



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

(51) Int. Cl.³: D 04 H 1/64
 C 08 L 101/00
 C 09 J 3/00
 C 08 F 6/16

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein



(12) FASCICULE DU BREVET A5

630 969

(21) Numéro de la demande: 4336/78

(22) Date de dépôt: 21.04.1978

(30) Priorité(s): 22.04.1977 FR 77 12161

(24) Brevet délivré le: 15.07.1982

(45) Fascicule du brevet
publié le: 15.07.1982

(73) Titulaire(s):
Rhône-Poulenc Industries, Paris 8e (FR)

(72) Inventeur(s):
Jean-Claude Daniel, Fontenay-sous-Bois (FR)
Jacques Grossoleil, Paris (FR)
Robert Rouillet, Lyon (FR)

(74) Mandataire:
Kirker & Cie, Genève

(54) Liant à base d'un latex aqueux d'un polymère synthétique pour la fabrication de nontissés.

(57) La teneur du latex en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse est inférieure à 0,5 %, en poids par rapport au polymère.

Il conduit à des nontissés présentant une résistance à la rupture améliorée.

On prépare ce liant en soumettant un latex, obtenu par polymérisation en émulsion, à une ultrafiltration à travers une membrane semi-perméable, de façon à en abaisser suffisamment la teneur en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse.

REVENDEICATIONS

1. Liant à base d'un latex aqueux d'un polymère synthétique pour la fabrication de non-tissés, caractérisé par le fait que la teneur du latex en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse est inférieure à 0,5% en poids par rapport au polymère.

2. Liant selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le polymère est choisi dans le groupe formé par les copolymères de butadiène et de styrène, les copolymères de butadiène et de styrène carboxylés, les copolymères de chlorure de vinyle et d'acrylate d'alkyle, les copolymères de chlorure de vinyle et d'acrylate d'alkyle carboxylés, les copolymères de chlorure de vinyle et de chlorure de vinylidène, les copolymères de chlorure de vinyle et de chlorure de vinylidène carboxylés, les polyacrylates d'alkyle et les polyacrylates d'alkyle carboxylés.

3. Procédé de préparation du liant selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on traite, par ultrafiltration à travers une membrane semi-perméable, un latex dudit polymère synthétique préparé par polymérisation en émulsion aqueuse, pour en abaisser suffisamment la teneur en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé par le fait que la membrane a un seuil de coupure, compris entre 5000 et 100 000, exprimé en valeur de la masse moléculaire de protéines étalons en milieu tamponné neutre.

5. Procédé selon l'une des revendications 3 ou 4, caractérisé par le fait que, au cours de l'ultrafiltration, on maintient la teneur pondérale du latex en matière sèche sensiblement constante par ajout d'eau désionisée.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé par le fait que l'on maintient la teneur pondérale du latex en matière sèche entre 5 et 70%, de préférence entre 45 et 55%.

7. Procédé selon l'une des revendications 3 à 6, caractérisé par le fait qu'à la fin de l'ultrafiltration, on concentre le latex.

La présente invention vise un liant à base d'un latex aqueux d'un polymère synthétique pour la fabrication de non-tissés et notamment de voiles à usage hygiénique. Elle vise également les non-tissés fabriqués au moyen dudit liant.

L'obtention de non-tissés hygiéniques à usage unique tels qu'enveloppes de couches bébé, serviettes périodiques, pansements, etc., s'effectue à partir de voiles préparés par les procédés par voie sèche et par voie humide. L'opération de liage proprement dite ne comprend, dans la plupart des cas, qu'un liage partiel sur une des faces du non-tissé réalisé selon un procédé classique d'impression ou selon l'une des autres techniques connues (liage par précipitation dans la masse, pulvérisation, saturation, etc.).

Dans la plupart des cas, le bain employé lors de l'opération de liage contient le liant à base de latex et un épaississant permettant de régler la viscosité du bain et, partant, le poids du dépôt, éventuellement un agent tensio-actif, et éventuellement un agent antimousse. Le voile lié est ensuite séché dans un four. Comme épaississants, on utilise généralement des carboxyméthylcelluloses ou leurs dérivés, des polyacrylates de sodium ou des émulsions aqueuses d'acides polyacryliques.

Les qualités principales demandées au non-tissé après liage sont la résistance à la rupture, en particulier en milieu humide, la souplesse qui conditionne la qualité du contact avec l'épiderme, et l'aptitude à la thermosoudure à cadence élevée.

Les liants selon l'invention sont à base d'un latex aqueux d'un polymère synthétique dont la teneur en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse est inférieure à 0,5% en poids par rapport au polymère.

Les composés hydrosolubles comprennent essentiellement des sels constitués, par exemple, par des résidus catalytiques, des agents

tensio-actifs, et des composés macromoléculaires tels que, par exemple, des composés carboxylés.

La titulaire a en effet trouvé que, toutes choses égales par ailleurs, une teneur suffisamment faible du latex en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse conduit à des non-tissés présentant une résistance à la rupture améliorée.

Comme polymères synthétiques utilisables sous forme de latex selon l'invention, on peut citer les copolymères de butadiène et de styrène, les copolymères de butadiène et de styrène carboxylés, les copolymères de chlorure de vinyle et d'acrylate d'alkyle, les copolymères de chlorure de vinyle et d'acrylate d'alkyle carboxylés, les copolymères de chlorure de vinyle et de chlorure de vinylidène, les copolymères de chlorure de vinyle et de chlorure de vinylidène carboxylés, les polyacrylates d'alkyle et les polyacrylates d'alkyle carboxylés.

L'évaluation de la teneur du latex en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse se fait à l'aide de la méthode décrite ci-après, qui utilise les propriétés des membranes semi-perméables à seuil de coupure élevé qui laissent passer les composés de faible masse moléculaire et, le cas échéant, les composés macromoléculaires carboxylés et retiennent les particules de polymère.

On soumet le latex à examiner, de teneur pondérale en matière sèche connue t_1 exprimée en pourcentage, à une opération d'ultrafiltration par passage dans un module d'ultrafiltration de laboratoire muni d'une membrane semi-perméable commercialisée par la titulaire sous l'appellation d'Iris 3538. On détermine la teneur pondérale en matière sèche de la première goutte de perméat recueillie t_p , exprimée en pourcentage, qui est égale à celle de la phase aqueuse du latex.

La teneur du latex en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse t_s , exprimée en pourcentage, en poids par rapport au polymère, est donnée par la formule

$$t_s = \frac{t_p (100 - t_1)}{t_1}$$

L'obtention d'un latex utilisable comme liant selon l'invention se fait généralement à partir d'un latex d'un polymère synthétique connu pour être utilisable pour l'imprégnation de voiles non tissés et préparé par tout procédé connu en soi de polymérisation en émulsion aqueuse, en éliminant de ce dernier une quantité suffisante desdits composés hydrosolubles. Cette élimination peut être réalisée, par exemple, par ultrafiltration à travers une membrane semi-perméable. Au cours de l'ultrafiltration, les composés dissous dans la phase aqueuse passent à travers la membrane dans le perméat tandis que se produisent une désorption et une élimination progressives des composés hydrosolubles adsorbés à la surface des particules du latex. L'opération d'ultrafiltration peut être effectuée sur une installation classique telle que celle que l'on rencontre dans l'industrie.

Une telle installation est représentée par la figure de la planche unique de dessin ci-jointe qui en est une vue en coupe verticale. Elle comprend essentiellement un bac 1 contenant le latex à traiter, un bac 2 contenant de l'eau désionisée, un ultrafiltre 3 et une pompe 4. Le bac 2 en charge sur le bac 1 assure l'alimentation en eau désionisée de ce dernier à travers la conduite 5 et la vanne automatique 6, actionnée au moyen du flotteur 7, assure le maintien à niveau constant du bain contenu dans le bac 1. La pompe 4 assure l'écoulement du latex à travers la conduite 8 vers l'ultrafiltre 3. Par la conduite 9 sur laquelle est monté le débitmètre 10, le concentrat délivré par l'ultrafiltre 3 est recyclé dans le bac 1. Un serpentin 11 à circulation de fluide échangeur de chaleur immergé dans le latex contenu dans le bac 1 permet d'en assurer le maintien à température constante. La conduite 12 sert à la mise en régime de l'installation.

L'installation comprend également les vannes d'arrêt 13, 14, 15, 16 et 17 et les manomètres 18 et 19.

La mise en régime de l'installation et le déroulement du procédé s'effectuent comme suit: la vanne 14 étant fermée et la vanne 13 ouverte, on met en marche la pompe 4, puis on ouvre les vannes 14 et 15 et ferme la vanne 13. Par approximations successives, on règle

l'ouverture des vannes 14 et 15 de façon à obtenir le débit de latex souhaité sous la pression voulue, la différence des pressions indiquées par les manomètres 18 et 19 représentant la perte de charge dans l'ultrafiltre 3.

Pour une bonne mise en œuvre de la technique d'ultrafiltration, il est avantageux, selon l'invention, de respecter les conditions suivantes:

— la membrane semi-perméable doit avoir un seuil de coupure élevé, généralement compris entre 5000 et 100 000, exprimé en valeur de la masse moléculaire de protéines étalons en milieu tamponné neutre,

— la vitesse de passage du latex sur la membrane doit être supérieure à 0,5 m/s et de préférence comprise entre 1 et 2 m/s pour éviter le colmatage de celle-ci tout en limitant la perte de charge dans l'ultrafiltre et le cisaillement auquel est soumis le latex,

— la différence des pressions régnant de chaque côté de la membrane doit être comprise entre 0,1 et 6 bar et de préférence entre 1,5 et 3 bar,

— la température du latex doit être comprise entre 0 et 100°C et de préférence entre 0 et 50°C,

— le débit de perméat diminuant quand la teneur pondérale du latex en matière sèche augmente, il est préférable de réaliser l'ultrafiltration à teneur pondérale sensiblement constante et généralement comprise entre 5 et 70% et de préférence entre 45 et 55%, éventuellement après dilution, dans le cas notamment où la viscosité du latex est très élevée,

— l'arrêt de l'installation doit être suivi d'un cycle de rinçage à l'eau pure suffisant, pour éviter le colmatage irréversible et donc la destruction de la membrane.

Dans le cas où le latex présente une stabilité mécanique insuffisante pour supporter le traitement d'ultrafiltration sans donner lieu à la formation d'agglomérats, on peut opérer en amenant au préalable le latex à un pH alcalin de valeur comprise généralement entre 7,5 et 9,5. A la fin de l'ultrafiltration, le latex peut être concentré, si besoin est, jusqu'à une teneur en matière sèche convenable pour l'utilisation prévue.

Les exemples qui suivent sont destinés à illustrer l'invention.

Exemples 1 à 4

Les exemples 1 et 3 sont donnés à titre comparatif. Les exemples 2 et 4 sont selon l'invention.

On réalise le liage partiel sur une face d'un voile de carde en viscosse de denier 1,5 et de longueur 40 mm. Le voile de carde est mis en contact avec le bain de liage, puis comprimé entre deux cylindres qui assurent la pénétration du liant dans le voile. Le voile est ensuite séché dans un four tunnel à la température de 150°C pendant 2 min.

Le voile ainsi traité est examiné au point de vue résistance à la rupture, rigidité et aptitude à la thermosoudure à l'aide des méthodes suivantes:

Résistance à la rupture: Elle est déterminée au moyen d'un dynamomètre connu industriellement sous l'appellation Lhomargy.

Les conditions de la mesure sont les suivantes:

- Dimensions des éprouvettes 5 × 20 cm
- Vitesse de traction 10 cm/min
- Distance initiale entre mâchoires 15 cm.

Les mesures sont faites dans le sens longitudinal et dans le sens transversal. Elles sont faites à sec. Elles sont également faites à l'humide, c'est-à-dire immédiatement après immersion des éprouvettes pendant 15 min dans l'eau à 37°C.

Rigidité Cantilever: Elle est déterminée selon la norme ASTM D 1388. Les mesures sont faites dans le sens longitudinal et dans le sens transversal.

Aptitude à la thermosoudure: Elle est déterminée au moyen du dynamomètre Lhomargy, par mesure de la résistance à l'arrachement de deux échantillons soudés de voiles non tissés dont la soudure a été réalisée entre des mâchoires mobiles portées à 150°C et tournant à 100 tr/min. Les conditions de la mesure sont les suivantes:

- Largeur des éprouvettes 5 cm
- Vitesse de traction 10 cm/min.

Les mesures sont faites sur deux échantillons soudés par leur face enduite et sur deux échantillons soudés par leur face non enduite.

Le tableau 1 indique, pour chaque exemple, la référence des latex aqueux utilisés comme liants, la nature du polymère dont ils sont composés et leur teneur en composés hydrosolubles dissous dans la phase aqueuse, en poids par rapport au polymère.

Tableau 1

	Référence	Nature du polymère	Teneur en composés hydrosolubles en poids par rapport au polymère (%)
Exemple 1	A	Copolymère de chlorure de vinyle et d'acrylate de butyle carboxylé contenant en poids 39% de chlorure de vinyle, 59% d'acrylate de butyle et 2% d'acide carboxylique éthylénique	2,25
Exemple 2	B	Copolymère de chlorure de vinyle et d'acrylate de butyle carboxylé contenant en poids 39% de chlorure de vinyle, 59% d'acrylate de butyle et 2% d'acide carboxylique éthylénique	0,25
Exemple 3	C	Copolymère de butadiène et de styrène carboxylé contenant en poids 43% de butadiène, 53% de styrène et 4% d'acides carboxyliques éthyléniques	4,7
Exemple 4	D	Copolymère de butadiène et de styrène carboxylé contenant en poids 43% de butadiène, 53% de styrène et 4% d'acides carboxyliques éthyléniques	0,3

Les latex B et D utilisés dans les exemples selon l'invention ont été obtenus respectivement à partir du latex A à 55% en poids de matière sèche et du latex C à 50% en poids de matière sèche utilisés dans les exemples comparatifs, en faisant subir à ces derniers le

traitement d'ultrafiltration explicité ci-après. Ce traitement est appliqué sur le latex amené au préalable à une teneur pondérale en matière sèche de 50% par addition d'eau désionisée dans le cas de l'exemple 2 et sur le latex tel quel dans le cas de l'exemple 4.

L'ultrafiltration est réalisée dans une installation développant une surface d'ultrafiltration de 0,7 m², équipée d'une membrane dont le seuil de coupure est de 20 000, commercialisée par la titulaire sous l'appellation d'Iris 3538, et alimentée par une pompe pouvant débiter 6 m³/h sous une pression de 3 bar. Pendant l'ultrafiltration, la teneur

du latex en matière sèche est maintenue constante au moyen d'eau désionisée.

Le tableau 2 indique, pour chaque exemple selon l'invention, la durée d'ultrafiltration.

Tableau 2

	Durée d'ultrafiltration (h)
Exemple 2	9
Exemple 4	12

A la fin de l'ultrafiltration, le latex B est concentré jusqu'à sa teneur initiale de 55% en poids de matière sèche. Après vidange, l'installation est abondamment rincée à l'eau. On constate que le colmatage de la membrane est nul.

une teneur en matière sèche de 40% en poids, puis additionnés de polyacrylate de soude jusqu'à ce que leur viscosité soit d'environ 1000 cPo.

Les latex A, B, C et D sont dilués avec de l'eau désionisée jusqu'à

Le tableau 3 indique les résultats obtenus pour chaque exemple. Il indique également le poids du voile non tissé et celui de liant déposé.

Tableau 3

	Exemple 1	Exemple 2	Exemple 3	Exemple 4
Poids du voile non tissé (g/m ²) Poids de liant déposé (g/m ²)	16,4±0,6 4,2	15,8±0,5 3,9	17±1 4,5	18,0±0,5 4,5
Résistance à la rupture (g/5 cm) — sens longitudinal — à sec — à l'humide — sens transversal — à sec — à l'humide	3000±120 1100±70 375±30 85±10	3100±200 1180±70 435±50 125±10	3180±200 1300±100 485±50 95±5	3350±300 1500±60 520±65 140±10
Rigidité Cantilever (mg/cm) — sens longitudinal — sens transversal	56±2 7±1	56±2 7±1	80±5 9±1	80±5 9±1
Aptitude à la thermosoudure (g/5 cm) — faces enduites — faces non enduites	190±15 245±20	195±15 260±20	220±15 275±20	230±15 280±20

On voit que les latex B et D utilisés comme liants selon l'invention conduisent à des voiles non tissés présentant de meilleures propriétés

de résistance à la rupture, en particulier en milieu humide, que ceux liés au moyen des latex A et C.

