(19) CONFÉDÉRATION SUISSE
INSTITUT FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

(11) CH 718 781 A2

(51) Int. Cl.: D04H 3/011 (2012.01)
C08J 5/18 (2006.01)
C08L 67/04 (2006.01)

Demande de brevet pour la Suisse et le Liechtenstein
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

(12) DEMANDE DE BREVET

(21) Numéro de la demande: 00219/22

(22) Date de dépôt: 04.03.2022

(43) Demande publiée: 30.12.2022

(30) Priorité: 28.06.2021
CN 202110719866.8

(71) Requérant:
CHINA YUNHONG HOLDINGS CO., LTD., Yunhong Health Industrial Park, Tianzhen Office, Wuxue City, Huanggang City
435400 Hubei (CN)
YUNHONG ENVIRONMENTAL TECHNOLOGY CO., LTD., Qianlu Village, Tianzhen Office, Wuxue City, Huanggang City
435400 Hubei (CN)
GUOZHONG XINGHE BIOMEDICAL TECHNOLOGY CO., LTD., Qianlu Village, Tianzhen Office, Wuxue City, Huanggang City
435400 Hubei (CN)

(72) Inventeur(s):
Jingren HE, 430040 Hubei (CN)
Yubao LI, 435400 Hubei (CN)
Shuxin YE, 435400 Hubei (CN)
Rui ZHANG, 430040 Hubei (CN)
Sijia JIANG, 435400 Hubei (CN)
Dong WU, 435400 Hubei (CN)

(74) Mandataire:
Ing. Marco Zardi c/o M. ZARDI & Co. S.A., via Pioda 6
6900 Lugano (CH)

(54) PROCÉDÉ DE FABRICATION D'UN TISSU NON-TISSÉ ENTIÈREMENT DÉGRADABLE PAR FILAGE-LIAGE.

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable par filage-liage, comprenant : (S1) la préparation d'un poly(caprolactone-coacide lactique) (P(CL-co-LA)) ; (S2) la préparation d'un acide polylactique (PLA) modifié copolymérisé ; et (S3) la fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable à l'aide d'un procédé de filage-liage. Selon l'invention, le PLA est modifié en gradient plusieurs fois pour fabriquer le tissu non-tissé entièrement dégradable en combinaison avec un procédé de filage-liage optimisé.

Description

DOMAINE TECHNIQUE

[0001] La présente invention se rapporte aux tissus non-tissés, et plus particulièrement, à un procédé de fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable par filage-liage.

ARRIÈRE-PLAN TECHNOLOGIQUE

[0002] Les tissus non-tissés sont composés de fibres directionnelles ou à répartition aléatoire et appartiennent à la nouvelle génération de matériaux respectueux de l'environnement. Les tissus non-tissés sont respirants et minces, ils ont une bonne flexibilité, sont non combustibles, non toxiques et non irritants, et ont un faible coût.

[0003] Le procédé de filage-liage est un procédé de fabrication d'un tissu non-tissé à partir d'un polymère par filage, étirage, étalement, aiguilletage, laçage par filage et passage de rouleau de pressage à chaud ou auto-liage, qui est plus facile que le procédé de fusion à l'état fondu.

[0004] A l'heure actuelle, les tissus non-tissés filésliés utilisent principalement du polypropylène, du polyéthylène ou d'un polymère de polypropylène comme matières premières. Par exemple, la demande de brevet chinois n° 202010511133.0 divulgue un tissu non-tissé ignifuge et imperméable à l'eau de composite polypropylène SMS, dans lequel le tissu non-tissé ne peut pas être dégradé après avoir été mis au rebut, ce qui entraîne une pollution de l'environnement. Par conséquent, il est urgent de proposer un tissu non-tissé entièrement dégradable et un procédé de fabrication de celui-ci par filage-liage.

RÉSUMÉ

[0005] Un objectif de la présente invention est de proposer un procédé de fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu par un procédé de filage-liage, dans lequel de l'acide polylactique (PLA) est modifié plusieurs fois en gradient, en combinaison avec un procédé de filage-liage optimisé pour réaliser la fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable, et le tissu non-tissé a d'excellentes performances.

[0006] Pour atteindre l'objectif susmentionné, il est proposé, selon la présente invention, un procédé de fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu par un procédé de filage-liage, caractérisé par le fait qu'il comporte les étapes consistant à :

(S1) ajouter de l'acide lactique (L-LA) et de la ε-caprolactone (ε-CL) dans un réacteur pour obtenir un système réactionnel, le rapport en poids du L-LA à la ε-CL étant de 1 : (2 - 4);
ajouter un catalyseur au système réactionnel, en faisant suivre par une réaction à 130 - 140 °C sous vide pendant 18 - 24 h pour obtenir un produit de copolymérisation brut, le catalyseur représentant 0,1 - 0,2 % du poids total du système réactionnel ; et
purifier le produit de copolymérisation brut pour obtenir un copolymère statistique caprolactone-acide lactique P(CL-co-LA) ou P-CL-co-LA;

(S2) sécher de l'acide polylactique (PLA), l'indice de fluidité du PLA à 210 °C étant de 20 - 40 g/10 min ; mélanger uniformément le PLA séché et le P(CL-co-LA), en faisant suivre par un mélangeage à l'état fondu à 150 - 160 °C à une vitesse de rotation de 100 - 120 tours/min pour obtenir un mélange, le rapport en poids du PLA séché au P(CL-co-LA) étant de (10 - 50) : 1, et le mélangeage à l'état fondu étant effectué pendant 5 - 10 min ; et
soumettre le mélange à un moulage par compression à 180 - 190 °C et 8 - 10 MPa pour obtenir un PLA modifié copolymérisé ; et

(S3) soumettre le PLA modifié copolymérisé, du poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) (PHBV), du nano-SiO_2, un compatibilisant et un allongeur de chaîne à un mélangeage pour obtenir un mélange de soufflage à l'état fondu, le rapport en poids du PLA modifié copolymérisé au PHBV au nano-SiO_2 au compatibilisant à l'allongeur de chaîne étant de (70 - 85) : (1 - 3): (0,2 - 0,3): (0,005 - 0,01): (0,001 - 0,005);
introduire le mélange de soufflage à l'état fondu dans une extrudeuse à vis, en faisant suivre par une extrusion à l'état fondu et un pastillage à 160 - 200 °C pour obtenir des pastilles de mélange ; et introduire les pastilles de mélange dans l'extrudeuse à vis, en faisant suivre par une extrusion à l'état fondu pour former une matière fondue chaude ; doser (préférablement avec précision) et transporter, par une pompe doseuse, la matière fondue chaude dans un ensemble filière ; éjecter la matière fondue chaude par un orifice d'une filière de l'ensemble filière, en faisant suivre par un refroidissement, un étirage à l'air, un étalement et un passage de rouleau de pressage à chaud-liage pour obtenir un matériau non-tissé ; et soumettre le matériau non-tissé à un enroulement à l'aide d'une machine à enrouler pour obtenir le tissu non-tissé entièrement dégradable.

[0007] En particulier, le procédé selon l'invention comporte les étapes :

(S1) la préparation d'un poly(caprolactone-co-acide lactique) (P(CL-co-LA)), comprenant les étapes consistant à :

ajouter de l'acide lactique (L-LA) et de la ε-caprolactone (ε-CL) dans un réacteur pour obtenir un système réactionnel, le rapport de poids du L-LA à la

ε-CL étant de 1: (2 à 4); dans un mode de réalisation particulier, le rapport en poids du L-LA à la ε-CL est de 1: 3;

ajouter un catalyseur représentant 0,1 - 0,2 % en poids du système réactionnel dans le système réactionnel, en faisant suivre par une réaction à 130 - 140 °C sous une condition de vide pendant 18 - 24 h pour obtenir un copolymère brut ; dans un mode de réalisation particulier, le catalyseur comprend un catalyseur N,N-donneur zinc guanidine ; et

purifier le copolymère brut en faisant suivre par un séchage à 40 - 50 °C dans un étuve sous vide pour obtenir le P(CL-co-LA) ;

(S2) la préparation d'un acide polylactique (PLA) modifié copolymérisé, comprenant les étapes consistant à :

soumettre du PLA à un séchage, l'indice de fluidité du PLA à 210 °C étant 20 - 40 g/10 min. ; mélanger uniformément le PLA séché et le P(CL-co-LA), en faisant suivre par une fusion et un mélangeage à 150 - 160 °C à une vitesse de rotation de 100 - 120 tours/min. pour obtenir un mélange, le rapport en poids du PLA séché et du P(CL-co-LA) étant de (10 à 50) : 1, et la durée de mélangeage étant 5 - 10 min. ; dans un mode de réalisation particulier, la durée de mélangeage est de 8 min. ; et

mouler et former le mélange à 180 - 190 °C sous 8 - 10 MPa pour obtenir le PLA modifié copolymérisé ;

(S3) la fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable à l'aide d'un procédé de filage-liage, comprenant les étapes consistant à :

mélanger le PLA modifié copolymérisé, du poly(3-hydroxy-butyrate-co-3-hydroxy-valérate) (PHBV), du nano-SiO_2, un compatibilisant et un allongeur de chaîne pour obtenir un mélange de soufflage à l'état fondu, le rapport en poids du PLA modifié copolymérisé, du PHBV, du nano-SiO_2, du compatibilisant et de l'allongeur de chaîne étant (70 à 85) : (1 à 3) : (0,2 à 0,3) : (0,005 à 0,01) : (0,001 à 0,005) ; avant le mélangeage, couper en tranches le PLA modifié copolymérisé en faisant suivre par un séchage à 60 °C pendant 24 - 48 h pour réduire la teneur en eau du PLA modifié copolymérisé à moins de 0,025 % ;

introduire le mélange de soufflage à l'état fondu dans une extrudeuse à vis en faisant suivre par une fusion et une extrusion à 160 - 200 °C pour obtenir des pastilles de mélange ; et

introduire les pastilles de mélange dans l'extrudeuse à vis pour qu'elles soient extrudées et fondues pour former une matière fondue chaude ; doser (préférablement avec précision) la matière fondue chaude par une pompe doseuse pour qu'elle soit adressée à un ensemble filière ; soumettre la matière fondue chaude à un filage pour qu'elle soit éjectée par un orifice d'une filière de l'ensemble filière pour obtenir des fibres filées ; soumettre les fibres filées à un refroidissement, à un étirage à l'air, à un étalement, et à un passage de rouleau de pressage à chaud et à un liage pour obtenir un matériau non-tissé ; et enfin enrouler le matériau non-tissé à l'aide d'un enrouleur pour obtenir le tissu non-tissé entièrement dégradable.

[0008] Dans un mode de réalisation particulier, l'étape consistant à „purifier le produit copolymère brut pour obtenir le P(CL-co-LA)“ dans l'étape (S1) comprend les étapes consistant à :

(S11) traiter le copolymère brut par un traitement par ultrasons et/ou un traitement par micro-ondes, et effectuer une précipitation en utilisant une solution d'éthanol à 90 % (v/v) ; et

(S12) répéter l'étape (S11) 1 - 2 fois pour obtenir le P (CL-co-LA) .

[0009] Dans un mode de réalisation particulier, dans le traitement par ultrasons, la puissance ultrasonique est de 250 - 350 W, et la durée de traitement est de 1,5 - 2,5 h ; et, dans le traitement par micro-ondes, la puissance micro-ondes est de 250 - 350 W, et la durée de traitement est de 1,5 - 2,5 h.

[0010] Dans un mode de réalisation particulier, le compatibilisant de l'étape (S3) est choisi dans le groupe consistant en par l'anhydride maléique, l'anhydride butyrique, l'anhydride stéarique, l'acide tannique et une combinaison de ceux-ci.

[0011] Dans un mode de réalisation particulier, le compatibilisant consiste en l'anhydride maléique, l'anhydride butyrique, l'anhydride stéarique et l'acide tannique ; et le rapport en masse de l'anhydride maléique à l'anhydride butyrique à l'anhydride stéarique à l'acide tannique est de 1 : 2 : 2 : 1.

[0012] Dans un mode de réalisation particulier, l'allongeur de chaîne dans l'étape (S3) est un allongeur de chaîne multi-époxy (allongeur de chaîne Joncryl® ADR).

[0013] Dans un mode de réalisation particulier, à l'étape (S3), une température de filage est de 160 - 180 °C ; pendant le refroidissement et le soufflage, la température de l'écoulement d'air est de 20 - 24 °C, et le débit de l'écoulement d'air est de 0,8 - 1 m/s ; la vitesse de l'étirage à l'air est contrôlée pour être de 4500 - 5000 m/min. ; pendant le passage de rouleau de pressage à chaud et le liage, la température d'un rouleau de pressage à chaud est de 135 - 145 °C (de préférence, 140 °C), la pression du rouleau de pressage à chaud est de 6 - 10 MPa (de préférence, de 8 - 9 MPa), et la vitesse du rouleau de pressage à chaud est de 31 - 33 tours/min. (de préférence, 32 tours/min) ; et la fréquence de la pompe doseuse est de 24 - 28 Hz, et la fréquence d'un voile de filet est de 6 - 8 Hz.

[0014] La présente invention a les effets bénéfiques suivants.

[0015] Le tissu non-tissé selon la présente invention est fabriqué à partir de PLA et autres matières premières entièrement dégradables, qui ne causeront pas de pollution environnementale après leur mise au rebut. Le tissu non-tissé est approprié pour une fabrication par un procédé de filage-liage optimisé. De plus, le PLA est soumis à une modification par mélangeage et à une modification par allongement de chaîne, qui peuvent changer la structure du PLA, modifiant par là les propriétés du polymère et assurant que le tissu non-tissé final obtenu présente d'excellentes propriétés.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE DE MODES DE RÉALISATION

[0016] Pour rendre plus clairs l'objectif, les solutions techniques et les avantages de la présente invention, des modes de réalisation de cette invention seront décrits plus en détail ci-après.

Exemple 1

[0017] L'Exemple 1 concerne un procédé de fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable par un procédé de filage-liage, qui est spécifiquement décrit comme suit.

(S1) Préparation d'un poly(caprolactone-co-acide lactique) (P(CL-co-LA))

[0018] De l'acide lactique (L-LA) et de la ε-caprolactone (ε-CL) ont été ajoutés dans un réacteur pour obtenir un système réactionnel, le rapport en poids du L-LA à la ε-CL étant de 1 : (2 à 4), de préférence de 1 : 3.

[0019] Un catalyseur représentant 0,1 - 0,2 % en poids du système réactionnel a été ajouté dans le système réactionnel, et l'on a fait suivre par une réaction à 130 - 140 °C dans une condition sous vide pendant 18 - 24 heures pour obtenir un copolymère brut. De préférence, le catalyseur comprenait un catalyseur N,N-donneur zinc guanidine, qui est non toxique et simple à synthétiser, a une meilleure activité d'ultra polymère et une vitesse de réaction catalytique plus rapide par comparaison avec un catalyseur courant (octoate stanneux) utilisé dans la fabrication de PLA. Le polymère obtenu à l'aide du catalyseur N,N-donneur zinc guanidine a une meilleure stabilité de matière et une masse moléculaire élevée.

[0020] Le copolymère brut a été soumis à une purification suivie par un séchage à 40 - 50 °C (de préférence, 45 °C) dans une étuve à vide pour obtenir le P(CL-co-LA). La purification du copolymère brut comprenait les étapes suivantes :

(S11)	Le copolymère brut a été traité par un traitement par ultrasons et/ou un traitement par micro-ondes, et une précipitation a été effectuée à l'aide d'une solution d'éthanol à 90 % (v/v).
(S12)	L'étape (S11) a été répétée 1 - 2 fois pour obtenir le P(CL-co-LA) .

[0021] Dans un mode de réalisation particulier, dans le traitement par ultrasons, la puissance ultrasonique est de 250 - 350 W, et la durée de traitement est de 1,5 - 2,5 h. Dans le traitement par micro-ondes, la puissance microondea est de 250 - 350 W, et la durée de traitement est de 1,5 - 2,5 h. Par conséquent, la capacité d'écoulement à l'état fondu du PLA est améliorée par une modification de copolymérisation par l'étape (S1).

(S2) Préparation d'un acide polylactique (PLA) modifié copolymérisé

[0022] Le PLA a été séché. Le PLA séché et le (P(CL-co-LA)) ont été mélangés uniformément, et l'on a fait suivre par une fusion et un mélangeage à 150 - 160 °C à une vitesse de rotation de 100 - 120 tours/min. pour obtenir un mélange, le rapport en poids du PLA séché au (P(CL-co-LA)) étant de (10 à 50) : 1, et la durée de mélangeage étant de 5 - 10 minutes.

[0023] Le mélange a été moulé et formé à 180 - 190 °C sous 8 - 10M Pa pour obtenir le PLA modifié copolymérisé.

(S3) Fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable à l'aide d'un procédé de filage-liage.

[0024] Le PLA modifié copolymérisé, du poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxy-valérate) (PHBV), du nano-SiO_2, un compatibilisant et un allongeur de chaîne ont été mélangés pour obtenir un mélange de soufflage à l'état fondu, le rapport en poids du PLA modifié copolymérisé, du PHBV, du nano-SiO_2, du compatibilisant et de l'allongeur de chaîne étant de (70 à 85) : (1 à 3) : (0,2 à 0,3) : (0,005 à 0,01) : (0,001 à 0,005). Avant le mélange, le PLA modifié copolymérisé avait été coupé en tranches, en faisant suivre par un séchage à 60 °C pendant 24 à 48 h pour réduire la teneur en eau du PLA modifié copolymérisé à moins de 0,025 %. Le compatibilisant est choisi dans le groupe consistant en l'anhydride maléique, l'anhydride butyrique, l'anhydride stéarique, l'acide tannique et une combinaison de ceux-ci. De préférence, le compatibilisant est composé d'anhydride maléique, d'anhydride butyrique, d'anhydride stéarique et d'acide tannique, et le rapport en poids de l'anhydride maléique à l'anhydride butyrique à l'anhydride stéarique à l'acide tannique est de 1 : 2 : 2 : 1. L'allongeur de chaîne est un allongeur de chaîne multi-époxy (Joncryl® ADR) .

[0025] Le mélange de soufflage à l'état fondu a été introduit dans une extrudeuse à vis en faisant suivre par une fusion et une extrusion à 160 - 200 °C pour obtenir des pastilles de mélange.

[0026] Les pastilles de mélange ont été introduites dans l'extrudeuse à vis pour être extrudées et fondues pour former une matière fondue chaude, puis la matière fondue chaude a été dosée avec précision par une pompe doseuse pour être adressée à un ensemble filière, puis éjectée par un orifice de filière de l'ensemble filière pour obtenir des fibres filées. Les fibres filées ont été soumises à un refroidissement et à un soufflage, à un étirage à l'air, à un étalement et à un passage de rouleau de pressage à chaud et à un liage pour obtenir un matériau non-tissé. Enfin, le matériau non-tissé a été enroulé par un enrouleur pour obtenir le tissu non-tissé entièrement dégradable. La température de filage est de 160 - 180 °C. Pendant le refroidissement et le soufflage, la température d'écoulement d'air est de 20 - 24 °C ; le débit de l'écoulement d'air est de 0,8 - 1 m/s ; et la vitesse de l'étirage à l'air est contrôlée à 4500 - 5000 m/min. Pendant le passage de rouleau de pressage à chaud et le liage, la température d'un rouleau de pressage à chaud est de 135 - 145 °C (de préférence, 140 °C), la pression du rouleau de pressage à chaud est de 6 - 10 MPa (de préférence, de 8 - 9 MPa), et la vitesse du rouleau de pressage à chaud est de 31 - 33 tours/min. (de préférence, 32 tours/min.). La fréquence de la pompe doseuse est de 24 - 28 Hz, et la fréquence d'un voile de filet est de 6 - 8 Hz.

[0027] Dans l'étape (S1) de ce mode de réalisation, le copolymère brut a été traité par un traitement par ultrasons et/ou un traitement par micro-ondes pour aider à la purification afin d'augmenter le rendement du produit modifié copolymérisé, à savoir le rendement du (P(CL-co-LA)). Les étapes de purification auxiliaire du copolymère brut ont été optimisées ci-après par le réglage de différents modes et de différentes conditions de purification pour le copolymère brut, comme présenté dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Effets de la purification auxiliaire sur le rendement du P(CL-co-LA)

[0028]

Conditions de purification auxiliaire	Rendement moyen du P (CL-co-LA) (%)
-	81
Traitement par ultrasons (la puissance ultrasonique était de 250 - 350 W et la durée de traitement étant de 1,5 - 2,5 heures) .	93
Traitement par micro-ondes (la puissance micro-ondes était de 250 - 350 W, et la durée de traitement était de 1,5 - 2,5 h).	87
Traitement par ultrasons en combinaison avec un traitement par micro-ondes	96

Note : „-“ signifie que le copolymère brut n'a pas été traité par purification auxiliaire et a été considéré comme le (P(CL-co-LA)).

[0029] Comme le montre le Tableau 1, lorsqu'aucun traitement de purification auxiliaire n'est utilisé, le rendement moyen du P (CL-co-LA) est seulement d'environ 81 %, alors qu'un traitement par ultrasons en combinaison avec un traitement par micro-ondes a pu améliorer de manière significative le rendement moyen, et à ce moment le rendement moyen était le plus élevé. Par conséquent, dans l'étape (S11), le copolymère brut a, de préférence, été soumis à un traitement par ultrasons et à un traitement par micro-ondes, les conditions de traitement par ultrasons étant les suivantes : la puissance ultrasonique était de 280 W, et la durée de traitement était de 1,5 h, et les conditions de traitement par micro-ondes étant les suivantes : la puissance micro-ondes était de 280 W, et la durée de traitement était de 1,5 h.

[0030] Dans cet exemple, le rapport en poids du PLA au P(CL-co-LA) (désigné par PLA/P(CL-co-LA)) a également été optimisé pour discuter les effets sur la résistance à la traction et la température de transition vitreuse du PLA modifié copolymérisé afin d'améliorer les performances du PLA modifié copolymérisé, comme présenté dans le Tableau 2. La résistance à la traction du PLA modifié copolymérisé a été testée selon la norme GB/T 1040-2006, et la vitesse de traction était de 10 mm/min. La température de transition vitreuse du PLA modifié copolymérisé a été testée par la méthode

d'analyse mécanique dynamique (DMA), autrement dit le mode d'étirage de film a été adopté, la fréquence était de 1 Hz, l'allure de chauffage était de 3 °C/min, et l'amplitude était de 15 µm.

Tableau 2 : Effet du rapport PLA/P(CL-co-LA) sur le PLA modifié copolymérisé

[0031]

PLA/P(CL-co-LA)	Résistance à la traction (MPa)	Température de transition vitreuse (°C)
100/0	59	81
98/2	69	72
96/4	62	73
92/8	56	79

[0032] Comme le montre le Tableau 2, lorsque la teneur en P(CL-co-LA) augmente, la résistance à la traction du mélange augmente d'abord, puis diminue. Lorsque la fraction massique du P(CL-co-LA) est relativement faible (par exemple, de seulement 2 %), le P(CL-co-LA) est dispersé de manière homogène entre les chaînes moléculaires du PLA, occupant les espaces entre les chaînes moléculaires du PLA de telle sorte que les chaînes moléculaires sont plus étroitement regroupées, améliorant par là la résistance à la traction du PLA modifié copolymérisé. Lorsque le P(CL-co-LA) continue à augmenter, le P(CL-co-LA) s'agrège, et à ce moment la plasticité du P(CL-co-LA) joue un rôle prépondérant, de telle sorte que la résistance à la traction du PLA modifié copolymérisé diminue avec l'augmentation du P(CL-co-LA). Après avoir testé le PLA modifié copolymérisé par la méthode de test DMA, il a été constaté que la température de transition vitreuse du PLA modifié copolymérisé diminue d'abord puis augmente. Lorsque le rapport en poids PLA/P(CL-co-LA) est de 98/2 (c'est-à-dire 49 : 1), la température de transition vitreuse est la plus basse, ce qui indique que l'addition d'une petite quantité de P(CL-co-LA) pourrait jouer le rôle d'une lubrification interne et réduire la température de transition vitreuse, ce qui est en accord avec les résultats d'étirage. En résumé, dans l'étape (S2), le PLA et le P(CL-co-LA) sont avantageusement mélangés uniformément selon un rapport en poids de 49 : 1.

[0033] Dans l'étape (S3), étant donné que la molécule de PLA contient des groupes ester hydrophiles avec une teneur en eau de 0,4 % - 0,6 %, le PLA fondu se dégrade très rapidement en présence d'eau, ce qui entraîne encore une diminution de la masse moléculaire et une distribution large de la masse moléculaire du PLA, avec pour résultat une masse moléculaire et une distribution de celle-ci inappropriées aux exigences de filage. Par aillers, le canal de fluide de polymère est fermé pendant le procédé de filage à l'état fondu. Lorsque le polymère est fondu par de la chaleur, la présence d'eau affecte non seulement la viscosité du polymère après la fusion et l'état d'extrusion du fluide, mais encore peut former de nombreuses minuscules bulles dans le matériau, et ces bulles peuvent provoquer une rupture de fil pendant le procédé d'étirage, et en même temps avoir des effets extrêmement défavorables sur les propriétés mécaniques du produit et le diamètre de la fibre.

[0034] La teneur en eau, le temps de séchage et la température de séchage des tranches de PLA sont les principaux facteurs affectant la dégradation thermique du PLA. Plus la teneur en eau des tranches est élevée, plus le degré de dégradation est important et plus la vitesse de dégradation est rapide. Plus le temps de séchage est long, plus le degré de dégradation s'intensifie. Plus la température de séchage est élevée, plus la vitesse de dégradation est rapide et plus le degré de dégradation est important. Par conséquent, à l'étape (S3), avant le mélangeage, le PLA modifié copolymérisé doit être séché pour réduire la teneur en eau. Lorsque la température de séchage est de 60 °C, l'effet de la durée de séchage sur le PLA modifié copolymérisé est présenté dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Effet de la durée de séchage à 60 °C sur le PLA modifié copolymérisé

[0035]

Durée de séchage (h)	Teneur en eau moyenne des tranches de PLA modifié copolymérisé
12	0,136 %
24	0,074 %
36	0,058 %
48	0,017 %

[0036] Par conséquent, à l'étape (S3), on préfère sécher les tranches de PLA modifié copolymérisé, à 60 °C, pendant 48 h, pour réduire la teneur en eau à 0,025 % tout en évitant une dégradation thermique. La teneur en impuretés et en eau dans les tranches de PLA est contrôlée pour assurer le déroulement sans à-coups du filage.

[0037] Par ailleurs, dans l'étape (S3), le PLA modifié copolymérisé, le PHBV, le nano SiO_2, le compatibilisant et l'allongeur de chaîne sont mélangés pour effectuer la modification par mélangeage et la modification par allongement de chaîne. Dans le procédé pour obtenir ensuite le mélange de filage-liage, les proportions des composants ci-dessus ont également été optimisées ici pour étudier comment elles affectaient les propriétés du tissu non-tissé entièrement dégradable final. Le Tableau 4 montre l'effet du rapport en poids du PLA modifié copolymérisé au PHBV sur les performances du tissu non-tissé entièrement dégradable.

Tableau 4 : Rapports en poids du PLA modifié copolymérisé du PHBV, du compatibilisant, de l'allongeur de chaîne et du SiO_2

[0038]

Échantillons	PLA modifié copolymérisé	PHBV	Compatibilisant	Allongeur de chaîne	SiO_2
1	100	-	-	-	-
2	85	3	0,008	0,003	0,3
3	80	2	0,008	0,003	0,3
4	75	2	0,008	0,003	0,3
5	70	1	0,008	0,003	0,3

[0039] Sur cette base, le testeur de résistance YG028-500 a été utilisé pour tester les propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable. Les résultats sont présentés dans le Tableau 5.

[0040] Tableau 5 : Effets du rapport en poids du PLA modifié copolymérisé et du PHBV sur les propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable.

Échantillons	Force longitudinale (N)	Force transversale (N)	Allongement longitudinal (%)	Allongement transversal (%)
1	13, 09	8,15	18, 98	19, 53
2	12,23	7,85	49,39	50,98
3	12,46	7,93	43,78	49,37
4	11,46	7,53	51, 43	52, 03
5	12, 84	8,04	23,25	29, 85

[0041] Lors des procédures de traitement, telles que le mélange, l'extrusion, le moulage par injection et le filage, la chaîne macromoléculaire de PLA se rompt sous l'effet de la chaleur, de l'humidité et des impuretés, ce qui entraîne une diminution des performances du matériau. Les groupes actifs (carboxyle terminaux et hydroxyle terminaux) sont produits à la rupture de la chaîne moléculaire de PLA. L'allongeur de chaîne s'appuie sur ses groupes époxy actifs pour participer à des réactions de couplage et de ramification avec les groupes aux extrémités actives générées aux ruptures de la chaîne moléculaire, augmentant par là la longueur de la chaîne moléculaire, ce qui permet d'obtenir plus de ramifications à longue chaîne et d'augmenter la stabilité de transformation du PLA.

[0042] Comme le montre le Tableau 5, avec l'addition de PHBV, la force transversale et la force longitudinale du tissu non-tissé entièrement dégradable diminuent légèrement, mais l'allongement longitudinal et l'allongement transversal augmentent fortement, ce qui indique que le mélangeage du PHBV et du PLA modifié copolymérisé peut faire jouer les avantages de performance respectifs de ceux-ci. En même temps, une petite quantité de nano-SiO_2 a été ajoutée avec une bonne dispersibilité, jouant un rôle positif sur le renforcement et l'amélioration de la ténacité. D'un point de vue micromécanique, l'addition de nano-SiO_2 peut permettre une dispersion uniforme de nanoparticules rigides dans le polymère. Lorsque le polymère est soumis à une force externe, la présence de particules inorganiques rigides produit un effet de concentration des contraintes, ce qui stimule le polymère environnant à produire des microfissures (ou un fendillement), et absorbe un certain travail de déformation. Et en même temps, le polymère entre les particules produit un écoulement plastique et des déformations plastiques et absorbe de l'énergie d'impact. En outre, la présence de particules rigides entrave et passive la propagation de fissures dans le polymère, et finalement arrête celle-ci pour éviter qu'elle ne se développe en une fissuration destructive, ce qui entraîne un effet d'amélioration de la ténacité. En résumé, dans le mélange de filage-liage de l'étape (S3), le rapport en poids du PLA modifié copolymérisé et du PHBV est de préférence de 75 : 2.

[0043] En outre, lorsque le rapport en poids du PLA modifié copolimérisé : PHBV : nano-SiO_2: allongeur de chaîne est de 75 : 2 : 0,3 : 0,003, les effets de différentes compositions de compatibilisant sur les propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable ont été étudiés. Le procédé d'essai des propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable était le même que ci-dessus, et les résultats sont présentés dans le Tableau 6.

Tableau 6 : Effets de la composition du compatibilisant sur les propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable

[0044]

Type de compatibilisant	Force longitudinale (N)	Force transversale (N)	Allongement longitudinal (%)	Allongement transversal (%)
Anhydride maléique	11,46	7,53	51,43	52,03
Anhydride maléique : anhydride butyrique = 1 : 2	11,89	7,73	63,43	62,93
Anhydride maléique : anhydride butyrique : anhydride stéarique = 1 : 2 : 2	12,48	8,23	66,75	65,74
Anhydride maléique : anhydride butyrique : anhydride stéarique : acide tannique = 1 : 2 : 2 : 1	12,95	9,61	70,82	68,34

[0045] La plupart des compatibilisants contiennent des groupes polaires, qui peuvent subir une réaction d'estérification ou former des liaisons hydrogène avec les groupes polaires dans la charge, réduisant ainsi la polarité et l'hygroscopicité de la charge. Et le compatibilisant contient également des segments non polaires avec une bonne compatibilité avec le polymère, agissant comme un „pont“ pour lier efficacement la charge et le polymère ensemble et améliorer la performance de liaison interfaciale. Il ressort du Tableau 6 que le rapport en poids optimal de la composition de compatibilisant est anhydride maléique : anhydride butyrique : anhydride stéarique : acide tannique = 1 : 2 : 2 : 1, pour lequel la force longitudinale, la force transversale, l'allongement longitudinal et l'allongement transversal du tissu non-tissé entièrement dégradable sont tous maximaux.

[0046] Les Tableaux 4 à 6 permettent d'analyser que la résistance à la traction et le module du PHBV sont faibles. Le PLA présente pour caractéristiques une résistance élevée et un module élevé, mais en raison de sa fragilité intrinsèque, il a un faible allongement à la rupture, une faible résistance aux chocs et est extrêmement facile à déformer en flexion. Par conséquent, après mélangeage du PHBV et du PLA modifié copolymérisé, la ténacité du tissu non-tissé peut être améliorée tout en maintenant la performance de dégradation du matériau. En même temps, pour augmenter encore la structure à deux phases du mélange du PLA modifié copolymérisé et du PHBV, un compatibilisant (anhydride maléique, anhydride butyrique, anhydride stéarique, acide tannique ou un mélange de ceux-ci) est ajouté au système de mélange PLA/PHBV, de telle sorte que le PLA modifié copolymérisé et le PHBV puissent être mieux mélangés et faire jouer leurs avantages de performance. En outre, le PLA est un polymère cristallin avec peu de longues ramifications dans la chaîne moléculaire et a un faible degré de ramification. Le PLA fondu est sensible à la température, et est susceptible de produire une dégradation thermo-oxydante ou une hydrolyse pendant le traitement, provoquant la rupture de chaînes moléculaires. Tous ces facteurs conduisent à une faible viscosité à l'état fondu et une faible résistance à l'état fondu, à une viscoélasticité à l'état fondu médiocre et à un durcissement par déformation insuffisant, ce qui limite la technologie de transformation du PLA. Par conséquent, d'une part, la masse moléculaire relative du PLA peut être améliorée par l'addition d'allongeurs de chaîne. D'autre part, la structure ramifiée à longue chaîne est introduite dans la molécule de PLA pour augmenter la résistance à l'état fondu du PLA, améliorant ainsi les propriétés de transformation du PLA, telles que le soufflage de feuille mince, le moulage par soufflage et le moussage.

[0047] En outre, le rapport en poids du PLA modifié copolymérisé : PHBV : nano SiO2: compatibilisant : allongeur de chaîne a été fixé à 75 : 2 : 0,3 : 0,008 : 0,003. Les effets des paramètres du procédé se rapportant au filage-liage, comprenant la température de filage, la température et le débit de l'écoulement d'air (air de refroidissement brusque) pendant le soufflage, la vitesse d'étirage à l'air, la température du rouleau de pressage à chaud, la pression du rouleau de pressage à chaud, la vitesse du rouleau de pressage à chaud, la fréquence de la pompe doseuse, la fréquence du rideau de filet et autres facteurs, ont été étudiés ici. La fréquence de la pompe doseuse se réfère à la vitesse du moteur de la pompe doseuse, et la fréquence du voile de filet se réfère à la vitesse du moteur qui commande le déplacement du voile de filet.

[0048] Un échantillon de 5 cm × 20 cm a été fabriqué selon la norme FZ/T 60005-1991 „Norme d'essai des propriétés mécaniques de tissus“ („Textile Mechanical Properties Test Standard“) pour tester la résistance à la traction à la rupture

du tissu à l'aide du testeur électronique de résistance à la traction de tissus. La longueur de serrage de l'échantillon était de 10 cm, et les résultats des tests du tissu non-tissé entièrement dégradable sont présentés dans le Tableau 7.

(1) Température de filage

Tableau 7 : Effets de la température de filage sur l'effet de filage

[0049]

Température de filage (°C)	Résultats de filage
170	Les fibres étaient rigides, la matière fondue avait une fluidité médiocre et le filage était difficile.
175	Les fibres ont pu être extrudées de la filière en continu et avaient une flexibilité médiocre.
180	Les fibres ont pu être extrudées de la filière en continu, étaient lisses, et avaient une certaine flexibilité.
185	La matière fondue s'écoule rapidement, les fibres étaient collantes et faciles à casser.

[0050] Comme le montre le Tableau 7, lorsque la température de filage est de 180 °C, le procédé de filage peut être réalisé sans à-coups et les fibres fabriquées ont de meilleures performances, de telle sorte que la température de filage est, de préférence, de 180 °C.

(2) Température et débit de l'écoulement d'air de refroidissement brusque

[0051] La vitesse de refroidissement du filament primaire du PLA extrudé à partir de la filière devait être contrôlée. Si le refroidissement est insuffisant, les cristaux étirés ne peuvent plus être conservés de manière suffisante et stable, de telle sorte que la résistance de la fibre de filament est réduite. Cependant les grands segments moléculaires ont tendance à être difficiles à cristalliser si le refroidissement est trop fort, et les fibres formées ont une faible résistance, une ténacité médiocre, et sont faciles à casser, de telle sorte que les conditions de refroidissement doivent être appropriées. Par conséquent, la température de l'air de refroidissement brusque est, de préférence, de 20 °C, et le débit est, de préférence, de 0,9 m/s.

(3) Vitesse de l'étirage à l'air

[0052] Après un refroidissement modéré, le filament primaire du haut polymère a été soumis à un étirage à l'air à grande vitesse pour améliorer l'orientation des molécules de fibre et la stabilité des cristaux. Plus la vitesse d'étirage est élevée, plus le degré d'orientation moléculaire de la fibre est élevé, plus la résistance du monofilament est élevée, meilleure est la qualité des produits. En revanche, une vitesse d'étirage trop élevée entraînerait une rupture des fibres. Par conséquent, la vitesse de l'étirage à l'air est, de préférence, de 4500 m/min.

(4) Température du rouleau de pressage à chaud

[0053] La résistance à la traction du tissu non-tissé augmente avec l'augmentation de la température du rouleau de pressage à chaud, qui est approximativement linéaire. Cependant, lorsque la température dépasse un certain niveau, la fibre est soumise à une température élevée, qui peut facilement produire une désorientation pour détruire la structure de la fibre, ce qui entraîne une diminution de la résistance du tissu. Par conséquent, la température du rouleau de pressage à chaud doit être réglée entre le point de fusion et le point de ramollissement de la fibre. Dans le cadre du procédé de test, l'augmentation de la température a amélioré l'effet de fusion de la surface de fibre et a amélioré la liaison entre les fibres. Une température trop élevée modifierait la structure de la fibre pour former un film ayant des cristallinité et orientation médiocres, ce qui entraînerait une diminution de la résistance du tissu. Si la température du rouleau de pressage à chaud est relativement basse, la liaison du filet de fibres serait insuffisante, et le tissu non-tissé fabriqué est mou et pliable, et a une résistance réduite. Et en même temps, le peluchage de la surface est observé.

[0054] Par conséquent, pour améliorer les propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable, la température du rouleau de pressage à chaud a ici été optimisée dans les conditions suivantes : une pression du rouleau de pressage à chaud de 9 MPa et une vitesse du rouleau de pressage à chaud de 32 tours/min. Les réglages d'optimisation sont présentés dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Effets de la température du rouleau de pressage à chaud sur la force du tissu non-tissé entièrement dégradable

[0055]

Température du rouleau de pressage à chaud (°C)	Force longitudinale (N)	Force transversale (N)
135	13, 98	11,91
140	15,73	12,65
145	14,73	12,41

[0056] Le Tableau 8 montre que, lorsque la température du rouleau de pressage à chaud est de 140 °C, l'indice de force du tissu non-tissé entièrement dégradable est le meilleur. Par conséquent, la température optimale du rouleau de pressage à chaud est de 140 °C.

(5) Pression du rouleau de pressage à chaud

[0057] Les forces longitudinale et transversale du produit augmentent avec l'augmentation de la pression du rouleau de pressage à chaud, mais lorsqu'elles dépassent une certaine valeur, les caractéristiques physiques de la fibre adhésive à chaud sont détruites en raison du chauffage et du pressage à chaud excessifs, ce qui entraîne une diminution de la force. La température du passage du rouleau de pressage à chaud a été optimisée ici dans les conditions d'une température du rouleau de pressage à chaud de 140 °C et d'une vitesse du rouleau de pressage à chaud de 32 tours/min. Les réglages d'optimisation sont présentés dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Effets de la pression du rouleau de pressage à chaud sur la force du tissu non tissé entièrement dégradable.

[0058]

Pression du rouleau de pressage à chaud (MPa)	Force longitudinale (N)	Force transversale (N)
6	14, 97	11, 67
7	15, 64	11, 98
9	15,73	12,65

[0059] Comme le montre le tableau 9, lorsque la pression du rouleau de pressage à chaud était de 8 - 9 MPa, l'indice de force du tissu non-tissé entièrement dégradable était le meilleur. Par conséquent, la pression optimale du rouleau de pressage à chaud est de 8 - 9 MPa.

(6) Vitesse linéaire du rouleau de pressage à chaud

[0060] La vitesse linéaire du rouleau de pressage à chaud est étroitement corrélée au temps de contact lors du passage du rouleau de pressage à chaud. La vitesse du rouleau de pressage à chaud pendant le passage du rouleau de pressage à chaud a été optimisée ici dans les conditions d'une température du rouleau de pressage à chaud de 140 °C et d'une pression du rouleau de pressage à chaud de 9 MPa. Les réglages optimisés sont présentés dans le Tableau 10.

Tableau 10 : Effets de la vitesse linéaire du rouleau de pressage à chaud sur la force du tissu non-tissé entièrement dégradable

[0061]

Vitesse linéaire du laminoir (tours/min)	Force longitudinale (N)	Force transversale (N)
31	14, 98	11, 96
32	15, 73	12,65
33	15,34	12,01

[0062] Comme le montre le Tableau 10, lorsque la vitesse linéaire du rouleau de pressage à chaud était de 32 tours/min, l'indice de force du tissu non-tissé entièrement dégradable était le meilleur. Par conséquent, la vitesse linéaire du rouleau de pressage à chaud est avantageusement de 32 tours/min.

[0063] Après le procédé de passage du rouleau de pressage à chaud, le tissu non-tissé de filage-liage présente des points de passage du rouleau de pressage sur la surface et une structure irrégulière, ce qui est principalement dû à la fusion de la fibre liée aux fibres environnantes, et les propriétés initiales de la fibre demeurent dans la zone non liée. Cette structure confère au tissu une bonne souplesse, une bonne perméabilité à l'air et une bonne élasticité.

[0064] Des tests d'épaisseur et de densité surfacique ont été effectués. Le test d'épaisseur se réfère à FZ/T 60004-1991 „Mesure de l'épaisseur des non-tissés"(„Nonwoven thickness measurement"), et utilise un testeur d'épaisseur numérique YG141N pour le test. En ce qui concerne le test de densité surfacique, il se réfère à GB/T 4669-2008 „Textiles - Tissus non-tissés - Détermination du poids par unité de longueur et du poids par unité de surface"(„Textiles - Woven fabrics - Détermination of mass per unit length and mass per unit area"), et utilise une balance électronique de la série XY pour le test.

[0065] Le test du diamètre de fibre a été effectué. La taille et la distribution du diamètre de fibre affectent directement la taille et la distribution des pores du tissu non-tissé, affectant ainsi les performances de filtration des matériaux (rendement de filtration et résistance à la filtration). Il est difficile de mesurer directement le diamètre de fibre, c'est pourquoi le logiciel Smile-view a ici été utilisé pour mesurer le diamètre de la fibre à partir d'images prises par un microscope électronique à balayage du tissu non-tissé afin d'obtenir la taille et la distribution du diamètre de fibre. Les diamètres de fibre ont été mesurés à 50 positions différentes pour chaque échantillon, puis la valeur moyenne a été prise pour réduire l'erreur expérimentale.

[0066] Le test de perméabilité a été réalisé. La perméabilité des matériaux non-tissés dépend de nombreux facteurs, dont la structure des pores et les propriétés aux fluides. En général, plus la taille de pore est grande, plus la porosité est élevée et meilleure est la perméabilité. Conformément à la norme GB/T 13764-1992 „Géotextiles-Méthode d'essai pour la perméabilité à l'air" („Geotextiles - Test method for air permeability"), un appareil de mesure automatique de la perméabilité à l'air YG461E-III a ici été utilisé pour mesurer la perméabilité du tissu. Chaque échantillon a été testé 10 fois, et la valeur moyenne a été prise pour réduire l'erreur expérimentale.

[0067] Sur la base du contenu ci-dessus, les fréquences de la pompe doseuse et du voile de filet ont également été optimisées ici, les réglages d'optimisation étant présentés dans le Tableau 11.

Tableau 11 : Effets de la fréquence de la pompe doseuse et du voile de filet sur l'épaisseur et la densité surfacique du non-tissé entièrement dégradable.

[0068]

Fréquence de la pompe doseuse (Hz)	Fréquence du voile de filet (Hz)	Épaisseur (mm)	Desnité surfacique (g/mm^2)
24	6	0, 42	81
24	7	0,39	72
24	8	0,36	68
26	6	0, 45	83
26	7	0, 41	75
26	8	0,39	71
28	6	0,48	89
28	7	0, 43	79
28	8	0, 40	76

[0069] Le Tableau 11 montre que, lorsque la fréquence de la pompe doseuse est constante, l'épaisseur et la densité surfacique du tissu diminuent avec l'augmentation de la fréquence du voile de filet. Lorsque la fréquence du voile de filet est constante, l'épaisseur et la densité surfacique du tissu ont tendance à augmenter avec l'augmentation de la fréquence de la pompe doseuse, parce que, lorsque la fréquence de la pompe doseuse est constante, le nombre d'étalement de fibres diminue avec l'augmentation de la fréquence du voile de filet, ce qui entraîne une diminution de l'épaisseur et de la densité surfacique du tissu. Lorsque la fréquence du voile de filet est constante, la quantité d'extrusion à l'état fondu par unité de temps et le nombre d'étalement de fibres augmentent avec l'augmentation de la fréquence de la pompe doseuse, de telle sorte que l'épaisseur et la densité surfacique du tissu deviennent plus importantes.

[0070] La taille du diamètre de fibre affecte directement la taille et la distribution du diamètre de pore du tissu. Plus le diamètre de fibre est grand, plus la distribution du diamètre de pore du tissu est irrégulière, et plus le rendement de filtration

est faible. Lorsque la fréquence du voile de filet est de 6Hz, la relation entre la fréquence de la pompe doseuse et le diamètre de fibre est présentée dans le Tableau 12.

Tableau 12 : Effets de la fréquence de la pompe doseuse sur le diamètre de fibre et la perméabilité à l'air.

[0071]

Fréquence de la pompe doseuse (Hz)	Diamètre de fibre (μm)	Perméabilité à l'air (mm/s)
24	11,34	918
26	10,89	908
28	11,04	914

[0072] Comme le montre le Tableau 12, avec l'augmentation de la fréquence de la pompe doseuse, le diamètre de fibre et la perméabilité à l'air ont d'abord tendance à diminuer, puis à augmenter. Sur la base de la relation entre les paramètres technologiques et la perméabilité à l'air du tissu non-tissé de filage-liage, les paramètres technologiques peuvent être modifiés pour changer la perméabilité à l'air du tissu non-tissé de filage-liage dans une certaine mesure.

[0073] En résumé, les matières premières du non-tissé de cette invention, telles que le PLA, le PHBV, le nano-SiO_2, les compatibilisants, les allongeurs de chaîne, etc. sont des matières premières entièrement dégradables. Ainsi, le tissu non-tissé fabriqué peut être entièrement dégradable, et peut être utilisé pour fabriquer des masques médicaux, des draps chirurgicaux et autres consommables médicaux qui ne causeront pas de pollution environnementale après avoir été utilisés et mis au rebut. En même temps, dans cette invention, le PLA est modifié en gradient plusieurs fois, c'est-à-dire que le PLA est copolymérisé et modifié avec de la ε-caprolactone, et le produit est soumis à une modification par mélangeage et à une modification par allongement de chaîne pour changer la structure du PLA, modifiant ainsi les propriétés du polymère. Les paramètres de filage-liage (la température de filage, la température et la pression du rouleau de pressage à chaud, la vitesse du rouleau de pressage à chaud, la fréquence de la pompe doseuse et du voile de filet) sont optimisés pour améliorer les performances du tissu non-tissé, telles que les propriétés mécaniques, le diamètre des fibres, la perméabilité à l'air, la résistance des fibres, etc.

[0074] En l'absence de conflit, les modes de réalisation ci-dessus et les caractéristiques des modes de réalisation peuvent être combinés.

[0075] Les modes de réalisation ci-dessus ne sont que des modes de réalisation préférés de l'invention, et ne sont pas destinés à limiter l'invention. Tous changements, remplacements par des équivalents et modifications effectués sans s'écarter de l'esprit et de la portée de l'invention doivent entrer dans le cadre de l'invention telle que définie par les revendications annexées.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable par filage-liage, caractérisé par le fait qu'il comporte les étapes consistant à :
   S1 ajouter de l'acide lactique, L-LA, et de la ε-caprolactone, ε-CL, dans un réacteur pour obtenir un système réactionnel, le rapport en poids du L-LA à la ε-CL étant de 1 : (2 - 4) ;
   ajouter un catalyseur au système réactionnel, en faisant suivre par une réaction à 130 - 140 °C sous vide pendant 18 - 24 h pour obtenir un produit de copolymérisation brut, le catalyseur représentant 0,1 - 0,2 % du poids total du système réactionnel ; et
   purifier le produit de copolymérisation brut pour obtenir un copolymère statistique caprolactone-acide lactique P-CL-co-LA ;
   S2 sécher de l'acide polylactique, PLA, l'indice de fluidité du PLA à 210 °C étant de 20 - 40 g/10 min ;
   mélanger uniformément le PLA séché et le P-CL-co-LA, en faisant suivre par un mélangeage à l'état fondu à 150 - 160 °C à une vitesse de rotation de 100 - 120 tours/min pour obtenir un mélange, le rapport en poids du PLA séché au P-CL-co-LA étant de (10 - 50) : 1, et le mélangeage à l'état fondu étant effectué pendant 5 - 10 min ; et
   soumettre le mélange à un moulage par compression à 180 - 190 °C et 8 - 10 MPa pour obtenir un PLA modifié copolymérisé ; et
   S3 soumettre le PLA modifié copolymérisé, du poly-3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate, PHBV, du nano-SiO_2, un compatibilisant et un allongeur de chaîne à un mélangeage pour obtenir un mélange de soufflage à l'état fondu, le rapport en poids du PLA modifié copolymérisé au PHBV au nano-SiO_2 au compatibilisant à l'allongeur de chaîne étant de (70 - 85) : (1 - 3) : (0,2 - 0,3) : (0,005 - 0,01) : (0,001 - 0,005);
   introduire le mélange de soufflage à l'état fondu dans une extrudeuse à vis, en faisant suivre par une extrusion à l'état fondu et un pastillage à 160 - 200 °C pour obtenir des pastilles de mélange ; et
   introduire les pastilles de mélange dans l'extrudeuse à vis, en faisant suivre par une extrusion à l'état fondu pour former une matière fondue chaude ; doser et transporter, par une pompe doseuse, la matière fondue chaude dans un ensemble filière ; éjecter la matière fondue chaude par un orifice d'une filière de l'ensemble filière, en faisant suivre

par un refroidissement, un étirage à l'air, un étalement et un passage de rouleau de pressage à chaud-liage pour obtenir un matériau non-tissé ; et soumettre le matériau non-tissé à un enroulement à l'aide d'une machine à enrouler pour obtenir le tissu non-tissé entièrement dégradable.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S1, le produit de copolymérisation brut est purifié par les étapes consistant à:
S11 soumettre le produit de copolymérisation brut à un traitement par ultrasons et/ou à un traitement par micro-ondes, en faisant suivre par une précipitation avec une solution d'éthanol à 90 % v/v ; et
S12 répéter l'étape S11 1 - 2 fois pour obtenir le P-CL-co-LA.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait que le traitement par ultrasons est effectué à une puissance ultrasonore de 250 - 350 W pendant 1,5 - 2,5 h ; et le traitement par micro-ondes est effectué à une puissance micro-ondes de 250 - 350 W pendant 1,5 - 2,5 h.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, le compatibilisant est choisi dans le groupe consistant en l'anhydride maléique, l'anhydride butyrique, l'anhydride stéarique, l'acide tannique et une combinaison de ceux-ci.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par le fait que le compatibilisant est une combinaison d'anhydride maléique, d'anhydride butyrique, d'anhydride stéarique et d'acide tannique dans un rapport en poids de 1 : 2 : 2 : 1.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, la matière fondue chaude est éjectée de l'ensemble filière à une température de 160 - 180 °C.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, le refroidissement est effectué dans un écoulement d'air à une température de 20 - 24 °C et à un débit de 0,8 - 1 m/s.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, la vitesse de l'étirage à l'air est contrôlée à 4500 - 5000 m/min.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, le passage du rouleau de pressage à chaud-liage est effectué à une température de 135 - 145 °C, une pression de 6 - 10 MPa, et une vitesse de rouleau de pressage à chaud de 31 - 33 tours/min.

10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, la fréquence de la pompe de dosage est de 24 - 28 Hz, et la fréquence d'un voile de filet est de 6 - 8 Hz.