absorbentes desechables. Tales materiales absorbentes son generalmente empleados en los productos
20 absorbentes tales como los pañales, los calzoncillos de aprendizaje, los productos para la incontinencia y los productos para el cuidado de la mujer a fin de aumentar la capacidad absorbente de tales productos, mientras que se reduce su volumen global. Tales materiales absorbentes están
25 generalmente presentes como un compuesto de partículas superabsorbentes (SAP) mezcladas en una matriz fibrosa, tal como una matriz de borra de pulpa de madera. Una matriz de

borra de pulpa de madera generalmente tiene una capacidad absorbente de alrededor de 6 gramos de líquido por gramo de borra. Los materiales superabsorbentes (SAM) generalmente tienen una capacidad absorbente de por lo menos de alrededor de 10 gramos de líquido por gramo de material superabsorbente, deseablemente de alrededor de 20 gramos de líquido por gramo de material superabsorbente y frecuentemente hasta alrededor de 40 gramos de líquido por gramo de material superabsorbente. Claramente, la incorporación de tales materiales absorbentes en los productos para el cuidado personal puede reducir el volumen global, mientras aumenta la capacidad absorbente de tales productos.

La distribución de fluido impulsada capilarmente dentro del material absorbente es típicamente obstaculizada debido a la presencia del superabsorbente. La distribución de fluido puede ser mejorada mediante el optimizar varios atributos físicos y funcionales del superabsorbente, sin embargo, tales modificaciones tradicionalmente han reducido el desempeño de toma de fluido e impulsado con presión (flujo forzado) del núcleo absorbente.

Se han usado diferentes tamaños de partícula superabsorbente para mejorar los atributos de desempeño de diferente compuesto, tal como la toma y distribución del compuesto. Las partículas grandes se han usado para crear huecos más grandes cuando se hinchan para mejorar la tasa de

29

toma de fluido, sin embargo, éstas partículas afectan negativamente la distribución de fluido. Las partículas más pequeñas se han usado para crear huecos más pequeños cuando se hinchan para mejorar la capilaridad y la tasa de distribución del fluido. Sin embargo, ningún acercamiento ha sido capaz de mejorar una de las propiedades de toma o de distribución sin afectar negativamente la otra propiedad.

Lo que se requiere en el arte es un material compuesto que comprende material superabsorbente, en donde el material compuesto tiene una toma mejorada, así como una distribución mejorada.

Síntesis de la Invención

15

La presente invención está dirigida a un producto absorbente que contiene un compuesto absorbente. El compuesto incluye un material superabsorbente (SAM), en donde el material superabsorbente (SAM) contiene partículas superabsorbentes que tienen una distribución de tamaño de partícula bimodal. La distribución de tamaño de partícula bimodal incluye partículas grandes que tienen un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 850 a alrededor de 1800 micras, y partículas pequeñas que tienen un tamaño de partícula central de masa desde alrededor de 50 a alrededor de 200 micras. La distribución de tamaño de partícula bimodal de las partículas superabsorbentes en la estructura absorbente de la presente

invención permite una distribución de fluido impulsada capilar mejorada sin perjudicar la toma de fluido del núcleo absorbente

5 Más particularmente, el compuesto absorbente contiene partículas superabsorbentes que tienen un tamaño de partícula central de masa global de alrededor de 60 a alrededor de 1750 micras. La proporción de masa de las partículas grandes a las partículas pequeñas es de desde alrededor de 90:10 a 10 alrededor de 50:50, y el compuesto absorbente puede comprender de desde alrededor de 20% a alrededor de 100% por peso de material superabsorbente.

La presente invención también está dirigida a un compuesto absorbente que incluye un material superabsorbente que tiene una distribución de tamaño de partícula bimodal, en donde el compuesto tiene un tercer tiempo de toma de descarga de líquido de menos de alrededor de 85 segundos.

20 El compuesto absorbente es particularmente útil en productos para el cuidado personal desechables, tales como pañales, calzoncillos de aprendizaje, almohadillas para la mujer, forros para bragas, productos para incontinencia así como productos para la salud personal tales como vendajes y 25 sistemas de entrega.

Breve descripción de las Figuras

La figura 1 es una gráfica que ilustra la relación de fracción de masa en contra de tamaño de partícula para materiales superabsorbentes usados en la presente invención

La figura 2 es una vista en perspectiva de un dispositivo de adición de líquido

10

Descripción detallada de la Invención

A los niveles de material superabsorbentes actualmente usados en el núcleo absorbente de los pañales (alrededor de 40%), el volumen ocupado por el material superabsorbentes (SAM) al hincharse éste se hace significativamente mayor que aquel ocupado por el material fibroso. Aún cuando las fibras continúan jugando un papel importante en el movimiento de fluido impulsado capilarmente sobre descargas de fluido subsecuentes, el ajuste de la fracción de empaque de las partículas superabsorbentes hinchadas para maximizar la impulsión capilar puede llevar a mejoras significativamente a la transmisión de fluido. Como se usó aquí, el término "fracción de empaque" se refiere a la proporción de volumen sólido a volumen total de compuesto

La presente invención satisface la necesidad arriba descrita mediante el proporcionar un compuesto absorbente que tiene una toma de fluido mejorada del núcleo absorbente y una distribución de fluido impulsada capilarmente mejorada. La distribución uniforme del material superabsorbente dentro del compuesto absorbente es preferida. En una incorporación de la presente invención, las propiedades mejoradas de los compuestos absorbentes de la presente invención resultan del uso de un material superabsorbente que tiene una distribución bimodal de tamaños de partículas superabsorbentes dentro del núcleo absorbente.

Los siguientes términos son usados para describir los compuestos absorbentes de la presente invención. Una definición general de cada término se da abajo.

Como se usó aquí, "bimodal" se refiere a un material superabsorbente que tiene dos picos distintos en la fracción de masa en contra de la curva de tamaño de partícula para el material superabsorbente. Una gráfica que contiene las curvas de tamaño de partícula en contra de la fracción de masa para varios materiales superabsorbentes está ilustrada en la figura 1.

Como se usó aquí, el término "distribución uniforme" con respecto al material superabsorbente significa que el compuesto absorbente tiene una cantidad igual de

material superabsorbente localizada en todas las tres dimensiones del compuesto

Como se usó aquí, el término "material superabsorbente" se refiere a un material orgánico o inorgánico insoluble en agua e hinchable en agua capaz, bajo las condiciones más favorables, de absorber más de 15 veces su peso en una solución acuosa que contiene 0.9% por peso de cloruro de sodio

10

Deseablemente, los compuestos absorbentes de la presente invención comprenden material superabsorbente en combinación con una matriz fibrosa que contiene uno o más tipos de materiales fibrosos. Se da abajo una discusión de los componentes del compuesto absorbente

Materiales superabsorbentes

Los materiales adecuados para usarse como un material superabsorbente de la presente invención puede incluir materiales naturales tales como azúcar, pectina, goma guar y similares, así como materiales sintéticos, tales como polímeros de hidrogel sintéticos. Tales polímeros de hidrogel incluyen, pero no se limitan a sales de metal alcalino de ácidos poliacrílicos, poliacrilamidas, alcohol polivinílico, copolímeros de anhídrido maléico etileno, éteres de polivinilo, hidroxipropilcelulosa, polivinil morfolinona, y

20
25

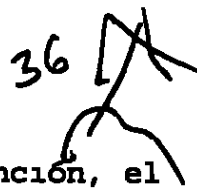
polímeros y copolímeros de ácido sulfónico vinilo, poliacrilatos, poliacrilamidas, polivinil pirridina, y similares. Otros polímeros adecuados incluyen almidón injertado de acrilonitrilo hidrolizado, almidón injertado de ácido acrílico, copolímeros de anhídrido maléico y isobutileno y mezclas de los mismos. Los polímeros de hidrogel son deseablemente enlazados en forma cruzada ligeramente para hacer al material esencialmente insoluble en agua. El entrecruzamiento puede, por ejemplo, ser mediante irradiación o por unión covalente, iónica, van der Waals, o de hidrógeno. Los materiales superabsorbentes pueden estar en cualquier forma adecuada para usarse en los compuestos absorbentes incluyendo partículas, hojuelas, esperas y similares.

Aún cuando es conocida una amplia variedad de materiales superabsorbentes, la presente invención se refiere, en un aspecto, a la selección adecuada de los materiales superabsorbentes para permitir la formación de compuestos absorbentes mejorados y de prendas absorbentes desechables. La presente invención está dirigida a un método para laborar un desempeño óptimo en un compuesto absorbente debido al descubrimiento de que los materiales superabsorbentes que tienen una distribución de tamaño de partícula bimodal particular proporcionan mejoras no esperadas en las propiedades combinadas de desempeño de toma y distribución de fluido impulsada capilarmente. Más específicamente, los compuestos absorbentes de la presente invención deseablemente contienen

35

material superabsorbente que tiene una distribución de tamaño de partícula bimodal, en donde el material superabsorbente comprende partículas grandes que tienen un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 850 a alrededor de 1800 micras y las partículas pequeñas teniendo un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 50 a alrededor de 200 micras. Preferiblemente, el material superabsorbente contiene partículas grandes que tienen un tamaño de partículas central de masa de desde alrededor de 1000 a alrededor de 1600 micras y partículas pequeñas que tienen un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 65 a alrededor de 150 micras.

Otra característica deseable de la presente invención es la diferencia entre el tamaño de partícula central de masa de las partículas más grandes el tamaño de partícula central de masa de las partículas pequeñas dentro de los compuestos absorbentes de la presente invención. Deseablemente, la proporción del tamaño de partícula central de masa de las partículas grandes al tamaño de partícula central de masa de las partículas pequeñas es de desde alrededor de 4:1 a alrededor de 36:1. Más deseablemente la proporción del tamaño de partícula central de masa de las partículas grandes al tamaño central de masa de las partículas pequeñas es de desde alrededor de 6:1 a alrededor de 25:1.

36 

En una incorporación de la presente invención, el compuesto absorbente contiene material superabsorbente que tiene una distribución del tamaño de partícula bimodal, en donde el material superabsorbente incluye partículas grandes que tiene un tamaño de partícula central de masa de menos de alrededor de 1200 micras, y partículas pequeñas que tienen un tamaño de partícula central de masa de menos de alrededor de 150 micras, en donde la diferencia ($d_{1/2}$) entre el tamaño de partícula central de masa de las partículas grandes y el tamaño de partícula central de masa de las partículas pequeñas es mayor de alrededor de 500 micras. En una incorporación adicional, el compuesto absorbente contiene material superabsorbente que tiene una distribución de tamaño de partícula bimodal, en donde el material superabsorbente incluye partículas grandes que tienen un tamaño de partícula mediano de masa de menos de alrededor de 1100 micras, y partículas pequeñas que tienen un tamaño de partícula central de masa de menos de alrededor de 100 micras, en donde la diferencia ($d_{1/2}$) entre el tamaño de partícula central de masa de las partículas grandes y el tamaño de partícula central de masa de las partículas pequeñas es mayor de alrededor de 900 micras.

Aún cuando no se quiere estar unido por ninguna teoría en particular, se cree que los compuestos de la presente invención exhiben una distribución de fluido mejorada por las siguientes razones. En los compuestos que contienen niveles altos de material superabsorbente (por ejemplo mayores de 30%

por peso), el volumen ocupado por el material superabsorbente, al hincharse éste, se hace significativamente mayor que aquel ocupado por las fibras. Si hay mucho espacio vacío entre las partículas y las fibras (espacio hueco), la capilaridad del sistema compuesto se hace muy baja para transmitir efectivamente el fluido a áreas superiores en el compuesto. Sin embargo, si el empaque de las partículas superabsorbentes hinchadas puede ser ajustado para minimizar la cantidad de espacio hueco entre las partículas superabsorbentes hinchadas, la impulsión capilar dentro del sistema será mantenida resultando en una transmisión de fluido mejorada. Sorprendentemente, se ha encontrado que los compuestos de la presente invención que exhiben una transmisión de fluido mejorada también exhiben una toma de fluido mejorada.

15

Por tanto, se prefiere que el material superabsorbente sea distribuido uniformemente dentro del compuesto absorbente. Sin embargo, el material superabsorbente puede ser distribuido a través del compuesto absorbente completo o puede ser distribuido dentro de un área localizada y pequeña del compuesto absorbente.

Las relaciones se han identificado entre la cantidad de espacio hueco en los sistemas de componentes múltiples y la proporción de partículas más grandes y más pequeñas en el sistema. De estas relaciones, el empaque máximo de partículas en un sistema de dos componentes puede ser

25

determinado Vea la obra de C C Furnis, Química Industrial y de Ingeniería, volumen 23, No 9, 1052-1058 (1931) La ecuación que es usada es

5

$$\phi = \phi_1 + (1 - \phi_1)$$

$$\phi_1 = [(1 - v_1) \cdot \rho_1] / [(1 - v_1) \cdot \rho_1 + v_1 \cdot (1 - v_2) \cdot \rho_2]$$

en donde v_1 y v_2 son el espacio hueco en un sistema de partículas 1 (por ejemplo las partículas grandes) y las
10 partículas 2 (por ejemplo las partículas pequeñas), respectivamente, y ρ_1 y ρ_2 son la gravedad específica verdadera de las partículas (las partículas grandes) y las grandes 2 (por ejemplo las partículas pequeñas) respectivamente El valor de ϕ_1 representa el grado al cual el primer componente, las
15 partículas grandes, es saturado por el segundo componente, las partículas pequeñas El peso de las partículas grandes para el empaque más denso será de ϕ_1 y el peso de las partículas pequeñas para el empaque más denso será de $(1 - \phi_1)$

20

A cada una de estas cantidades divididas por ϕ se les dará la proporción, por peso, de cada componente para el empaque más denso La proporción de partícula grande optima a partícula pequeña puede ser calculada basándose sobre el empaque máximo de las partículas a una saturación completa, ya
25 que, a este nivel de saturación, el empaque dentro de la

estructura será primariamente determinado por el material superabsorbente más bien que por las fibras

Dado el cálculo antes descrito, se ha determinado
5 que los compuestos absorbentes de la presente invención deseablemente contienen material superabsorbente, en donde la proporción de masa de partículas "grandes" (por ejemplo la muestra de partículas que tienen un tamaño de partícula central de masa mayor) a partículas "pequeñas" (por ejemplo la muestra
10 de partículas que tiene el tamaño de partícula central de masa más pequeño) es de desde alrededor de 90 10 a alrededor de 50 50 Más deseablemente, los compuestos absorbentes de la presente invención contienen material superabsorbente, en donde la proporción de masa de partículas "grandes" a partículas
15 "pequeñas" es de desde 90 10 a alrededor de 80 20 Aún más deseablemente, los compuestos absorbentes de la presente invención contienen material superabsorbente en donde la proporción de masa de partículas "grandes" a partículas "pequeñas" es de alrededor de 85 15

20

Además, los compuestos absorbentes de la presente invención deseablemente contienen la distribución de tamaño de partícula bimodal descrita arriba y un tamaño de partícula central de masa global de desde alrededor de 60 a alrededor de
25 1750 micras Más deseablemente, los compuestos absorbentes de la presente invención deseablemente contienen la distribución del tamaño de partícula bimodal descrita anteriormente y un

tamaño de partícula central de masa global de desde alrededor de 800 a alrededor de 1200 micras Más deseablemente, los compuestos absorbentes de la presente invención deseablemente contienen la distribución de tamaño de partícula bimodal antes descrito y el tamaño de partícula central de masa global de desde alrededor de 900 a alrededor de 1100 micras

En una incorporación de la presente invención, el material superabsorbente comprende sal de sodio de un ácido poliacrílico entrecruzado Los materiales superabsorbentes adecuados incluyen pero no se limitan a Dow AFA-177-140 y Drytech 2035 ambos disponibles de Dow Chemical Company, Midland, MI, Favor SXM-880 disponible de Stockhausen, Inc de Greensboro, NC, Sanwet IM-632 disponible de Tomen America de Nueva York, Nueva York, y Hysorb P-7050 disponible de BASF Corporation, de Portsmouth, Virginia

Materiales fibrosos

Deseablemente, los compuestos absorbentes de la presente invención contienen los materiales superabsorbentes descritos anteriormente en combinación con una matriz fibrosa que contiene uno o más tipos de materiales fibrosos El material fibroso que forma los compuestos absorbentes de la presente invención puede ser seleccionado de una variedad de materiales incluyendo las fibras naturales, las fibras sintéticas y las combinaciones de los mismos Un número de

tipos de fibras adecuados está descrito en la Patente de los Estados Unidos de América número 5,601,542 cedida a Kimberly-Clark Worldwide, Inc , cuya totalidad se incorpora aquí por referencia

5

La elección de las fibras dependerá, de por ejemplo, el uso final intentado del compuesto absorbente terminado Por ejemplo, los materiales fibrosos adecuados pueden incluir, pero no se limitan a las fibras naturales tales como las fibras no leñosas, incluyendo fibras de algodón y derivados de algodón, abacá, kenaf, pasto sabai, lino, pasto esparto, paja, cáñamo de yute, bagazo, fibras de ceda de bencetósigo y fibras de hoja de piña, y fibras leñosas tal como aquellas obtenidas de árboles deciduos y coníferos, incluyendo fibras de madera suave, tal como fibras kraft de madera suave del sur y del norte, fibras de madera dura, tal como de eucalipto, de arce, abedul, álamo temblón o similares Las fibras leñosas pueden ser preparadas en formas de alto rendimiento o de bajo rendimiento y pueden ser reducidas a pulpa en cualquier método conocido, e incluyendo kraft, sulfito, madera molida, pulpa termomecánica (TMP), pulpa quimotermomecánica (CTMP) y pulpa quimotermomecánica blanqueada (BCTMP) Las fibras recicladas también son incluidas dentro del alcance de la presente invención Cualesquiera métodos conocidos de reducción a pulpa y de blanqueado pueden ser usados

En forma similar, las fibras de celulosa regenerada tal como viscosa rayón y rayón cupramonio, fibras celulósicas modificadas, tal como acetato de celulosa o fibras sintéticas tales como aquellas derivadas de poliésteres, 5 poliamidas, poliacrílicos, etc , solos o en combinación unos con otros, pueden en forma similar usarse Las fibras celulósicas naturales tratadas químicamente pueden ser usadas tal como las pulpas mercerizadas, las fibras entrecruzadas o rigidizadas químicamente, las fibras sulfonatadas y similares 10 Las fibras para hacer papel adecuado también pueden incluir las fibras recicladas, las fibras vírgenes o las mezclas de los mismos Las mezclas de una o más de las fibras antes mencionadas también pueden usarse si se desea

15 **Compuestos Absorbentes**

Como se describió anteriormente, las estructuras absorbentes de acuerdo a la presente invención deseablemente incluyen un material superabsorbente y una matriz fibrosa para 20 contener el material superabsorbente Sin embargo, deberá notarse que cualquier dispositivo capaz de contener el material superabsorbente antes descrito, y en algunos casos, que sea capaz de estar localizado en una prenda absorbente desechable, es adecuado para usarse en la presente invención

25

Muchos de tales dispositivos de contención se conocen por aquellos expertos en el arte Por ejemplo, el

dispositivo de contención puede contener una matriz fibrosa tal como una tela formado por aire o colocado en húmedo de fibras celulósicas, un tejido soplado con fusión de fibras poliméricas sintéticas, un tejido unido e hilado de fibras poliméricas sintéticas, una matriz coformada que comprende fibras celulósicas y fibras formadas de un material de polímero sintético, tejidos colocados por aire fundidos con calor de materiales poliméricos sintéticos, espumas de celda abierta y similares

10

El dispositivo de contención es deseablemente una matriz fibrosa que tiene una forma tal como una red fibrosa, la cual, es generalmente una pluralidad de fibras al alzar, que pueden, opcionalmente, ser unidas juntas con un aglutinante El material fibroso puede alternativamente tener la forma de un bloque de borra de pulpa de madera triturada, una capa de tisú, una hoja de pulpa hidroeñredada, una hoja tejida, una hoja no tejida, una estopa o una hoja de pulpa suavizada mecánicamente Cualesquiera fibras para hacer papel como se definieron previamente, o las mezclas de las mismas pueden usarse para formar la matriz fibrosa

Los compuestos absorbentes de la presente invención pueden ser formados de una capa única de material absorbente o de capas múltiples de material absorbente En el caso de las capas múltiples, las capas pueden ser depositadas en una relación de lado por lado o de superficie a superficie y

25

todas o una parte de las capas pueden ser unidas a las capas adyacentes. En algunos casos en donde el compuesto absorbente incluye capas múltiples, el grosor completo del compuesto absorbente puede contener uno o más materiales superabsorbentes o cada capa individual puede contener separadamente algunos o ningunos de los materiales superabsorbentes.

En una incorporación de la presente invención, el compuesto absorbente contiene el material superabsorbente y el material fibroso en donde la cantidad relativa del material superabsorbente y del material fibroso usado para producir el compuesto absorbente puede variar dependiendo de las propiedades deseadas del producto resultante, y de la aplicación del producto resultante. Deseablemente, la cantidad de material superabsorbente en el compuesto absorbente es de desde alrededor de 20% por peso a alrededor de 100% por peso y la cantidad de material fibroso es de desde alrededor de 80% por peso a alrededor de 0% por peso basado sobre el peso total del compuesto absorbente. Más deseablemente, la cantidad de material superabsorbente en el compuesto absorbente es de desde alrededor de 30% por peso a alrededor de 90% por peso y la cantidad de material fibroso es de desde alrededor de 70% por peso a alrededor de 10% por peso, basada sobre el peso total del compuesto absorbente. Aún más deseablemente, la cantidad de material superabsorbente en el compuesto absorbente es de desde alrededor de 40% por peso a alrededor de 80% por peso y la cantidad de material fibroso es de alrededor de 60% por peso a

45/8

alrededor de 20% por peso basada sobre el peso total del compuesto absorbente

En otra incorporación, el peso base del material superabsorbente usado para producir los compuestos absorbentes de la presente invención puede variar dependiendo de las propiedades deseadas, tal como el grosor de compuesto total y el peso base, en el producto resultante, y la aplicación del producto resultante. Por ejemplo, los compuestos absorbentes para usarse en los pañales para infante pueden tener un peso base más bajo y grosor comparado a un compuesto absorbente para un dispositivo para incontinencia. Deseablemente, el peso base del material superabsorbente en el compuesto absorbente es mayor de alrededor de 80 gramos por metro cuadrado (gsm). Más deseablemente, el peso base del material superabsorbente en el compuesto absorbente es de desde alrededor de 80 gramos por metro cuadrado a alrededor de 800 gramos por metro cuadrado. Aún más deseablemente, el peso base del material superabsorbente en el compuesto absorbente es de desde alrededor de 120 gramos por metro cuadrado a alrededor de 700 gramos por metro cuadrado. Aún más deseablemente, el peso base del material superabsorbente en el compuesto absorbente es de desde alrededor de 150 gramos por metro cuadrado a alrededor de 600 gramos por metro cuadrado.

Métod para hacer el compuest absorbente

Los compuestos absorbentes de la presente invención pueden hacerse por cualquier proceso conocido por aquellos que tienen alguna habilidad ordinaria en el arte En una incorporación de la presente invención, el método para formar el compuesto absorbente puede incluir el combinar el material superabsorbente que contiene partículas superabsorbentes con un substrato Las partículas superabsorbentes tienen una distribución de tamaño de partícula bimodal con las partículas grandes teniendo un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 850 a alrededor de 1800 micras y las partículas pequeñas teniendo un tamaño central de masa de desde alrededor de 50 a alrededor de 200 micras Preferiblemente, las partículas grandes tienen un tamaño central de masa de desde alrededor de 1000 a alrededor de 1600 micras y las partículas pequeñas tienen un tamaño central de masa de desde alrededor de 65 a alrededor de 150 micras

20

En forma alterna, el método puede incluir el combinar el material superabsorbente con un substrato en donde el compuesto tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida de menos de alrededor de 100 segundos y un tiempo de tercera transmisión vertical intermitente de menos de alrededor de 600 segundos El material superabsorbente es distribuido uniformemente dentro del compuesto

42 

En una incorporación adicional de la presente invención, el material superabsorbente que contiene las partículas superabsorbentes es incorporado en un substrato existente. Preferiblemente, el substrato contiene el material fibroso. Los substratos fibrosos adecuados incluyen, pero no se limitan a telas tejidas y no tejidas. En muchas incorporaciones, particularmente de productos para el cuidado personal, los substratos preferidos son telas no tejidas. Como se usó aquí, el término "tela no tejida" se refiere a una tela que tiene una estructura de fibras individuales o filamentos arreglados al azar en una forma de tipo de estera. Las telas no tejidas pueden hacerse de una variedad de procesos incluyendo, pero no limitándose a los procesos de colocado por aire, a los procesos de colocado en húmedo, a los procesos de hidroenredado, a los procesos de cardado de unión de fibra corta y al hilado de solución. El material superabsorbente puede ser incorporado en el substrato fibroso como un material en partícula sólido. Los materiales superabsorbentes pueden estar en cualquier forma adecuada para usarse en los compuestos absorbentes incluyendo partículas, hojuelas, esferas y similares.

En una incorporación alterna de la presente invención, el material fibroso y el material superabsorbente que contiene las partículas superabsorbentes son mezclados simultáneamente para formar un compuesto absorbente. En forma

deseable, los materiales compuestos son mezclados por un proceso de formación con aire conocido por aquellos con una habilidad ordinaria en el arte. La formación por aire de la mezcla de fibras y de material superabsorbente se intenta que abarque ambas la situación en donde las fibras formadas previamente son colocadas por aire con el material superabsorbente, así como la situación en la cual el material superabsorbente es mezclado con las fibras al ser formadas las fibras, tal como a través de un proceso de soplado con fusión

10

Por ejemplo, la siguiente descripción se quiere que sea ilustrativa de un proceso de formación por aire usado para formar los compuestos de la presente invención, pero no se quiere que sea limitante. Varios componentes de proceso pueden ser usados para hacer los compuestos absorbentes de la presente invención. Estos incluyen un primer método para fibrillar las hojas de pulpa en una borra fibrilada. Estas fibras de borra fibrilada son llevadas por aire adentro de una cámara formadora. Después, es usado un método para agregar las partículas superabsorbentes para medir y llevar las partículas superabsorbentes a la cámara formadora. Más de un alimentador de superabsorbente se ha encontrado que puede ser útil para controlar las cantidades individuales de partículas superabsorbentes de diferentes tipos a la cámara de formación. La cámara de formación hace que las fibras de borra fibriladas y las partículas de superabsorbente se mezclen juntas. Una rejilla formadora en movimiento está localizada en el fondo de

15

20

25

la cámara de formación Esta rejilla es permeable al aire y está conectada típicamente a una fuente de vacío Este vacío remueve el aire de la cámara formadora y hace que las fibras de borra fibriladas y las partículas superabsorbentes sean depositadas sobre la rejilla formada para formar un tejido compuesto El tisú puede ser desenrollado sobre el alambre formado de manera que las fibras y las partículas sean colocadas sobre el tisú para ayudar en el transporte La velocidad de las hojas de pulpa, de los alimentadores de superabsorbente y de la rejilla formadora pueden todos ser independientemente ajustados para controlar la posición y el peso base del compuesto resultante Después de la formación del tejido compuesto sobre el alambre formador, puede ser usado el rodillo para comprimir el compuesto a un nivel deseado Al final de la rejilla formadora el tejido compuesto es enrollado en un rollo continuo

Propiedades de los compuestos absorbentes

Los compuestos absorbentes de la presente invención poseen una distribución de fluido impulsado capilar mejorado, así como una toma de fluido incrementada sobre la vida del compuesto, cuando se compara con otros compuestos absorbentes Un método para medir la distribución de fluido impulsada capilar de un compuesto absorbente con la prueba de Transmisión Vertical Intermitente (IVW) Esta prueba mide la

50 X

tasa de transmisión de un material o de un compuesto durante una serie de contactos de líquido

La prueba de Transmisión Vertical Intermitente
5 consiste de poner en contacto una orilla inferior de un compuesto absorbente suspendido verticalmente con una solución, y está descrita en detalle abajo El perfil de distribución de fluido obtenido de la prueba de Transmisión Vertical Intermitente puede ser analizado en términos de saturación de
10 líquido del compuesto a varias distancias desde la orilla inferior del compuesto Preferiblemente, los compuestos absorbentes de la presente invención exhiben una saturación de líquido a 7 63 a 8 89 cm (3 a 3 5 pulgadas) de la orilla inferior del compuesto igual a por lo menos 65% de la
15 saturación líquida a 0 a 1 27 cm (0 a 0 5 pulgadas) de la orilla inferior del compuesto Más preferiblemente, la saturación de líquido a 10 16 a 11 43 cm (4 a 4 5 pulgadas) de la orilla inferior del compuesto absorbente es igual a por lo menos 50% de la saturación líquida a 0 a 1 27 cm (0 a 0 5
20 pulgadas) de la orilla inferior del compuesto, y aún más preferiblemente de la saturación líquida a 11 43 a 12 7 cm (4 5 a 5 0 pulgadas) de la orilla inferior del compuesto es igual a por lo menos 35% de la saturación líquida a 0 a 1 27 cm (0 a 0 5 pulgadas) de la orilla inferior del compuesto absorbente

25

Además, se desea que los compuestos absorbentes de la presente invención demuestren un tiempo de tercera toma

51
K

de Transmisión Vertical Intermitente de menos de alrededor de 600 segundos. Más deseablemente, los compuestos absorbentes demuestran un tiempo de tercera toma de Transmisión Vertical Intermitente de menos de alrededor de 300 segundos.

5

Un método para medir la toma de fluido de un compuesto absorbente es con la prueba de Evaluación de Toma de Fluido (FIE), la cual está descrita en detalle abajo. Esta prueba mide la capacidad de toma de un material o compuesto cuando se somete a descargas de líquido múltiples.

Deseablemente, un compuesto absorbente de la presente invención posee un tiempo de tercera toma de descarga de líquido de menos de alrededor de 100 segundos, más deseablemente de menos de alrededor de 85 segundos y aún más deseablemente de menos de alrededor de 60 segundos.

Otra característica única de los compuestos absorbentes de la presente invención es la de que las partículas superabsorbentes contenidas en el compuesto tienen diferentes tiempos e hinchado debido a los tamaños distintos de las partículas. El tiempo de hinchado es definido como la cantidad de tiempo que toma para que las partículas superabsorbentes alcancen 60% de la capacidad de líquido, y pueda ser determinado usando la prueba FAUZL la cual se explica en detalle abajo. Preferiblemente, el tiempo de hinchamiento de las partículas pequeñas usadas en el compuesto absorbente de la

52

presente invención es de desde alrededor de 15 segundos a alrededor de 35 segundos, y el tiempo de hinchamiento de las partículas grandes es de desde alrededor de 300 segundos a alrededor de 700 segundos. Más preferiblemente, el tiempo de hinchamiento de las partículas pequeñas es de desde alrededor de 20 segundos a alrededor de 30 segundos, y el tiempo de hinchado de las partículas grandes es de desde alrededor de 400 segundos a alrededor de 600 segundos. Además, se desea que el tiempo de hinchado de las partículas pequeñas sea aproximadamente 20 veces más corto que el tiempo de hinchado de las partículas grandes.

Métodos de uso de las estructuras absorbentes

En una incorporación de la presente invención, se proporciona un producto absorbente desechable, el cual incluye una hoja superior permeable al líquido, una hoja inferior unida a la hoja superior, y un compuesto absorbente de la presente invención colocado entre la hoja superior y la hoja inferior. Aquellos expertos en el arte reconocerán los materiales adecuados para usarse como una hoja superior y una hoja inferior. Los ejemplos de los materiales adecuados para usarse como una hoja superior son materiales permeables al líquido, tal como el polipropileno o el polietileno unido con hilado que tiene un peso baso de desde alrededor de 15 a alrededor de 25 gramos por metro cuadrado. Los materiales de ejemplo adecuados para usarse como una hoja inferior son los materiales

53

impermeables al líquido, tal como las películas de poliolefina, así como los materiales permeables al vapor, tal como las películas de poliolefina microporosas

5 Los productos absorbentes desechables, de acuerdo a todos los aspectos de la presente invención, son generalmente sometidos durante el uso a múltiples descargas de un líquido del cuerpo. Por tanto, los productos absorbentes desechables son deseablemente capaces de absorber descargas múltiples de
10 los líquidos del cuerpo en cantidades a las cuales los productos y estructuras absorbentes se expondrán durante el uso. Las descargas son generalmente separadas una de otra por un periodo de tiempo. Los productos absorbentes de la presente invención deben estar presentes en una cantidad efectiva para
15 formar una composición superabsorbente efectiva para resultar en la absorción de una cantidad deseada de líquido.

 Los compuestos absorbentes de acuerdo a la presente invención son adecuados para absorber muchos fluidos
20 incluyendo los fluidos del cuerpo tal como la orina, los fluidos menstruales y la sangre, y son particularmente adecuados para usarse en productos absorbentes desechables tales como productos para el cuidado personal desechables incluyendo, pero no limitándose a prendas absorbentes tales
25 como pañales, productos para la incontinencia, almohadillas para la cama y similares, dispositivos catameniales tales como toallas sanitarias, forros para bragas, tapones, y similares,

34
X

productos para salud personal tal como vendajes para heridas y sistemas de entrega, así como paños limpiadores, baberos, empaque para alimento y similares. Por tanto, en otro aspecto, la presente invención se refiere a una prenda absorbente
5 desechable que comprende un compuesto absorbente como se describe anteriormente. Se conoce una amplia variedad de prendas absorbentes por aquellos expertos en el arte. Los compuestos absorbentes de la presente invención pueden ser incorporados en tales prendas absorbentes conocidas. Las
10 prendas absorbentes de ejemplos están generalmente descritas en las Patentes de los Estados Unidos de América números 4,710,187 otorgada el 1 de diciembre de 1987 a Boland y otros, 4,762,521 otorgada el 9 de agosto de 1988 a Roessler y otros, 4,770,656 otorgada el 13 de septiembre de 1988, a Proxmire y otros,
15 4,798,603 otorgada el 17 de enero de 1989 a Meyer y otros, cuyas referencias se incorporan aquí por esta mención.

Como una regla general, las prendas desechables absorbentes de acuerdo a la presente invención comprenden un
20 forro del lado al cuerpo adaptado para hacer contacto con la piel de un usuario, una cubierta exterior sobrepuesta en una relación de cara con el forro, y un compuesto absorbente, tal como aquellos descritos arriba, sobrepuestos sobre dicha cubierta exterior y recubiertos entre el forro del lado al
25 cuerpo y la cubierta exterior.

55/10

Métodos de PruebaPara los materiales superabsorbentes de prueba

5 Los métodos para determinar la distribución de tamaño de partícula y el tamaño de partícula central de masa de una muestra dada de material superabsorbente están descritos abajo. Además, el método para determinar el tiempo de hinchamiento y el espacio hueco de cama de gel de las

10 partículas superabsorbentes se establece abajo

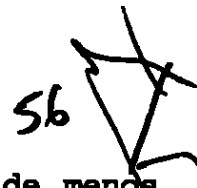
Método de prueba de distribución de tamaño de partícula (PSD)

El método de prueba de distribución de tamaño de partícula usado en la presente invención determina la

15 distribución de tamaño de partícula de un material superabsorbente por un análisis de tamaño de criba. Una pila de cribas con diferentes aberturas de tamaño son usadas para determinar la distribución de tamaño de partícula de una

20 muestra dada. Por tanto, por ejemplo, en principio, una partícula que es retenida sobre una criba con aberturas de 710 micras se considera que tiene un tamaño de partícula mayor de 710 micras. Una partícula que pasa a través de una criba que tiene aberturas de 710 micras y se retiene sobre una criba que

25 tiene aberturas de 500 micras se considera que tiene un tamaño de partícula de entre 500 y 710 micras. Además, una partícula que pasa a través de una criba que tiene aberturas de 500

56 

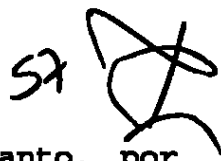
micras se considera que tiene un tamaño de partícula de menos de 500 micras

Las cribas son colocadas en orden del tamaño de las aberturas con las aberturas más grandes en la parte superior de la pila y las aberturas más pequeñas en el fondo de la pila. Una muestra de 25 gramos de partículas superabsorbentes es colocada en la criba con las aberturas más grandes. La pila de cribas es agitada por 10 minutos con un agitador de criba mecánico Ro-Tap, Modelo B, disponible de W S Tyler de Mentor, Ohio, u otro dispositivo de agitación similar. Después de que se completa la agitación, las partículas superabsorbente retenidas en cada criba son removidas y el peso es medido y registrado. El porcentaje de partículas retenidas en cada criba es calculado mediante el dividir los pesos de las partículas retenidas en cada criba por el peso de muestra inicial.

Método de prueba de tamaño de partícula central de masa

20

Como se usó aquí, el término "tamaño de partícula central de masa" de una muestra dada de partículas superabsorbentes se define como el tamaño de partícula, el cual divide a la muestra en una mitad sobre una base de masa, por ejemplo, la mitad de la muestra por peso tiene un tamaño de partícula mayor que el tamaño de partícula central de masa y la mitad de la muestra por masa tiene un tamaño de partícula menor.

57 

que el tamaño de partícula central de masa Por tanto, por ejemplo, el tamaño de partícula central de masa de la muestra de partículas superabsorbentes es de 500 micras si una mitad de la muestra por peso es retenida en una criba con aberturas de 500 micras

Prueba FAUZL (Absorbencia inundada bajo carga Cero) secada con papel secante

10 La masa de La Tasa de Absorbencia Bajo Carga (AUL) y del embolo se pesaron y se registraron como "Me" La tasa de absorbencia bajo carga se hace una pulgada dentro de un tubo termoplástico de diámetro el cual es ligeramente maquinado para obtener concentricidad La tasa de absorbencia bajo carga 15 tiene una rejilla de acero inoxidable de 400 mallas que está adherida al fondo de la taza por medio de un adhesivo Alternativamente, la rejilla puede ser fusionada al fondo del cilindro mediante el calentar la rejilla de alambre en una flama hasta que está al rojo vivo, después de lo cual la tasa 20 de absorbencia bajo carga es mantenida sobre la rejilla hasta que se enfría Puede ser usado un hierro de soldadura para tocar el sello si no se tiene éxito o si éste se rompe Debe tenerse cuidado de mantener un fondo lizo y plano, y no distorsionar el interior de la tasa de absorbencia bajo carga 25 El émbolo se hace de un material sólido de 2 54 cm (1 pulgada) de diámetro (por ejemplo de Plexiglass) y se maquina para ajustar cercanamente sin unión en la tasa de absorbencia bajo

58 

carga Antes de la colocación del superabsorbente sobre la rejilla de la tasa de absorbencia bajo carga, el material superabsorbente es cribado al tamaño apropiado para la prueba

5 Aproximadamente 0 160 gramos de material superabsorbente son colocados en la tasa de absorbencia bajo carga, en donde el material de superabsorbente es distribuido en forma pareja sobre el fondo de la taza Un embolo que pesa 4 0 gramos es colocado sobre la parte superior del material
10 superabsorbente seco, dando por tanto una presión de aproximadamente de 0 01 libras por pulgada cuadrada La masa de la tasa de absorbencia bajo carga, del embolo y del material superabsorbente seco es pesada y registrada como "Mo" Se agregan 0 9% por peso de solución de agua salada a un plato
15 petri (por lo menos de 5 08 cm (2 pulgadas) de diámetro) a una profundidad de alrededor de 0 5 centímetros Una rejilla de plástico que tiene aproximadamente 16 aberturas por pulgada cuadrada es colocada en el fondo del plato petri

20 La tasa de absorbencia bajo carga es colocada en la solución de agua salada por 15 segundos para permitir al agua salada el ser absorbida dentro del material superabsorbente El fondo de la tasa de absorbencia bajo carga es rápidamente colocado sobre una toalla de papel para remover
25 cualquier líquido en la rejilla o en los espacios de interstis entre las partículas superabsorbentes El tiempo desde la remoción de la tasa de absorbencia bajo cargo de la solución de

59

agua salada para la colocación en la toalla de papel debe ser de 3 segundos o menos. La taza es movida a las partes secas de la toalla de papel hasta que no más líquido se ve que sea transferido desde la taza a la toalla. Después la tasa de absorbencia bajo carga, el embolo y el material superabsorbente son pesados y la masa es registrada como "Mt". El tiempo total para remover el líquido de los espacios de inter tisues, pesar la tasa de absorbencia bajo carga y colocar la tasa de absorbencia bajo carga de regreso en el agua salada debe ser de menos de 30 segundos. La tasa de absorbencia bajo carga es colocada rápidamente de regreso en la solución de agua salada por 15 segundos adicionales para permitir al agua salada el ser absorbida por el material superabsorbente. De nuevo, el fondo de la taza es secado y Mt es determinado. Mt es obtenido para los siguientes tiempos de exposición acumulativo, en donde "el tiempo de exposición" es definido como el tiempo por el que el superabsorbente es sumergido en el líquido: 0.25, 0.5, 0.75, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 5.0, 10, 20, 40 y 60 minutos. La prueba completa es llevada a cabo tres veces para cada material superabsorbente para ser examinado y la toma promedio para los tres duplicados se determinó para cada tiempo de exposición.

Análisis de Datos

La cantidad de agua salada durante cada tiempo de exposición es determinada por la siguiente ecuación

60

$$\text{Gramos agua salada/superabsorbente} = (M_t - M_o) / (M_o - M_e)$$

El valor de toma g/g a 60 minutos de tiempo de exposición acumulativo se determinó y se registró como g/g (e)

- 5 El tiempo característico para alcanzar 60% del valor de toma de 60 minutos g/g se determinó por la siguiente ecuación

$$\text{Valor de toma característico} = 0.6 * g/g(e)$$

- 10 Una tabla listando el tiempo de exposición y el valor de toma se usó para interpolar el tiempo característico con la toma de hasta 60% del valor de toma de 60 minutos

Procedimiento Experimental de Espacio Hueco de Cama de Gel

15

La Capacidad Retención Centrífuga (CRC) de las partículas superabsorbentes se midió para obtener la capacidad de saturación completa de las partículas de gel. Se midieron entonces 2.0 gramos de las partículas superabsorbentes secas.

- 20 Una cantidad igual a (2.0 x CRC) gramos de 0.9% por peso de solución de agua salada se midió en un vaso picudo de 200 ml. Los 2.0 gramos de partículas superabsorbentes secas se agregaron a 0.9% por peso de solución de agua salada y se agitaron por 10 segundos para asegurar que no hubo un
- 25 aterronamiento de partículas. El vaso picudo es entonces cubierto con parafina u otra cubierta adecuada y el superabsorbente se dejó hinchar, sin perturbar por lo menos por

6/2

dos horas para el hinchado hasta alcanzar el equilibrio. Después de que el hinchamiento de superabsorbente alcanza el equilibrio, la altura de hinchado promedio es marcada dentro del vaso picudo mediante el colocar la placa de acrílico de peso ligero (<0.02 libras por pulgada cuadrada) sobre la parte superior de la capa de gel hinchada y marcando la altura del fondo de la placa sobre el lado del vaso picudo. Los contenidos del vaso picudo son entonces vaciados. Después de que el vaso picudo se le quita la tara éste se llena con agua hasta la marca designando la altura de la cama de gel hinchada. El vaso picudo es pesado para obtener el volumen total de cama de gel hinchada usando la siguiente ecuación: $\text{Volumen} = \text{peso (gramos)} / 1.0 \text{ gramos/centímetro cúbico}$. Los espacios huecos son entonces determinados mediante el restar el volumen debido al agua salada y al gel dentro de la fórmula: $\text{Hueco} = \text{Volumen de agua} - [((2.0 \times \text{CRC}) / (\text{gravedad específica de } 0.9\% \text{ por peso de agua salada})) + (2.0 \text{ gramos de superabsorbente} / 1.5 \text{ gm/c})]$

Para compuestos absorbentes de Prueba

20

Los métodos de prueba para determinar la capacidad de saturación (SC), la Transmisión Vertical Intermitente (IVW), y la Evaluación de Toma de Fluido (FIE) de un compuesto absorbente dado se describen abajo

25

62M
L**Prueba de capacidad de saturación (SC)**

Un compuesto de superabsorbente y borra, o de solo de borra es formado por aire sobre el tisú a un peso base deseado y densidad. Las muestras compuestas son cortadas a un tamaño deseado, en este caso, las muestras de compuesto son cortadas en un rectángulo de 8.89 centímetros por 25.40 centímetros. El peso de cada muestra compuesta es entonces medido y registrado. Este es el peso seco del compuesto. Las muestras de compuesto son entonces empapadas en un baño de 0.9% por peso de Solución de NaCl por 20 minutos. Después de 20 minutos de empapado, las muestras completas son colocadas bajo una presión de vacío de 0.5 libras por pulgada cuadrada (14" H₂O) por 5 minutos. Las muestras de compuesto son entonces pesadas de nuevo. Este es el peso de compuesto húmedo. La capacidad de cada muestra compuesta es calculada mediante el restar el peso compuesto seco de dicho peso compuesto húmedo para cada muestra.

20 Prueba de Transmisión Vertical Intermitente (IVW)

La Prueba de Transmisión Vertical Intermitente (IVW) mide la tasa de transmisión y el perfil de distribución de fluido de un material o de un compuesto durante una serie de contactos con el líquido. La prueba consiste de tres contactos separados entre una orilla inferior de una muestra de compuesto absorbente suspendida verticalmente y una solución de agua.

salada Cada contacto separado, o cada descarga de líquido al compuesto, representa 15% de la capacidad de saturación del compuesto absorbente como se midió en la prueba de capacidad de saturación descrita anteriormente Cada descarga líquida
5 separada en la prueba de transmisión vertical intermitente es igual a $(0.15) \times (m_{total})$ de manera que el compuesto tiene un grado deseado de capacidad de absorción durante cada descarga La muestra de compuesto absorbente se deja el transmitir el líquido como se describe abajo

10

Un compuesto de superabsorbente y borra, es formado por aire sobre el tisú a un peso base deseado y densidad Las muestras de compuesto son cortadas a un tamaño deseado, en este caso, las muestras de compuesto son cortadas
15 en un rectángulo de 8.89 centímetros por 25.40 centímetros La capacidad de saturación de la muestra (m_{total}) se determinó como se describió arriba Una cantidad igual a $(0.15) \times (m_{total})$ es calculada

20

Una muestra separada es suspendida verticalmente de manera que la dimensión larga de la muestra está en la dirección vertical La muestra suspendida es sujeta a un medidor de tensión La muestra es entonces bajada dentro de un depósito que contiene 0.9 % de solución NaCl La cantidad de
25 muestra la cual está en contacto con la solución debe ser de 0.635 cm (¼ de pulgada) o menos La cantidad de toma de líquido es medida como una función de tiempo y se deja continuar hasta

64/8

que 15% de la capacidad de saturación de este compuesto absorbente $[(0.15) \times (m_{total})]$ se ha registrado sobre el medidor de tensión. La muestra es entonces removida de la solución de NaCl pero se mantiene en una configuración vertical.

5

Después de un periodo de 30 minutos, la muestra de nuevo es bajada adentro de la solución de 0.9% por peso de NaCl. La cantidad de toma de líquido es medida como una función del tiempo, y se deja continuar hasta que 15% de la capacidad de saturación de este compuesto absorbente $[(0.15) \times (m_{total})]$ se ha registrado en el medidor de tensión. La muestra es entonces removida de la solución de NaCl, pero se mantiene en la configuración vertical.

15

Después de un periodo de 30 minutos, la muestra es bajada adentro de la solución de 0.9% por peso de NaCl por una tercera vez. La cantidad de recolección de líquido es medida como una función de tiempo, y se dejó continuar hasta que 15% de la capacidad de saturación de este compuesto absorbente $[(0.15) \times (m_{total})]$ se ha registrado en el medidor de tensión. La muestra es entonces removida de la solución de NaCl, pero se mantiene en una configuración vertical.

20

La muestra es entonces sometida a métodos de prueba para determinar el perfil de distribución de fluido de la muestra. Cualquier método de prueba puede ser usado para el

25

65 ~~10~~

terminar el perfil de distribución de fluido de la muestra. Un método conocido es el de cortar el compuesto absorbente en tiras teniendo un ancho de 1 27 centímetros, y pesando las tiras para determinar la cantidad de fluido dentro de una tira dada. En la muestra anterior, veinte tiras teniendo un ancho de 1 27 centímetros y una longitud de 8 89 centímetros se produjeron de una muestra compuesta. Un perfil de distribución de fluido se determinó mediante el pesar cada tira para determinar la cantidad de fluido en cada tira. La cantidad de fluido es determinada para cada tira por la siguiente ecuación:

$$\text{Cantidad de Fluido por tiras} = \text{peso húmedo de tira} - (\text{peso seco de muestra completa}/20)$$

El procedimiento de transmisión vertical intermitente es repetido con dos más muestras de compuestos cortadas del mismo material compuesto. Un tiempo de toma promedio es determinado para las tres primeras tomas de líquido, las tres segundas tomas de líquido, y las tres terceras tomas de líquido. Además, la cantidad promedio de líquido en cada segmento de 1 27 cm (½ pulgada) de las tres muestras de compuesto se determinó como se indicó arriba.

Prueba de Evaluación de Toma de Fluido (FIE)

La prueba de evaluación de toma de fluido (FIE) mide la capacidad de toma de un material o compuesto. La prueba consiste de someter un compuesto absorbente a tres descargas

líquidas, en donde cada descarga líquida representa 30% de la capacidad saturada del compuesto como se determinó por la prueba de capacidad de saturación descrita arriba Las tres descargas líquidas están espaciadas y separadas por intervalos de 15 minutos

Un compuesto superabsorbente y borra es formado por aire sobre el tisú a un peso base y densidad deseados Una muestra compuesta es cortada a un tamaño deseado, en este caso, la muestra es cortada en un rectángulo de 8 89 centímetros por 12 70 centímetros La capacidad de saturación de la muestra (m_{total}) se determinó como se describió anteriormente Una cantidad igual a $(0.30) \times (m_{total})$ es calculada

El dispositivo de adición de líquido 10, como se mostró en la figura 2, es colocado sobre la parte superior de una muestra compuesta separada 12 (también cortada en un rectángulo de 8 89 centímetros x 12 70 centímetros) para producir una presión de aproximadamente de 0 13 libras por pulgada cuadrada (8966 dines por centímetro cuadrado) El dispositivo de adición de líquido incluye una base 14 y un peso de bronce adicional 16 para hacer la masa total de dispositivo 10 igual a 1223 gramos El líquido es puesto en contacto con la muestra 12 mediante el introducir el líquido a través de un tubo 18 localizado en el dispositivo de adición de líquido 10 Una primera descarga de líquido de una solución de 0 9% por peso de NaCl, igual a 30% de la capacidad de saturación del

67

compuesto absorbente $[(0.30 \times (m_{total}))]$, se introdujo a través del tubo 18 y se puso en contacto con la muestra compuesta 12. La cantidad de tiempo requerida para que toda la primera descarga líquida sea empapada adentro de la muestra compuesta 12 se midió. Después de 15 minutos del comienzo de la primera descarga, una segunda descarga líquida de la solución de 0.9% por peso de NaCl, igual a 30% de la capacidad de saturación del compuesto absorbente $[(0.30) \times (m_{total})]$, se pone en contacto con la muestra compuesta 12. La cantidad de tiempo requerida para que toda la segunda descarga líquida sea empapada en la muestra compuesta 12 es medida. Después de 15 minutos adicionales desde el comienzo de la segunda descarga, la tercera descarga de la solución de 0.9% por peso de NaCl, igual a 30% de la capacidad de saturación del compuesto absorbente $[(0.30) \times (m_{total})]$ se pone en contacto con la muestra compuesta 12. La cantidad de tiempo requerida para que toda la tercera descarga líquida sea empapada en la muestra compuesta 12 se midió.

El procedimiento es repetido con dos más muestras compuestas cortadas del mismo material compuesto. Un tiempo de toma promedio es calculado para las tres primeras, para las tres segundas y para las tres terceras descargas líquidas. Adicionalmente, el tiempo de toma promedio de descarga total es calculado como la suma de los tiempos de toma promedio de la primera, segunda y tercera descargas.

Aquellos expertos en el arte entenderán fácilmente que los materiales superabsorbentes y los compuestos absorbentes de la presente invención pueden ser empleados ventajosamente en la preparación de una amplia variedad de productos, incluyendo pero no limitándose a los productos para el cuidado personal absorbente diseñados para ponerse en contacto con los fluidos del cuerpo. Tales productos pueden solo comprender una capa única del compuesto absorbente o pueden comprender una combinación de elementos como se describió anteriormente. Aún cuando los materiales superabsorbentes y los compuestos absorbentes de la presente invención son particularmente adecuados para los productos para el cuidado personal, los materiales superabsorbentes y los compuestos absorbentes pueden ser empleados ventajosamente en una amplia variedad de productos para el consumidor.

La presente invención está además ilustrada por los siguientes ejemplos, los cuales no deben considerarse en ninguna manera como que impone limitaciones sobre el alcance de la misma. Por el contrario, debe entenderse claramente que debe acudirse a varias otras incorporaciones, modificaciones y equivalentes de la misma, los cuales, después de la lectura de la descripción dada aquí, pueden sugerirse a sí mismos a aquellos expertos en el arte sin departir del espíritu de la presente invención y/o del alcance las reivindicaciones anexas.

EJEMPLOS

En los ejemplos que siguen, los compuestos absorbentes fueron producidos usando los siguientes materiales
5 superabsorbentes y materiales fibrosos

Material superabsorbente

AFA-177-9A, AFA-177-9B, AFA-177-140 y Drytech
10 2035, suministrados por Dow Chemical Company de Midland, Michigan

Material fibroso

15 Fibras de pulpa esponjada, CR-1654- suministrado por Alliance Forest Products de Coosa Pines, Alabama

EJEMPLO 1

20 *Determinar la distribución de tamaño de partícula de las muestras de material superabsorbente*

Dos muestras de 100 gramos de AFA-177-9A y AFA-177-9B fueron suministradas por Dow Chemical Company de
25 Midland, Michigan La distribución de tamaño de partícula de cada muestra se midió usando el método de prueba PSD descrito arriba Las cribas que tienen los siguientes tamaños de malla

20 X

fueron usados para la muestra AFA-177-9A 1680 micras, 1190 micras, 1000 micras, y 850 micras Las cribas que tienen los siguientes tamaños de malla fueron usados para la muestra AFA-177-9B 150 micras, 105 micras y 63 micras

5

Las distribuciones de tamaño de partícula de las muestras AFA-177-9A Y afa-177-9B se dan abajo en las Tablas 1 y 2

10 Tabla 1 Distribuciones de tamaño de partícula de la muestra AFA-177-9A

Tamaño de partícula (micras)	% de Masa de Total
Más de 1680	0 02
1190-1680	31 2
1000-1190	27 25
850-1000	36 51
Menos de 850	5 03

15 Tabla 2 Distribuciones de tamaño de partícula de la muestra AFA-177-9B

Tamaño de partícula (micras)	% Masa de Total
Más de 150	1 74
105-150	45 05
63-105	48 97
Menos de 63	4 23

71 2

Como puede verse de las tablas 1 y 2 dadas arriba, el tamaño de partícula central de masa de las partículas en las muestras AFA-177-9A Y AFA-177-9B son de 5 alrededor de 1100 micras y de 100 micras respectivamente

EJEMPLO 2

Preparación de los compuestos absorbentes de la presente
10 invención

Los compuestos absorbentes fueron formados usando el material superabsorbente AFA-177-140 suministrado por Dow Chemical Company de Midland, Michigan y las fibras de pulpa CR-
15 1654, suministradas por Alliance Forest Products de Coosa Pines, Alabama El material superabsorbente AFA-277-140 tuvo esencialmente la misma composición química que las muestras AFA-177-9A y AFA-177-9B del ejemplo 1 El material superabsorbente AFA-177-140 fue molido usando los métodos
20 conocidos en el arte para dar dos muestras, la muestra 1A y la muestra 1B, teniendo distribuciones de tamaño de partícula similares a las muestras AFA-177-9A y AFA-177-9B descritas en el ejemplo 1 Los compuestos fueron formados a través de una unidad de formación por aire convencional La proporción de
25 masa de la muestra 1A (partículas grandes) a la muestra 1B (partículas pequeñas) en los compuestos fue variada como sigue 50 50, 70 30, 80 20, y 90 10 Los compuestos tuvieron un peso

72

base total de objetivo de 500 gramos por metro cuadrado, una densidad de objetivo de 0.2 gramos por centímetro cúbico y una concentración de polímero superabsorbente de 50% por masa

5 El tamaño de partícula central de masa de las partículas en las muestras 1A y 1B a un nivel de saturación de 30 gm de 0.9% por peso de la solución NaCl por gm de polímero superabsorbente fue determinada. Además, los espacios huecos en las camas de partícula superabsorbentes saturadas y la gravedad específica de las partículas fueron determinadas experimentalmente usando el procedimiento experimental de espacio hueco de cama de gel. Los resultados se dan en la tabla 3 dada abajo.

15 Tabla 3 Parámetros para cálculo de relación de partícula teórica

	Diámetro seco medio de masa (micras)	Diámetro saturado de medio de masa (micras)	Huecos @30g/g (v)	Gravedad específica (p)
Componente 1	1100	3930	0.18	1.02
Componente 2	105	375	0.07	1.02

20 Usando las ecuaciones anteriores junto con los valores para v_1 (el espacio hueco en un sistema de las

73

partículas de muestra 1A), v_2 (el espacio hueco en el sistema de partículas de la muestra 1B), ρ_1 (la gravedad específica verdadera de las partículas de muestras 1A) y ρ_2 (la gravedad específica verdadera de las partículas de muestra 1B),
 5 determinados experimentalmente, fue determinada la proporción de partícula grande óptima (partículas de muestra 1A) a partículas pequeñas (partículas de la muestra 1B), como se mostró abajo

$$\begin{aligned} 10 \quad \phi_1 &= [(1-v_1) \cdot \rho_1] + [(1-v_1) \cdot \rho_1 + v_1 \cdot (1-v_2) \cdot \rho_2] \\ &= [(1-0.18) \cdot 1.02] + [(1-0.18) \cdot 1.02 + 0.18 \cdot \end{aligned}$$

$$(1-0.07) \cdot 1.02]$$

$$15 \quad = 0.83$$

$$\begin{aligned} \phi &= \phi_1 + (1-\phi_1) \\ &= 0.83 + (1-0.83) \\ &= 1 \end{aligned}$$

20

El por ciento por peso teórico por cada componente debe ser $\phi_1/\phi = \%$ por peso de componente

$$\begin{aligned} &\% \text{ por peso de muestra 1A (partículas} \\ 25 \text{ grandes)} &= (\phi_1/\phi) \times 100 = 83\% \end{aligned}$$

74

% por peso de muestra 1B (partículas pequeñas) = $[(1-\phi_1)/\phi] \times 100 = 17\%$

Dado que ambos componentes de presume que están al mismo nivel de saturación a equilibrio, los porcentajes de peso secos serán los mismos que los porcentajes de peso saturado calculados arriba

EJEMPLO 3

10

Preparación de compuestos absorbentes de control usando una distribución de tamaño de partícula convencional

Se hizo un compuesto absorbente de control usando los mismos materiales que en el ejemplo 2, excepto que el material superabsorbente tuvo una distribución de tamaño de partícula variando de desde 0 a 850 micras El control es mencionado aquí como el Control 1 Específicamente, el control 1 fue determinado como teniendo una distribución de tamaño de partícula como se mostró abajo

Tabla 4 Distribución de tamaño de partícula central de masa del Control 1

Tamaño de partícula (micras)	% por peso de Total
600-850	25
300-600	50
65-300	25

75 

Fue preparado un segundo compuesto de control usando 50% de Drytech 2035 suministrada por Dow Chemical Company de Midland, Michigan y 50% por borra Alliance CR-1654 suministrada por Alliance Forest Products de Coosa Pines, Alabama Este compuesto fue formado a fin de comparar los compuestos de la presente invención con un compuesto que comprende un material superabsorbente representativo que es usado en los productos comerciales El compuesto de control conteniendo el Drytech 2035 es mencionado aquí en adelante como el Control 2 La tabla 5 establece la distribución de tamaño de partícula del Control 2

Tabla 5 Distribución de tamaño de partícula central de masa del Control 2

Tamaño de partículas (micras)	% por peso de Total
600-850	20
300-600	55
65-300	25

20

25

76

EJEMPLO 4

Desempeño de transmisión de compuestos absorbentes de la presente invención y de compuestos de control

5

El desempeño de transmisión de los compuestos de los ejemplos 2 y 3 fue establecido usando la prueba de transmisión vertical intermitente (IVW) descrita arriba La distribución de fluido dentro de cada compuesto fue analizada después de la tercera descarga líquida mediante el determinar la cantidad líquida en cada segmento de 1 27 cm (0 5 pulgadas) del compuesto La cantidad líquida en cada sección fue dividida por la cantidad líquida para esa muestra en el segmento de 0-1 27 cm (0-0 5 pulgadas) para esa muestra Este valor fue multiplicado por 100 para obtener los porcentajes exhibidos abajo en la Tabla 6

Tabla 6 Distribución de fluido promedio después de la tercera descarga

Distancia desde la orilla inferior (pulgada)	Compuesto Absorbente					
	Distribución de fluido promedio después de la tercera descarga (% de nivel de saturación de segmento más bajo)					
	50 50	70 30	80 20	90 10	Control 1	Control 2
0-0 5	100%	100%	100%	100%	100%	100%
0 5-1 0	110%	102%	103%	95%	101%	98%
1 0-1 5	98%	97%	94%	92%	94%	93%
1 5-2 0	89%	91%	92%	78%	95%	83%
2 0-2 5	83%	83%	83%	81%	84%	77%
2 5-3 0	78%	79%	74%	68%	63%	71%
3 0-3 5	68%	69%	70%	69%	49%	62%

77

3 5-4 0	65%	61%	54%	59%	44%	57%
4 0-4 5	58%	50%	42%	47%	26%	45%
4 5-5 0	47%	39%	28%	32%	14%	33%
5 0-5 5	32%	28%	10%	25%	4%	12%
5 5-6 0	15%	13%	5%	10%	4%	1%
6 0-6 5	4%	5%	5%	5%	4%	0%
6 5-7 0	3%	4%	4%	5%	3%	0%

Como puede verse de los datos de la Tabla 6, fue experimentada una mejor distribución de fluido y transmisión con los compuestos que contiene una distribución de tamaño de partícula superabsorbente bimodal. Esto es evidente de las cantidades más grandes de fluido localizadas en las partes superiores de los compuestos (> 5")

La distribución de fluido de los compuestos absorbentes de la presente invención fue mejorada por la presencia de la distribución de tamaño de partícula bimodal como se ve por la cantidad incrementada de fluido en las partes superiores de los compuestos. La tasa de toma de fluido durante la prueba de transmisión vertical intermitente también se encontró que fue mejorada en algunos de los sistemas bimodales como se mostró en las tablas 7 y 8 dadas abajo

78 ~~X~~

Tabla 7 Toma de tercera descarga promedio en contra del tiempo

Inter-valor de tiempo (segundos)	Compuesto absorbente					
	Cantidad de toma de tercera descarga promedio a un tiempo dado (g)					
	50 50	70 30	80 20	90 10	Control 1	Control 2
50	8 5	10 5	15 5	10 5	11 0	12 3
100	12 0	15 5	18 5	12 5	14 1	15 0
150	14 0	17 5	22 0	15 0	17 0	18 0
200	16 0	20 5	24 5	16 5	17 7	19 6
250	16 5	22 5	25 0	17 5	18 9	20 5
300	17 0	23 0		18 5	20 5	19 5
350	19 5	23 5		20 0	21 7	20 9
400	21 0	24 0		21 5	22 7	22 1
450	21 5	24 5		22 0	24 2	23 1
500	21 8	25 5		23 0	24 8	23 9
Cantidad de toma de objetivo (gm)	25 0	25 0	25 0	25 0	25 0	31 0

5 Tabla 8 Toma de tercera descarga promedio

Inter-valor de tiempo (segundos)	Cantidad de toma de toma de tercera descarga promedio de compuesto absorbente, porcentaje, cantidades de toma de objetivo					
	50 50	70 30	80 20	90 10	Control 1	Control 2
50	34%	42%	62%	42%	44%	40%
100	48%	62%	74%	50%	56%	48%
150	56%	70%	88%	60%	68%	58%
200	64%	82%	98%	66%	71%	63%
250	66%	90%	100%	70%	76%	66%
300	68%	92%		74%	82%	63%
350	78%	94%		80%	87%	67%
400	84%	96%		86%	91%	71%
450	86%	98%		88%	97%	75%
500	87%	100%		92%	99%	77%

Como puede verse de los datos de las tablas 7 y 8, las tasas de transmisión fueron afectadas por la cantidad de partículas grandes y pequeñas presentes en el compuesto absorbente. La toma de fluido de tercera descarga promedio sugiere que la presencia de demasiadas partículas pequeñas o de partículas grandes impactan negativamente la tasa de transmisión del compuesto. Se cree que la tendencia de las partículas pequeñas a provocar el bloqueo de gel y la capilaridad reducida causada por las partículas grandes impactan negativamente la tasa de transmisión del compuesto.

Además, deberá notarse que la tasa de transmisión de un compuesto absorbente que tiene una distribución de partícula bimodal y una proporción de 80/20 de peso/peso mostró una mejora sobre los compuestos de control que tienen una distribución de partícula regular.

Los datos antes mencionados de las tablas 6-8 sugieren que la distribución de fluido y la tasa de transmisión pueden ser mejoradas en los compuestos que contienen una proporción de partícula grande a partícula pequeña en una distribución de tamaño de partícula superabsorbente.

EJEMPLO 5

80
X
80

Desempeño de toma de fluido de compuestos absorbentes de la presente invención y de compuestos de control

5

El desempeño de toma de los compuestos del ejemplo 2 y los compuestos de control del ejemplo 3 fueron evaluados usando la evaluación de toma de fluido (FIE) descrita en la sección de "métodos de prueba" indicada arriba Los resultados de la evaluación de la toma de fluido se dan abajo en la Tabla 9

Tabla 9 Resultados de evaluación de toma de fluido para compuestos absorbentes

Muestra	Proporción por peso de muestra 1A a muestra 1B	Tiempo de toma promedio de primera descarga (seg)	Tiempo de toma promedio de segunda descarga (seg)	Tiempo de toma promedio de tercera descarga (seg)	Tiempo de toma promedio de descarga total (seg)
Ej 2	50 50	71 2	73 2	96 2	240 6
Ej 2	70 30	38 7	38 6	63 6	140 9
Ej 2	80 20	45 2	29 5	56 8	121 5
Ej 2	90 10	61 6	38 9	80 8	181 3
Control 1	n/a	46 6	101 2	170 2	318 0
Control 2	n/a	41 6	55 7	108	205 3

15

Como se ve de los datos de la tabla 9, las muestras de compuesto que tienen una proporción de peso de material superabsorbente de 80% por peso de la muestra 1A (partículas grandes) a 20% por peso de la muestra 1B

20

81

(partículas pequeñas) dieron el tiempo de toma promedio de descarga total más bajo, así como el tiempo de toma de la segunda y tercera descarga de promedio más bajo

5

EJEMPLO 6

Determinación de tiempo de hinchamiento de partículas superabsorbentes en compuestos absorbentes de la presente invención

10

El tiempo de hinchamiento de las partículas grandes de la muestra AFA-177-9A y de las partículas pequeñas de la muestra AFA-177-9B fue determinado usando la prueba FAUZZ de secado con secante como se describió arriba Los resultados de las prueba se proporcionan en la Tabla 10 dada abajo

Tabla 10 Tiempo de hinchamiento de partículas superabsorbentes

Tamaño de partícula	Tiempo para alcanzar 60% de saturación (en segundos)
Muestra AFA-177-9A (partículas grandes)	578
Muestra AFA-177-9B (partículas pequeñas)	28 3

20

Los ejemplos arriba descritos son incorporaciones preferidas y no se intentan que limiten el alcance de la

32

presente invención en ninguna manera Las varias modificaciones
y otras incorporaciones y usos de los polímeros
superabsorbentes descritos, aparentes aquellos con una
habilidad ordinaria en el arte, también están considerados como
5 que están dentro del alcance de la presente invención

REIVINDICACIONES

1 Un producto absorbente que incluye un compuesto absorbente, el compuesto absorbente comprende un material superabsorbente en donde el material superabsorbente? en donde el material superabsorbente comprende partículas superabsorbentes que tienen una distribución de tamaño de partícula bimodal con partículas grandes teniendo un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 850 a 1800 micras y partículas pequeñas teniendo un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 50 a alrededor de 200 micras

2 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque las partículas grandes tienen un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 1000 a alrededor de 1600 micras

3 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque las partículas pequeñas tienen un tamaño de partícula central de masa de desde alrededor de 65 a alrededor de 150 micras

4 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque las partículas superabsorbentes tienen un tamaño de partícula

84

central de masa global de alrededor de 60 a alrededor de 1750
micras

5 El producto absorbente tal y como se
5 reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque las
partículas superabsorbentes tienen un tamaño de partícula
central de masa global de alrededor de 800 a alrededor de 1200
micras

10 6 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el tamaño de
partícula central de masa de las partículas grandes y el tamaño
de partícula central de masa de las partículas pequeñas difiere
por lo menos por alrededor de 500 micras

15

7 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 6, caracterizado porque la proporción
del tamaño de partícula central de masa de las partículas
grandes al tamaño de partícula central de masa de las
20 partículas pequeñas es de desde alrededor de 4 a alrededor de
36

8 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 7, caracterizado porque la proporción
25 del tamaño de partícula central de masa de las partículas
grandes al tamaño de partícula central de masa de las

25
8

partículas pequeñas es desde alrededor de 6.1 a alrededor de

25.1

9 El producto absorbente tal y como se
5 reivindica en la cláusula 6, caracterizado porque el tamaño de
partícula central de masa de las partículas grandes es de desde
alrededor de 1000 a alrededor de 1200 micras, y el tamaño de
partícula central de masa de las partículas pequeñas es desde
alrededor de 50 a alrededor de 150 micras

10

10 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 6, caracterizado porque el tamaño de
partícula central de masa de las partículas grandes es de desde
alrededor de 1000 a alrededor de 1100 micras, y el tamaño de
15 partícula central de masa de las partículas pequeñas es desde
alrededor de 50 a alrededor de 100 micras

11 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque la proporción
20 de masa de las partículas grandes a las partículas pequeñas es
desde alrededor de 90 10 a alrededor de 50 50

12 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque la proporción
25 de masa de las partículas grandes a las partículas pequeñas es
desde alrededor de 90 10 a alrededor de 80 20

36 ~~37~~

13 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque la proporción de masa de partículas grandes a partículas pequeñas es de alrededor de 85 15

5

14 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el material superabsorbente está distribuido uniformemente dentro del compuesto absorbente

10

15 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el compuesto absorbente comprende de desde alrededor de 20% a alrededor de 100% por peso del material superabsorbente

15

16 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el compuesto absorbente comprende de desde alrededor de 30% a alrededor de 90% por peso del material superabsorbente

20

17 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado además porque comprende un dispositivo de contención

25

18 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 17, caracterizado porque el dispositivo de contención es una matriz fibrosa

87 

19 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el compuesto
absorbente tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida
5 de menos de alrededor de 100 segundos

20 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el compuesto
absorbente tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida
10 de menos de alrededor de 85 segundos

21 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el compuesto
absorbente tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida
15 de menos de alrededor de 60 segundos

22 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el compuesto
absorbente tiene un tercer tiempo de toma de transmisión
20 vertical intermitente de menos de alrededor de 600 segundos

23 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el compuesto
absorbente tiene un tercer tiempo de toma de transmisión
25 vertical intermitente de menos de alrededor de 300 segundos

38

24 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque las partículas pequeñas tienen un tiempo de hinchamiento de desde alrededor de 15 a alrededor de 35 segundos y las partículas grandes tienen un tiempo de hinchamiento de desde alrededor de 300 a alrededor de 700 segundos

25 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 24, caracterizado porque el tiempo de hinchamiento de las partículas pequeñas es de alrededor de 20 veces más corto que el tiempo de hinchamiento de las partículas grandes

26 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 1, caracterizado porque el producto es un pañal, un calzoncillo de aprendizaje, un dispositivo catamenial, un producto para incontinencia, un vendaje para heridas, un sistema de entrega o de empaque de alimentos

27 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 26, caracterizado porque el producto es desechable

28 Un producto absorbente que incluye un compuesto absorbente, el compuesto absorbente comprende material superabsorbente, en donde el material superabsorbente comprende partículas superabsorbente que tienen una

391

distribución de tamaño de partícula bimodal, y en donde el compuesto absorbente tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida de menos de alrededor de 100 segundos

5 29 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque el compuesto absorbente tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida de menos de alrededor de 85 segundos

10 30 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque el compuesto absorbente tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida de menos de alrededor de 60 segundos

15 31 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque el compuesto absorbente tiene un tercer tiempo de toma de transmisión vertical intermitente de menos de alrededor de 600 segundos

20 32 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque el compuesto absorbente tiene un tercer tiempo de toma de transmisión vertical intermitente de menos de alrededor de 300 segundos

25 33 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque el material

superabsorbente está uniformemente distribuido dentro del compuesto

34 El producto absorbente tal y como se
5 reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque las
partículas superabsorbentes comprenden partículas pequeñas que
tienen un tiempo de hinchamiento de desde alrededor de 15 a
alrededor de 35 segundos y partículas grandes que tienen un
tiempo de hinchamiento de desde alrededor de 300 a alrededor de
10 700 segundos

35 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 34, caracterizado porque el tiempo de
hinchamiento de las partículas pequeñas es de alrededor de 20
15 veces más corto que el tiempo de hinchamiento de las partículas
grandes

36 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque las
20 partículas superabsorbentes comprenden partículas grandes que
tienen un tamaño de partícula central de masa de desde
alrededor de 850 a alrededor de 1800 micras

37 El producto absorbente tal y como se
25 reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque las
partículas superabsorbentes comprenden partículas pequeñas que

91
2

tienen un tamaño de partícula central de masa de desde
alrededor de 50 a alrededor de 200 micras

38 El producto absorbente tal y como se
5 reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque el compuesto
absorbente comprende de desde alrededor de 30 a alrededor de
90% por peso del material superabsorbente

39 El producto absorbente tal y como se
10 reivindica en la cláusula 28, caracterizado porque la
proporción de masa de partículas grandes a partículas pequeñas
es de desde alrededor de 90 10 a alrededor de 50 50

40 Un producto absorbente que comprende un
15 material superabsorbente, en donde el material superabsorbente
está distribuido uniformemente dentro del compuesto, y en donde
el compuesto tiene un tiempo de toma de tercera descarga
líquida de menos de alrededor de 100 segundos y un tercer
tiempo de toma de transmisión vertical intermitente de menos de
20 alrededor de 600 segundos

41 El producto absorbente tal y como se
reivindica en la cláusula 40, caracterizado porque el compuesto
absorbente tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida
25 que es de menos de alrededor de 85 segundos

92 

42 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 40, caracterizado porque el compuesto absorbente tiene un tiempo de toma de tercera descarga líquida que es de menos de alrededor de 60 segundos

5

43 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 40, caracterizado porque el compuesto absorbente tiene un tercer tiempo de toma de transmisión vertical intermitente de menos de alrededor de 300 segundos

10

44 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 40, caracterizado porque el compuesto absorbente comprende de desde alrededor de 20 a alrededor de 100% por peso del material superabsorbente

15

45 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 40, caracterizado porque el compuesto absorbente comprende de desde alrededor de 30% a alrededor de 90% por peso del material superabsorbente

20

46 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 40, caracterizado porque el producto es un pañal, un calzoncillo de aprendizaje, un dispositivo catamenial, un producto para la incontinencia, un vendaje para
25 heridas, un sistema de entrega o de empaque de alimentos

47 El producto absorbente tal y como se reivindica en la cláusula 46, caracterizado porque el producto es desechable

The demand must be filed directly with the competent International Preliminary Examining Authority or if two or more Authorities are competent with the one chosen by the applicant. The full name or two-letter code of that Authority may be indicated by the applicant on the line below.

IPEA/ US

PCT

CHAPTER II

94

DEMAND

under Article 31 of the Patent Cooperation Treaty
The undersigned requests that the international application specified below be the subject of international preliminary examination according to the Patent Cooperation Treaty and hereby elects all eligible States (except where otherwise indicated)

For International Preliminary Examining Authority use only		
Identification of IPEA		Date of receipt of DEMAND
Box No. I IDENTIFICATION OF THE INTERNATIONAL APPLICATION		Applicant's or agent's file reference 13967C
International application No. PCT/US02/17622	International filing date (day/month/year) 03 June 2002 (03 06 02)	(Earliest) Priority date (day/month/year) 09 October 2001 (09 10 01)
Title of invention Articles Comprising Superabsorbant Materials Having a Bimodal Particle Size Distribution		
Box No. II APPLICANT(S)		
Name and address (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country.) KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC 401 North Lake Street Neenah, Wisconsin 54956		Telephone No.
		Facsimile No.
		Teleprinter No.
		Applicant's registration No. with the Office
State (that is, country) of nationality US		State (that is, country) of residence: US
Name and address (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country.)		
State (that is, country) of nationality		State (that is, country) of residence
Name and address (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country.)		
State (that is, country) of nationality		State (that is, country) of residence
☐ Further applicants are indicated on a continuation sheet.		

Box No. III AGENT OR COMMON REPRESENTATIVE, OR ADDRESS FOR CORRESPONDENCEThe following person is ☒ agent ☐ common representativeand ☒ has been appointed earlier and represents the applicant(s) also for international preliminary examination.☐ is hereby appointed and any earlier appointment of (an) agent(s)/common representative is hereby revoked☐ is hereby appointed, specifically for the procedure before the International Preliminary Examining Authority in addition to the agent(s)/common representative appointed earlierName and address. *(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country.)*GREEN, Theodore M
Kipatrick Stockton LLP
Suite 2800
1100 Peachtree Street
Atlanta, GA 30309
United States of America

Telephone No

404-815-8500

Facsimile No.

404-815-8555

Teleprinter No.

Agent's registration No. with the Office

41801

☐ Address for correspondence. Mark this check-box where no agent or common representative is/has been appointed and the space above is used instead to indicate a special address to which correspondence should be sent.**Box No. IV BASIS FOR INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION****Statement concerning amendments ***

1 The applicant wishes the international preliminary examination to start on the basis of:

☒ the international application as originally filedthe description ☐ as originally filed☐ as amended under Article 34the claims ☐ as originally filed☐ as amended under Article 19 (together with any accompanying statement)☐ as amended under Article 34the drawings ☐ as originally filed☐ as amended under Article 342 ☐ The applicant wishes any amendment to the claims under Article 19 to be considered as reversed.3 ☐ The applicant wishes the start of the international preliminary examination to be postponed until the expiration of 20 months from the priority date unless the International Preliminary Examining Authority receives a copy of any amendments made under Article 19 or a notice from the applicant that he does not wish to make such amendments (Rule 69 1(d)). *(This check-box may be marked only where the time limit under Article 19 has not yet expired.)*

* Where no check-box is marked, international preliminary examination will start on the basis of the international application as originally filed or where a copy of amendments to the claims under Article 19 and/or amendments of the international application under Article 34 are received by the International Preliminary Examining Authority before it has begun to draw up a written opinion or the international preliminary examination report, as so amended.

Language for the purposes of international preliminary examination English.

☒ which is the language in which the international application was filed☐ which is the language of a translation furnished for the purposes of international search.☐ which is the language of publication of the international application☐ which is the language of the translation (to be) furnished for the purposes of international preliminary examination.**Box No. V ELECTION OF STATES**The applicant hereby elects all eligible States *(that is all States which have been designated and which are bound by Chapter II of the PCT)*

excluding the following States which the applicant wishes not to elect

96

Box No. VI CHECK LIST

The demand is accompanied by the following elements, in the language referred to in Box No IV for the purposes of international preliminary examination

- | | |
|--|--------|
| 1 translation of international application | sheets |
| 2 amendments under Article 34 | sheets |
| 3 copy (or where required, translation) of amendments under Article 19 | sheets |
| 4 copy (or where required, translation) of statement under Article 19 | sheets |
| 5 letter | sheets |
| 6 other (specify) | sheets |

For International Preliminary Examining Authority use only
received not received

☐	☐
☐	☐
☐	☐
☐	☐
☐	☐
☐	☐

The demand is also accompanied by the item(s) marked below

- | | |
|--|--|
| 1 ☒ fee calculation sheet | 5 ☐ statement explaining lack of signature |
| 2 ☐ original separate power of attorney | 6 ☐ sequence listings in computer readable form |
| 3 ☐ original general power of attorney | 7 ☐ tables in computer readable form related to sequence listings |
| 4 ☐ copy of general power of attorney reference number if any | 8 ☒ other (specify) Transmittal Letter; Check \$896 |

Box No. VII SIGNATURE OF APPLICANT, AGENT OR COMMON REPRESENTATIVE

Next to each signature, indicate the name of the person signing and the capacity in which the person signs (if such capacity is not obvious from reading the demand).



Theodore M Green - Agent for Applicant

For International Preliminary Examining Authority use only

1 Date of actual receipt of DEMAND

2 Adjusted date of receipt of demand due to CORRECTIONS under Rule 60 1(b)

3 ☐ The date of receipt of the demand is AFTER the expiration of 19 months from the priority date and item 4 or 5 below does not apply☐ The applicant has been informed accordingly4 ☐ The date of receipt of the demand is WITHIN the period of 19 months from the priority date as extended by virtue of Rule 80 55 ☐ Although the date of receipt of the demand is after the expiration of 19 months from the priority date, the delay in arrival is EXCUSED pursuant to Rule 82

For International Bureau use only

Demand received from IPEA on

PCT

FEE CALCULATION SHEET

Annex to the Demand

International application No. PCT/US02/17622	For International Preliminary Examining Authority use only	
Applicant's or agent's file reference 13987C	Date stamp of the IPEA	
Applicant KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC		
CALCULATION OF PRESCRIBED FEES		
1 Preliminary examination fee ..	\$750	P
2 Handling fee (Applicants from certain States are entitled to a reduction of 75% of the handling fee. Where the applicant is (or all applicants are) so entitled, the amount to be entered at H is 25% of the handling fee.) ..	\$146	H
3 Total of prescribed fees Add the amounts entered at P and H and enter total in the TOTAL box	\$896	
	TOTAL	
MODE OF PAYMENT		
☐ authorization to charge deposit account with the IPEA (see below)	☐ cash	
☒ cheque	☐ revenue stamps	
☐ postal money order	☐ coupons	
☐ bank draft	☐ other (specify)	
AUTHORIZATION TO CHARGE (OR CREDIT) DEPOSIT ACCOUNT <i>(This mode of payment may not be available at all IPEAs)</i>		
☐ Authorization to charge the total fees indicated above	IPEA/ <u>US</u>	
☒ (This check-box may be marked only if the conditions for deposit accounts of the IPEA so permit) Authorization to charge any deficiency or credit any overpayment in the total fees indicated above	Deposit Account No <u>11-0855</u>	
	Date <u>May 8, 2003</u>	
	Name <u>Theodore M Green</u>	
	Signature: <u>Theodore M Green</u>	

PCT REQUEST

1/6

Original (for SUBMISSION) printed on 03 08.2002 08:48:00 AM

98
13967C

0	For receiving Office use only	
0-1	International Application No	
0-2	International Filing Date	
0-3	Name of receiving Office and "PCT International Application"	
0-4	Form PCT/RO/101 PCT Request Prepared using	PCT-EASY Version 2 92 (updated 01 01 2002)
0-5	Petition The undersigned requests that the present international application be processed according to the Patent Cooperation Treaty	
0-6	Receiving Office (specified by the applicant)	United States Patent and Trademark Office (USPTO) (RO/US)
0-7	Applicant's or agent's file reference	13967C
I	Title of Invention	ARTICLES COMPRISING SUPERABSORBENT MATERIALS HAVING A BIMODAL PARTICLE SIZE DISTRIBUTION
II	Applicant	
II 1	This person is	applicant only
II-2	Applicant for	all designated States
II-4	Name	KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC
II-5	Address	401 N Lake Street Neenah, WI 54956 United States of America
II-6	State of nationality	US
II 7	State of residence	US
II-8	Telephone No	(920) 721-5580
II-9	Facsimile No	(920) 721-7339
III-1	Applicant and/or inventor	
III 1 1	This person is.	inventor only
III 1-4	Name (LAST First)	NIEMEYER, Michael, John
III 1-5	Address	4125 N Wedgewood Appleton, WI 54914 United States of America
III-2	Applicant and/or inventor	
III-2-1	This person is	inventor only
III-2-4	Name (LAST First)	DODGE II, Richard, Norris
III-2-5	Address	2717 N McDonald Street Appleton, WI 54911 United States of America

PCT REQUEST

2/6

Original (for SUBMISSION) printed on 03.08.2002 08:48:00 AM

99
13887C

III-3	Applicant and/or inventor	
III-3-1	This person is	inventor only
III-3-4	Name (LAST First)	RANGANATHAN, Sridhar
III-3-5	Address	8441 Sundial Court Suwanee, GA 30024 United States of America
IV-1	Agent or common representative or address for correspondence The person identified below is hereby/has been appointed to act on behalf of the applicant(s) before the competent International Authorities as	agent
IV 1 1	Name (LAST First)	GREEN, Theodore, M
IV 1-2	Address.	KILPATRICK STOCKTON LLP Suite 2800 1100 Peachtree Street Atlanta, GA 30309 United States of America
IV-1-3	Telephone No	(404) 815-6500
IV 1-4	Facsimile No.	(404) 815-6555
IV 1-5	Agent's registration No	41801
IV-2	Additional agent(s)	agent
IV-2-1	Name (LAST First)	PUGLIESE III, Sebastian, C
IV-2-2	Address	401 N Lake Street Neenah, WI 54956 United States of America
IV-2-3	Telephone No	(920) 721-2747
IV-2-4	Facsimile No	(920) 721-7339
IV-2-5	Agent's registration No	42091
V	Designation of States	
V-1	Regional Patent (other kinds of protection or treatment, if any are specified between parentheses after the designation(s) concerned)	AP: GH GM KE LS MW NX SD SL SZ TZ UG ZM ZW and any other State which is a Contracting State of the Harare Protocol and of the PCT EA: AM AZ BY KG KZ MD RU TJ TM and any other State which is a Contracting State of the Eurasian Patent Convention and of the PCT EP: AT BE CH&LI CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE TR and any other State which is a Contracting State of the European Patent Convention and of the PCT OA BF BJ CF CG CI CM GA GN GQ GW ML MR NE SN TD TG and any other State which is a member State of OAPI and a Contracting State of the PCT

PCT REQUEST

3/6

100
13957C

Original (for SUBMISSION) printed on 03.06.2002 08:48:00 AM

V-2	National Patent (other kinds of protection or treatment, if any are specified between parentheses after the designation(s) concerned)	AE AG AL AM AT AU AZ BA BB BG BR BY BZ CA CH&LI CN CO CR CU CZ DE DK DM DZ EC EE ES FI GB GD GE GH GM HR HU ID IL IN IS JP KE KG KP KR KZ LC LK LR LS LT LU LV MA MD MG MK MN MW MX MZ NO NZ OM PH PL PT RO RU SD SE SG SI SK SL TJ TM TN TR TT TZ UA UG UZ VN YU ZA ZM ZW
V-5	Precautionary Designation Statement In addition to the designations made under Items V 1 V-2 and V-3 the applicant also makes under Rule 4 9(b) all designations which would be permitted under the PCT except any designation(s) of the State(s) indicated under Item V-6 below The applicant declares that those additional designations are subject to confirmation and that any designation which is not confirmed before the expiration of 15 months from the priority date is to be regarded as withdrawn by the applicant at the expiration of that time limit.	
V-6	Exclusion(s) from precautionary designations	NONE
VI-1	Priority claim of earlier national application	
VI 1 1	Filing date	09 October 2001 (09 10 2001)
VI-1-2	Number	09/974,638
VI 1-3	Country	US
VI-2	Priority document request The receiving Office is requested to prepare and transmit to the International Bureau a certified copy of the earlier application(s) identified above as item(s):	VI-1
VII-1	International Searching Authority Chosen	European Patent Office (EPO) (ISA/EP)
VIII	Declarations	Number of declarations
VIII 1	Declaration as to the identity of the inventor	-
VIII-2	Declaration as to the applicant's entitlement, as at the international filing date to apply for and be granted a patent	1
VIII-3	Declaration as to the applicant's entitlement, as at the international filing date to claim the priority of the earlier application	1
VIII-4	Declaration of inventorship (only for the purposes of the designation of the United States of America)	-
VIII-5	Declaration as to non-prejudicial disclosures or exceptions to lack of novelty	-

PCT REQUEST

4/6

Original (for SUBMISSION) printed on 03 06 2002 08 48:00 AM

13867C

VIII-2 1	Declaration Entitlement to apply for and be granted a patent Declaration as to the applicant's entitlement, as at the international filing date to apply for and be granted a patent (Rules 4 17(II) and 51bis 1(a)(II)) in a case where the declaration under Rule 4 17(IV) is not appropriate Name	in relation to this international application KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC is entitled to apply for and be granted a patent by virtue of the following
VIII-2 1 (iv)		an assignment from NIEMEYER, Michael, John to KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC , dated 26 September 2001 (26 09 2001)
VIII 2 1 (iv)		an assignment from DODGE II, Richard, Norris to KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC , dated 24 September 2001 (24 09 2001)
VIII-2 1 (iv)		an assignment from RANGANATHAN, Sridhar to KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC , dated 03 October 2001 (03 10 2001)
VIII-2 1 (ix)	This declaration is made for the purposes of	all designations except the designation of the United States of America

102 ~~102~~

PCT REQUEST

13967C

Original (for SUBMISSION) printed on 03 06 2002 08:48:00 AM

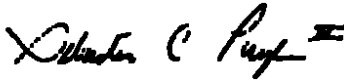
VIII-3 1	Declaration Entitlement to claim priority Declaration as to the applicant's entitlement, as at the international filing date to claim the priority of the earlier application specified below where the applicant is not the applicant who filed the earlier application or where the applicant's name has changed since the filing of the earlier application (Rules 4.17(II) and 51bis.1(a)(II)): Name	in relation to this international application KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC is entitled to claim priority of earlier application No 09/974,638 by virtue of the following
VIII-3-1 (iv)		an assignment from NIEMEYER, Michael, John to KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC , dated 26 September 2001 (26 09 2001)
VIII-3-1 (iv)		an assignment from DODGE II, Richard, Norris to KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC , dated 24 September 2001 (24 09 2001)
VIII-3-1 (iv)		an assignment from RANGANATHAN, Sridhar to KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC , dated 03 October 2001 (03 10 2001)
VIII-3-1 (ix)	This declaration is made for the purposes of	all designations

PCT REQUEST

6/6

13987C

Original (for SUBMISSION) printed on 03 06 2002 08:48 00 AM

IX	Check list	number of sheets	electronic file(s) attached
IX-1	Request (including declaration sheets)	6	-
IX-2	Description	31	-
IX-3	Claims	6	-
IX-4	Abstract	1	EZABST00 TXT
IX-5	Drawings	2	-
IX-7	TOTAL	46	
	Accompanying items	paper document(s) attached	electronic file(s) attached
IX-8	Fee calculation sheet	✓	-
IX-9	Original separate power of attorney	✓	-
IX-17	PCT-EASY diskette	-	Diskette
IX-18	Other (specified):	POST CARD	-
IX 19	Figure of the drawings which should accompany the abstract	2	
IX-20	Language of filing of the international application	English	
X 1	Signature of applicant, agent or common representative		
X-1-1	Name (LAST First)	PUGLIESE III, Sebastian, C	

FOR RECEIVING OFFICE USE ONLY

10-1	Date of actual receipt of the purported international application	
10-2	Drawings	
10-2-1	Received	
10-2-2	Not received	
10-3	Corrected date of actual receipt due to later but timely received papers or drawings completing the purported international application	
10-4	Date of timely receipt of the required corrections under PCT Article 11(2)	
10-5	International Searching Authority	ISA/EP
10-6	Transmittal of search copy delayed until search fee is paid	

FOR INTERNATIONAL BUREAU USE ONLY

11 1	Date of receipt of the record copy by the International Bureau	
------	--	--

PCT (ANNEX FEE CALCULATION SHEET)

1/2

Original (for SUBMISSION) printed on 03.06.2002 08.48 00 AM

104
13967C

(This sheet is not part of and does not count as a sheet of the international application)

0	For receiving Office use only		
0-1	International Application No		
0-2	Date stamp of the receiving Office		
0-4	Form PCT/RO/101 (Annex) PCT Fee Calculation Sheet Prepared using	PCT-EASY Version 2 92 (updated 01 01 2002)	
0-6	Applicant's or agent's file reference	13967C	
2	Applicant	KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC	
12	Calculation of prescribed fees	fee amount/multiplier	Total amounts (USD)
12-1	Transmittal fee T	⇒	240
12-2-1	Search fee S	⇒	866
12-2-2	International search to be carried out by	EP	
12-3	International fee		
	Basic fee (first 30 sheets) b1	407	
12-4	Remaining sheets	16	
12-5	Additional amount (X) 9		
12-6	Total additional amount b2	144	
12-7	b1 + b2 = B	551	
12-8	Designation fees		
	Number of designations contained in international application	92	
12-9	Number of designation fees payable (maximum 5)	5	
12-10	Amount of designation fee (X) 88		
12-11	Total designation fees D	440	
12-12	PCT-EASY fee reduction R	-125	
12-13	Total international fee (B+D-R) I	⇒	866
12-14	Fee for priority document		
	Number of priority documents requested	1	
12-15	Fee per document (X) 15		
12-16	Total priority document fee P	⇒	15
12-17	TOTAL FEES PAYABLE (T+S+I+P)	⇒	1,987
12-19	Mode of payment	authorization to charge deposit account	
12-20	Deposit account instructions		
	The receiving Office	United States Patent and Trademark Office (USPTO) (RO/US)	
12-20-1	Authorization to charge the total fees indicated above	✓	

PCT (ANNEX - FEE CALCULATION SHEET)

Original (for SUBMISSION) printed on 03.06.2002 08:48:00 AM

1057
13057C

12-20-2	Authorization to charge any deficiency or credit any overpayment in the total fees indicated above	✓
12-20-3	Authorization to charge the fee for priority document	✓
12-21	Deposit account No.	11-0875
12-22	Date	03 June 2002 (03 06 2002)
12-23	Name and signature	PUGLIESE III, Sebastian, C <i>Sebastian C Pugliese</i>

VALIDATION LOG AND REMARKS

13-2-2	Validation messages States	Green? More designations could be made The following States have not been designated US Please verify
13-2-9	Validation messages Payment	Green? Please ensure that you have a valid deposit account with the receiving Office selected

106 Case # 13967C
COLOMBIACERTIFICATION

STATE OF WISCONSIN)
) SS
COUNTY OF WINNEBAGO)

I hereby certify that the attached paper constitutes a true copy of the original of a certain
Assignment to KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC by Michael John Niemeyer,
Richard Norris Dodge II, and Sridhar Ranganathan of the subject matter disclosed in an
application for Letters Patent of the United States entitled

**ARTICLES COMPRISING SUPERABSORBENT MATERIALS HAVING A BIMODAL
PARTICLE SIZE DISTRIBUTION**

which was signed by the said Richard Norris Dodge II on September 24, 2001, Michael
John Niemeyer on September 26, 2001, and Sridhar Ranganathan on October 3, 2001

November 25, 2003
Date

Melissa A. Blob
Melissa A. Blob, Notary Public
My Commission Expires August 1 2004

(Legalization required)

13960C 13967C 107
Chief Financial Officer and Chief Administrative Officer
Washington DC 20231
www.uspto.gov

DECEMBER 27, 2001

PTAS

KILPATRICK STOCKTON LLP
SHELBY B GRIER
1100 PEACHTREE ST , NE, STE 2800
ATLANTA, GA 30309



101882851A

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE
NOTICE OF RECORDATION OF ASSIGNMENT DOCUMENT

THE ENCLOSED DOCUMENT HAS BEEN RECORDED BY THE ASSIGNMENT DIVISION OF
THE U S PATENT AND TRADEMARK OFFICE A COMPLETE MICROFILM COPY IS
AVAILABLE AT THE ASSIGNMENT SEARCH ROOM ON THE REEL AND FRAME NUMBER
REFERENCED BELOW

PLEASE REVIEW ALL INFORMATION CONTAINED ON THIS NOTICE THE
INFORMATION CONTAINED ON THIS RECORDATION NOTICE REFLECTS THE DATA
PRESENT IN THE PATENT AND TRADEMARK ASSIGNMENT SYSTEM IF YOU SHOULD
FIND ANY ERRORS OR HAVE QUESTIONS CONCERNING THIS NOTICE, YOU MAY
CONTACT THE EMPLOYEE WHOSE NAME APPEARS ON THIS NOTICE AT 703-308-9723
PLEASE SEND REQUEST FOR CORRECTION TO U S PATENT AND TRADEMARK OFFICE,
ASSIGNMENT DIVISION, BOX ASSIGNMENTS, CG-4, 1213 JEFFERSON DAVIS HWY,
SUITE 320, WASHINGTON, D C 20231

RECORDATION DATE 10/09/2001

REEL/FRAME 012259/0964
NUMBER OF PAGES 3

BRIEF ASSIGNMENT OF ASSIGNOR'S INTEREST (SEE DOCUMENT FOR DETAILS)

ASSIGNOR
DODGE, RICHARD NORRIS

DOC DATE 09/24/2001

ASSIGNOR
NIEMEYER, MICHAEL JOHN

DOC DATE 09/26/2001

ASSIGNOR
RANGANATHAN, SRIDHAR

DOC DATE 10/03/2001

ASSIGNEE
KIMBERLY CLARK WORLDWIDE INC
401 NORTH LAKE STREET
NEENAH, WISCONSIN 54956

SERIAL NUMBER 09974638
PATENT NUMBER

FILING DATE 10/09/2001
ISSUE DATE

SCANNED

ENTERED 10/24/01
CN 13-0240
251628

012259/0964 PAGE 2

102
H

JEEVON JONES, EXAMINER
ASSIGNMENT DIVISION
OFFICE OF PUBLIC RECORDS

109

ASSIGNMENT

WHEREAS, we, **MICHAEL JOHN NIEMEYER**, a citizen of the United States of America, residing at 4125 N Wedgewood, Appleton, Wisconsin 54914, **RICHARD NORRIS DODGE, II**, a citizen of the United States of America, residing at 2717 N McDonald Street, Appleton, Wisconsin 54911, and **SRIDHAR RANGANATHAN**, a citizen of India, residing at 8441 Sundial Court, Suwanee, Georgia 30024, have invented certain inventions and improvements disclosed in an application for Letters Patent entitled "Articles Comprising Superabsorbent Materials Having a Bimodal Particle Size Distribution" filed herewith in the United States Patent and Trademark Office,

WHEREAS, **KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC** , a corporation of the State of Delaware having a principal place of business at 401 North Lake Street, Neenah, Wisconsin 54956, is desirous of acquiring an interest in the same,

NOW, THEREFORE, for and in consideration of One Dollar (\$1 00) and other good and valuable consideration, the receipt and sufficiency of which we hereby acknowledge, we, **MICHAEL JOHN NIEMEYER, RICHARD NORRIS DODGE, II** and **SRIDHAR RANGANATHAN**, by these presents do sell, assign and transfer unto **KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC** , the full, exclusive and entire right, title, and interest in and to said application, in and to any divisions, continuations, and reissues thereof, and in and to all inventions and improvements disclosed and described in said application, preparatory to obtaining Letters Patent of the United States therefor; and we hereby request the Commissioner of Patents and Trademarks to issue any and all Letters Patent of the United States resulting from said application, or from a division, continuation, or reissue thereof, to **KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC** , as the assignee, for its interest and for the sole use and benefit of **KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC** and its assigns and legal representatives,

110
X

For the same consideration, we, by these presents do sell, assign, and transfer to **KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC** , the full, exclusive, and entire right, title and interest in and to any foreign application or applications corresponding to said application, in whole or in part, in countries other than the United States, in and to any Letters Patent and similar protective rights granted on said foreign applications, and in and to the right to claim any applicable priority rights arising from or required for said foreign applications under the terms of any applicable conventions, treaties, statutes, or regulations, said foreign applications to be filed and issued in the name of **KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC** , or its designee insofar as permitted by applicable law

AND, for the same consideration, we agree to sign all lawful papers, execute all division, continuing, reissue and other applications, make all assignments and rightful oaths, and generally do everything possible to aid **KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC** , its successors, assigns, and nominees, to obtain and enforce proper protection for all said inventions and improvements in all countries throughout the world

Date 9/26/01


MICHAEL JOHN NIEMEYER

Date 9/24/01


RICHARD NORRIS DODGE, II

Date 10/03/01


SRIDHAR RANGANATHAN

Our Docket 11710-0290
KS File No 44043-255628
K-C No 13,967C

THE STATE OF WISCONSIN

**Office of the
Secretary of State**

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

111
HS

- 1 Country: United States of America
- 2 This public document has been signed by Melissa A Blob
- 3 acting in the capacity of Notary Public, State of Wisconsin
- 4 bears the seal/stamp of Notary Public, State of Wisconsin

CERTIFIED

- 5 at Madison, Wisconsin
- 6 November 28, 2003
- 7 by the Secretary of State of Wisconsin
- 8 No 93568

- 9 Seal/stamp



- 10 Signature

Douglas La Follette
DOUGLAS LA FOLLETTE
Secretary of State

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

	USUARIO	RADICADOR
PATENTE DE INVENCION / MODELO DE UTILIDAD	()	(X)
- Indicación de que se solicita la concesión de una patente	()	(X)
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	(X)
- Descripción de la invención	()	(X)
- Dibujos de ser estos pertinentes	()	(X)
- Comprobante de Pago de las tasas establecidas	()	(X)

COMPLETA () INCOMPLETA () ()

DISEÑO INDUSTRIAL ()

- Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud	()	()
- Representación gráfica o fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()

COMPLETA () INCOMPLETA () ()

ESQUEMA DE TRAZADO ()

- Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta La solicitud	()	()
- Representación gráfica del esquema de trazado	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()

COMPLETA () INCOMPLETA () ()

Firma Responsable

Clara M. Nova

Fecha

+-----+									
ACCION Consultar Siguiente Anterior Ir al detalle Primero									
Seleccionar un(os) Registros									
+-----+									
SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO					SISTEMA DE REGISTRO				
Fecha 06/05/2004									
+-----+									
MANTENIMIENTO DE PROTOCOLOS									
Numero 17397									
Fecha 15/04/1997									
Conferido KIMBERLY CLARK WORLDWIDE, INC									
+-----+									
Pais US ESTADOS UNIDOS DE AMERICA									
Ciudad 136 NEENAH, WISCONSIN									
Represent S Sustituir S Desistir S									
No Radicacion 97 19642 Clase 0 Seev 0 Seac 0									
+-----+									
scnciaCodigo Ctr Nombre									
1 340 A CASTRO DUQUE RAMIRO									
2 3002 GOMEZ MEJIA HECTOR									
+-----+									
Encontrados (1/1) registro(s)									
+-----+									



The Search Division considers that the present European patent application does not comply with the requirements of unity of invention and relates to several inventions or groups of inventions, namely:

1 Claims 1-15 (ALL PARTIALLY EXCEPT 6 AND 15 COMPLETELY)

Compounds, compositions, intermediates, use and process of preparing diazinones (or-diones) compounds of formula I where Q is Q1, Q8, Q12 or Q13

2 Claims 1-3, 7-14 (ALL PARTIALLY)

Compounds, compositions, use and process of preparing compounds of formula I where Q is Q2 or Q11 (isoindol-diones derivatives)

3 Claims 1-5, 7-14 (ALL PARTIALLY)

Compounds, compositions, use and process of preparing eventually condensed di-, tri- and tetrazole compounds of formula I where Q is Q3 to Q7 or Q10

4 Claims 1-3, 7-14 (ALL PARTIALLY)

Compounds, compositions, use and process of preparing pyridine compounds of formula I where Q is Q9, Q14 or Q15

2020
Bogotá D C

Doctor(a)
RAMIRO CASTRO DUQUE
Apoderado(a)

REFERENCIA	Radicación N°	04-28795
	Solicitud internacional	PCT/US02/17622
	Fecha inicio fase nacional	09/05/2004
	Trámite	011
	Evento	379
	Actuación	416
	Oficio N°	660
	Folios	001

Teniendo en cuenta que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el expediente indicado en la referencia, reúne los requisitos de forma establecidos en los artículos 26 y 27 de la Decisión 486, de la Comisión de la Comunidad Andina, y en las demás disposiciones vigentes sobre la materia, se envía el extracto de la solicitud a la oficina de comunicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial, conforme lo establece el artículo 40 de la Decisión 486

Cumplase **14 MAYO 2004**
Dado en Bogotá D C,


ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe División de Nuevas Creaciones

202051

115 ~~114~~R E S U M E N

La presente invención está dirigida a un producto absorbente que incluye un compuesto absorbente que contiene material superabsorbente. El material superabsorbente está en la forma de partículas superabsorbentes que tienen una distribución de tamaño de partícula bimodal. El uso del material superabsorbente que tiene una distribución de tamaño de partícula bimodal en la estructura absorbente resulta en una distribución de fluido impulsada capilar incrementada y en una toma de fluido incrementada del compuesto absorbente. El producto absorbente puede estar en la forma de un producto para el cuidado personal desechable.