

ROYAUME DE BELGIQUE

BREVET D'INVENTION



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1002290A5

NUMERO DE DEPOT : 8800950

Classif. Internat.: A61F A41B

Date de délivrance : 20 Novembre 1990

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d' invention, notamment l' article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d' invention, notamment l' article 28;

Vu le procès verbal dressé le 19 Aout 1988 à 14h50
à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : THE PROCTER & GAMBLE COMPANY
One Procter & Gamble Plaza, CINCINNATI OHIO(ETATS-UNIS D'AMERIQUE)

représenté(e)(s) par : DELLERE Robert, BUREAU VANDER HAEGHEN, Avenue de la
Tolison d' Or, 63 - 1060 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes
annuelles, pour : STRUCTURES ABSORBANTES AVEC AGENT GELIFIANT ET ARTICLES ABSORBANTS
CONTENANT CES STRUCTURES.

INVENTEUR(S) : Goldman Stephen Allen, Forest Court 1260, Wyoming, Ohio(US); Horney
James Cameron, Lehman Road 3106, Cincinnati, Ohio(US); Retzsch Herbert Louis, Sequoia
Court 7874, Cincinnati Ohio(US)

Priorité(s) 19.08.87 US USA 087137 22.01.88 US USA 146904

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité
de l' invention, sans garantie du mérite de l' invention ou de l' exactitude de
la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 20 Novembre 1990
PAR DELEGATION SPECIALE :


WUYTS L.
Directeur

Structures absorbantes avec agent gélifiant et articles absorbants contenant ces structures

La présente invention concerne des structures en voile fibreux convenant pour absorber les fluides corporels évacués et des compositions absorbantes d'agent gélifiant particulièrement utiles dans ces structures. Ces structures peuvent être incorporées dans des articles absorbants à jeter après usage comme des serviettes hygiéniques, des couches pour bébé, des tampons d'incontinence pour adulte, et analogues.

Les structures absorbantes qui comprennent des masses enchevêtrées de fibres, c'est-à-dire des voiles fibreux, sont bien connues dans la technique. Ces structures peuvent s'imbiber de liquides, comme des fluides corporels évacués, à la fois par un mécanisme d'absorption dans lequel le fluide est absorbé par le matériau de la fibre lui-même et par un mécanisme d'effet de mèche dans lequel le fluide est capté, distribué et stocké dans les interstices capillaires compris entre les fibres. Un moyen d'améliorer les caractéristiques d'absorption de ces structures en voile fibreux est d'y incorporer ce que l'on appelle des polymères super-absorbants, qui s'imbibent de fluide, pour former ainsi une matière d'hydrogel gonflée. L'hydrogel résultant sert à retenir le fluide, comme les liquides corporels évacués, au sein de la structure. Une structure absorbante de ce type, dans laquelle des matières formant un hydrogel, sous forme particulière (y compris des fibres), sont incorporées dans des voiles fibreux, est décrite par Weisman et Goldman, dans le brevet US 4 610 678, délivré le 9 septembre 1986.

La taille et la configuration des polymères formant un

hydrogel sous forme particulaire (c'est-à-dire des agents gélifiants) incorporés dans les structures absorbantes peuvent varier largement. Le brevet US 4 610 678 sus-mentionné indique, par exemple, que les particules d'agent gélifiant incorporées dans ces structures absorbantes peuvent avoir des granulométries allant d'environ 30 μm à environ 4 mm. Toutefois, dans la pratique commerciale réelle, les particules d'agent gélifiant employées dans les âmes absorbantes des couches à jeter après usage sont fréquemment irrégulières mais n'ont pas une configuration très allongée, ont une granulométrie d'environ 45 à 850 μm et ont une granulométrie médiane en masse d'environ 200 à 370 μm . On choisit généralement des particules ayant cette forme et cette dimension pour des considérations d'hygiène industrielle et de facilité de traitement.

Certaines matières d'agents gélifiants disponibles dans le commerce sont en outre produites sous forme de particules qui sont des agglomérats de particules plus petites, car les agglomérats plus gros sont plus faciles à manipuler dans les opérations de synthèse et de conditionnement des agents gélifiants. On pense, toutefois, que les agglomérats de ce type se décomposent dans une certaine mesure pendant leur incorporation dans les articles absorbants à jeter après usage fabriqués dans les opérations commerciales et pendant l'usage subséquent de ces articles. Les produits de ce type, comme les couches, peuvent ainsi contenir en fait l'agent gélifiant sous forme de particules un peu plus petites que les agglomérats d'agent gélifiant fournis à l'origine sous forme de la matière première pour les opérations de fabrication des couches.

Quelles que soient la taille et la forme des particules d'agent gélifiant employées dans les structures absorbantes connues, l'agent gélifiant est généralement plus coûteux que le constituant fibre discontinue qui forme la partie principale de la structure. En conséquence, les matières, les

configurations et le traitement utilisés pour fabriquer ces structures absorbantes sont souvent manipulés et ajustés de manière à rendre maximales la capacité absorbante de la structure absorbante et la capacité absorbante effective de la matière d'agent gélifiant employée dans la structure. De cette manière, on peut utiliser la quantité minimale d'agent gélifiant compatible avec la réalisation des objectifs de performance absorbante recherchés. Ceci a tendance, à son tour, à minimiser le coût de production de la structure absorbante.

Etant donné qu'il y a un besoin constant d'amélioration des caractéristiques d'absorption des structures absorbantes, un but de la présente invention est de fournir un type de configuration de structure absorbante dans laquelle la capacité absorbante de la structure et la capacité effective des agents gélifiants contenus dans cette structure peuvent être améliorées.

Un autre but de cette invention est de fournir des structures absorbantes de ce type, ayant une capacité absorbante améliorée et une efficacité de l'agent gélifiant améliorée, par simple ajustement et réglage de la distribution granulométrique des matières d'agent gélifiant employées dans la structure absorbante.

Un autre but de la présente invention est de fournir des compositions d'agent gélifiant ayant des caractéristiques de granulométrie déterminée et convenant particulièrement bien pour être incorporées dans ces structures absorbantes.

Un autre but de la présente invention est de fournir des articles absorbants à jeter après usage, comme des couches, des culottes d'apprentissage de la propreté, des tampons d'incontinence, des serviettes hygiéniques, et analogues, qui utilisent ces structures absorbantes de caractéristiques d'absorption améliorées pour former leurs âmes absorbantes.

Dans un de ses modes de réalisation, la présente invention concerne un type spécifique de structure absorbante utilisable dans les articles absorbants à jeter après usage. Ces structures comprennent un voile formé à partir d'une
5 combinaison d'environ 40% à 95%, du poids de la structure, de fibres hydrophiles et d'environ 5% à 60%, du poids de la structure, de particules non fibreuses, non fragiles, d'agent gélifiant polymère formant un hydrogel. Cet agent gélifiant polymère a un volume de gel à l'équilibre d'au
10 moins environ 20 g d'urine synthétique par gramme d'agent gélifiant. En outre, ces particules d'agent gélifiant ont une distribution granulométrique telle que les particules possèdent une granulométrie médiane en masse d'environ 400 à 1680 μm . De préférence, pas plus d'environ 16% en poids de
15 ces particules ne doivent avoir une granulométrie inférieure à 200 μm et pas plus d'environ 16% en poids de ces particules ne doivent avoir une granulométrie supérieure à 1410 μm . Les particules d'agent gélifiant sont elles-mêmes très bien dispersées parmi les fibres hydrophiles formant le
20 voile. La structure en voile résultante a une masse volumique qui s'échelonne d'environ 0,6 g/cm^3 à 0,3 g/cm^3 .

Dans un autre de ses modes de réalisation, la présente invention concerne des compositions d'agents gélifiants absorbantes convenant particulièrement bien pour être utili-
25 sées dans des structures en voile absorbant fibreux. Ces compositions comprennent une pluralité de particules non fibreuses, non fragiles, de matière d'agent gélifiant, cette pluralité de particules ayant les mêmes caractéristiques de granulométrie que les particules incorporées dans les struc-
30 tures absorbantes décrites ci-dessus. La matière d'agent gélifiant utilisée pour former ces particules comprend d'environ 50 à 99,999% en moles de monomères contenant un groupe acide polymérisables insaturés, polymérisés, et d'environ 0,001 à 5% en moles d'un agent réticulant. Cette matière
35 d'agent gélifiant est partiellement neutralisée, possède un

degré de neutralisation d'au moins environ 50% et a un volume de gel d'au moins environ 20 g d'urine synthétique par gramme de matière d'agent gélifiant.

Dans un autre encore de ses modes de réalisation, la présente invention concerne des articles absorbants ayant des caractéristiques d'absorption améliorées. Ces articles comprennent une feuille de fond imperméable aux liquides, une feuille supérieure perméable aux liquides et une âme absorbante placée entre la feuille de fond et la feuille supérieure. L'âme absorbante comprend une structure en voile absorbant du même type que celui décrit ci-dessus.

Le dessin annexé représente une vue en coupe partielle d'une couche à jeter après usage qui constitue une configuration préférée des articles absorbants de la présente invention.

Les structures absorbantes de la présente invention sont des voiles ou des feuilles d'ouate qui contiennent à la fois des constituants fibreux et non fibreux, et les compositions d'agents gélifiants de la présente invention ne contiennent que des constituants non fibreux. Pour les besoins de cette invention, les termes "fibres" et "fibreux" concernent un type spécifique de matière "particulaire", dans lequel le rapport de la longueur au diamètre de cette matière particulaire est supérieure à environ 10. Inversement, les particules "non fibreuses" sont celles dans lesquelles le rapport de la longueur au diamètre est d'environ 10 ou inférieur.

Dans le premier de ses divers modes de réalisation, la présente invention concerne des structures absorbantes qui comprennent des voiles fibreux contenant des particules non fibreuses de matière d'agent gélifiant absorbante. Le constituant principal de ces structures en voile absorbant comprend une matière fibreuse hydrophile. Pour les besoins de la présente invention, une fibre est "hydrophile" si de l'eau ou un fluide corporel aqueux s'étale facilement sur la

surface de la fibre (sans se soucier si la fibre s'imbibe réellement de fluide ou forme un gel). Les fibres hydrophiles que l'on emploie ont généralement un diamètre moyen qui s'échelonne d'environ 1 à 200 μm . Mieux encore, le diamètre moyen de ces fibres hydrophiles s'échelonne d'environ 10 à 100 μm . La quasi totalité des fibres hydrophiles incorporées dans les structures de la présente invention ont de préférence une longueur de fibre d'au moins 1 mm.

Le type de matière fibreuse hydrophile n'est pas critique pour l'utilisation dans les structures de la présente invention. Tout type de fibre hydrophile qui est utilisable dans les produits absorbants classiques est également utilisable dans les structures absorbantes de la présente invention. Des exemples de matière de fibre hydrophile englobent la cellulose, la cellulose modifiée, la rayonne, les polyester comme le poly(téréphtalate d'éthylène) (DACRON), le nylon hydrophile (HYDROFIL), et analogues.

Les fibres hydrophiles convenables englobent aussi les fibres hydrophobes qui ont été hydrophilisées à l'aide d'un agent d'hydrophilisation. Ces fibres englobent des fibres thermoplastiques traitées par un tensioactif ou traitées par de la silice dérivées, par exemple, de polyoléfines comme le polyéthylène ou le polypropylène, de polyacryliques, de polyamides, de polystyrènes, de polyuréthannes, et analogues. En fait, les fibres hydrophobes hydrophilisées qui ne sont, par elles-mêmes, pas très absorbantes et qui ne fournissent donc pas des voiles ayant une capacité absorbante suffisante pour être utiles dans les structures absorbantes classiques, conviennent pour être utilisées dans les structures de cette invention du fait de leurs bonnes propriétés d'effet de mèche. La raison en est que, dans les structures de la présente invention, le pouvoir d'effet de mèche des fibres est beaucoup plus important que la capacité absorbante de la matière fibreuse elle-même.

Pour des raisons de disponibilité et de coût, on pré-

fére généralement utiliser dans la présente invention, comme constituant fibre hydrophile de la structure en voile, des fibres cellulosiques. On préfère en particulier les fibres de pulpe de bois.

5 D'autres matières de fibres cellulosiques pouvant être particulièrement utiles dans certaines structures absorbantes de la présente invention sont les fibres cellulosiques raidies, tordues, bouclées, que l'on peut produire par réticulation interne de fibres de cellulose à l'aide
10 d'un agent réticulant. Les fibres de ce type général sont décrites, par exemple, par Bernardin, dans le brevet US 3 224 926, délivré le 21 décembre 1965; Steiger, brevet US 3 241 553, délivré le 22 mars 1966; Chung, brevet US 3 440 135, délivré le 22 avril 1969; Steiger, brevet US
15 3 658 613, délivré le 26 avril 1972; Chatterjee, brevet US 3 932 209, délivré le 13 janvier 1976 et Sangenis et coll., brevet US 4 035 147, délivré le 12 juillet 1977, tous ces brevets étant cités ici à titre de référence.

Un type particulièrement préféré de fibres de cellulose raidies, tordues, bouclées, utiles comme constituant
20 fibre hydrophile des structures en voile absorbant de la présente invention, comprend des fibres de cellulose qui ont été réticulées de manière interne, par exemple avec un dialdéhyde en C_2-C_8 , ces fibres étant dans un état relativement hydraté. Ces fibres peuvent être définies en
25 terme de leurs numéros de torsion de la fibre sèche et de la fibre humide (au moins 4,5 noeuds de torsion par millimètre à sec et au moins 0,5 noeud de torsion par millimètre de moins que ce chiffre à l'état humide, et de
30 préférence également au moins environ 3,0 noeuds de torsion par millimètre à l'état humide) et par leurs caractéristiques de rétention de fluide (indice de rétention moyen de l'alcool isopropylique inférieur à 30%; indice de rétention moyen de l'eau de 28% à 50%). Des fibres cel-
35 lulosiques raidies, tordues, bouclées, de ce type sont décrites plus en détail dans la publication du brevet euro-

péen n° 251 676, publiée le 7 janvier 1988, et dans la publication du brevet européen n° 252 650, publiée le 13 janvier 1988. Ces deux demandes de brevet publiées ont été déposées au nom de The Procter & Gamble Company et sont toutes
5 deux citées ici à titre de référence.

Le constituant fibre hydrophile des structures de la présente invention constitue généralement d'environ 40% à 95% du poids de la structure, mieux encore d'environ 60% à 95% du poids de cette structure. Mieux encore, le consti-
10 tuant fibre hydrophile constitue d'environ 70% à 90% du poids de la structure. Ces concentrations de matière de fibre hydrophile incluent le poids de l'agent hydrophilisant éventuellement employé sur celle-ci.

Le deuxième constituant essentiel des structures absor-
15 bantes de la présente invention comprend des particules discrètes, non fibreuses, non fragiles d'un type particulier d'agent gélifiant polymère. Ces agents gélifiants polymères sont des matières qui, par contact avec des fluides (c'est-à-dire des liquides) tels que l'eau ou les fluides corpo-
20 rels, s'imbibent de ces fluides et forment ainsi des hydrogels. De cette manière, un fluide évacué dans les structures absorbantes de la présente invention peut être capté et retenu par les particules d'agent gélifiant polymère, ce qui donne les structures de la présente invention qui possèdent
25 une capacité absorbante améliorée et/ou une performance de rétention des fluides améliorée.

Les particules d'agent gélifiant polymère qui sont employées comprennent généralement une matière polymère essentiellement insoluble dans l'eau, légèrement réticulée, partiellement neutralisée, formant un hydrogel. Ces matières
30 polymères peuvent être préparées à partir de monomères contenant un acide, polymérisables insaturés. Ainsi, ces monomères englobent les acides et les anhydrides à insaturation oléfinique qui contiennent au moins une double liaison
35 oléfinique carbone-carbone. Plus spécifiquement, ces mono-

mères peuvent être choisis parmi les acides et les anhydrides d'acides carboxyliques à insaturation oléfinique, les acides sulfoniques à insaturation oléfinique, et leurs mélanges. Par polymérisation, les motifs monomères de ce type
5 constituent d'environ 50% en moles à 99,999% en moles, de préférence d'environ 75% en moles à 99,99% en moles, de la matière d'agent gélifiant.

Les monomères acides insaturés convenables pour être utilisés dans la préparation des agents gélifiants polymères
10 utilisés dans cette invention englobent ceux qui sont énumérés par Brandt/Goldman/Inglin; brevet US 4 654 039, délivré le 31 mars 1987, et dans sa demande modifiée reissue accordée, de n° de série 060 718, déposée le 10 juin 1987, ces deux documents étant cités ici à titre de référence. Les monomères
15 préférés englobent l'acide acrylique, l'acide méthacrylique et l'acide 2-acrylamido-2-méthylpropane-sulfonique. L'acide acrylique lui-même est particulièrement préféré pour la préparation de la matière d'agent gélifiant polymère.

Dans l'agent gélifiant polymère formant un hydrogel, le
20 constituant polymère formé à partir de monomères insaturés contenant un acide peut être greffé sur d'autres types de groupements polymères, comme de l'amidon ou de la cellulose. On préfère en particulier utiliser dans la présente invention aussi des matières d'amidon greffé par l'acide acrylique, de
25 ce type.

Les agents gélifiants polymères préférés, que l'on peut préparer à partir de types classiques de monomères englobent l'amidon greffé par un acrylonitrile hydrolysé, l'amidon greffé par l'acide acrylique, les polyacrylates, les copoly-
30 mères d'anhydride maléique et leurs combinaisons. On préfère en particulier les polyacrylates et l'amidon greffé par l'acide acrylique.

Quelle que soit la nature des constituants polymères de base des agents gélifiants polymères formant un hydrogel
35 utilisés dans les structures absorbantes de la présente in-

vention, ces matières sont en général légèrement réticulées. La réticulation sert à rendre essentiellement insolubles dans l'eau les agents gélifiants polymères formant un hydrogel utilisés dans cette invention, et la réticulation détermine ainsi en partie le volume de gel et les caractéristiques de polymère extractible que possèdent les hydrogels formés à partir des agents gélifiants polymères employés. Les agents réticulants convenables sont bien connus dans la technique et englobent, par exemple, ceux décrits plus en détail par Masuda et coll. dans le brevet US 4 076 663, délivré le 28 février 1978, cité ici à titre de référence. Les agents réticulants préférés sont les di- ou polyesters d'acides mono- ou polycarboxyliques insaturés avec des polyols, les bisacrylamides et les di- ou triallylamine. Les agents réticulants particulièrement préférés sont le N,N'-méthylène-bisacrylamide, le triacrylate de triméthylolpropane et la triallylamine. L'agent réticulant peut généralement constituer d'environ 0,001% en moles à 5% en moles de la matière polymère formant l'hydrogel résultante. De préférence, l'agent réticulant constitue d'environ 0,01% en mole à 3% en moles de l'agent gélifiant polymère formant un hydrogel utilisé dans la présente invention.

Les agents gélifiants polymères légèrement réticulés, formant un hydrogel, que l'on peut utiliser dans les structures de la présente invention, sont généralement employés sous forme partiellement neutralisée. Pour les besoins de cette invention, on considère que ces matières sont partiellement neutralisées lorsqu'au moins 25% en moles, et de préférence au moins 50% en moles, des monomères utilisés pour former le polymère sont des monomères contenant un groupe acide ayant été neutralisé à l'aide d'un cation formant un sel. Les cations formant un sel convenables englobent les métaux alcalins, l'ammonium, un ammonium substitué et les amines. On appelle ici "degré de neutralisation" ce pourcentage des monomères totaux utilisés qui sont des monomères

neutralisés contenant un groupe acide. Le degré de neutralisation ne dépasse pas, de préférence, 98%.

Les matières d'agents gélifiants polymères utilisées dans les structures absorbantes de la présente invention
5 doivent avoir une capacité relativement élevée à s'imbiber des fluides rencontrés dans les structures absorbantes. La capacité absorbante de ces matières peut être quantifiée par la connaissance du "volume de gel" des agents gélifiants polymères devant être choisis pour être utilisés dans la pré-
10 sente invention.

Pour les besoins de cette invention, on peut définir le volume de gel comme étant la quantité d'urine synthétique absorbée par un agent gélifiant polymère donné, et on l'exprime en grammes d'urine par gramme d'agent gélifiant polymère. On peut déterminer le volume de gel dans l'urine
15 synthétique en formant une suspension d'environ 0,1-0,2 parties d'agent gélifiant polymère séché à tester avec environ 20 parties d'urine synthétique. Cette suspension est maintenue à température ambiante, sous agitation modérée, pendant
20 un temps suffisant, par exemple environ 1 heure, pour atteindre l'équilibre de gonflement. En utilisant un mode opératoire décrit plus en détail ci-dessous dans le paragraphe Méthodes d'essai, on calcule ensuite le volume de gel de l'agent gélifiant polymère, en grammes d'urine synthétique
25 par gramme d'agent gélifiant polymère, à partir de la fraction pondérale de l'agent gélifiant polymère en suspension et du rapport du volume de liquide exclu de l'hydrogel formé au volume total de la suspension.

Les structures de la présente invention, et en particulier les structures qui doivent être utilisées dans des
30 couches, des produits d'incontinence pour adultes ou des culottes d'apprentissage de la propreté, emploient généralement des agents gélifiants polymères ayant un volume de gel d'au moins environ 20 g d'urine synthétique par gramme
35 d'agent gélifiant polymère. Lorsque les structures de la

présente invention sont fabriquées à partir de fibres
cellulosiques comme des fibres de pulpe de bois, il peut
être souhaitable d'utiliser un agent gélifiant polymère
ayant un volume de gel légèrement supérieur, c'est-à-dire
5 un volume de gel compris entre environ 25 et 60 g d'urine
synthétique par gramme d'agent gélifiant.

Les structures fabriquées à partir de certains types
de matière de fibre cellulosique comme, par exemple, les
fibres cellulosiques raidies, tordues, bouclées, décrites
10 ci-dessus peuvent être en fait plus efficaces pour absor-
ber un fluide si l'on emploie des agents gélifiants ayant
des volumes de gel plutôt faibles. Un agent gélifiant ay-
ant un volume de gel généralement plus faible a tendance
à former des hydrogels ayant une tenue du gel généralement
15 supérieure (quel'on quantifie par le module de cisaille-
ment de l'hydrogel de la manière décrite dans le brevet
US 4 654 039 sus-mentionné et dans la demande modifiée US
de n° de série 060 718). Ainsi, dans les structures dans
lesquelles les fibres hydrophiles sont des fibres de cel-
20 lulose raidies, tordues, bouclées, il peut être préféra-
ble d'employer un agent gélifiant polymère ayant un volu-
me de gel d'environ 20 à 35 g d'urine synthétique par
gramme d'agent gélifiant.

Une autre caractéristique des agents gélifiants poly-
25 mères particulièrement utiles dans les structures absor-
bantes de la présente invention concerne la proportion de
matière polymère extractible présente dans cette matière
formant un hydrogel. On peut déterminer les proportions en
polymères extractibles en mettant en contact un échantil-
30 lon de matière d'agent gélifiant polymère formant un hy-
drogel avec une solution d'urine synthétique, pendant une
durée importante (par exemple d'environ 16 heures), durée
nécessaire pour atteindre l'équilibre d'extraction, puis
en filtrant l'hydrogel formé pour le séparer du liquide
35 surnageant, et enfin en déterminant la teneur en polymère du
filtrat. Le mode opératoire particulier utilisé pour déterminer la te-

neur en polymères extractibles des agents gélifiants polymères utilisés dans la présente invention est également indiqué dans le brevet US 4 654 039 et dans la demande modifiée de n° de série 060 718 sus-mentionnés. Les matières
5 d'agents gélifiants polymères particulièrement utiles dans les structures de la présente invention sont celles qui possèdent une teneur en matières extractibles à l'équilibre dans l'urine synthétique ne dépassant pas environ 17%, de préférence ne dépassant pas environ 10%, du poids de l'agent
10 gélifiant polymère.

Une caractéristique essentielle de la présente invention réside dans l'utilisation des agents gélifiants polymères décrits ci-dessus dans les structures de la présente invention, sous forme de particules non fibreuses, non fragiles, ayant certaines caractéristiques de granulométrie. En
15 particulier, on a découvert que l'on peut obtenir une amélioration inattendue de la capacité de la structure absorbante et de la capacité de l'agent gélifiant effective au sein d'une structure absorbante en incorporant, dans ces
20 structures absorbantes, un agent gélifiant polymère sous forme de particules généralement plus grosses que celles que l'on a employées jusqu'à présent de manière classique. Généralement, pour pouvoir obtenir des particules d'agent gélifiant de cette dimension relativement grosse, il est nécessaire d'utiliser une ou plusieurs techniques de fabrication
25 ou de traitement qui éliminent ou qui réduisent la quantité de particules d'agent gélifiant plus petites, plus fines, introduite, avec la fibre hydrophile, dans les structures absorbantes de la présente invention. Une limite supérieure
30 de la granulométrie de l'agent gélifiant est également prévue, car les particules d'agent gélifiant qui sont trop grosses peuvent être moins souhaitables du point de vue esthétique pour un consommateur.

Spécifiquement, la présente invention nécessite l'utilisation, dans les structures absorbantes de la présente
35

invention, de particules d'agent gélifiant polymère ayant une granulométrie médiane en masse choisie et, de préférence, un certain écart de granulométrie par rapport à la granulométrie médiane en masse. Pour les besoins de la présente invention, la granulométrie est définie comme étant la dimension d'une particule d'agent gélifiant, déterminée par analyse granulométrique. Ainsi, par exemple, on considère, en principe, qu'une particule retenue sur un tamis ayant une ouverture de maille de 710 μm a une granulométrie supérieure à 710 μm , qu'une particule qui traverse un tamis ayant une ouverture de maille de 710 μm et est retenue sur un tamis ayant une ouverture de maille de 500 μm a une granulométrie comprise entre 500 et 710 μm , et qu'une particule qui traverse un tamis d'ouverture de maille de 500 μm a une granulométrie inférieure à 500 μm .

En outre, pour les besoins de cette invention, on définit la granulométrie médiane en masse d'un échantillon donné ou d'une pluralité de particules d'agent gélifiant comme étant la granulométrie qui divise l'échantillon ou la pluralité par moitié sur une base massique, c'est-à-dire que la moitié de l'échantillon ou de la pluralité, en poids, aura une granulométrie supérieure à la granulométrie médiane en masse et que la moitié de l'échantillon ou de la pluralité, en poids, aura une granulométrie inférieure à la granulométrie médiane en masse. Ainsi, par exemple, la granulométrie médiane en masse d'un échantillon de particules d'agent gélifiant est de 500 μm si une moitié de l'échantillon, en poids, est retenue sur un tamis ayant une ouverture de maille de 500 μm . On utilise typiquement une méthode standard de tracé de la granulométrie (dans laquelle le pourcentage pondéral cumulatif de l'échantillon de particules retenu ou ayant traversé un tamis d'ouverture de maille donnée est porté en fonction de la taille des ouvertures du tamis sur une feuille en coordonnées galtoniennes) pour déterminer la granulométrie médiane en masse lorsque la valeur massique

de 50 % ne correspond pas à l'ouverture de
maille d'un tamis d'essai standard U.S.A.. On
utilise également typiquement un tracé de ce
type pour déterminer la distribution granulo-
5 métrique autour de la valeur médiane en masse.

Les particules d'agent gélifiant polymère
employées dans les structures absorbantes de cette
invention doivent avoir une granulométrie médiane en
10 masse dans l'intervalle d'environ 400 à 700 μm , pas
plus d'environ 16% en poids de ces particules d'agent
gélifiant n'ayant une granulométrie inférieure à
200 μm et pas plus d'environ 16% en poids de
ces particules n'ayant une granulométrie supérieure
15 à 1200 μm . On préfère encore davantage que la granulo-
métrie médiane en masse des particules d'agent
gélifiant utilisées dans les structures de la présente
invention s'échelonne d'environ 410 à 650 μm , pas plus
d'environ 16% en poids de ces particules n'ayant une
20 granulométrie supérieure à 1000 μm . On préfère tout
particulièrement que la granulométrie médiane en masse
des particules d'agent gélifiant s'échelonne d'environ
420 à 600 μm , pas plus d'environ 16% en poids des
particules n'ayant une granulométrie supérieure à
25 900 μm .

Dans les limites ci-dessus de la granulo-
métrie médiane en masse et de la distribution
granulométrique des particules, il est
30 possible d'identifier plus en détail les ca-

ractéristiques préférées de granulométrie pour les par-
 ticules d'agent gélifiant utiles dans la présente inven-
 tion, par analyses granulométriques standards. Dans une
 analyse granulométrique typique, on tamise un échantil-
 5 lon ou une pluralité de particules d'agent gélifiant à
 travers un nombre fixé de tamis ayant des ouvertures de
 maille décroissantes, et on détermine le pourcentage pon-
 déral de l'échantillon retenu et/ou traversant chaque ta-
 10 mis. Des méthodes standard de réalisation de ces analyses
 granulométriques ont été définies, par exemple par la
 American Society for Testing Materials (ASTM). Une de ces
 méthodes emploie un secoueur de tamis d'essai Ro-Tap (fa-
 briqué par W.S. TYLER. Inc.) et une série de tamis iden-
 15 tifiés par les désignations de la série de tamis U.S. ou
 de la série de tamis standard Tyler. La détermination de
 la distribution granulométrique, à l'aide d'une telle
 technique, est décrite plus en détail dans Perry's Chemi-
 cal Engineer' Handbook, sixième édition, (McGraw-Hill
 Book Company, 1984) aux pages 21-13 à 21-19, cette publi-
 20 cation étant citée ici à titre de référence.

Les caractéristiques de distribution granulométrique,
 déterminées par une analyse selon les normes ASTM typi-
 ques à 5 tamis, pour les échantillons d'agent gélifiant
 préférés et plus particulièrement préférés de la présente
 25 invention, sont indiquées ci-dessous :

Ouvertu- re de maille (μ m)	Autre dési- gnation de la série de tamis U.S.	Désignation Tyler équi- valente	Distribu- tion pré- férée (% en poids)	Distribution par- ticulièrement préférée (% en poids)
1410	sur n° 14	sur 12 mesh	<0,1	0-0,05
1190	sur n° 16	sur 14 mesh	<1,0	0-0,5
841	sur n° 20	sur 20 mesh	10-35	15-25
297	sur n° 50	sur 48 mesh	>50	60-70
149	sur n° 100	sur 100 mesh	>15	10-14
149	passé n° 100	passé 100 mesh	≤5	1-3

On peut ajuster les particules d'agent gélifiant polymère pour qu'elles aient la distribution granulométrique requise, ou qu'elles s'en rapprochent, en contrôlant les techniques de traitement utilisées pour préparer l'agent gélifiant. Cela implique fréquemment que l'on fasse varier et que l'on surveille les conditions dans lesquelles l'agent gélifiant est polymérisé, séché, émincé, broyé et/ou aggloméré. Une fois que les particules d'agent gélifiant sont formées, quel que soit le procédé utilisé, un traitement supplémentaire, comme un tamisage, peut être nécessaire pour éliminer les particules qui, si on les laissait, feraient que le constituant particule d'agent gélifiant sortirait du cadre des limites de distribution granulométrique décrites ci-dessus.

Une technique préférée pour préparer des particules plus grosses que celles préparées habituellement par les techniques de polymérisation-séchage-éminçage de l'agent gélifiant fait intervenir l'agglomération de particules plus petites pour produire des agglomérats plus gros. On peut ainsi utiliser des techniques d'agglomération pour augmenter la granulométrie médiane en masse des particules d'agent gélifiant et pour obtenir ainsi des particules sous forme agglomérée convenant pour être utilisées dans les structures de la présente invention. Les techniques d'agglomération sont bien connues dans la technique et peuvent faire ou non intervenir l'emploi d'addition d'humidité à des particules d'agent gélifiant plus petites ou l'emploi d'un liant ou d'un autre type de milieu agglomérant.

Les particules d'agent gélifiant utilisées dans les structures absorbantes de la présente invention, qu'elles soient ou non sous forme agglomérée, doivent être non fragiles. Pour les besoins de la présente invention, ces particules sont non fragiles si elles sont suffisamment stables pour supporter les forces rencontrées dans la fabrication et/ou l'utilisation classiques des structures absorbantes,

sans se casser et sans se séparer excessivement en particules de constituants plus petites. Cela signifie que les particules d'agent gélifiant de l'invention doivent être suffisamment stables pour ne pas se casser en particules plus petites en proportion telle que l'agrégation résultante des particules (avant le gonflement) sort du cadre des limitations de granulométrie définies ci-dessus.

Les particules d'agent gélifiant polymère ayant la distribution granulométrique requise sont incorporées dans les structures en voile absorbant de la présente invention, en concentration d'environ 5% à 60% du poids de la structure. L'utilisation de proportions d'agent gélifiant inférieures à environ 5% rend ces structures moins susceptibles de retenir les fluides corporels aqueux imbibant la structure. Pour des concentrations en agent gélifiant supérieures, par exemple celles qui sont supérieures à environ 60% en poids, et même supérieures à environ 40% en poids, on pense que les effets désirables de l'utilisation de particules d'agent gélifiant généralement plus grosses pour améliorer la capacité absorbante et la capacité effective de l'agent gélifiant diminuent. Ainsi, de préférence, les particules d'agent gélifiant constituent d'environ 10% à 40% du poids des structures absorbantes de la présente invention.

Les structures absorbantes de la présente invention peuvent contenir une variété de matières facultatives, en plus des constituants essentiels que sont la fibre hydrophile et l'agent gélifiant polymère. Ces matières facultatives peuvent englober, par exemple, des auxiliaires de distribution du fluide, des antimicrobiens, des régulateurs de pH, des parfums, etc. S'ils sont présents, les constituants facultatifs ne constituent généralement pas plus d'environ 30% du poids des structures de la présente invention.

On peut préparer les structures absorbantes de la présente invention, avec leurs constituants essentiels que sont la fibre hydrophile et l'agent gélifiant polymère particu-

laire, par tout procédé ou toute technique fournissant un voile comprenant une combinaison des fibres et des particules d'agent gélifiant non fibreuses. Dans une telle combinaison fibre/particule, les particules d'agent gélifiant
5 doivent être très bien dispersées parmi les fibres hydrophiles formant le voile. Pour les besoins de cette invention, on dit que les particules d'agent gélifiant sont "très bien dispersées" parmi les fibres hydrophiles si l'on ne rencontre pas de cas significatif où les particules individuelles d'agent gélifiant ne sont en contact que les unes
10 avec les autres et pas avec une ou plusieurs fibres hydrophiles. De préférence, cela signifie qu'il ne doit pas exister de zones ou de régions (par exemple des zones ou des régions de 1 cm^3 , ou plus), au sein de la structure absorbante, dans lesquelles la concentration en agent gélifiant
15 dépasse la limite de 60% indiquée ci-dessus.

Dans les structures en voile de la présente invention, les particules d'agent gélifiant polymère doivent être très bien dispersées mais peuvent être ou non uniformément distribuées. En particulier, il peut exister des régions ou des
20 zones des structures en voile qui ont des concentrations en particules d'agent gélifiant plus élevées que d'autres régions ou zones de la structure. Dans un mode de réalisation de ce type, il peut y avoir un gradient de concentrations
25 des particules d'agent gélifiant le long de la dimension de l'épaisseur de la structure, la concentration la plus faible en agent gélifiant se trouvant à la surface ou au voisinage de la surface de la structure qui reçoit le fluide et la concentration la plus élevée en agent gélifiant se trouvant
30 à l'extrémité opposée, ou au voisinage de l'extrémité opposée, de la dimension de l'épaisseur.

La masse volumique des structures absorbantes de la présente invention peut présenter une certaine importance pour la détermination des propriétés absorbantes des structures et des articles absorbants dans lesquels ces struc-
35

tures sont employées. La densité des structures absorbantes de la présente invention se situent généralement dans l'intervalle d'environ 0,06 à environ 0,3 g/cm³, et mieux encore dans l'intervalle d'environ 0,09 à environ 0,22 g/cm³. Typiquement, le grammage des structures absorbantes de la présente invention peut s'échelonner d'environ 0,02 à 0,12 g/cm².

Les valeurs des masses volumiques de ces structures sont calculées à partir du grammage et de l'épaisseur. L'épaisseur est mesurée sous une pression de confinement de 0,94 kPa (0,137 psi). Les valeurs de la masse volumique et du grammage incluent le poids des particules formant l'hydrogel. La masse volumique des structures de la présente invention n'a pas besoin d'être uniforme d'un bout à l'autre des structures. Dans les limites de masse volumique définies ci-dessus, les structures de cette invention peuvent contenir des régions ou des zones de masse volumique relativement plus élevée ou relativement plus faible.

Les structures absorbantes de cette invention peuvent être formées par étalement par jet d'air d'un mélange essentiellement sec de fibres hydrophiles et de particules d'agent gélifiant polymère et, éventuellement, densification du voile résultant. Un tel procédé est décrit plus en détail par Weisman et Goldman, dans le brevet US 4 610 678, délivré le 9 septembre 1986, incorporé ici à titre de référence.

Comme l'indique le brevet US 4 610 678, les voiles étalés par jet d'air formés par ce procédé comprennent de préférence des fibres essentiellement non liées et ont de préférence une teneur en humidité inférieure ou égale à 10%. Pour préparer les voiles de cette invention par un procédé d'étalement par jet d'air ou par d'autres procédés classiques, il faut prendre soin à manipuler et à transporter les particules d'agent gélifiant polymère de manière à éviter la rupture de ces particules en particules plus petites. Ceci est particulièrement vrai lorsque les particules

d'agent gélifiant se présentent sous une forme agglomérée, dans laquelle les agglomérats peuvent être plus friables que des particules non agglomérées. Si l'on traite durement les particules d'agent gélifiant, par exemple les agglomérats, pendant la préparation de la structure en voile, ou par la suite, les particules réellement incorporées dans la structure (même si ces particules sont "non fragiles") peuvent ne pas avoir les caractéristiques de distribution granulométrique requises définies ci-dessus.

10 Dans un autre de ses modes de réalisation, la présente invention concerne des compositions d'agents gélifiants proprement dites, particulièrement utilisables pour être incorporées comme absorbants dans des structures en voile absorbant fibreux. Ces compositions comprennent une pluralité de
15 particules non fibreuses, non fragiles, de matière d'agent gélifiant polymère. La matière d'agent gélifiant est elle-même du même type que ce qui a été décrit ci-dessus en détail. La pluralité de particules d'agent gélifiant a, de même, les mêmes caractéristiques de granulométrie que celles
20 définies ci-dessus pour les particules d'agent gélifiant qui sont incorporées dans les modes de réalisation des structures absorbantes de cette invention.

Dans un autre encore de ses modes de réalisation, la présente invention concerne les articles absorbants qui utilisent, comme constituant essentiel, une structure absorbante du type décrit en détail ci-dessus. L'expression "article absorbant" utilisée ici signifie un produit de consommation capable d'absorber des quantités significatives d'eau et d'autres fluides (c'est-à-dire des liquides), comme des
30 fluides corporels. Des exemples d'articles absorbants englobent les couches à jeter après usage, les serviettes hygiéniques, les tampons d'incontinence, les serviettes en papier, les mouchoirs à démaquiller, les tampons de toilette, et analogues. Les structures absorbantes de cette invention
35 conviennent particulièrement pour être utilisées dans des

articles comme les couches, les produits d'incontinence et les serviettes hygiéniques.

Les articles absorbants de la présente invention comprennent généralement une feuille de fond imperméable aux liquides, une feuille supérieure perméable aux liquides, relativement hydrophobe, et une âme absorbante comprenant une structure absorbante de la présente invention placée entre la feuille de fond et la feuille supérieure. Les feuilles de fond imperméables aux liquides peuvent comprendre toute matière, par exemple du polyéthylène ou du polypropylène, ayant une épaisseur d'environ $3,8 \times 10^{-2}$ mm (1,5 mils), qui aide à retenir le fluide au sein de l'article absorbant. Les feuilles supérieures perméables aux liquides, relativement hydrophobes peuvent comprendre toute matière telle que polyester, polyoléfine, rayonne, ou analogue, qui est essentiellement poreuse et permet à un fluide de la traverser directement pour pénétrer dans la structure absorbante sous-jacente.

Les articles absorbants particulièrement préférés de la présente invention sont les couches à jeter après usage. Les couches à jeter après usage comprenant les structures absorbantes de la présente invention peuvent être fabriquées à l'aide de techniques de fabrication de couches classiques, mais en substituant ou en ajoutant , à l'âme en voile de fibres de pulpe de bois ("feutre étalé par jet d'air"), que l'on utilise typiquement dans les couches classiques, une structure absorbante de la présente invention. Des articles ayant la forme de couches à jeter après usage sont décrits en détail par Duncan et Baker, brevet US Re 26 151, délivré le 31 janvier 1967; Duncan, brevet US 3 592 194, délivré le 13 juillet 1971; Duncan et Gellert, brevet US 3 489 148, délivré le 13 janvier 1970; et Buell, brevet US 3 860 003, délivré le 14 janvier 1975; ces brevets sont cités ici à titre de référence. Une couche à jeter après usage préférée pour les besoins de cette invention

comprend une âme absorbante contenant une structure absorbante de cette invention; une feuille supérieure superposée ou de mêmes dimensions qu'une des faces de l'âme; et une
5 feuille de fond imperméable aux liquides superposée, ou de mêmes dimensions, à la face de l'âme opposée à la face recouverte de la feuille supérieure. La feuille de fond possède de préférence une largeur plus grande que celle de l'âme, ménageant ainsi des parties marginales latérales pour la feuille de fond, qui se prolongent au-delà de l'âme. La
10 couche est de préférence construite en une configuration en sablier.

Un mode de réalisation d'un article de couche à jeter après usage selon la présente invention est représenté sur le dessin. La structure de la couche, en forme de sablier,
15 du dessin comprend une feuille de fond 101 imperméable aux liquides. Placée sur le dessus de la feuille de fond 101 se trouve une âme absorbante 102 en forme de sablier comprenant la structure absorbante de la présente invention. Cette âme contient une matière fibreuse hydrophile, comme de la fibre
20 de pulpe de bois. Sont également distribuées dans toute l'âme absorbante 102 des particules discrètes 103 d'agent gélifiant polymère, ces particules ayant la distribution granulométrique requise décrite ci-dessus. Placée sur le dessus de l'âme absorbante 102 en forme de sablier se trouve
25 une feuille supérieure 104 perméable aux liquides.

Du fait que les structures absorbantes de la présente invention ont une capacité absorbante élevée pour le fluide menstruel, ainsi que pour l'urine, ces structures, même si elles sont définies en termes de capacité pour l'urine synthétique, sont aussi tout à fait convenables pour être utilisées dans des serviettes hygiéniques. Comme c'est le cas
30 pour les couches à jeter après usage, les serviettes hygiéniques utilisant les présentes structures absorbantes peuvent être dérivées de serviettes hygiéniques classiques par
35 simple substitution ou addition, à leur âme absorbante (ty-

piquement un voile de fibres de pulpe de bois), de la structure absorbante contenant l'agent gélifiant de la présente invention. Ce remplacement peut se faire sur une base pondérale, ce qui résulte en une réduction de volume et un gain
5 de capacité; ou bien le remplacement peut se faire sur une base inférieure en poids, sacrifiant ainsi une partie du gain de capacité absorbante en faveur d'une réduction de l'encombrement. Les structures absorbantes utilisées dans les serviettes hygiéniques ont de préférence une épaisseur
10 0,1 mm à environ 2 mm, mieux encore d'environ 0,3 mm à environ 1 mm.

Un exemple de serviette hygiénique comprend un tampon de la structure absorbante de la présente invention, une feuille supérieure hydrophobe, et une feuille de fond imper-
15 méable aux fluides. La feuille supérieure et la feuille de fond sont placées de part et d'autre de la structure absorbante. Eventuellement, la structure absorbante est enveloppée dans une enveloppe en papier absorbant. Des matières convenables pour les feuilles supérieures, les feuilles de
20 fond et l'enveloppe de papier absorbant sont bien connues dans la technique. Une description plus détaillée des serviettes hygiéniques et des matières utilisables dans celles-ci se trouve dans Duncan et Smith, brevet US 3 871 378, délivré le 18 mars 1975, cité ici à titre de référence.

25 METHODES D'ESSAI

Pour décrire la présente invention dans les exemples suivants, on indique certaines caractéristiques des particules d'agent gélifiant polymère et des structures absorbantes les contenant. Ces caractéristiques, lorsqu'elles
30 sont indiquées, peuvent être déterminées à l'aide des méthodes d'essai suivantes :

A. Détermination du volume du gel de l'agent gélifiant

Le volume de gel, exprimé en grammes d'urine synthétique absorbée par gramme de polymère formant un hydrogel,
35 est déterminé par le gonflement d'échantillons de polymère

dans différents volumes d'urine synthétique. La quantité de cette urine synthétique réellement absorbée par l'agent gélifiant polymère est déterminée par un mode opératoire qui fait intervenir l'emploi d'une solution d'urine synthétique
5 contenant du dextrane bleu, de manière à ce que l'on puisse utiliser les mesures d'absorption optique pour calculer la quantité d'urine synthétique non absorbée par l'hydrogel qui se forme.

a) Préparation d'une solution de dextrane bleu

10 On prépare une solution à 0,03% de dextrane bleue (DB) en dissolvant 0,3 partie de dextrane bleu (Sigma D-5751) dans 1000 parties de solution d'urine synthétique (SU). L'urine synthétique se compose de 15,0 parties de Triton X-100 à 1%, de 60,0 parties de NaCl, de 1,8 parties de
15 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et de 3,6 parties de $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, diluées à 6000 parties avec de l'eau distillée. La solution résultante a une absorbance d'environ 0,25, à son maximum d'absorption de 617 nm.

b) Equilibrage de l'hydrogel

20 On fait gonfler des parties aliquotes de l'agent gélifiant polymère formant un hydrogel à étudier dans (i) 20 parties de solution d'urine synthétique (SU) et (ii) 20 parties de solution de dextrane bleue (DB). On prépare la suspension dans la solution de dextrane bleue (DB) en double
25 exemplaire. Pour la plupart des hydrogels, il est nécessaire d'avoir 0,1-0,25 partie de poudre sèche formant l'hydrogel pour obtenir une lecture au spectrophotomètre suffisamment élevée par rapport à la solution de référence de dextrane bleue. Une heure d'équilibrage à la température ambiante
30 sous agitation ménagée à l'aide d'un agitateur à barreau est suffisante pour atteindre l'équilibre de gonflement. Après l'équilibrage, on sépare par décantation, de chaque suspension de gel, puis par centrifugation, un volume de surnageant de 3 ml.

35 c) Détermination du volume de gel

On détermine l'absorbance (ABS) optique de chaque surnageant à l'aide d'un spectrophotomètre, avec une précision de 0,001 unités d'absorbance. On utilise la solution d'urine synthétique comme référence ABS = 0,0. L'absorbance
 5 du surnageant prélevé de la suspension d'urine synthétique sans dextrine bleue ne doit pas dépasser 0,01 A; des valeurs supérieures indiquent une dispersion à partir des particules de gel d'hydrogel résiduelles ou des additifs résiduels, et une centrifugation supplémentaire est nécessaire. L'absor-
 10 bance des surnageants de dextrine bleue doit dépasser l'absorbance de la solution de référence de dextrine bleue d'au moins 0,1 unité d'absorbance. Les valeurs d'absorbance inférieures à cet intervalle indiquent la nécessité d'ajuster la quantité d'agent gélifiant polymère utilisée pour pré-
 15 parer la suspension de gel.

d) Calcul du volume de gel

Le volume de gel dans l'urine synthétique de l'agent gélifiant polymère, en grammes/gramme, est calculé à partir
 (i) de la fraction pondérale de l'agent gélifiant polymère
 20 dans la suspension du gel et (ii) du rapport du volume exclu au volume total de la suspension. Comme la dextrine bleue est exclue de l'hydrogel, du fait de son poids moléculaire élevé, ce rapport est lié aux absorbances mesurées. L'équation suivante est utilisée pour calculer le volume de gel :
 25 Volume de gel =

$$\frac{(g \text{ de solution de DB})}{(g \text{ d'agent gélifiant polymère*})} \times \frac{1 - (ABS \text{ de la solution de DB})}{(ABS \text{ du surnageant de DB} - ABS \text{ du surnageant de SU})}$$

30 *Corrigé sur une base pondérale sèche

Masse volumique de la structure absorbante

Les mesures de masse volumique rapportées sont toutes faites sous une pression de confinement de 9,6 g/cm² (0,94 kPa). Les mesures sont faites à l'aide d'un pénétromètre
 35 scientifique de précision, qui est modifié pour les mesures

d'épaisseur.

Capacité absorbante de la structure

La capacité absorbante d'une structure absorbante peut être déterminée par un essai d'absorption en fonction de la demande à l'équilibre. Dans cet essai, on place un échantillon de 5,4 cm de diamètre de la structure absorbante sur un verre fritté de 7,5 cm de diamètre [Por E (ASTM 4-8 μ m) de Ace Glass] que l'on maintient en contact fluide avec un réservoir contenant de l'urine synthétique. Dans ce montage, le réservoir est placé sur le plateau d'une balance analytique AE 160 Mettler. Cela fournit une lecture continue du poids d'urine synthétique dans le réservoir et, par différence, le poids d'urine synthétique absorbée par la structure absorbante. La hauteur du frittage et la hauteur du réservoir sont ajustées à approximativement le même niveau. On place un poids de confinement de 1,38 kPa (0,2 psi) sur le dessus de l'échantillon de structure absorbante. A l'aide de ce montage, on peut déterminer le nombre de grammes d'urine synthétique absorbée par gramme de structure, une fois que l'on a atteint l'équilibre.

Les structures absorbantes de la présente invention, ainsi que les articles absorbants les contenant, sont illustrés par les exemples suivants.

Exemple 1

On prépare une structure absorbante ayant un grammage d'environ 0,072 g/cm² en étalant par jet d'air un mélange essentiellement uniforme d'environ 80% en poids de fibres de pulpe de bois et d'environ 20% en poids de particules d'un agent gélifiant de type polyacrylate de sodium, partiellement neutralisé, réticulé. Le voile fibreux résultant est ensuite calandré pour former une structure ayant une masse volumique d'environ 0,21 g/cm³. Les fibres de pulpe de bois employées sont des fibres de pitchpin de bois tendre du sud (duvet de Foley). L'agent gélifiant a un volume de gel à l'équilibre d'environ 24 g d'urine synthétique par gramme

d'agent gélifiant et un degré de neutralisation d'environ 70%.

Les particules d'agent gélifiant sont tamisées de manière à ce que l'on utilise, dans cette structure absorbante, une fraction n° 25/35. La fraction de dimension 25/35 contient des particules qui traversent un tamis d'essai aux normes U.S. ayant une ouverture de maille de 710 µm (n° 25 U.S. Series Alternate Sieve Designation) et sont retenues sur un tamis d'essai aux normes U.S. ayant une ouverture de maille de 500 µm (n° 35 U.S. Series Alternate Sieve Designation). Cette fraction granulométrique est recueillie entre des tamis d'essai aux normes U.S. (Fisher) au bout de 30 minutes de tamisage à l'aide d'un secoueur de tamis Ro-Tap (Tyler).

La capacité absorbante de la structure contenant les particules d'agent gélifiant de cette fraction granulométrique est déterminée à l'aide du mode opératoire indiqué ci-dessus dans le paragraphe Méthodes d'essai, et on constate qu'elle est de 11,4 g d'urine synthétique par gramme de structure. Comme il est connu que la capacité à l'équilibre d'une structure comparable à 100% de duvet Foley, à 0,2 psi (1,38 kPa) est d'environ 6,0 g/g, il est possible de calculer une capacité absorbante effective de l'agent gélifiant dans la structure ci-dessus. On effectue ce calcul en déterminant la différence de capacité, en grammes, entre la structure contenant l'agent gélifiant et une structure comparable à 100% de duvet Foley, et en divisant cette différence par le poids sec, en grammes de l'agent gélifiant. La capacité absorbante effective de l'agent gélifiant, déterminée de cette manière, représente ainsi l'augmentation unitaire de la capacité à l'équilibre de la structure absorbante par unité d'agent gélifiant polymère formant un hydrogel ajouté. Pour les besoins de cette invention, une structure comparable sans l'agent gélifiant est une structure qui possède le même grammage et la même

masse volumique que le constituant de duvet Foley de la structure contenant l'agent gélifiant. Une telle structure comparable, pour cet exemple 1, a un grammage d'environ 0,057 g/cm² et une masse volumique d'environ 0,17 g/cm³. A l'aide de ce mode opératoire, pour la structure d'exemple 1, le calcul de la capacité absorbante effective de l'agent gélifiant dans la structure donne 33,0 g d'urine synthétique par gramme d'agent gélifiant.

Exemple 2

On prépare des structures absorbantes analogues à celles de l'exemple 1, avec approximativement la même concentration d'agent gélifiant, en utilisant différentes fractions granulométriques des particules du même type d'agent gélifiant. Ces structures sont également testées en ce qui concerne leurs capacités absorbantes à l'équilibre, de la manière décrite dans le paragraphe Méthodes d'essai. En outre, on calcule également la capacité absorbante effective de l'agent gélifiant dans chaque structure, d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 1.

Une description des produits testés et des résultats de capacité absorbante est indiquée au tableau I.

TABEAU I

Effet de la granulométrie de l'agent gélifiant polymère (AGP) sur les capacités absorbantes à l'équilibre

Structure n°	Granulométrie de l'AGP (μm)	Capacité ab- sorbante de la structure (g/g)	Capacité absor- bante effective de l'AGP (g/g)
1	500-710	11,5*	33,3*
2	355-500	11,2	31,3
3	180-250	10,6*	28,5*
4	125-180	9,9*	25,0*
5	90-125	9,7	23,8

*Moyenne de deux mesures

Les résultats du tableau I indiquent que les structures 1 et 2 de la présente invention fournissent à la fois une

capacité absorbante de structure et une capacité absorbante effective de l'agent gélifiant supérieures à celles de structures analogues (structures 3-5) qui emploient des particules d'agent gélifiant généralement plus petites.

5 Exemple 3

On prépare des structures absorbantes analogues à celles des exemples 1 et 2 en utilisant les mêmes constituants, mais avec des quantités et des dimensions variables des particules d'agent gélifiant dans les structures. On détermine également les capacités absorbantes de ces structures et la capacité absorbante effective de l'agent gélifiant dans chacune de ces structures. Ces structures et ces capacités absorbantes sont décrites au tableau II.

TABLEAU II

15 Effet de la concentration en agent gélifiant polymère (AGP)

	Concentration approximative en AGP (% en poids)	Capacité absorbante de la structure (g/g)		Capacité absorbante effective de l'AGP	
		Grosses particules ¹	Petites particules ²	Grosses particules ¹	Petites particules ²
20	0	6,0*	6,0*	--	--
	10	9,3*	7,9*	40*	26*
	20	11,5*	9,7	33*	24
	30	12,8*	11,1*	29*	24*

¹500-710 μ m

25 ²90-125 μ m

* Moyenne de mesures faites en double exemplaire.

Les résultats du tableau II indiquent que l'amélioration de la capacité absorbante effective de l'agent gélifiant, cette amélioration étant provoquée par l'utilisation d'un agent gélifiant ayant une granulométrie plus élevée, diminue lorsque la concentration totale en agent gélifiant dans la structure augmente.

Exemple 4

On prépare une structure absorbante analogue à celle décrite dans l'exemple 1, en utilisant un agent gélifiant de type polyacrylate de sodium réticulé ayant un volume de gel d'environ 49 g d'urine synthétique par gramme et un degré de neutralisation d'environ 70%. La fraction granulométrique de cet agent gélifiant est telle que les particules d'agent gélifiant traversent un tamis d'essai aux normes US ayant une ouverture de maille de 710 μm (n° 25 U.S. Series Alternate Sieve Designation) et sont retenues sur un tamis d'essai aux normes U.S. ayant une ouverture de 500 μm (n° 35 U.S. Series Alternate Sieve Designation). Ces particules d'agent gélifiant sont incorporées dans la structure de duvet Foley, en une concentration d'environ 15%. Le voile fibreux résultant a un grammage d'environ 0,05 g/cm². Ce voile est ensuite calandré pour former une structure qui a une masse volumique d'environ 0,19 g/cm³.

Exemple 5

On compare la capacité absorbante à l'équilibre de la structure de l'exemple 4 et la capacité effective de l'agent gélifiant dans la structure de l'exemple 4 avec celles de structures analogues dans lesquelles on emploie des fractions granulométriques plus faibles de l'agent gélifiant. Les résultats sont indiqués au tableau III.

25

30

35

Tableau III

Effet de la granulométrie de l'agent gélifiant polymère (AGP) lorsqu'on utilise des AGP ayant un volume de gel élevé

Struc- ture n°	Concentra- tion en AGP (% en poids)	Granulomé- trie de l' AGP (µm)	Capacité absor- bante de la structure (g/g)	Capacité absor- bante effective de l'AGP (g/g)
1	15,2*	500-710	12,2*	46,6*
2	14,5	355-500	12,1	48,0
3	14,6	180-250	11,1	41,3
4	13,0	125-180	10,3	39,4
5	14,5	90-125	10,0	33,5

* Moyenne de deux mesures

Les résultats du tableau III indiquent que, pour cet agent gélifiant ayant un volume de gel relativement élevé, les structures 1 et 2 de la présente invention fournissent à la fois une capacité absorbante pour la structure et une capacité absorbante effective de l'agent gélifiant supérieures à celles de structures analogues (structures 3-5) qui emploient généralement des particules d'agent gélifiant plus petites.

Exemple 6

On prépare une couche à jeter après usage en utilisant une structure absorbante de la présente invention comme âme absorbante. La structure absorbante est un mélange étalé par jet d'air, en forme de sablier, comprenant 26,6 g de fibres de pulpe de bois (duvet Foley) et 5 g de particules d'un agent gélifiant polymère de type polyacrylate de sodium réticulé ayant un volume de gel d'environ 30 g d'urine synthétique par gramme et un degré de neutralisation d'environ 70%. La quasi totalité des particules de l'agent gélifiant polymère se trouve dans un intervalle granulométrique d'environ 355-500 µm. Ces particules ont une granulométrie médiane en masse d'environ 430 µm.

La structure absorbante a une distribution non uniforme de l'agent gélifiant en son sein, de sorte que le pourcentage pondéral de l'agent gélifiant est de 20% dans la partie frontale de la couche, de 13% dans la partie d'entrejambe de la couche et de 12% dans la partie arrière de la couche. Une telle structure est calandree pour avoir une masse volumique moyenne d'environ $0,15 \text{ g/cm}^3$ et a un grammage moyen d'environ $0,05 \text{ g/cm}^2$.

Cette structure absorbante en forme de sablier est utilisée comme âme absorbante dans une couche préparée de la manière générale décrite par Buell, dans le brevet US 3 860 003, délivré le 14 janvier 1975. Dans cette couche, l'âme en forme de sablier est enveloppée d'une enveloppe de papier absorbant et insérée entre une feuille supérieure de polypropylène et une feuille de fond de polyéthylène. Une telle structure de couche est particulièrement efficace pour utiliser la capacité absorbante de l'agent gélifiant, en comparaison de couches analogues employant des fractions granulométriques plus petites de l'agent gélifiant.

20

25

30

35

REVENDEICATIONS

1. Article absorbant ayant des caractéristiques d'absorption améliorées, cet article comprenant:

5 A. une feuille de fond imperméable aux liquides;

 B. une feuille supérieure perméable aux liquides; et

 C. une âme absorbante placée entre ladite feuille de fond et la dite feuille supérieure, ladite âme absorbante comprenant un voile ayant une masse volumique de 0,06 à 0,3
10 g/cm³, ce voile étant formé d'une combinaison de 40% à 95%, en poids du voile, de fibres hydrophiles et de 5% à 60%, en poids du voile, d'agent gélifiant polymère très bien dispersé parmi les fibres hydrophiles dans le voile; ledit article étant
15 caractérisé en ce que l'agent gélifiant polymère est incorporé dans le voile sous forme de particules non fibreuses, non fragiles, de matière d'agent gélifiant polymère possédant un volume de gel à l'équilibre d'au moins 20g d'urine synthétique par gramme d'agent gélifiant, les particules d'agent gélifiant
20 ayant une granulométrie médiane en masse s'échelonnant de 400 à 700 μ m et en outre, pas plus de 16% en poids de ces particules ont une granulométrie inférieure à 200 μ m et pas plus de 16% en poids de ces particules ont une granulométrie supérieure à 1200 μ m

2. Article absorbant selon la revendication 1 se
25 présentant sous forme d'une couche à jeter après usage, caractérisé en ce que:

 A. La feuille supérieure a les mêmes dimensions qu'une des faces de l'âme;

 B. La feuille de fond a les mêmes dimensions que la face
30 de l'âme opposée à la face recouverte de ladite feuille supérieure et a une largeur supérieure à celle de l'âme, pour ménager ainsi des parties marginales latérales sur la feuille de fond qui se prolongent au-delà de l'âme; et

 C. L'âme absorbante a la forme d'un sablier.

3. Article absorbant selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que, au sein du voile dans l'âme absorbante, existe un gradient de concentration de particules d'agent gélifiant polymère, la zone du voile la plus proche de la feuille de fond ayant une concentration relativement plus élevée en agent gélifiant polymère que la zone du voile la plus proche de la feuille supérieure.

4. Structure absorbante comprenant un voile ayant une masse volumique de 0,06 à 0,3 g/cm³, ce voile étant formé d'une combinaison de 40% à 95% en poids de fibres hydrophiles et de 5% à 60% en poids d'agent gélifiant polymère très bien dispersé parmi les fibres hydrophiles dans le voile, cette structure absorbante étant caractérisée en ce que l'agent gélifiant polymère est incorporé dans le voile sous forme de particules non fibreuses, non fragiles, de matière d'agent gélifiant polymère ayant un volume de gel à l'équilibre d'au moins 20g d'urine synthétique par gramme d'agent gélifiant, les particules d'agent gélifiant ayant une granulométrie médiane en masse s'échelonnant de 400 à 700 μ m et en outre, pas plus de 16% en poids de ces particules ont une granulométrie inférieure à 200 μ m et pas plus de 16% en poids de ces particules ont une granulométrie supérieure à 1200 μ m.

5. Article absorbant ou structure absorbante selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les fibres hydrophiles sont des fibres cellulosiques constituant de 70% à 90% du poids de la structure du voile et en ce que les particules d'agent gélifiant constituent de 10% à 30% du poids de la structure du voile.

6. Article absorbant ou structure absorbante selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que les fibres hydrophiles sont des fibres de pulpe de bois et en ce que l'agent gélifiant polymère a un volume de gel de 25 à 60 g d'urine synthétique par gramme d'agent gélifiant.

7. Article absorbant ou structure absorbante selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que les fibres hydrophiles sont des fibres de cellulose raidies, tordues, bouclées, et en ce que l'agent gélifiant polymère a un volume de gel de 20 à 35g d'urine synthétique par gramme d'agent gélifiant.

8. Composition particulièrement utilisable comme agent gélifiant absorbant dans des structures de voile absorbant fibreux, cette composition comprenant une matière d'agent gélifiant polymère formant un hydrogel, partiellement neutralisé, légèrement réticulé, essentiellement insoluble dans l'eau, qui comprend:

(A) de 50% en moles à 99,999% en moles de monomères insaturés, contenant un groupe acide polymérisable, polymérisé; et

(B) de 0,001% en moles à 5% en moles d'un agent réticulant ;

cette matière d'agent gélifiant polymère ayant un degré de neutralisation d'au moins 50% et un volume de gel d'au moins 20g d'urine synthétique par gramme de matière d'agent gélifiant; cette composition étant caractérisée en ce qu'elle se présente sous la forme d'une pluralité de particules d'agent gélifiant non fibreuses, non fragiles, cette pluralité de particules ayant une granulométrie médiane en masse s'échelonnant de 400 à 700 μm et en outre, pas plus de 16% en poids de ces particules ont une granulométrie inférieure à 200 μm et pas plus de 16% en poids de ces particules ont une granulométrie supérieure à 1200 μm .

9. Article, structure ou composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que :

A. L'agent gélifiant polymère est un polymère partiellement neutralisé, légèrement réticulé, choisi parmi les

polyacrylates et l'amidon greffé à l'acide acrylique, ledit agent gélifiant ayant une teneur en polymère extractible à l'équilibre dans l'urine synthétique ne dépassant pas 17% en poids;

B .Les particules d'agent gélifiant ont une granulométrie médiane en masse de 410 à 650 μm , de préférence de 420 à 600 μm , pas plus de 16% en poids de ces particules n'ayant une granulométrie supérieure à 1000 μm , de préférence supérieure à 900 μm .

10.Article , structure ou composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que les particules d'agent gélifiant ont la distribution granulométrique suivante, déterminée par analyse ASTM sur des tamis de la série des tamis U.S.:

Désignation alternative de la série des tamis U.S.	Distribution (% en poids)
sur n°14	< 0,1
sur n°16	< 1,0
sur n°20	10-35
sur n°50	> 50
sur n°100	< 15
Passe n° 100	≤ 5

11.Article, structure ou composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que les particules d'agent gélifiant se présentent sous forme d'agglomérats non fragiles.

ABREGE DESCRIPTIFSTRUCTURES ABSORBANTES AVEC AGENT GELIFIANT ET ARTICLES
ABSORBANTS CONTENANT CES STRUCTURES

5

La présente invention concerne des structures absorbantes et des compositions d'agent gélifiant absorbantes utilisables dans des articles absorbants à jeter après usage comme des couches, des produits d'incontinence et des produits cataméniaux. Les structures absorbantes comprennent une matière de fibre hydrophile et des particules non fragiles d'agent gélifiant polymère. Les particules d'agent gélifiant incorporées dans ces structures sont choisies de manière à avoir une granulométrie médiane en masse s'échelonnant d'environ 400 à 1680 μm , les quantités des particules très grosses et très petites étant de préférence maintenues au-dessous de certaines concentrations minimales. Les structures absorbantes employant les particules d'agent gélifiant ayant ces caractéristiques granulométriques possèdent des capacités absorbantes étonnamment élevées et l'agent gélifiant qu'elles contiennent peut être utilisé de façon très efficace et effective.

25

30

35



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 8800950
BO 1385

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	EP-A-0 156 649 (INSLEY et al.) * Page 9, lignes 30-33; revendication 1 *	1,4,8	A 61 F 13/18 A 41 B 13/02
A,D	US-A-4 654 039 (BRANDT et al.) * Revendication 1 *	1,4,8	
A	EP-A-0 202 126 (ZIMMERER) * Page 9, lignes 25-27 *	1,4,8	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			A 61 F A 41 B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
07-02-1990		GLAS J.	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BE 8800950
BO 1385

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 15/02/90
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A- 0156649	02-10-85	AU-B- 576829	08-09-88
		AU-A- 3965085	03-10-85
		JP-A- 60231802	18-11-85
		US-A- 4755178	05-07-88
US-A- 4654039	31-03-87	AU-A- 5877586	24-12-86
		EP-A- 0205674	30-12-86
		GB-A- 2177403	21-01-87
		JP-A- 62054751	10-03-87
		US-E- RE32649	19-04-88
EP-A- 0202126	20-11-86	AU-B- 577016	08-09-88
		AU-A- 5741686	20-11-86
		CA-A- 1259175	12-09-89
		GB-A, B 2175211	26-11-86
		JP-A- 62033804	13-02-87
		US-A- 4657537	14-04-87