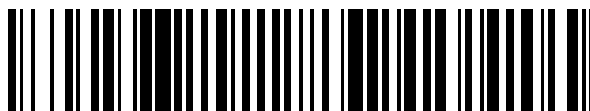


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 401 033**

51 Int. Cl.:

A61L 15/28 (2006.01)

A61L 15/60 (2006.01)

A61L 15/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.05.2008** **E 08104004 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.12.2012** **EP 2123310**

54 Título: **Producto absorbente que comprende un almidón modificado catiónico**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.04.2013

73 Titular/es:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US

72 Inventor/es:

CARLUCCI, GIOVANNI y
GAGLIARDINI, ALLESSANDRO

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 401 033 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Producto absorbente que comprende un almidón modificado catiónico

Campo de la invención

La invención se refiere a productos absorbentes para protección femenina, por ejemplo compresas higiénicas, salvaslips o tampones, que comprenden un almidón modificado catiónico.

Antecedentes de la invención

Los productos absorbentes desechables más comerciales, como las compresas sanitarias y los pañales comprenden polímeros sintéticos superabsorbentes (SAP), de forma típica poliacrilatos, para proporcionar la absorción de los fluidos corporales y propiedades de retención. Aunque dichos materiales sintéticos absorbentes presentan una capacidad absorbente notable en lo que respecta al agua desionizada, su capacidad de absorción de soluciones que contienen electrolitos/sales como el menstruo es inferior. Se asume que la presencia de electrolitos, proteínas y células (sobre todo, leucocitos en el menstruo) interfiere con los procesos de hinchamiento de los materiales gelificantes absorbentes (véase, por ejemplo, la Ref. P.K. Chatterjee, B. S. Gupta, "Absorbent Technology" Elsevier 2002; páginas 455-457).

Aunque se ha descubierto que los polímeros sintéticos superabsorbentes funcionan muy bien para absorber fluidos simples como la orina, su rendimiento es decepcionante en aplicaciones de higiene femenina, donde al menos parte del fluido que se debe absorber es fluido menstrual. Esto puede conducir al fracaso del producto de higiene femenina en absorber eficazmente el fluido menstrual y eventualmente a los escapes y ensuciado de las prendas interiores del usuario.

En US-2004/0122390A1 se describen productos absorbentes poco evaporativos. Los productos absorbentes poco evaporativos comprenden un agente tratante en el núcleo absorbente del producto absorbente que, tras la activación, reviste los productos superabsorbentes hinchados presentes en el núcleo absorbente para reducir la evaporación a partir de los mismos. Se han descrito varios agentes tratantes, incluyendo almidón catiónico, poli(cloruro de dialildimetil amonio), hidrocloreuro de quitosana, y trehalosa.

En GB-1 576 475 se describe material de almidón absorbente reticulado que tiene un grado de sustitución en los grupos reticulados de 0,001 y 0,02 y que está sustituido por grupos iónicos que se pueden unir al almidón mediante enlaces éter. Los derivados de almidón descritos son sustancialmente insolubles en agua que contiene al menos 90% de carbohidratos insolubles. Sin embargo, los presentes inventores han descubierto que estos derivados de almidón insolubles en agua no son óptimos en aplicaciones de higiene femenina en que al menos parte del fluido a inmovilizar contiene menstruo. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que la cantidad relativamente elevada de reticulantes mostrada en GB-1 576 475 que proporciona la insolubilidad puede impedir que las sustancias específicas contenidas en el menstruo como las proteínas y los glóbulos rojos reaccionen con el almidón modificado.

En US-5.780.616 se describen polisacáridos catiónicos con propiedades superabsorbentes. Los polisacáridos están sustituidos por grupos de amonio cuaternario con un grado de sustitución relativamente elevado de al menos 0,5. El polisacárido es preferiblemente celulosa. Los polisacáridos se reticulan en extensión suficiente para que permanezcan insolubles en agua.

En WO2006/029519A1 se describen polisacáridos con guanidina, y su uso como absorbentes. Aunque se menciona el almidón como un polisacárido posible, todos los ejemplos están basados en quitosana.

En US-6.887.564, de Procter & Gamble, se describen productos absorbentes desechables que comprenden material de quitosana y un material gelificante aniónico absorbente. Sin embargo, el elevado coste de los materiales de quitosana ha evitado hasta el momento sus usos comerciales.

Por las consideraciones anteriores, existe necesidad de un material con elevada capacidad para inmovilizar el menstruo a un precio asequible.

Se ha descubierto sorprendentemente que algunos almidones catiónicos modificados pueden proporcionar un rendimiento comparable al de los derivados de quitosana en productos absorbentes para protección femenina. Los almidones modificados de la invención pueden ser más solubles en agua de lo que se había sugerido anteriormente. Los almidones modificados de la invención se pueden sintetizar usando niveles relativamente más bajos de agente de reticulación de lo que se había sugerido anteriormente. También se ha descubierto que un grado de sustitución relativamente inferior para los grupos de amonio cuaternario de lo que se había sugerido anteriormente era adecuado en aplicaciones de protección femenina.

Los almidones catiónicos modificados pueden tener la ventaja adicional de proceder de una materia prima (almidón) que está ampliamente disponible y es potencialmente más barata en comparación con las sales de quitosana.

Los almidones catiónicos modificados de la invención se comportan especialmente bien en presencia de fluidos proteicos tales como el menstruo y comunican ventajas de gestión de fluidos, y pueden tener mayor capacidad de aumentar la viscosidad de fluidos sanguíneos que otros derivados de almidón ya descritos. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que los almidones catiónicos modificados de la invención tienen una combinación única de características que los optimiza en relación a la inmovilización del menstruo.

Sumario de la invención

La invención se refiere a un producto absorbente para protección femenina que comprende un almidón modificado catiónico, en el que dicho almidón modificado catiónico comprende almidón modificado por un agente de formación de cationes que comprende un grupo amonio, en el que el grado de sustitución del agente de formación de cationes es de aproximadamente 0,070 a menos de 0,50. El almidón modificado catiónico no es sustancialmente insoluble en agua. El almidón modificado catiónico está reticulado por un agente de reticulación, en el que el agente de reticulación se hace reaccionar en una concentración de aproximadamente 100 ppm a aproximadamente 4000 ppm en peso de almidón.

En otro aspecto, la invención es también de un método para fabricar un producto absorbente para protección femenina, que comprende las etapas de:

- hacer reaccionar almidón con un agente de formación de cationes que comprende un grupo amonio, de forma que se obtiene un almidón modificado catiónico con un grado de sustitución del agente de formación de cationes de aproximadamente 0,070 a menos de 0,50.
- hacer reaccionar en la misma etapa, o en una etapa independiente, dicho almidón con un agente de reticulación a una concentración de aproximadamente 100 ppm a aproximadamente 4000 ppm de agente de reticulación en peso de almidón;
- aplicar el almidón modificado catiónico obtenido en las etapas anteriores a un componente de un producto absorbente para protección femenina, por ejemplo, un núcleo absorbente;
- fabricar un producto absorbente para protección femenina usando dicho componente.

Descripción detallada de la invención

El término “producto absorbente para protección femenina” se refiere a los productos que las mujeres usan normalmente para absorber el menstruo así como en productos para incontinencia ligera a moderada en adultos. Estos productos habitualmente son desechables, es decir se descartan tras el uso. Los productos absorbentes habituales para protección femenina incluyen productos absorbentes del menstruo como compresas higiénicas, salvaslips, tampones, y almohadillas interlabiales pero no incluyen pañales para bebé.

El término “almidón modificado catiónico” en la presente memoria se refiere al producto de la reacción entre el almidón y un agente de formación de cationes adecuado. Normalmente, los almidones modificados catiónicos pueden tener una carga neta positiva en soluciones acuosas en un intervalo de pH de 3 a 10, en particular entre pH 5 y pH 9.

Los productos absorbentes para protección femenina de la presente invención comprenden un almidón modificado catiónico. La fuente del almidón antes de la modificación catiónica se puede seleccionar de cualquier fuente habitual incluyendo tubérculos, leguminosas, cereales y granos. Ejemplos no limitativos de esta fuente de almidón pueden incluir almidón de maíz, almidón de trigo, almidón de arroz, almidón de maíz cerúleo, almidón de avena, almidón de yuca, cebada cerúlea, almidón de tapioca, almidón de patata, o mezclas de los mismos.

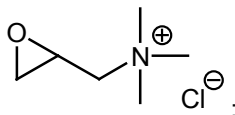
El almidón, especialmente el almidón natural, comprende polímeros compuestos de unidades de glucosa. Existen dos tipos diferentes de polímeros. Un tipo de polímero es amilosa mientras que el otro es amilopectina. En una realización, el almidón catiónico de la presente invención puede comprender un almidón que comprende amilopectina a un nivel de aproximadamente 90% - 100% en peso y más del 95% en peso.

Se conocen en la técnica diferentes métodos para preparar almidones modificados catiónicos, véanse por ejemplo los descritos en US-2.813.093 y US-4.281.109. También se conocen varios métodos para reticular almidones con y sin modificación catiónica de los almidones, véanse por ejemplo US-5.780.616 y WO92/19652. Los almidones modificados catiónicos usados la presente invención se pueden preparar fácilmente por una persona experta usando estas reacciones químicas conocidas. Los agentes catiónicos usados en la fabricación de los almidones modificados de la invención comprenden un grupo amonio.

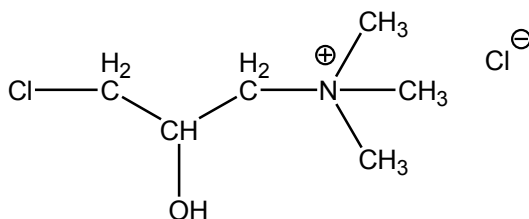
Los agentes catiónicos adecuados que comprenden un grupo amonio incluyen, por ejemplo, los relacionados en US-5.780.616 col.4 línea 5 a col.5 línea 15. En particular, los siguientes ejemplos:

- cloruro de glicidiltrimetilamonio

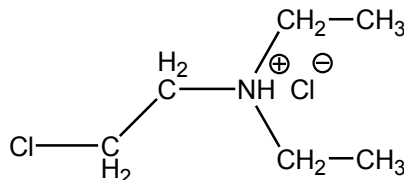
- cloruro de 2,3-epoxipropil-N,N,N-trimetilamonio (comercializado por Degussa A. G. como solución acuosa al 70% con el nombre QUAB 151 o como compuesto puro en forma sólida por Fluka con el código de producto 50045) con la fórmula estructural:



- cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil-N,N,N-trimetilamonio (CAS n.º 3327-22-8, comercializado por Degussa A. G. como solución acuosa al 65% con el nombre de QUAB 188), con la fórmula estructural:



- cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil-N,N,N-dimetiletanolamonio (comercializado por Degussa A. G. como solución acuosa al 65% con el nombre de QUAB 218), ("DEC", CAS n.º 869-24-9), con la fórmula estructural:



- dicloruro de 1,3-bis-(3-cloro-2-hidroxipropil-N,N-dimetilamonio)-N-propano (comercializado por Degussa A. G. como solución acuosa al 65% con el nombre de QUAB 388);

Los compuestos de amonio cuaternario cloruro especialmente ventajosos son cloruro de 2,3-epoxipropil-trimetilamonio, cloruro de N-(3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil-amonio, e hidrocloreto de dietilaminoetilcloruro.

Los agentes de formación de cationes basados en guanidina enseñados en WO2006/029519 también se pueden usar, aunque son más caros y más difíciles de hacer reaccionar que los agentes de formación de cationes relacionados anteriormente. Por tanto, puede ser ventajoso que el almidón modificado catiónico de la invención no sea un almidón de guanidina.

En la medida que la cationización de un polisacárido mediante un agente de formación de cationes se puede expresar (como es habitual en la técnica, véanse por ejemplo US-5.780.616, GB-1576475, US-7.135.451B1), usando el grado de sustitución de los grupos reactivos del polisacárido por el agente de formación de cationes (denominado en la presente memoria como el "grado de sustitución del agente de formación de cationes"). El grado de sustitución del agente de formación de cationes se puede medir por cualquier método convencional, por ejemplo, el método descrito en WO92/19652, o el método descrito en US-7.135.451 co.3, o por ejemplo, un método basado en el análisis elemental midiendo la cantidad de nitrógeno unido al almidón modificado (cuando el agente de formación de cationes está basado en un grupo amonio). Todos estos métodos son bien conocidos en la técnica.

Aunque al menos parte de los documentos del estado de la técnica enseñan usar un nivel relativamente alto del agente de formación de cationes en aplicaciones de absorbentes (US-5.780.616 enseña por ejemplo un grado de sustitución del agente de formación de cationes de al menos 0,5), los inventores han descubierto sorprendentemente que almidones modificados con un grado de sustitución inferior del agente de formación de cationes pueden proporcionar ventajas similares o incluso superiores para inmovilizar el menstuo. Los almidones modificados catiónicos de la invención tienen un grado de sustitución del agente de formación de cationes en el intervalo de

aproximadamente 0,070 a menos de 0,50, en particular de aproximadamente 0,10 a aproximadamente 0,45, o de aproximadamente 0,15 a aproximadamente 0,40.

Aunque al menos parte de los documentos del estado de la técnica enseñan el uso de almidones modificados insolubilizados, los inventores han descubierto que los almidones modificados de la invención pueden ser relativamente solubles y proporcionan las propiedades deseadas. Así, los almidones modificados de la invención no son sustancialmente insolubles en agua. Por “no sustancialmente insoluble en agua”, los inventores entienden que contienen menos de 90% (en peso) de carbohidrato insoluble en agua, p. ej. tal como se determina por la prueba descrita en GB-1.576.475. Más específicamente, el almidón modificado de la invención puede contener menos de 85%, o menos de 80% o incluso menos de 75% de carbohidrato insoluble. En una realización, el almidón modificado de la invención puede ser completamente soluble en agua. Los datos de solubilidad se pueden medir de la siguiente forma:

El almidón modificado (1 g) se suspende en agua destilada (100 ml) a temperatura ambiente (21 °C) con agitación durante 15 minutos. La suspensión acuosa se deja reposar durante 8 horas antes de filtrar. El carbohidrato disuelto en el filtrado se determina por el método colorimétrico bien conocido que emplea la prueba de fenol/ácido sulfúrico para carbohidratos solubles. En estas determinaciones, a 1 ml de muestra de la solución de prueba se agrega 1 ml de solución de fenol (5% p/v) seguido por 5 ml de ácido sulfúrico concentrado, y los líquidos se mezclan por agitación manual durante un minuto. Tras dejar enfriar durante una hora, se determina la concentración del carbohidrato soluble mediante un espectrofotómetro ultravioleta (p. ej. Unicam SP 800 o similar) determinando la absorbancia en el pico de 483 nm por referencia a un patrón de glucosa.

La solubilidad de los almidones modificados se deriva de la cantidad de agente de reticulación usado. Aunque al menos parte de los documentos del estado de la técnica (por ejemplo GB-1 576 475) enseñan el uso de un elevado grado de reticulación para convertir los almidones en sustancialmente insolubles en agua, los inventores han descubierto que niveles relativamente bajos de reticulación son ventajosos en aplicaciones de higiene femenina. Sin embargo, los almidones modificados de la invención pueden estar reticulados de forma ventajosa, en particular para aumentar la procesabilidad y la recuperación del almidón modificado durante la síntesis, pero los niveles de reticulación pueden ser inferiores de forma ventajosa a los descritos en al menos parte del estado de la técnica.

El nivel de reticulación de un almidón modificado y por tanto la solubilidad del almidón modificado se puede controlar por la persona experta durante la síntesis, en particular se puede variar la concentración de agentes reticulantes en la mezcla de reacción para obtener la cantidad deseada de reticulación.

En otro aspecto de la invención, se ha descubierto que una concentración de agente de reticulación de aproximadamente 100 ppm a aproximadamente 4000 ppm (partes por millón) en la mezcla de reacción puede ser ventajosa para obtener la cantidad de reticulación deseada. Los intervalos más particulares son de aproximadamente 150 ppm a 3500 ppm, y de aproximadamente 200 ppm a 3000 ppm. Por “ppm” los inventores entienden la cantidad relativa del agente de reticulación expresado en unidades ponderales por peso del material de almidón a reticular expresado en partes por millón.

La cantidad de reticulación también se puede expresar por referencia al grado de sustitución del almidón modificado por los agentes de reticulación (denominado en la presente memoria como “grado de sustitución del agente de reticulación”), que de forma ventajosa puede ser menos de 0,0010, por ejemplo de aproximadamente 0,00005 a aproximadamente 0,00095, o de aproximadamente 0,00010 a aproximadamente 0,00080. El grado de sustitución del agente de reticulación se usa a veces en la bibliografía (véanse GB-1 576 475 y US-3.622.562 por ejemplo).

Los agentes de reticulación adecuados incluyen, por ejemplo:

- formaldehído;
- compuestos de nitrógeno metiolados, tales como dimetilurea, dimetiletilenurea y dimetilimidazolidona;
- ácido dicarboxílico como ácido maleico;
- dialdehídos como glioxal;
- diepóxidos como 1,2:3,4-diepoxibutano y 1,2:5,6-diepoxihexano;
- diisocianatos;
- compuestos divinílicos como divinilsulfona;
- compuestos dihalogenados como dicloroacetona, ácido dicloroacético, 1,3-dicloropropan-2-ol, dicloroetano, 2,3-dibromo-1-propanol, 2,3-dicloro-1-propanol y 2,2-dicloroetil éter;

- halohidrinas, como epiclorhidrina;
- bis(epoxipropil)éter;
- 5 - vinilciclohexenodióxido;
- etilenglicol-bis(epoxipropil)éter;
- 1,3-bis(β -hidroxi- Γ -cloropropoxi)-2-propanol;
- 10 - 1,3-bis(β -hidroxi- Γ -cloropropoxi)etano;
- metilenbis(acrilamida);
- 15 - N,N'-dimetilol(metilenbis(acrilamida));
- triacrilolhexahidrotiazina;
- acrilamidometilen cloroacetamida;
- 20 - 2,4,6-tricloropirimidina;
- 2,4,5,6-tetracloropirimidina
- 25 - cloruro cianúrico;
- trialilcianurato
- oxiclورو de fósforo;
- 30 - acético bis(acrilamido)ácido.

En particular, epiclorhidrina ("EPI") y oxiclورو de fósforo ("POCl₃") se usan habitualmente en este tipo de reacciones, y se pueden considerar ventajosos.

Como se ha indicado anteriormente, los métodos para fabricar los almidones modificados catiónicos de la presente invención con o sin reticulación son bien conocidos en la técnica.

Los almidones modificados catiónicos se pueden aplicar al producto absorbente de numerosas formas. Por ejemplo, se puede aplicar una solución basada en agua o disolvente del almidón modificado catiónico. Es también posible aplicar el almidón modificado catiónico en forma de polvo seco. El almidón modificado catiónico se puede aplicar a un componente del producto absorbente antes de que el componente se use en la fabricación del producto. Por ejemplo, para productos absorbentes como compresas sanitarias o salvaslips, que normalmente comprenden una lámina superior permeable a los líquidos, una lámina de respaldo y un núcleo absorbente entre la lámina de respaldo y la lámina superior, el almidón modificado catiónico se puede aplicar a cualquiera de estos componentes. De forma ventajosa, el almidón modificado catiónico se puede aplicar al núcleo. En ese caso, el almidón modificado catiónico se puede aplicar a una parte o la totalidad de una o ambas superficies del núcleo absorbente, tal como la superficie orientada hacia el cuerpo del núcleo, la superficie orientada hacia la prenda de vestir del núcleo o ambas superficies del núcleo. El almidón modificado catiónico también se puede aplicar a una parte central de una de las superficies del núcleo o en forma de tiras en ambos lados del núcleo. También se puede abordar aplicar el almidón modificado catiónico en el interior de uno de los componentes del producto absorbente, por ejemplo, para un núcleo que está fabricado como un estratificado de varias capas, la superficie de una de estas capas que no es una superficie externa del núcleo puede llevar aplicada el almidón modificado catiónico. El almidón modificado catiónico también se puede aplicar a otros componentes de los productos, como la lámina de respaldo o la lámina superior, si están presentes.

Cuando se pulveriza una solución acuosa de almidón catiónico modificado, la solución acuosa puede comprender ilustrativamente almidón catiónico a una concentración de aproximadamente 3% a aproximadamente 6% en peso de la solución. Para soluciones basadas en solvente, se pretende que se puedan usar concentraciones superiores, por ejemplo de aproximadamente 6% a aproximadamente 60% en peso de la solución.

Se pretende que el almidón modificado catiónico se pueda aplicar de forma ventajosa a un componente individual antes de que dicho componente se ensamble con el resto de componentes que conforman el producto, o bien se puede aplicar al producto terminado. La invención es por tanto también de un método para fabricar un producto absorbente para protección femenina que comprende las etapas de:

- hacer reaccionar almidón con un agente de formación de cationes que comprende un grupo amonio, de forma que se obtiene un almidón modificado catiónico con un grado de sustitución del agente de formación de cationes de aproximadamente 0,070 a menos de 0,50.

5 - hacer reaccionar en la misma etapa, o en una etapa independiente, dicho almidón con un agente de reticulación a una concentración de aproximadamente 100 ppm a aproximadamente 4000 ppm de agente de reticulación en peso de almidón;

10 - aplicar el almidón modificado catiónico obtenido en las etapas anteriores a un componente de un producto absorbente para protección femenina;

- usar dicho componente para fabricar un producto absorbente para protección femenina.

15 El almidón modificado catiónico se puede aplicar al componente antes o después de que el componente se use para fabricar el producto absorbente. De forma ventajosa, la etapa de aplicar el almidón modificado catiónico puede preceder la etapa de usar el componente para fabricar el producto absorbente para protección femenina. Por ejemplo, el almidón modificado catiónico se puede aplicar al núcleo absorbente antes o después de que el núcleo se use para fabricar el producto absorbente.

20 Si se usa un núcleo absorbente en el producto de la invención, se puede usar cualquier tipo de núcleo absorbente. Los núcleos habituales comprenden de forma habitual una matriz de lanilla de pasta de celulosa, o una mezcla de pasta de celulosa con fibras sintéticas. El núcleo también puede comprender materiales superabsorbentes sintéticos clásicos como material gelificante de poliacrilato. También se pueden usar núcleos delgados como los que se han descrito por ejemplo en EP-1447067.

25 Los productos absorbentes de la invención pueden también comprender un material gelificante aniónico absorbente, por ejemplo en el núcleo absorbente.

Las ventajas de los almidones modificados catiónicos de la invención para inmovilizar menstruos se ilustrarán ahora mediante los siguientes ejemplos.

30 Parte experimental

Ejemplos de almidones modificados catiónicamente

35 Se prepararon de la siguiente forma algunos ejemplos de almidones modificados cuaternariamente.

Los almidones modificados catiónicamente con el código de ID: 01-8, 13-1, 13-2a, 13-3 se sintetizaron de forma general según T. Heinze, V. Haack y S. Rensing, "Starches Derivatives of High Degree of Functionalization: Preparation of Cationic 2-hydroxypropyltrimethylammonium chloride Starches", Starch/Stärke 56 (2004), págs. 288-296. Los investigadores usaron en este documento etanol como solvente en lugar de isopropanol. Los almidones modificados catiónicamente (derivados de amonio cuaternario) con el código de ID: 10-1, 14-1, 14-2, 14-3, 01-2 y 01-7 se sintetizaron de forma general según las enseñanzas de la patente US-2.813.093A (beneficiario National Starch). El material almidón de base fue de tipo cerúleo. El agente de formación de cationes fue cloruro de 2,3-epoxipropil-N,N,N-trimetilamonio (comercializado como QUAB 151).

Análisis reológico

Una forma ilustrativa para comparar la eficacia de los almidones modificados en la inmovilización del menstruado se puede llevar a cabo mediante análisis reológico, tal como se indica a continuación.

50 Preparación de la muestra: se preparó una solución al 5% p/p en agua del almidón modificado catiónico pesando 0,25 g de polvo de almidón catiónico en una placa Petri de 12x12 cm. A continuación se añadieron 4,75 g de agua destilada, y la mezcla se agitó hasta obtener un gel homogéneo en la placa Petri.

55 Tras gelificar, la placa Petri se colocó en un horno ventilado, con temperatura ajustada a 45 °C durante 8 h hasta completa sequedad.

Tras secado en la placa Petri, apareció una capa de polvo de almidón modificado catiónico seco. La placa Petri se retiró del horno y se mantuvo 1 hora a temperatura ambiente para equilibrado.

60 A la capa seca de polímero catiónico se agregaron lentamente 4,75 g de AMF (fluido menstrual artificial, descrito a continuación), humedeciendo toda la superficie. Tras la adición, el material se mezcló adicionalmente con una espátula durante 5 min hasta que se obtuvo un gel homogéneo.

65 Evaluación de las propiedades reológicas: Los parámetros reológicos (G') se determinaron mediante la geometría de placas paralelas de 40 mm con una separación de 2 mm a 40 Hz, a 37 °C. El instrumento era un equipo para pruebas de tensión HR suministrado por Reologica Instruments Inc 231 Crosswicks road Bordentown, NJ 08505 EE.

UU. Este equipo funcionó con geometría de placas paralelas de 40 mm con una separación 2 mm. El software usado fue RheoExplorer versión 5.0.40.38.

- 5 G' es el módulo elástico y los valores medidos a 40 Hz se consideran representativos de la capacidad del almidón modificado catiónico para espesar fluido menstrual artificial.

Preparación de AMF (fluido menstrual artificial)

- 10 El fluido menstrual artificial (AMF) se basa en sangre de oveja modificada que ha sido modificada para asegurar que se asemeja en gran medida al fluido menstrual humano en viscosidad, conductividad eléctrica, tensión superficial y apariencia.

Reactivos:

- 15 La sangre de oveja desfibrinada está comercializada por Unipath S.p.A. (Garbagnate Milanese/Italia). El ácido láctico procede de J. T. Baker Holland, calidad reactivo (85 p/p -95 p/p).

El hidróxido de potasio (KOH) procede de Sigma Chemical Co. EE. UU., calidad reactivo.

- 20 Las pastillas de tampón fosfato en solución salina proceden de Sigma Chemical Co. EE. UU., calidad reactivo.

El cloruro sódico procede de Sigma Chemical Co. EE. UU., calidad reactivo.

- 25 La mucina gástrica procede de Sigma Chemical Co. EE. UU., Tipo III (CAS 84082-64-4).

Agua destilada.

Etapas 1: Preparar una solución de ácido láctico al 9 +/- 1% por disolución de ácido láctico en polvo y agua destilada.

- 30 Etapas 2: Preparar una solución de hidróxido de potasio a (KOH) al 10% disolviendo KOH en polvo en agua destilada.

Etapas 3: Preparar una solución de de tampón fosfato tamponada a pH=7,2 disolviendo pastillas como se indica en 1 l de agua destilada.

- 35 Etapas 4: Preparar y calentar lentamente a 45 +/- 5 °C una solución con la siguiente composición: 460 +/-5 ml de solución de tampón fosfato. 7,5 +/- 0,5 ml de solución de KOH.

- 40 Etapas 5: Preparar una solución de moco disolviendo lentamente (con agitación constante) aproximadamente 30 gramos de mucina gástrica en la solución precalentada (45 +/-5 °C) preparada en la etapa 4. Una vez disuelta, la temperatura de la solución se debe aumentarse a entre 50 °C - 80 °C y la mezcla se cubrió durante aproximadamente 15 min. Apagar el calor para mantener una temperatura relativamente constante entre 40 °C y 50 °C y continuar agitando durante un período de 2,5 h.

- 45 Etapas 6: Retirar la solución de la placa caliente y dejar la solución (de la etapa 5) enfriar ahora hasta menos de 40 °C. Agregar 2,0 ml de la solución de ácido láctico al 10% y mezclar completamente durante 2 min.

Etapas 7: Colocar la solución en una autoclave y calentar a una temperatura de 121 °C durante 15 min.

- 50 Etapas 8: Permitir que la solución se enfríe hasta temperatura ambiente y diluir 1 a 1 con la sangre de oveja desfibrinada.

- 55 Tras la preparación del AMF, se midieron su viscosidad, pH y conductividad para garantizar que las propiedades de la sangre se encuentran en un intervalo próximo al de la sangre menstrual normal (véase la referencia H. J. Bussing "Zur Biochemie de Menstrualblutes" Zbl Gynaec, 179,456 (1957)). La viscosidad debería estar en el intervalo de 7 a 8 (unidades cStK). El pH debería estar en el intervalo de 6,9 a 7,5 y la conductividad en el intervalo de 10,5 a 13 (unidades mmho). Si la viscosidad no está en el intervalo especificado anteriormente, el AMF no debe usarse, y debe prepararse un lote nuevo. La solución de AMF debe estar constantemente agitada para garantizar que los componentes no se separen antes del uso. La solución deberá usarse únicamente en las 4 horas posteriores a la preparación.

60

Resultados

ID de la muestra	Grado de sustitución	Tipo de reticulante usado	Cantidad de reticulante usado en la reacción, en ppm	G' medido a 40 Hz
01-8	0,28	POCl ₃	400	138
13-1	0,32	EPI	400	164
13-2a	0,41	EPI	1000	123
13-3	0,42	EPI	3000	110
10-1	0,092	POCl ₃	400	6
14-1	0,083	EPI	400	1,7
14-2	0,072	EPI	1000	1,2
01-2	< 0,065	Ninguna	Ninguna	< 0,1
01-7	< 0,062	Ninguna	Ninguna	< 0,1

- 5 Como se ha indicado anteriormente, se cree que cuanto mayor sea el valor de G', mejor podrá el almidón modificado inmovilizar el menstruo en un producto absorbente. Esta tabla muestra que los almidones modificados catiónicos según la invención proporcionan ventajas de inmovilización del menstruo.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un producto absorbente para protección femenina que comprende un almidón modificado catiónico, en el que dicho almidón está modificado mediante un agente formador de cationes que comprende un grupo amonio y en el que el almidón modificado catiónico está reticulado mediante un agente de reticulación, caracterizado por que el grado de sustitución del agente formador de cationes es de 0,070 a menos del 0,50 y que el agente de reticulación se ha hecho reaccionar con el almidón en una concentración de 100 ppm a 4000 ppm de agente de reticulación en peso del almidón, en el que el almidón modificado catiónico no es sustancialmente insoluble en agua.
- 10 2. Un producto absorbente según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho producto se selecciona del grupo que consiste en una compresa higiénica, salvaslip, tampón y almohadilla interlabial.
- 15 3. Un producto absorbente según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho producto comprende una lámina superior permeable a los líquidos, una lámina de respaldo y un núcleo absorbente entre dicha lámina de respaldo y dicha lámina superior.
- 20 4. Un producto absorbente según la reivindicación 3, en el que el almidón modificado catiónico se aplica sobre al menos una parte de al menos una de las superficies del núcleo absorbente.
- 5 5. Un producto absorbente según la reivindicación 4, en el que el almidón modificado catiónico se aplica a la superficie en una concentración de 0,5 g/m² a 500 g/m², preferiblemente de 1 g/m² a 50 g/m², en peso del almidón modificado catiónico por metro cuadrado de la zona de aplicación.
- 25 6. Un producto absorbente según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el agente de reticulación es epíclorhidrina o POCl₃.
- 30 7. Un producto absorbente según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además un material gelificante absorbente aniónico.
- 35 8. Un método para fabricar un producto absorbente para protección femenina, que comprende las etapas de:
 - hacer reaccionar almidón con un agente de formación de cationes que comprende un grupo amonio, de forma que se obtiene un almidón modificado catiónico que tiene un grado de sustitución del agente de formación de cationes de 0,070 a menos de 0,50.
 - hacer reaccionar en la misma etapa, o en una etapa independiente, dicho almidón con un agente de reticulación a una concentración de 100 ppm a 4000 ppm de agente de reticulación en peso de almidón;
 - 40 - aplicar el almidón modificado catiónico obtenido en las etapas anteriores a un componente de un producto absorbente para protección femenina;
 - usar dicho componente para fabricar un producto absorbente para protección femenina.
- 45 9. Un método según la reivindicación 8, en el que la etapa de aplicar el almidón modificado catiónico precede la etapa de usar dicho componente para fabricar un producto absorbente para protección femenina.
- 50 10. Un método según la reivindicación 8 ó 9, en el que dicho componente sobre el que se aplica el almidón modificado catiónico es un núcleo absorbente.
- 55 11. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 8 ó 10, en el que el almidón modificado catiónico se aplica sobre al menos una parte de al menos una de las superficies del componente, preferiblemente pulverizando una solución acuosa o basada en un disolvente.
12. Un método según la reivindicación 11, en el que el almidón modificado catiónico se aplica en una concentración de 0,5 g/m² a 500 g/m², preferiblemente de 1 g/m² a 50 g/m², en peso del almidón modificado catiónico por metro cuadrado de la zona de aplicación.