(19) CONFÉDÉRATION SUISSE
INSTITUT FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

(11) CH 718 782 A2

(51) Int. Cl.: D04H 3/011 (2012.01)
C08J 5/18 (2006.01)
C08L 67/04 (2006.01)
A41D 13/11 (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: 00222/22

(22) Date de dépôt: 04.03.2022

(43) Demande publiée: 30.12.2022

(30) Priorité: 28.06.2021
CN 202110721515.0

(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) TISSU NON-TISSÉ ENTIÈREMENT DÉGRADABLE OBTENU PAR EXTRUSION-SOUFFLAGE ET APPLICATION DE CELUI-CI À LA FABRICATION DE MASQUES MÉDICAUX.

(57) Un tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu par un procédé d'extrusion-soufflage à l'état fondu et son application dans la fabrication de masques médicaux. Le tissu non-tissé entièrement dégradable est obtenu par les étapes de : (S1) préparation d'un copolymère statistique caprolactone-acide lactique ; (S2) préparation d'un acide polylactique modifié copolymérisé (PLA) ; et (S3) fabrication d'un tissu non-tissé par extrusion-soufflage. Le PLA est modifié plusieurs fois en gradient, puis mélangé à d'autres matières dégradables pour produire le tissu non-tissé par extrusion-soufflage. Le tissu non-tissé a d'excellentes performances et peut être complètement dégradé sans causer de pollution environnementale.

Description

DOMAINE TECHNIQUE

[0001] La présente invention concerne les tissus non-tissés, en particulier un tissu non-tissé entièrement dégradable, obtenu par extrusion-soufflage et une application de celui-ci dans la fabrication de masques médicaux.

ARRIÈRE-PLAN TECHNOLOGIQUE

[0002] Les tissus non-tissés sont composés de fibres directionnelles ou à répartition aléatoire, et sont considérés comme étant une nouvelle génération de matériaux respectueux de l'environnement. Ils sont respirants et minces, flexibles, non combustibles, non toxiques et non irritants, et ont un faible coût.

[0003] L'extrusion-soufflage est un procédé de fabrication d'un tissu non-tissé directement à partir d'un polymère, dans lequel le soufflage d'air à haute vitesse et à haute température est utilisé pour faire se solidifier progressivement un filet fondu de polymère afin d'obtenir encore des fibres ultrafines. Ce procédé a été largement utilisé dans le procédé de fabrication de tissus non-tissés.

[0004] Malheureusement, les tissus non-tissés d'extrusion-soufflage existants provoqueront une pollution de l'environnement en raison de l'utilisation de polypropylène non dégradable comme matière première. À cet égard, plusieurs solutions ont été proposées dans l'état antérieur de la technique pour préparer un tissu non-tissé d'extrusion-soufflage à partir de matériaux dégradables. La demande de brevet chinois n° 202011528027.X divulgue „un non-tissé de soufflage à l'état fondu, dégradable, pour des masques“, mais elle ne mentionne que la composition du tissu non-tissé, et ne fournit pas de procédé spécifique pour transformer la matière première en un tissu non-tissé à l'aide du procédé de soufflage à l'état fondu. Par conséquent, le fait de savoir si la matière première peut être transformée en masques par un procédé de soufflage à l'état fondu reste encore indéterminé.

RÉSUMÉ

[0005] L'objectif de la présente invention est de proposer un tissu non-tissé entièrement dégradable, obtenu par extrusion-soufflage et une application de celui-ci dans la fabrication de masques médicaux, le tissu non-tissé étant préparé à partir d'acide polylactique (PLA) qui subit de multiples modifications en gradient et d'autres matériaux dégradables par le procédé d'extrusion-soufflage. Le tissu non-tissé selon la présente invention a d'excellentes performances, et peut être complètement dégradé sans causer de pollution environnementale.

[0006] Les solutions techniques de la présente invention sont décrites comme suit.

[0007] La présente invention a d'abord pour objet un procédé de fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable par extrusion-soufflage, caractérisé par le fait qu'il comprend les étapes consistant à :

(S1) ajouter de l'acide lactique (L-LA) et de la εcaprolactone (ε-CL) dans un récipient de réaction pour obtenir un système réactionnel, le rapport en poids de l'acide lactique (L-LA) à la ε-caprolactone (ε-CL) dans le système réactionnel étant de 1 : (2 à 4) ;
ajouter un catalyseur au système réactionnel, en faisant suivre par une réaction à 130 - 140°C sous vide pendant 18 - 24 heures pour obtenir un produit de copolymérisation brut, le catalyseur représentant 0,1 - 0,2 % en poids d'un 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) ; mélanger le PLA séché et le P(CL-co-LA) de manière uniforme, en faisant suivre par un mélangeage à l'état fondu à une température de 180 - 190 °C et à une vitesse de rotation de 50 - 100 tours/min pour obtenir un mélange, le rapport en poids du PLA au P(CL-co-LA) étant de (9 - 99) : 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 finalement 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 (80 - 95) : (1 - 5) : (0,1 - 0,2) : (0,001 - 0,005): (0,001 - 0,01) ; 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 une température de 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 et une plastification pour obtenir un produit d'extrusion à l'état fondu, et transporter le produit d'extrusion à l'état fondu dans un ensemble filière, et éjecter le produit d'extrusion à l'état

fondu par un orifice d'une filière de l'ensemble filière, en faisant suivre par un refroidissement et un étirage à l'air chaud pour former un matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu sur un dispositif de collecte, et soumettre le matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu à un traitement par électret pour obtenir le tissu non-tissé entièrement dégradable.

[0008] Selon un premier aspect, la présente invention concerne un tissu non-tissé, entièrement dégradable, obtenu par extrusion-soufflage, le tissu non-tissé entièrement dégradable étant fabriqué par les étapes consistant à :

(S1) ajouter de l'acide lactique (L-LA) et de la εcaprolactone (ε-CL) dans un récipient de réaction pour obtenir un système réactionnel, le rapport en poids de l'acide lactique (L-LA) à la ε-caprolactone (ε-CL) dans le système réactionnel étant de 1 : (2 à 4), de préférence de 1 : 3 ;
ajouter un catalyseur au système réactionnel en faisant suivre par une réaction à 130 - 140 °C sous vide pendant 18 - 24 heures pour obtenir un produit de copolymérisation brut, le catalyseur représentant 0,1 - 0,2 % en poids du poids total du système réactionnel, et le catalyseur comprenant, de préférence, un catalyseur à base N,N-donneur zinc guanidine ; et
purifier le produit de copolymérisation brut, en faisant suivre par un séchage à 40 - 50 °C dans une étuve de séchage sous vide pour obtenir un copolymère statistique caprolactone-acide lactique P(CL-co-LA) ;

(S2) sécher de l'acide polylactique (PLA) ;
mélanger un PLA séché et le P(CL-co-LA) de manière uniforme en faisant suivre par un mélangeage à l'état fondu à une température de 180 - 190 °C et à une vitesse de rotation de 50 - 100 tours/min pour obtenir un mélange, le rapport en poids du PLA au P(CL-co-LA) étant de (9 à 99) : 1, et le mélange à l'état fondu étant effectué pendant 5 - 10 min, de préférence pendant 8 min ; et
soumettre le mélange à un moulage par compression à 180 - 190 °C et à 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 agent 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 (80 - 90) : (1 - 3) : (0,2 - 0,3) : (0,005 - 0,01) : (0,001 - 0,005); et le PLA modifié copolymérisé étant coupé en tranches et séché à 60 °C pendant 24 - 48 heures pour réduire la teneur en eau à moins de 0,025 % avant le mélangeage ; 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 et une plastification pour obtenir un produit d'extrusion à l'état fondu ; doser de manière précise et transporter, par une pompe doseuse, le produit d'extrusion à l'état fondu jusqu'à un ensemble filière, et éjecter le produit d'extrusion à l'état fondu par un orifice d'une filière de l'ensemble filière, en faisant suivre par un refroidissement et un étirage à l'aide d'un écoulement d'air chaud à haute vitesse et à haute pression pour former un matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu sur un dispositif de collecte (tel qu'une plaque de réception) ; et soumettre le matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu à un traitement par électret, à une coupe, à un enroulement et à un formage pour obtenir le tissu non-tissé entièrement dégradable.

[0009] Dans un mode de réalisation particulier, à 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 un produit de copolymérisation purifié.

[0010] Dans un mode de réalisation particulier, le traitement par ultrasons est effectué à une puissance ultrasonique de 200 - 300 W pendant 1 - 1,5 h ; et le traitement par micro-ondes est effectué à une puissance micro-ondes de 200 - 300 W pendant 0,5 - 1 h.

[0011] Dans un mode de réalisation particulier, à l'étape (S3), le compatibilisant est choisi dans le groupe constitué par l'anhydride maléique, l'anhydride butyrique, l'anhydride stéarique, l'acide tannique et une combinaison de ceux-ci.

[0012] Dans un mode de réalisation particulier, 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.

[0013] Dans un mode de réalisation particulier, à l'étape (S3), l'allongeur de chaîne est un allongeur de chaîne époxy multifonctionnel (allongeur de chaîne Joncryl® ADR) .

[0014] Dans un mode de réalisation particulier, à l'étape (S3), la distance entre l'orifice de la filière de l'ensemble filière et le dispositif de collecte est de 30 - 50 cm.

[0015] Dans un mode de réalisation particulier, la fréquence d'extrusion de l'orifice de la filière est de 1,5 Hz - 2,5 Hz.

[0016] Dans un mode de réalisation particulier, la température de l'écoulement d'air chaud à haute vitesse et à haute pression est de 240 - 260°C.

[0017] Dans un mode de réalisation particulier, à l'étape (S2), l'indice de fluidité du PLA à 210 °C est de 20 et 40 g/10 min.

[0018] Dans un mode de réalisation particulier, à l'étape (S3), un matériau d'électret utilisé dans le traitement par électret est obtenu par électret corona ; et le traitement par électret est effectué à une tension d'électret de 30 - 40 kV et à une distance d'électrode de 2 - 4 cm pendant 1 - 2 min.

[0019] Dans un second aspect, la présente invention concerne également une application du tissu non-tissé entièrement dégradable à la fabrication d'un masque médical.

[0020] Par comparaison avec l'état antérieur de la technique, la présente invention a les effets bénéfiques suivants.

[0021] Dans la présente invention, les matières premières du tissu non-tissé sont toutes entièrement dégradables, de telle sorte que le tissu non-tissé ne polluera pas l'environnement après son utilisation. De plus, la matière première PLA subit de multiples modifications en gradient avant d'être utilisée dans la fabrication du tissu non-tissé, et de façon spécifique, le PLA est d'abord soumis à une modification par mélangeage, puis soumis à une modification par mélangeage et à une modification par allongement de chaîne pour modifier la structure, modifiant ainsi les propriétés du PLA. L'introduction du traitement par ultrasons/micro-ondes et du traitement par électret au cours du procédé de modification, ainsi que l'optimisation de divers paramètres de soufflage à l'état fondu, améliorent significativement les performances du tissu non-tissé.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE D'EXEMPLES

[0022] Afin de rendre plus clairs les objectifs, les solutions techniques et les avantages de la présente invention, cette dernière sera décrite plus en détail ci-après avec référence aux modes de réalisation.

Exemple 1

[0023] Il est proposé ici un tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu par extrusion-soufflage, qui est fabriqué par les étapes suivantes :

(S1) Préparation d'un copolymère statistique caprolactone-acide lactique P(CL-co-LA).

[0024] Addition d'acide lactique (L-LA) et de ε-caprolactone (ε-CL) dans un récipient de réaction pour obtenir un système réactionnel, le rapport en poids de l'acide lactique (L-LA) à la ε-caprolactone (ε-CL) dans le système réactionnel étant de 1 : (2 à 4), de préférence de 1 : 3.

[0025] Addition d'un catalyseur au système réactionnel en faisant suivre par une réaction à 130 - 140 °C sous vide pendant 18 - 24 heures pour obtenir un produit de copolymérisation brut, le catalyseur représentant 0,1 - 0,2 % en poids du poids total du système réactionnel, et le catalyseur comprenant, de préférence, un catalyseur à base de N,N-donneur guanidine zinc, qui a les avantages de la nontoxicité et d'une méthode de synthèse simple. Par comparaison avec un catalyseur courant dans une production d'acide polylactique - l'octoate stanneux, un catalyseur à base de N,N-donneur guanidine zinc a une meilleure activité pour donner un polymère d'ultra-haute masse moléculaire et une vitesse de réaction catalytique plus rapide. Le polymère obtenu a une meilleure stabilité de matière et une masse moléculaire élevée.

[0026] Purification du produit de copolymérisation brut en faisant suivre par un séchage à 40 - 50 °C, de préférence à 45 °C, dans une étuve de séchage sous vide pour obtenir le copolymère statistique caprolactone-acide lactique P(CL-co-LA). L'étape de purification du produit de copolymérisation brut comprend notamment les opérations 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 un produit de copolymérisation purifié.

[0027] Dans un mode de réalisation particulier, le traitement par ultrasons est effectué à une puissance ultrasonique de 200 - 300 W pendant 1 - 1,5 h ; et le traitement par micro-ondes est effectué à une puissance micro-ondes de 200 - 300 W

pendant 0,5 - 1 h. Par conséquent, la capacité d'écoulement à l'état fondu de l'acide polylactique (PLA) est améliorée par la modification de copolymérisation de l'étape (S1).

(S2) Préparation de PLA modifié copolymérisé.

[0028] Séchage de l'acide polylactique (PLA), l'indice de fluidité du PLA à 210 °C étant de 20 - 40 g/10 min.

[0029] Mélange uniforme du PLA séché et du (P(CL-co-LA)) en faisant suivre par un mélangeage à l'état fondu à une température de 180 - 190 °C et à une vitesse de rotation de 50 - 100 tours/min. pour obtenir un mélange, dans lequel le rapport en poids du PLA au P(CL-co-LA) est de (9 à 99) : 1, et le mélangeage à l'état fondu est effectué pendant 5 - 10 min.

[0030] Le mélange est soumis à un moulage par compression à 180 - 190 °C et 8 - 10 MPa pour obtenir le PLA modifié copolymérisé.

(S3) Préparation d'un tissu non-tissé par extrusion-soufflage.

[0031] Opération consistant à 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 de poids du PLA modifié copolymérisé au PHBV au nano SiO_2 au compatibilisant à l'allongeur de chaîne étant de (80 - 95) : (1 - 5) : (0,1 - 0,2) : (0,001 - 0,005): (0,001 - 0,01) ; et le PLA modifié copolymérisé est coupé en tranches et séché à 60 °C pendant 24 - 48 heures pour réduire la teneur en eau à moins de 0,025 % avant le mélangeage. Le compatibilisant est choisi dans le groupe constitué par l'anhydride maléique, l'anhydride butyrique, l'anhydride stéarique, l'acide tannique et une combinaison de ceux-ci. De préférence, 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 : 1 : 1 : 1. L'allongeur de chaîne est un allongeur de chaîne époxy multifonctionnel (allongeur de chaîne Joncryl® ADR).

[0032] Introduction du 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.

[0033] Introduction des pastilles de mélange dans l'extrudeuse à vis, en faisant suivre par une extrusion à l'état fondu et une plastification pour obtenir un produit d'extrusion à l'état fondu ; dosage précis et transport, par une pompe doseuse, du produit d'extrusion à l'état fondu dans un ensemble filière, et éjection du produit d'extrusion à l'état fondu par un orifice d'une filière de l'ensemble filière, en faisant suivre par un refroidissement et un étirage à l'aide d'un écoulement d'air chaud à haute vitesse et à haute pression pour former un matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu sur un dispositif de collecte (tel qu'une plaque de réception), et opération consistant à soumettre le matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu à un traitement par électret, à une découpe, à un enroulement et à un formage pour obtenir le tissu non-tissé entièrement dégradable. La distance de l'orifice de la filière de l'ensemble filière au dispositif de collecte est 30 - 50 cm. La fréquence d'extrusion de l'orifice de la filière est 1,5 Hz - 2,5 Hz. La température de l'écoulement d'air chaud est 240 - 260 °C. Un matériau d'électret utilisé dans le traitement par électret est obtenu par électret corona et le traitement par électret est effectué à une tension d'électret de 30 - 40 kV et à une distance d'électrode de 2 - 4 cm pendant 1 - 2 min.

[0034] Dans l'étape (S1) de cet exemple, le produit de copolymérisation brut peut être soumis à un traitement par ultrasons et/ou à un traitement par micro-ondes pour une purification auxiliaire, augmentant par là le rendement du produit modifié copolymérisé, c'est-à-dire de P(CL-co-LA). Dans ce qui suit, les étapes de purification auxiliaire du produit de copolymérisation brut sont optimisées par réglage de différentes méthodes et conditions de purification du produit de copolymérisation brut. Des réglages spécifiques sont présentés dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Influence de conditions de purification assistée sur le rendement du P(CL-co-LA)

[0035]

Conditions de purification assistée	Rendement moyen de P (CL-co-LA) (%)
-	81 %
Traitement par ultrasons (puissance de 300 W, durée de traitement de 1 h)	92 %
Traitement par micro-ondes (puissance de 250 W, durée de traitement de 1 h)	85 %
Traitement par ultrasons + Traitement par micro-ondes	95 %

Note : „-“ signifie que le produit de copolymérisation brut n'est soumis à aucun traitement de purification auxiliaire, et que le produit de copolymérisation brut est directement utilisé en tant que P(CL-co-LA).

[0036] Il ressort du Tableau 1 que, lorsqu'aucune méthode de purification auxiliaire n'est utilisée, le rendement moyen du copolymère statistique caprolactone-acide lactique P(CL-co-LA) est seulement d'environ 81 %. Un traitement par ultrasons ou un traitement par micro-ondes peut améliorer le rendement du produit dans une certaine mesure, et le rendement du

produit est le plus élevé après que les deux traitements ont été effectués. Par conséquent, dans l'étape (S11), le produit de copolymérisation brut est, de préférence, soumis au traitement par ultrasons et au traitement par micro-ondes, et le traitement par ultrasons est effectué à une puissance ultrasonique de 300 W pendant 1 h ; et le traitement par micro-ondes est effectué à une puissance micro-ondes de 250 W pendant 1 h.

[0037] En outre, cet exemple optimise également le rapport en poids du PLA au P(CL-co-LA) dans l'étape (S2) (c'est-à-dire PLA/P(CL-co-LA)), ce qui permet de discuter d'un effet du rapport en poids sur la résistance à la traction et la température de transition vitreuse du PLA modifié copolymérisé pour obtenir le PLA modifié copolymérisé avec les meilleures performances. Le Tableau 2 présente des réglages optimisés. Dans ce Tableau 2, un essai de résistance à la traction du PLA modifié copolymérisé est effectué selon la méthode d'essai de résistance à la traction GB/T 1040-2006, et la vitesse de traction est de 10 mm/min. Pour un test de la température de transition vitreuse du PLA modifié copolymérisé, l'essai d'analyse mécanique dynamique (DMA) est adopté. La méthode consiste à adopter un mode d'étirage de film, la fréquence est de 1 Hz, l'allure de chauffage est de 3 °C/min, et l'amplitude est de 15 µm.

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

[0038]

PLA /P(CL-co-LA)	Résistance à la traction (MPa)	Température de transition vitreuse (°C)
100/0	61	81
99/1	73	65
97/3	66	72
95/5	60	73
90/10	51	81

[0039] Il ressort du Tableau 2 que, lorsque la teneur en P(CL-co-LA) augmente, la résistance à la traction du mélange augmente d'abord, puis diminue. Lorsque la fraction pondérale de P(CL-co-LA) est inférieure (1 %), le P(CL-co-LA) est dispersé de manière uniforme entre les chaînes moléculaires de PLA, occupant les espaces entre les chaînes moléculaires de PLA, et les chaînes moléculaires sont plus étroitement regroupées. Par conséquent, la résistance à la traction du PLA modifié copolymérisé est améliorée. Lorsque la quantité de P(CL-co-LA) ajoutée continue d'augmenter, le P(CL-co-LA) se fusionnera et la plastification jouera un rôle prépondérant à ce moment-là. Par conséquent, la résistance à la traction du PLA modifié copolymérisé diminue avec l'augmentation de l'addition de P(CL-co-LA). Après avoir testé le PLA modifié copolymérisé par DMA, on constate que la température de transition vitreuse diminue d'abord et augmente ensuite. Lorsque le rapport en poids du PLA modifié copolymérisé au P(CL-co-LA) est de 99/1, la température de transition vitreuse est la plus basse, ce qui indique que l'addition d'une petite quantité de P(CL-co-LA) peut jouer un rôle de lubrification interne et abaisser la température de transition vitreuse. Ce résultat est en accord avec le résultat d'étirage. En résumé, dans l'étape (S2), le PLA et le P(CL-co-LA) sont mélangés uniformément selon un rapport en poids de 99 : 1.

[0040] Dans un exemple, 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 conduit encore à une diminution de la masse moléculaire et à un élargissement de la distribution de la masse moléculaire du PLA, conduisant à une masse moléculaire et à une distribution de la masse moléculaire qui ne conviennent pas aux exigences du filage. Par ailleurs, un canal de fluide de polymère est fermé pendant un procédé de filage à l'état fondu. Lorsque le polymère est fondu par la chaleur, la présence d'humidité non seulement affectera la viscosité et l'état d'extrusion du fluide du polymère après la fusion, mais encore peut former de nombreuses minuscules bulles dans le polymère. Les bulles peuvent provoquer une rupture du fil pendant un procédé d'étirage et avoir des effets extrêmement défavorables sur les propriétés mécaniques et le diamètre d'une fibre d'un produit.

[0041] La teneur en humidité, la durée de séchage et la température de séchage d'une tranche sont les principaux facteurs affectant la dégradation thermique du PLA. Plus la teneur en humidité de la tranche est élevée, plus le degré de dégradation est important et plus la vitesse de dégradation est rapide ; plus la durée de séchage est longue, plus le degré de dégradation est important ; plus la température de séchage est élevée, plus la vitesse de dégradation est rapide, plus le degré de dégradation est important. Par conséquent, à l'étape (S3), le PLA modifié copolymérisé doit être séché avant d'être mélangé pour réduire la teneur en eau du PLA modifié copolymérisé. Le Tableau 3 présente le mode de réglage optimal des conditions de tranchage et de séchage pour le PLA modifié copolymérisé lorsque la température de séchage est de 60 °C.

Tableau 3 : Influence de la durée de séchage à 60 °C sur la teneur en eau de la tranche du PLA modifié copolymérisé

[0042]

Durée de séchage (h)	Teneur moyenne en eau de la tranche du PLA modifié copolymérisé
12	0,135%
24	0,073%
36	0,057%
48	0,015%

[0043] Par conséquent, dans l'étape (S3), on préfère sécher la tranche du PLA modifié copolymérisé à 60 °C pendant 48 heures pour réduire la teneur en eau de la tranche du PLA modifié copolymérisé à 0,025 % tout en évitant une dégradation thermique.

[0044] En même temps, dans l'étape (S3), le PLA modifié copolymérisé, le PHBV (copolymère de 3-hydroxybutyrate et de 3-hydroxyvalérate), le nano SiO_2, le compatibilisant et l'allongeur de chaîne sont mélangés pour effectuer une modification par mélangeage et une modification par allongement de chaîne. Dans le procédé pour obtenir ensuite des mélanges de soufflage à l'état fondu, cet exemple optimise également les proportions des composants pour étudier comment cela affecte les propriétés du tissu non-tissé entièrement dégradable final. Le Tableau 4 présente l'effet du rapport en poids du PLA modifié copolymérisé et du PHBV sur les performances du tissu non-tissé entièrement dégradable.

Tableau 4 : Rapport en poids du PLA modifié copolymérisé/PHBV/compatibilisant/allongeur de chaîne/SiO_2

[0045]

Numéro	PLA modifié copolymérisé	PHBV	Compatibilisant	Allongeur de chaîne	Nano SiO_2
1	100	-	-	-	-
2	95	5	0,005	0, 01	0,2
3	90	4	0,005	0, 01	0,2
4	85	3	0,005	0, 01	0,2
5	80	1	0,005	0, 01	0,2

[0046] Sur cette base, un testeur de résistance YG028-500 est utilisé pour tester les propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu finalement. Les résultats sont présentés dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Influence du rapport en poids du PLA modifié copolymérisé au PHBV sur les propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable.

[0047]

Échantillons	Force longitudinale (N)	Force transversale (N)	Allongement longitudinal (%)	Allongement transversal (%)
1	12, 04	7, 61	15, 08	17,40
2	11,78	7,54	27,16	32,78
3	11,54	7,53	45,44	47,57
4	11,24	7, 14	51,27	49, 48
5	10,24	6, 98	67,15	61,28

[0048] Dans le procédé de mélangeage, d'extrusion, de moulage par injection, de filage, etc., sous l'effet de la chaleur, de l'humidité et des impuretés, la chaîne macromoléculaire du PLA sera rompue, ce qui entraînera une diminution des performances du matériau, et des groupes terminaux actifs (groupes carboxyle terminaux et groupes hydroxyle terminaux) sont générés aux ruptures de la chaîne moléculaire du PLA. L'allongeur de chaîne s'appuie sur ses propres groupes époxy actifs pour produire des réactions de couplage et de ramification avec les groupes terminaux actifs générés aux ruptures

de chaîne moléculaire, augmentant par là la longueur de la chaîne moléculaire pour obtenir des ramifications à chaînes plus longues, et pour augmenter la stabilité de traitement du PLA.

[0049] Il ressort du Tableau 5 qu'avec l'addition de PHBV, la force transversale et la force longitudinale du tissu non-tissé entièrement dégradable diminuent légèrement, mais que l'allongement longitudinal et l'allongement transversal augmentent fortement, ce qui indique que le mélangeage de PHBV et de PLA de modification par copolymérisation peut faire jouer leurs avantages de performance. En même temps, l'addition d'une petite quantité de nano SiO_2 avec une bonne dispersibilité peut jouer un rôle positif dans le renforcement et l'amélioration de la ténacité. Du point de vue de la micromécanique, ceci peut permettre de disperser des nanoparticules rigides dans le polymère. Lorsque le polymère est soumis à une force externe, un effet de concentration des contraintes est généré en raison de la présence des particules inorganiques rigides, ce qui stimule facilement le polymère environnant pour la production de microfissures (ou d'un fendillement), absorbant un certain travail de déformation. En même temps, le polymère entre les particules subit un fluage et produit un écoulement plastique et une déformation plastique, absorbant une énergie d'impact. En outre, l'existence de particules rigides entrave et passive la propagation des fissures du polymère, laquelle finit par s'arrêter et ne se développe pas en une fissuration destructrice, ce qui entraîne un effet de renforcement et d'amélioration de la ténacité. En résumé, dans le mélange de soufflage à l'état fondu de l'étape (S3), le rapport en poids du PLA modifié copolymérisé au PHBV est, de préférence, de 80 : 1.

[0050] Dans un exemple, à la condition que le PLA modifié copolymérisé : le PHBV : le nano SiO_2 : l'allongeur de chaîne = 80 : 1 : 0,2 : 0,01, l'influence des différentes compositions de compatibilisant sur les propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable est étudiée, et le procédé de test des propriétés mécaniques du tissu non-tissé entièrement dégradable est le même que ci-dessus, et les résultats sont présentés dans le Tableau 6.

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

[0051]

Type de compatibilisant	Force longitudinale (N)	Force transversale (N)	Allongement longitudinal (%)	Allongement transversal (%)
Anhydride maléique	10,24	6,98	67,15	61,28
Anhydride maléique : anhydride butyrique = 1 : 1	10,78	7,12	68,43	62,14
Anhydride maléique : anhydride butyrique : anhydride stéarique = 1 : 1 : 1	11,98	7,43	68,75	63,26
Anhydride maléique : anhydride butyrique : anhydride stéarique: acide tannique = 1:1:1:1	12,07	7,54	69,81	64,71

[0052] 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 une charge, réduisant par là la polarité et l'hygroscopicité de la charge. Et le compatibilisant contient également des segments non polaires ayant une bonne compatibilité avec un polymère, les segments non polaires agissant comme un „pont" pour lier efficacement la charge et le polymère ensemble et améliorer la performance de liaison interfaciale de la charge et du polymère. Il ressort du Tableau 6 qu'un rapport de compatibilisant optimal est, dans un rapport en poids, anhydride maléique : anhydride butyrique : anhydride stéarique : acide tannique = 1 : 1 : 1 : 1. Dans ces conditions, la force longitudinale, la force transversale, l'allongement longitudinal et l'allongement transversal du tissu non-tissé entièrement dégradable sont tous maximaux.

[0053] Les Tableaux 4 - 6 permettent d'analyser que la résistance à la traction et le module du PHBV sont faibles. Le PLA a 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 il est extrêmement facile à plier et à déformer. 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 d'un matériau. En même temps, afin d'augmenter encore une structure à deux phases des mélanges du PLA modifié copolymérisé et du PHBV, un compatibilisant (choisi dans un groupe consistant en l'anhydride maléique, l'anhydride butyrique, l'anhydride stéarique et l'acide tannique) est ajouté au système de mélange PLA/PHBV, de telle sorte que le PLA modifié copolymérisé et le PHBV peuvent être mieux mélangés et permettre de jouer sur leurs avantages de performance. En outre, le PLA est un polymère cristallin avec quelques longues ramifications dans la chaîne moléculaire et un faible degré de ramification. Le PLA fondu est sensible à la température, et une dégradation thermo-oxydante ou une hydrolyse est susceptible de se produire pendant le traitement pour provoquer une rupture de la chaîne moléculaire. Tous ces facteurs conduisent à une faible viscosité à l'état fondu et à une faible résistance à l'état

fondu du PLA, à une viscoélasticité à l'état fondu médiocre et à un durcissement sous contrainte insuffisant, ce qui limite la technologie de transformation du PLA. Par conséquent, d'une part, la masse moléculaire relative du PLA peut être augmentée par l'addition d'allongeurs de chaîne. D'autre part, une structure ramifiée à longue chaîne est introduite dans la molécule de PLA pour augmenter la résistance à l'état fondu du PLA, ce qui à son tour améliore les propriétés de transformation du PLA, telles que pour le soufflage de feuille mince, le moulage par soufflage et le moussage.

[0054] En outre, à la condition que le PLA modifié copolymérisé : le PHBV : le nano SiO_2 : le compatibilisant : l'allongeur de chaîne = 80 : 1 : 0,2 : 0,003 : 0,01, cet exemple optimise également les paramètres se rapportant au soufflage à l'état fondu, comprenant la distance de réception de l'orifice de la filière de l'ensemble filière au dispositif de collecte (c'est-à-dire la „distance de réception"), la fréquence d'extrusion de l'orifice de la filière (c'est-à-dire la „fréquence d'extrusion"), la température de l'écoulement d'air chaud (c'est-à-dire la „température d'air chaud") ; le Tableau 7 présente des méthodes de réglage spécifiques pour étudier une influence sur une performance d'un produit de soufflage à l'état fondu.

Tableau 7 : Méthode de réglage optimal de la distance de réception, de la fréquence d'extrusion et de la température d'air chaud.

[0055]

Paramètres expérimentaux	Distance de réception (cm)	Température d'air chaud (°C)	Fréquence d'extrusion (Hz)
Distance de réception	30	250	2
	40	250	2
	50	250	2
Température d'air chaud	40	240	2
	40	250	2
	40	260	2
Fréquence d'extrusion	40	250	1,5
	40	250	2
	40	250	2,5

[0056] Sur la base du Tableau 7, l'influence des différentes distances de réception, températures d'air chaud et fréquences d'extrusion sur un diamètre d'une fibre de soufflage à l'état fondu est étudiée.

[0057] Test du diamètre de fibre : la taille et la distribution du diamètre de fibre affectent directement la taille de pore et la distribution de la taille de pore du tissu non-tissé, affectant par là les performances de filtration (rendement de filtration et résistance à la filtration) du matériau. Il est difficile de mesurer directement le diamètre de la fibre. Selon l'invention, le logiciel Smile-view est utilisé pour mesurer le diamètre de la fibre pris par le microscope électronique à balayage du tissu non-tissé afin d'obtenir la taille et la distribution du diamètre de fibre. Tout d'abord, le diamètre de fibre est mesuré en 50 positions différentes pour chaque échantillon, et une valeur moyenne est prise pour réduire l'erreur expérimentale.

Influence de la distance de réception sur le diamètre d'une fibre de non-tissé de soufflage à l'état fondu

[0058] Le Tableau 8 présente des méthodes de réglage de paramètre et les résultats de test.

Tableau 8 : Influence de différentes distances de réception sur le diamètre de la fibre de non-tissé de soufflage à l'état fondu.

[0059]

Distance de réception (cm)	Diamètre moyen (μm)	Valeur CV (%)
30	2,4	27,9
40	1,2	26,4
50	1, 0	21,6

[0060] Dans l'étape (S3), la fibre de non-tissé obtenue par le procédé de soufflage à l'état fondu présente une distribution croisée tridimensionnelle. Il ressort du Tableau 8 que, plus la distance de réception est grande, plus le diamètre de fibre

est petit. Lorsque la distance de réception augmente de 30 cm à 50 cm, le diamètre de fibre moyen est réduit de 2,4 µm à 1,0 µm. La raison principale est que, lorsque la distance de réception est petite, la fibre ne peut pas être efficacement étirée, et un refroidissement suffisant n'est pas obtenu, le degré d'enchevêtrement des fibres augmente, et un phénomène d'entortillement se produit. En augmentant la distance de réception, plus le temps d'étirage de la fibre de la filière au tambour de condensation est long, plus la force de liaison entre la fibre et la fibre est faible, l'étirage et le refroidissement de la fibre sont d'autant plus suffisants, la finesse de la fibre est d'autant plus réduite et le phénomène d'entortillement est d'autant plus réduit. Après examen approfondi, dans l'étape (S3), la distance de réception de l'orifice de la filière de l'ensemble filière au dispositif de collecte est, de préférence, de 40 - 50 cm.

Effet de la température d'air chaud sur le diamètre de la fibre de non-tissé de soufflage à l'état fondu

[0061] Le Tableau 9 présente des méthodes de réglage de paramètres et les résultats de test.

Tableau 9 : Influence des différentes températures d'air chaud sur le diamètre de la fibre de tissu non-tissé de soufflage à l'état fondu.

[0062]

Température d'air chaud (°C)	Diamètre moyen (µm)	Valeur CV (%)
240	2,5	26,9
250	1,2	26,4
260	1, 9	28,9

[0063] Dans le procédé de soufflage à l'état fondu, afin d'éviter la diminution rapide de la température de la fibre après son éjection à partir de la filière, de telle sorte que la fibre ne pourrait plus être étirée, la température d'air chaud est généralement réglée pour être légèrement supérieure à la température de la filière. Il ressort du Tableau 9 que le diamètre de fibre global de la fibre est plus grand lorsque la température d'air chaud est de 240 °C, alors que le diamètre de fibre à 250 °C et 260 °C est relativement petit, et qu'il a tendance à diminuer d'abord puis à augmenter. D'une part, une augmentation appropriée de la température de l'air chaud peut prolonger le temps de refroidissement de la fibre dans l'air, ce qui favorise un meilleur étirage ; d'autre part, à mesure que la température augmente, la viscosité de la matière fondue diminue progressivement et la fluidité est meilleure. Elle est plus facile à étirer et à amincir, de telle sorte que le diamètre de la fibre diminue en conséquence. Lorsque la température de l'air chaud continue d'augmenter, bien que l'effet d'étirage réduise la finesse de la fibre individuelle, la chaîne moléculaire de la fibre devient plus active à ce moment, et la fibre est torsadée pendant le procédé d'étirage, ce qui entraîne une légère augmentation du diamètre moyen de la fibre. Après examen approfondi, dans l'étape (S3), la température de l'écoulement d'air chaud est, de préférence, de 250 °C.

Effet de la fréquence d'extrusion sur le diamètre de fibre du non-tissé de soufflage à l'état fondu

[0064] Le Tableau 10 présente des méthodes de réglage de paramètres et les résultats de test.

Tableau 10 : Influence de différentes fréquences d'extrusion sur le diamètre de la fibre du non-tissé de soufflage à l'état fondu.

[0065]

Fréquence d'extrusion (Hz)	Diamètre moyen (µm)	Valeur CV (%)
1,5	1, 1	25,8
2	1,2	26,4
2,5	2,1	33,1

[0066] Il ressort du Tableau 10 que, lorsque la fréquence d'extrusion est de 2,5 Hz, le diamètre de fibre est plus grand et la distribution est inégale, principalement parce que l'augmentation de la fréquence d'extrusion augmente la quantité de fibre éjectée à partir de la filière, et l'étirage de la fibre pendant le procédé d'étirage n'est pas assez uniforme, ce qui entraîne une sérieuse différenciation de finesse de la fibre. Lorsque la fréquence d'extrusion augmente de 1,5 Hz à 2,5 Hz, le diamètre de fibre augmente de 1,1 µm à 2,1 µm. La raison principale est que, lorsque la fréquence d'extrusion augmente, la quantité de matière fondue stockée dans l'extrudeuse par unité de temps augmente, et la matière fondue n'est pas complètement fondue dans l'extrudeuse, ce qui entraîne une augmentation du diamètre de la fibre. Après examen approfondi, à l'étape (S3), la fréquence d'extrusion de l'orifice de la filière est, de préférence, de 1,5 - 2 Hz.

[0067] Sur la base du Tableau 7, l'influence des différentes distances de réception, de la température d'air chaud et de la fréquence d'extrusion sur la perméabilité à l'air, la taille de pore moyenne et l'épaisseur du tissu non-tissé entièrement

dégradable obtenu par un procédé de soufflage à l'état fondu est étudiée. Les tests correspondants peuvent être effectués conformément aux normes GB/T 24218.15-2018 et GB/T 24218.2-2009.

[0068] Le Tableau 11 présente l'influence des différentes distances de réception, températures d'air chaud et fréquences d'extrusion sur la perméabilité à l'air et le diamètre de pore moyen du tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu par le procédé de soufflage à l'état fondu.

Tableau 11 : Influence de la distance de réception, de la température d'air chaud et de la fréquence d'extrusion sur la perméabilité à l'air et le diamètre de pore moyen du tissu non-tissé entièrement dégradable.

[0069]

Paramètres expérimentaux	Distance de réception (cm)	Perméabilité à l'air (mm/s)	Diamètre de pore moyen (μm)
Distance de réception (cm)	30	897,1	12,6
	40	979,2	10,9
	50	1184,7	10,4
Température d'air chaud (°C)	240	911,2	15,4
	250	979,2	10,9
	260	1056,7	12,1
Fréquence d'extrusion (Hz)	1,5	841,7	10,2
	2	979,2	10,9
	2,5	997,7	12,8

[0070] Lorsque l'on utilise le tissu non-tissé pour préparer des masques jetables, il est nécessaire que les masques aient une bonne perméabilité à l'air. Il ressort du Tableau 11 que, quelles que soient les conditions, le tissu non-tissé obtenu finalement a une plus grande perméabilité à l'air et une plus petite taille de pore moyenne.

[0071] Le Tableau 12 présente l'influence des différentes distances de réception, températures d'air chaud et fréquences d'extrusion sur l'épaisseur du tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu par le procédé de soufflage à l'état fondu.

Tableau 12 : Influence de la distance de réception, de la température d'air chaud et de la fréquence d'extrusion sur l'épaisseur du tissu non-tissé entièrement dégradable.

[0072]

Paramètres expérimentaux	Distance de réception (cm)	Épaisseur (mm)	Valeur CV (%)
Distance de réception (cm)	30	1,04	3,78
	40	1,29	1,24
	50	1,91	2,91
Température d'air chaud (°C)	240	1,28	3,24
	250	1,29	1,24
	260	1,30	3,78
Fréquence d'extrusion (Hz)	1,5	1,27	2,27
	2	1,29	1,24
	2,5	1,42	2,28

[0073] Il ressort du Tableau 12 que l'épaisseur du tissu non-tissé augmente avec l'augmentation de la distance de réception, qui est principalement en corrélation avec le diamètre de fibre et l'encombrement de la bande fibreuse. Lorsque la température de l'air chaud augmente, l'épaisseur du tissu non-tissé augmente légèrement. La raison est que, lorsque la température est basse, la liaison entre les fibres est forte, la structure en réseau de fibres est dense, l'épaisseur est

faible, et, lorsque la température augmente, la liaison entre les fibres devient faible, la structure de la nappe fibreuse est duveteuse et l'épaisseur est importante. Lorsque la fréquence d'extrusion augmente, l'épaisseur du tissu non-tissé augmente. La raison est que l'augmentation de la fréquence d'extrusion rend la liaison entre les fibres plus mauvaise, la bande fibreuse est duveteuse et l'épaisseur augmente.

[0074] Dans un exemple, le rendement de filtration du tissu non-tissé peut être améliorée par un traitement par électret. Par conséquent, cet exemple étudie également l'influence des conditions de traitement par électret sur les performances de filtration du tissu non-tissé. Trois groupes expérimentaux sont constitués pour préparer un tissu non-tissé entièrement dégradable avec référence au procédé de soufflage à l'état fondu. Dans cet exemple, la différence est que, dans les mélanges de soufflage à l'état fondu correspondant au groupe expérimental 1, au groupe expérimental 2 et au groupe expérimental 3, les rapports du PLA modifié copolymérisé : PHBV : nano SiO_2: compatibilisant : allongeur de chaîne sont de respectivement 80 : 1 : 0 : 0,003 : 0.01, 80 : 1 : 0,1 : 0,003 : 0,01, et 80 : 1 : 0,2 : 0,003 : 0,01. Pour chaque groupe expérimental, lors du procédé de fabrication du tissu non-tissé entièrement dégradable, à l'étape (S3), une partie du matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu est prise pour un traitement par électret, et une partie restante n'est pas soumise au traitement par électret. Les conditions de traitement par électret sont établies comme suit : tension d'électret 40 kV, distance d'électrode 3 cm, durée d'électret 1 min., les autres conditions restantes sont les mêmes.

[0075] Le testeur électrostatique à induction de tissu YG401 est utilisé pour tester le potentiel électrostatique de la surface du tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu finalement pour chaque groupe expérimental. Pendant le test, le nombre d'échantillons du tissu non-tissé obtenu sans traitement par électret et du tissu non-tissé obtenu après traitement par électret est de 5, la distance entre une sonde et l'échantillon de test est de 15 mm, la vitesse de rotation d'un plateau tournant est de 1500 tours/min., et les résultats du test sont présentés dans le Tableau 13.

Tableau 13 : Performance de filtration du tissu non-tissé entièrement dégradable

[0076]

Groupe	Résistance sans électret Pa	Rendement de filtration sans électret %)	Résistance avec électret Pa)	Rendement de filtration avec électret (%	Résistance à 30 jours Pa)	Rendement à 3C jours %)
Groupe expérimental 1	18	38	18	92	18	90
Groupe expérimental 2	19	41	19	91	19	91
Groupe expérimental 3	20	40	20	93	20	92

[0077] Il ressort du Tableau 13, qu'après test, le rendement de filtration du tissu non-tissé obtenu sans traitement par électret est seulement d'environ 40 %, alors que le rendement de filtration du tissu non-tissé obtenu après un traitement par électret peut atteindre plus de 90 %. On peut voir qu'après le traitement par électret, la charge de surface de la bande fibreuse de soufflage à l'état fondu augmente, ce qui améliore significativement le rendement de filtration. En même temps, les résultats des tests montrent que la performance de filtration du groupe expérimental 3 est la meilleure, ce qui indique que, lorsque le rapport du PLA modifié copolymérisé : PHBV : nano SiO_2 : compatibilisant : allongeur de chaîne dans le mélange de soufflage à l'état fondu est de 80 : 1 : 0,2 : 0,003 : 0,01, la performance de filtration du tissu non-tissé est la meilleure.

[0078] Dans un exemple, le tissu non-tissé traité par électret dans chaque groupe est chauffé et immergé dans de l'eau à température ambiante, et la résistance de charge et le rendement de filtration ne sont pas réduites, ce qui indique que le rendement de filtration ne diminue pas avec le temps.

[0079] Après les tests, en prenant le non-tissé traité par électret dans cet exemple et en augmentant le nombre de couches superposées de 1 à 3, le rendement de filtration des particules a augmenté de 90 % à 99,99 %, ce qui peut satisfaire pleinement à la norme de niveau 3 d'un masque médical. Lorsque le nombre de couches superposées est augmenté de 1 à 3, avec un débit de gaz de 85 L/min, la résistance à l'écoulement d'air est augmentée de 78,6 Pa à 247,1 Pa, ce qui est conforme à la résistance à l'inhalation des masques médicaux qui ne doit pas dépasser 343,2 Pa (35 mm H_2O). Il ressort de ce résultat que le rendement de filtration peut être augmenté par superposition le nombre de couches du tissu non-tissé obtenu par le traitement par électret dans cet exemple.

Exemple 2

[0080] Cet exemple concerne également une application d'un tissu non-tissé entièrement dégradable selon l'Exemple 1 dans une fabrication d'un masque médical, c'est-à-dire que le tissu non-tissé entièrement dégradable selon l'Exemple 1 est utilisé pour fabriquer le masque médical, et un masque chirurgical médical peut avoir plusieurs couches, dont une

couche la plus interne et une couche la plus externe sont faites d'un tissu non-tissé, avec au moins une couche d'un tissu non-tissé obtenue par le procédé de soufflage à l'état fondu selon l'Exemple 1 comme couche filtrante du milieu.

[0081] Dans un exemple, une évaluation des performances du masque médical est effectuée selon les normes suivantes.

1. Rendement de filtration

[0082] Lorsque le débit de gaz est de 85 L/min, le rendement de filtration du masque médical pour des particules non huileuses doit répondre aux exigences du Tableau 14.

Tableau 14 : Classification des niveaux de rendement de filtration pour des particules non huileuses par le masque médical

[0083]

Niveau de qualité	Rendement de filtration (%)
Niveau 1	≥95
Niveau 2	≥99
Niveau 3	≥99.97

2. Résistance à l'écoulement d'air

[0084] Lorsque le débit de gaz est de 85 L/min, la résistance à l'inhalation du masque médical ne doit pas dépasser 343,2 Pa (35 mm H_2O).

3. Pénétration de sang synthétique

[0085] Pulvérisation de 2 mL de sang synthétique sur le masque médical à une pression de 10,7 kPa (80 mm Hg). Il ne doit pas y avoir de pénétration à l'intérieur du masque médical.

4. Résistance à l'humidité de surface

[0086] Le niveau d'humidité sur une surface extérieure du masque médical ne doit pas être inférieur au niveau 3 stipulé dans la norme GB/T 4745-1997, c'est-à-dire que seule une petite zone non connectée de la surface est humide.

5. Performance ignifuge

[0087] Les matériaux utilisés ne doivent pas être inflammables, et la durée de combustion continue ne doit pas dépasser 5 secondes.

6. Irritation de la peau

[0088] Le score d'irritation primaire du matériau du masque médical ne doit pas dépasser 1.

7. Étanchéité

[0089] La conception du masque médical doit assurer une bonne étanchéité, et le facteur d'ajustement total du masque médical ne doit pas être inférieur à 100.

[0090] Après les tests, les performances du masque médical dans cet exemple sont toutes conformes aux exigences.

[0091] En résumé, les matériaux de production du tissu non-tissé selon l'invention, tels que le PLA, le PHBV, le nano SiO_2 , le compatibilisant, l'allongeur de chaîne, etc. sont tous des matériaux entièrement dégradables, et le tissu non-tissé obtenu finalement peut être entièrement dégradé. Le tissu non-tissé entièrement dégradable est utilisé pour fabriquer un consommable médical tel que le masque médical, qui ne polluera pas l'environnement après avoir été utilisé et mis au rebut. En même temps, cette application modifie le PLA plusieurs fois en gradient, c'est-à-dire que le PLA est d'abord modifié par copolymérisation avec de la ε-caprolactone, et un produit résultant est ensuite mélangé avec le PHBV, le nano SiO_2, le compatibilisant et l'allongeur de chaîne pour une modification par mélangeage et une modification par allongement de chaîne pour changer la structure de l'acide polylactique PLA, changeant par là les propriétés du polymère. En outre, un traitement par ultrasons/micro-ondes et un traitement par électret sont ajoutés pendant le procédé de modification, et divers paramètres de soufflage à l'état fondu (tels que la distance de réception, la température d'air chaud, la fréquence d'extrusion, etc.) sont optimisés pour améliorer les indicateurs de performance du tissu non-tissé obtenu finalement, tels que l'amélioration des propriétés mécaniques, l'augmentation de la perméabilité à l'air, de la résistance des fibres et du rendement de filtration, de telle sorte qu'il puisse répondre aux normes de qualité des masques médicaux et autres consommables.

[0092] En l'absence de conflit, les exemples et les caractéristiques des exemples de la présente invention peuvent être combinés les uns avec les autres.

[0093] Les exemples ci-dessus ne sont que des modes de réalisation préférés de la présente invention et ne sont pas destinés à la limiter. Il est entendu que toute modification, tout remplacement et toute améliorations apportées par la personne du métier sans s'écarter de l'esprit et de la portée de la présente invention entreront dans le cadre de cette dernière.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un tissu non-tissé entièrement dégradable par extrusion-soufflage, caractérisé par le fait qu'il comprend les étapes consistant à :
   S1 ajouter de l'acide lactique, L-LA, et de la εcaprolactone, ε-CL, dans un récipient de réaction pour obtenir un système réactionnel, le rapport en poids de L-LA à la ε-CL dans le système réactionnel étant de 1 : (2 à 4) ;
   ajouter un catalyseur au système réactionnel, en faisant suivre par une réaction à 130 - 140°C sous vide pendant 18 - 24 heures pour obtenir un produit de copolymérisation brut, le catalyseur représentant 0,1 - 0,2 % en poids d'un 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 ;
   mélanger le PLA séché et le P-CL-co-LA de manière uniforme, en faisant suivre par un mélangeage à l'état fondu à une température de 180 - 190 °C et à une vitesse de rotation de 50 - 100 tours/min pour obtenir un mélange, le rapport en poids du PLA au P-CL-co-LA étant de (9 - 99) : 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 finalement 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 (80 - 95) : (1 - 5) : (0,1 - 0,2) : (0,001 - 0,005): (0,001 - 0,01) ;
   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 une température de 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 et une plastification pour obtenir un produit d'extrusion à l'état fondu, et transporter le produit d'extrusion à l'état fondu dans un ensemble filière, et éjecter le produit d'extrusion à l'état fondu par un orifice d'une filière de l'ensemble filière, en faisant suivre par un refroidissement et un étirage à l'air chaud pour former un matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu sur un dispositif de collecte, et soumettre le matériau non-tissé de soufflage à l'état fondu à un traitement par électret 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 un produit de copolymérisation purifié.
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait que le traitement par ultrasons est effectué à une puissance ultrasonique de 200 - 300 W pendant 1 - 1,5 h ; et le traitement par micro-ondes est effectué à une puissance micro-ondes de 200 - 300 W pendant 0,5 - 1 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 : 1 : 1 : 1.
6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, la distance de l'orifice de la filière de l'ensemble filière au dispositif de collecte est de 30 - 50 cm ; la fréquence d'extrusion de l'orifice de la filière est de 1,5 Hz - 2,5 Hz ; et la température de l'écoulement d'air chaud est de 240 - 260 °C.
7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S2, l'indice de fluidité du PLA à 210 °C est de 20 - 40 g/10 min.
8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, un matériau d'électret utilisé dans le traitement par électret est obtenu par électret corona ; et le traitement par électret est effectué à une tension d'électret de 30 - 40 kV et à une distance d'électrode de 2 - 4 cm pendant 1 - 2 min.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, dans l'étape S3, le PLA modifié copolymérisé est coupé en tranches et séché à 60 °C pendant 24 - 48 h avant le mélange.
10. Tissu non-tissé entièrement dégradable obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, destiné à être utilisé dans la fabrication d'un masque médical.