

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
—  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
—  
PARIS  
—

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 553 423**

②1 N° d'enregistrement national :

**83 16223**

⑤1 Int Cl<sup>4</sup> : C 08 J 5/18; A 61 G 17/00, 17/04, 17/06;  
C 08 F 116/06; C 08 K 5/05.

①2

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 12 octobre 1983.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 16 du 19 avril 1985.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : Société à responsabilité limitée dite :  
"NEGOCE ET DISTRIBUTION NEDI. — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Jean-Pierre Naude-Filonnière.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Propi Conseils.

⑤4 Film d'alcool polyvinylique à dissolution aqueuse retardée, son procédé de fabrication et ses applications.

⑤7 Film d'alcool polyvinylique à dissolution aqueuse retardée,  
obtenu à partir de résine alcool polyvinylique, saponifiée.

Selon l'invention, ce film est caractérisé en ce que son  
épaisseur est choisie entre 30 et 100  $\mu$  et en ce que la résine  
d'alcool polyvinylique de base contient une proportion en poids  
d'acétate de vinyl résiduel, non saponifié, comprise entre 0,2 et  
0,7 %.

FR 2 553 423 - A1

D

1 La présente invention concerne un film d'alcool polyvinylique à dissolution aqueuse retardée, son procédé de fabrication et ses applications.

On sait que les films d'alcool polyvinylique sont obtenus,  
5 à partir de granulés de résine d'alcool polyvinylique, eux-mêmes obtenus par polymérisation, dissolution aqueuse, puis saponification de l'acétate de vinyl produit par action de l'acide acétique sur l'acétylène. Ces granulés sont ensuite dissous dans de l'eau, chauffés et additionnés  
10 de divers composants et le mélange aqueux obtenu est conformé en film, par exemple par calandrage ou extrusion-soufflage.

D'une manière générale, les films d'alcool polyvinylique sont solubles dans l'eau et l'on sait, au moyen de traitements thermiques ou chimiques par exemple, ajuster la  
15 solubilité d'un film d'alcool polyvinylique en fonction de la température de l'eau dans laquelle ledit film est plongé.

L'objet de la présente invention est de réaliser un film  
20 d'alcool polyvinylique dont la dissolution aqueuse, au lieu d'être pratiquement instantanée comme pour les films connus, soit retardée dans le temps de quelques mois ; le film selon l'invention peut alors être utilisé, entre autres applications, pour la réalisation des linceuls décrits  
25 dans la demande de brevet français n° 82 17063 du 12 Octobre 1982.

A cette fin, selon l'invention, le film d'alcool polyvinylique à dissolution aqueuse retardée, obtenu à partir de résine d'alcool polyvinylique saponifiée, est remarquable en ce que son épaisseur est choisie entre 30 et  
30 100  $\mu\text{m}$  et en ce que la résine d'alcool polyvinylique de base contient une proportion en poids d'acétate de vinyl résiduel, non saponifié, comprise entre 0,2 et 0,7 %.

En effet, on a trouvé que l'on pouvait agir sur la durée  
35 de la dissolution d'un film d'alcool polyvinylique en

- 1 jouant sur la proportion d'acétate de vinyl résiduel non saponifié. En conséquence, en ajustant cette proportion d'acétate de vinyl résiduel en fonction de l'épaisseur du film, il est possible de retarder le début apparent de la dissolution aqueuse.
- 5 Bien entendu, le film d'alcool polyvinylique selon l'invention peut être utilisé pour toutes les applications pour lesquelles on a besoin d'un film à dissolution retardée. Toutefois, comme mentionné ci-dessus, le film conforme à l'invention est particulièrement approprié à
- 10 être utilisé pour réaliser des linceuls, des housses mortuaires, des cuvettes de cercueil, etc... devant présenter une grande résistance mécanique pendant quelques dizaines de jours suivant leur mise en contact avec le corps d'un être mort et correspondant aux manipulations et à la présentation dudit corps avant son ensevelissement, mais entièrement biodégradable après plusieurs
- 15 mois de contact, c'est-à-dire après ensevelissement.

Le film d'alcool polyvinylique selon l'invention peut être obtenu, de façon connue, par extrusion-soufflage

20 ou par calandrage. Toutefois, il semble préférable d'utiliser la méthode du calandrage (coulée continue).

Pour permettre une bonne coulée ou extrusion du mélange de base de résine d'alcool polyvinylique, il est avantageux d'incorporer à ce mélange de base un plastifiant du

25 type de la glycérine.

Lorsque le film obtenu soit par calandrage, soit par extrusion-soufflage, est enroulé en continu en bobine, il est intéressant d'incorporer dans la masse du mélange de base, un agent anti-adhérence tel que des stéarates

30 métalliques et/ou des polyols éthoxylés, afin d'éviter que les différentes spires de la bobine collent les unes aux autres.

1 On pourrait également effectuer, au niveau du bobinage,  
une projection d'amidon ou d'un corps semblable pour  
obtenir un résultat analogue.

De préférence, avant élimination de l'eau servant à la  
5 dissolution aqueuse, la composition en poids du film  
d'alcool polyvinylique selon l'invention est approxima-  
tivement la suivante :

- Résine d'alcool polyvinylique (présentant une proportion  
d'acétate de vinyl résiduel de 0,2 à 0,7 %) : de 45 à 60 %
- 10 - Plastifiant : de 5 à 20 %
- Agents anti-adhérence de 0,05 à 0,2 %
- Eau : quantité suffisante pour la dissolution aqueuse  
de la résine.

Afin de rendre le film obtenu opaque, on peut y ajouter  
15 des opacifiants, tels que le dioxyde de titane et le  
carbonate de calcium, dans une proportion pondérale  
comprise entre 10 et 25 %. On remarquera qu'un tel opaci-  
fiant joue indirectement le rôle de retardateur de  
dissolution aqueuse, puisqu'il influe sur la quantité  
20 initiale d'eau nécessaire à la dissolution aqueuse de la  
résine.

Ainsi, pour obtenir un film selon l'invention, on met en  
oeuvre un procédé dans lequel on utilise une résine  
d'alcool polyvinylique dont la saponification de l'acétate  
25 de vinyl est telle que la proportion en poids d'acétate  
de vinyl résiduel non saponifié, est comprise entre 0,2 %  
et 0,7 % et on réalise un film dont l'épaisseur est com-  
prise entre 30 et 100  $\mu$ .

De plus, il est avantageux que le mélange de base initial,  
30 à partir duquel sera fabriqué ce film, contienne appro-  
ximativement :

- Résine d'alcool polyvinylique : de 45 à 60 %
- Plastifiant de 5 à 25 %

- 1 - Agents anti-adhérence de 0,05 à 0,2 %  
- Eau : quantité suffisante pour la dissolution aqueuse de la résine.

De préférence, le procédé de fabrication du film d'alcool  
5 polyvinylique conforme à la présente invention est du  
type dit "par calandrage", selon lequel on mélange en  
continu tous les composants, y compris l'eau et on  
chauffe le mélange aqueux, puis on épand ledit mélange  
sur une calandre où il est chauffé en vue de son épandage  
10 et de l'évaporation de l'eau.

Selon l'invention, avant épandage sur la calandre, le  
mélange aqueux est chauffé à une température comprise  
entre 80 et 95°C. En effet, on a remarqué que la tempé-  
rature à laquelle le mélange était épandu sur la calandre  
15 avait également une influence sur la solubilité aqueuse  
du film obtenu. La gamme comprise entre 80 et 95°C est  
particulièrement favorable pour le résultat à obtenir.

De préférence, le mélange aqueux est soumis à désaéra-  
tion avant épandage.

- 1 On décrit ci-après un exemple de réalisation particulier.

Pour fabriquer un film de 80  $\mu$  d'épaisseur, on verse dans la cuve d'un mélangeur les produits suivants :

- 57 kg de granulés de résine d'alcool polyvinylique (ayant un taux résiduel d'acétate de vinyl égal à 0,3 %) ;
- 14 kg de glycérine à titre de plastifiant ;
- 17 kg de dioxyde de titane et de carbonate de calcium à titre d'opacifiants ;
- 0,5 kg d'acide borique à titre de stabilisant ;
- 10 - 0,2 kg d'alkyl aryl polyether à titre d'agent mouillant ;
- 0,15 kg de stéarates métalliques et de polyols ethoxylés à titre d'agents anti-adhérence ;
- 11,15 litres d'eau.

- 15 Le mélange aqueux est chauffé à 85°C et après dissolution complète des composants, le mélange est transmis à une cuve de désaération, puis à une calandre d'épandage réglée à l'épaisseur de 80  $\mu$ . La calandre est chauffée pour évaporer l'eau du film et celui-ci est séché, puis enroulé en bobine.

- 20 Pour déterminer les propriétés mécaniques et physiques de ce film, on le soumet à des tests à différents taux d'humidité relative (HR) et à des températures comprises entre 22 et 23°C.

Résistance à la rupture en traction (NF T 54 102)

- |    |                                       |         |
|----|---------------------------------------|---------|
| 25 | - sens longitudinal N/mm <sup>2</sup> | 39 - 49 |
|    | - sens transversal N/mm <sup>2</sup>  | 35 - 43 |

Allongement à la rupture en traction (NF T 54 102)

- |  |                       |           |
|--|-----------------------|-----------|
|  | - sens longitudinal % | 156 - 171 |
|  | - sens transversal %  | 180 - 200 |

1	<u>Perméabilité à la vapeur d'eau</u>	g/dm <sup>2</sup> /24h/25 microns
	a) 18	a) 23°C/100% à 0% * b) 23°C/50% à 75% * c) 23°C/50% à 0% *
	b) 5	
	c) 0,08	

5 \* humidités relatives sur les faces du film.

	<u>Odeur</u>	très faible odeur acétique		
	<u>Perméabilité aux gaz</u>	cc/dm <sup>2</sup> /24h		
		<u>0% HR - 23°C à 6°C</u>	<u>50% HR - 23°C</u>	<u>75% HR - 23°C</u>
	Oxygène		0,08	0,30
10	Dioxyde de carbone -		-	6
	Azote -		-	-
	Hydrogène -		-	-
	Helium -		-	5

15	<u>Hygroscopicité</u>	<u>Pourcentage humidité relative</u>	<u>Pourcentage en gain ou perte de poids</u>
		0	- 6
		35	1
		55	4
		80	10
20		99	33

conditions du test : 96 heures à 32°C en atmosphère saturée.

Par ailleurs, avec ce film, on forme des sacs, dans lesquels sont enfermés des cadavres d'animaux.

25 Les sacs et leur contenu sont ensevelis en terre et des vérifications périodiques ont montré que la résistance mécanique de la matière desdits sacs restait satisfaisante pendant 30 à 60 jours et que ceux-ci disparaissaient progressivement à partir de 180 jours, pour disparaître complètement après 260 jours.

REVENDEICATIONS

- 1 1 - Film d'alcool polyvinylique à dissolution aqueuse retardée, obtenu à partir de résine alcool polyvinylique, saponifiée,
- 5 caractérisé en ce que son épaisseur est choisie entre 30 et 100  $\mu$  et en ce que la résine d'alcool polyvinylique de base contient une proportion en poids d'acétate de vinyl résiduel, non saponifié, comprise entre 0,2 et 0,7%.
- 10 2 - Film d'alcool polyvinylique selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte de la glycérine ou un corps analogue à titre de plastifiant.
- 3 - Film d'alcool polyvinylique selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte dans sa masse au moins un agent anti-adhérence.
- 15 4 - Film d'alcool polyvinylique selon les revendications 2 et 3, caractérisé en ce que, avant élimination de l'eau servant à la dissolution aqueuse, sa composition en poids est approximativement la suivante :
- 20 - Résine d'alcool polyvinylique : de 45 à 60 %  
- Plastifiant : de 5 à 20 %  
- Agents anti-adhérence : de 0,05 à 0,2 %  
- Eau : quantité suffisante pour la dissolution aqueuse de la résine.
- 25 5 - Film d'alcool polyvinylique selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'il comporte au moins un opacifiant dans une proportion pondérale comprise entre 10 et 25 %.

1 6 - Procédé de fabrication d'un film selon l'une quelconque des revendications 1 à 5,

caractérisé en ce qu'on utilise une résine d'alcool polyvinylique dont la saponification de l'acétate de vinyl  
5 est telle que la proportion en poids d'acétate de vinyl résiduel non saponifié est comprise entre 0,2 % et 0,7 % et en ce que l'on réalise un film dont l'épaisseur est comprise entre 30 et 100  $\mu$ .

7 - Procédé de fabrication selon la revendication 6,  
10 caractérisé en ce que l'on part d'un mélange comportant environ :

- Résine d'alcool polyvinylique : de 45 à 60 %
- Plastifiant : de 5 à 20 %
- Agents anti-adhérence : de 0,05 à 0,2 %
- 15 - Eau : quantité suffisante pour la dissolution aqueuse de la résine.

8 - Procédé de fabrication selon la revendication 6 selon lequel on mélange en continu tous les composants, y compris l'eau, et on chauffe le mélange aqueux, puis on  
20 épand ledit mélange sur une calandre où il est chauffé, caractérisé en ce que ledit mélange aqueux, avant épandage sur la calandre, est chauffé à une température comprise entre 80 et 95°C.

9 - Procédé de fabrication selon la revendication 6,  
25 caractérisé en ce que ledit mélange aqueux est soumis à désaération avant épandage.

10 - Application du produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 5,

caractérisé en ce que ledit produit est utilisé

- 1 pour réaliser des linceuls, housses mortuaires, cuvettes de cercueil, etc... devant présenter une grande résistance mécanique pendant quelques dizaines de jours suivant leur mise en contact avec le corps d'un être
- 5 mort, mais entièrement biodégradé après quelques mois de ce contact.