

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

②①

N° 83 03431

⑤④ Article absorbant, utilisable notamment comme couche à jeter ou serviette hygiénique.

⑤① Classification internationale (Int. Cl.³). A 61 F 13/18; A 41 B 13/02.

②② Date de dépôt..... 2 mars 1983.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : JP, 2 mars 1982, n° 32830/82; 13 janvier 1983, n° 3115/83.

④① Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 36 du 9-9-1983.

⑦① Déposant : Société dite : KAO CORPORATION. — JP.

⑦② Invention de : Kazunori Nishizawa, Hiroshi Mizutani et Masatake Dohzono.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire : Cabinet Lavoix,
2, place d'Estienne-d'Orves, 75441 Paris Cedex 09.

La présente invention se rapporte à un article absorbant perfectionné formé en une seule pièce, tel qu'une couche à jeter après usage ou une serviette hygiénique. Plus particulièrement, elle se rapporte à un article absorbant dans lequel une pellicule poreuse imperméable aux liquides mais perméable aux vapeurs est utilisée comme feuille de support à l'épreuve des fuites.

On décrira tout d'abord dans la présente description une couche à jeter après usage, puis une serviette hygiénique.

10 Jusqu'à présent, on a utilisé comme feuille de support à l'épreuve des fuites, une feuille produite en mélangeant un polyéthylène à basse densité avec de 3 à 5 % en poids d'oxyde de titane, en moulant le mélange pour former une pellicule ayant un poids de base de 20 à 30 g/m² puis en gaufrant ladite
15 pellicule. Cependant, du fait de son imperméabilité à la vapeur, une telle feuille provoque un état appelé "état de moiteur froide" autour des fesses de l'utilisateur du fait que l'intérieur de la couche devient excessivement humide au cours d'une utilisation de longue durée. Un tel état de moiteur provoque une rougeur due à l'irritation de la surface de la peau de l'utilisateur accompagnée de démangeaisons, et si dans un
20 tel état la couche est portée pendant une plus longue période, l'utilisateur peut souffrir d'un cas sérieux d'érythème fessier. La nécessité d'utiliser pour une couche une feuille à l'épreuve des fuites et perméable aux vapeurs, a été signalée
25 et des propositions ont été présentées qui ont trait à l'emploi de pellicules poreuses mais on ne dispose pas encore d'une pellicule imperméable aux liquides, perméable aux vapeurs qui soit pleinement satisfaisante en ce qui concerne la résistance de la pellicule, en particulier la résistance à la
30 déchirure, la souplesse, l'économie et la perméabilité à l'humidité.

A la suite d'études approfondies pour résoudre ces problèmes, la présente invention a été réalisée.

35 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention

ressortiront de la description qui va suivre. Au dessin annexé, donné uniquement à titre d'exemple :

- la Fig. 1 est une vue en coupe d'une couche à jeter après usage selon l'invention ; et

5 - les Fig. 2 et 3 sont des vues en coupe qui représentent chacune une serviette hygiénique selon l'invention.

Sommairement, l'invention concerne notamment une couche à jeter après usage qui est constituée par un ensemble solidaire composé d'une feuille de support 1 imperméable aux liquides et perméable aux vapeurs, d'une épaisseur de matière
10 absorbante 2 placée sur ladite feuille de support et d'une feuille 3 perméable aux liquides recouvrant ladite matière absorbante, couche dans laquelle la feuille de support imperméable aux liquides et perméable aux vapeurs est composée d'une
15 pellicule produite en mélangeant 100 parties en poids d'une résine de polyoléfine, 28 à 200 parties en poids d'une charge et 10 à 70 parties en poids d'un polymère hydrocarboné liquide ou cireux, en moulant le mélange pour former une pellicule, puis en étirant la pellicule transversalement et/ou longitudinalement jusqu'à ce qu'elle atteigne une dimension supérieure à 1,2 fois sa dimension d'origine dans cette direction de façon à former des pores fins dans la pellicule.
20

A titre d'exemple de résines de polyoléfine utilisables dans cette invention, on peut mentionner les résines de
25 polyéthylène à haute densité, de polypropylène et de polyéthylène linéaire à basse densité. Ces résines peuvent être utilisées soit isolément soit en mélange de deux ou plusieurs de ces résines mais on préfère utiliser une résine de polyéthylène linéaire à basse densité seule ou une résine de polyéthylène à haute densité seule.
30

Comme charge utilisée dans l'invention, il est possible d'utiliser aussi bien des charges minérales que des charges organiques. Des exemples de charges minérales appropriées sont le carbonate de calcium, le talc, l'argile, le kaolin,
35 la silice, la terre de diatomées, le carbonate de magnésium,

le carbonate de baryum, le sulfate de magnésium, le sulfate de baryum, le sulfate de calcium, l'hydroxyde d'aluminium, l'oxyde de zinc, l'hydroxyde de magnésium, l'oxyde de calcium, l'oxyde de magnésium, le dioxyde de titane, l'alumine, le mica, la poudre d'amiante, la poudre de verre, le "Shirasu" (dépôt sableux blanc), la zéolite, l'argile siliceuse et analogues. Parmi ces produits, le carbonate de calcium, le talc, l'argile, la silice, la terre de diatomées et le sulfate de baryum sont les charges préférées.

10 A titre d'exemple de charges organiques, on peut utiliser de la poudre de cellulose, telle que de la farine de bois ou de la poudre de pâte de bois soit séparément, soit sous forme d'un mélange d'au moins deux de ces produits.

La dimension particulaire moyenne de la charge utilisée dans l'invention est, de préférence, inférieure à 30 μm , avantageusement inférieure à 10 μm et, plus avantageusement encore, comprise entre 1 et 5 μm . Une dimension particulaire d'une grandeur excessive se traduit par une mauvaise densité de pores de la pellicule étirée tandis qu'une dimension particulaire d'une petitesse excessive se traduit par une mauvaise dispersion de la charge dans la résine et, par conséquent, par une mauvaise ouvrabilité.

Il est préférable d'effectuer un traitement de surface de la charge dans le but d'obtenir une meilleure dispersion de la charge dans la résine et, également, une meilleure capacité d'étirage de la pellicule. Un traitement de la charge avec un acide gras ou avec un sel métallique d'un tel acide donne des résultats particulièrement favorables.

Le polymère hydrocarboné liquide ou cireux utilisé dans l'invention peut être choisi parmi les produits suivants: un polybutadiène liquide, un polybutène liquide et les produits d'hydrogénation d'un polybutadiène liquide, parmi lesquels les hydrocarbures polyhydroxy-substitués saturés obtenus par hydrogénation de polybutadiènes liquides à terminaisons hydroxy sont préférés.

Les hydrocarbures polyhydroxy-substitués saturés sont des polymères hydrocarbonés dans lesquels la chaîne principale comporte au moins 1,5 groupe hydroxyle par molécule et qui a été saturée ou pratiquement saturée par hydrogénation. De tels polymères ont, de préférence, une masse moléculaire moyenne en nombre (mesurée par le procédé de tension de vapeur) comprise dans la plage de 400 à 48 000 et, de préférence, de 500 à 20 000. Une masse moléculaire moyenne en nombre trop faible ne peut fournir une résistance aux intempéries satisfaisante tandis qu'une masse moléculaire moyenne en nombre trop élevée entraîne une mauvaise fluidité du polymère, ce qui rend difficile le traitement correct du polymère. Le nombre moyen de groupes hydroxyle par molécule devrait être de préférence de 1,5 ou, avantageusement, de 1,8 ou davantage, plus avantageusement encore de l'ordre de 2,0 à 5,0. Il est souhaitable que les groupes hydroxyle soient présents à l'une au moins des extrémités de la chaîne principale ou à l'extrémité d'une longue chaîne latérale.

On peut obtenir de tels hydrocarbures polyhydroxy-substitués saturés par un procédé connu, par exemple, en hydrogénant un polymère liquide à base de butadiène obtenu par polymérisation radicalaire de butadiène seul ou en association avec un monomère copolymérisable, effectuée en utilisant de l'eau oxygénée ou analogue comme initiateur de polymérisation. On peut utiliser de l'isoprène, du chloroprène, du styrène, de l'acrylate de méthyle, du méthacrylate de méthyle, de l'éther méthylvinyle ou analogue comme monomère copolymérisable.

On peut effectuer l'hydrogénation de la manière habituelle en employant un catalyseur au nickel (tel que du nickel réduit ou du nickel Raney), un catalyseur au cobalt, un catalyseur au platine, un catalyseur au palladium, un catalyseur au rhodium, un catalyseur au ruthénium, ou un catalyseur à base d'un mélange ou d'un alliage de ces métaux.

On considère que l'introduction de ce polymère hydrocar-

boné ayant un groupe hydroxyle polaire à son extrémité produit un résultat favorable en améliorant la compatibilité qu'ont entre eux les constituants de la pellicule.

On peut mélanger à la résine de polyoléfine un stabilisant à la chaleur et/ou au rayonnement ultraviolet, un pigment, un agent anti-statique, un agent fluorescent et autres produits analogues conformément à un procédé classique.

En ce qui concerne les proportions de la résine de polyoléfine, de la charge et du polymère hydrocarboné liquide ou cireux, il est recommandé que la charge soit mélangée dans une proportion comprise entre 28 et 200 parties en poids et que le polymère hydrocarboné liquide ou cireux soit mélangé dans une proportion de 10 à 70 parties en poids, dans chaque cas sur la base de 100 parties en poids de la résine de polyoléfine.

Si la proportion de la charge est inférieure à 28 parties en poids, il ne se forme pas une quantité suffisante de pores dans la pellicule étirée tandis que si la proportion de charge dépasse 200 parties en poids, on obtient une mauvaise capacité de malaxage, une mauvaise dispersion et une mauvaise capacité de moulage de la feuille ou pellicule et, en outre, le produit étiré s'avère avoir une résistance superficielle trop faible.

Pour produire la feuille à l'épreuve des fuites selon l'invention, on mélange les trois matières mentionnées ci-dessus et on moule le mélange pour former une pellicule ou feuille, d'une manière connue. Ensuite, on étire la feuille ou pellicule à plus de 1,2 fois sa dimension d'origine dans au moins une direction pour former de petits pores dans la feuille ou pellicule. Dans le cas d'un étirage suivant un seul axe de la pellicule ou feuille, on utilise, de préférence, un étirage au moyen de rouleaux étireurs mais on peut utiliser un étirage tubulaire pour imposer une contrainte dans une direction particulière (direction d'embobinage).

Un tel étirage peut être effectué en un seul stade ou

en deux stades ou davantage.

Habituellement, le rapport d'étirage qui peut produire la porosité voulue et un allongement uniforme est supérieur à 1,2 fois, et il est, de préférence, compris entre 1,2 et 4,0 fois, avantageusement entre 1,2 et 2,0 fois la dimension d'origine dans au moins une direction de la pellicule.

Aussi bien dans le cas d'un étirage uniaxial que dans le cas d'un étirage biaxial, il est possible de stabiliser la pellicule de manière précise en la soumettant à un traitement thermique après étirage. Il est également possible d'effectuer un traitement de surface, tel qu'un traitement par décharge couronne ou un traitement à la flamme.

La pellicule ou feuille ainsi obtenue présente d'excellentes qualités de perméabilité aux gaz et à la vapeur d'eau du fait qu'elle comporte des pores reliés entre eux. Lorsqu'on utilise une telle pellicule ou feuille comme feuille de support pour une couche à jeter après usage, il faut tenir compte de la souplesse de la résistance et de l'économie et ces facteurs sont fortement influencés par le poids de base de la pellicule ou feuille. Le poids de base est, de préférence, compris entre 20 à 50 g/m², avantageusement entre 25 et 40 g/m². Du point de vue économique, il est souhaitable que le poids de base soit inférieur à 20 g/m² mais, avec les techniques actuellement disponibles, un tel poids de base ne peut donner à la pellicule ou feuille une résistance suffisante pour une utilisation pratique. Du point de vue de la résistance, un poids de base supérieur à 50 g/m² est souhaitable mais un tel poids de base élevé n'est pas utilisable en pratique pour des raisons d'économie et de souplesse.

On décrira maintenant d'autres éléments constitutifs de la couche à jeter après usage selon l'invention.

En ce qui concerne l'élément absorbant, on a utilisé pendant longtemps, un empilage de feuilles de papier de soie ou analogue. Plus récemment, l'emploi d'une bande de duvet de pâte de bois enveloppée dans du papier de soie ou dans du

papier de soie résistant à l'humidité s'est répandu pour des raisons de fabrication en grande série et d'économie. On peut utiliser ces éléments absorbants de la technique antérieure dans la couche à jeter après usage de l'invention mais, pour
5 accroître l'effet, il est souhaitable d'adopter une nouvelle construction dans laquelle un polymère superabsorbant est incorporé à l'élément absorbant de sorte que l'urine absorbée par l'élément y est retenue même lorsque la charge du poids du corps de l'utilisateur lui est appliquée. Comme polymère
10 superabsorbant, il est avantageux d'utiliser, par exemple, le produit dénommé "Aquakeep" de la firme japonaise Seitetsu Kagaku KK.

Une étoffe non tissée est habituellement utilisée pour former la feuille 3 perméable aux liquides qui forme la couche superficielle qui est en contact avec la peau de l'utilisateur. Pour atteindre le but de l'invention, il est souhaitable d'utiliser une feuille perméable aux liquides qui soit conçue de façon à être capable d'empêcher que le liquide absorbé suinte à nouveau hors de l'élément absorbant. A cette
15 fin, il est recommandé d'utiliser une étoffe non tissée hydrophobe composée principalement de fibres de polyester ou de fibres de polyoléfine. Dans d'autres techniques connues, telles que celles décrites dans le modèle d'utilité japonais n° 11 212/1981 et la demande de brevet japonais n°123745/1977
20 peuvent être avantageusement utilisées à cette fin.

En plus des caractéristiques structurales de base mentionnées ci-dessus, il est également possible d'utiliser d'autres caractéristiques connues, telles que l'emploi d'un ruban adhérent par pression comme moyen d'assujettissement de la
30 couche et la fixation d'un organe élastique pour empêcher les fuites. Ces moyens peuvent être facilement appliqués à la couche à jeter après usage suivant l'invention.

L'invention sera encore décrite plus en détail dans les exemples non limitatifs suivants dans lesquels le signe
35 "%" signifie "pour cent en poids" sauf indication contraire.

Préparation 1 - (Préparation d'un hydrocarbure polyhydroxysubstitué saturé).

On a introduit 3 kg d'un polyhydroxybutadiène du commerce (R-45 HT produit par Arco Inc.; poids moléculaire moyen en nombre (Mn) = 31 000 ; groupe OH = 0,82 meq/g ; cis-1,4 = 15 % ; trans-1,4 = 58 % ; vinyne = 27%), 3 kg de cyclohexane et 300 g d'un catalyseur au ruthénium (5 %) sur support de carbone (un produit de Japan Engelhard Co.) dans un autoclave d'une capacité de 10 litres et, après avoir purgé l'intérieur de l'installation avec de l'argon gazeux purifié, on a envoyé dans l'autoclave de l'hydrogène gazeux de haute pureté, en commençant simultanément à chauffer. Les conditions de régime constant (température interne = approximativement 100 °C ; pression interne = approximativement 50 bars) ont été atteintes en environ 30 minutes. On a abandonné à lui-même le système de réaction dans ces conditions pendant environ 15 heures puis on a arrêté la réaction d'hydrogénation à la suite de quoi on a raffiné et séché le polymère de la manière habituelle.

Le polymère obtenu était cireux et son analyse spectrale d'absorption de l'infrarouge a montré que c'était un polymère hydrocarboné saturé pratiquement exempt de doubles liaisons. La teneur en groupes OH du produit d'hydrogénation était de 0,8 meq/g.

Préparation 2 - (Préparation d'hydrocarbure polyhydroxysubstitué saturé).

On a effectué l'hydrogénation de la même manière que celle décrite ci-dessus dans la préparation 1 à cette différence près que l'on a utilisé un polybutadiène liquide G-2000 (produit par Nippon Soda KK, poids moléculaire 2000) en tant que polyhydroxy-butadiène. Le polymère obtenu était liquide et avait un indice d'iode de 5 g/100 g, un indice d'hydroxyle de 44 KOH mg/g et une viscosité de 77,5 Pa.s. (775 poises) à 30°C.

EXEMPLE 1

On a agité et mélangé 20 kg d'une résine de polyéthylène à haute densité (Novatek ER-002, "Novatek" étant une marque déposée de Mitsubishi Kasei Kogyo KK) et 5 kg d'un hydrocarbure polyhydroxysubstitué saturé (celui obtenu dans la Préparation 2) dans un mélangeur Henschel, puis on y a ajouté 25 kg de carbonate de calcium (dimension particulaire moyenne = 1,2 μ m, traité avec un acide gras) après quoi on a effectué un nouveau mélange avec agitation.

On a plus complètement mélangé et granulé le mélange ainsi obtenu en utilisant un mélangeur à deux vis DSM-G5 (fabriqué par Nippon Seikojo KK).

On a employé le produit résultant pour effectuer une extrusion de pellicule par soufflage en utilisant une extrudeuse de 40 mm de diamètre pour former une pellicule de 70 μ m d'épaisseur. Les conditions d'extrusion ont été les suivantes :

- température du cylindre : 170-190-210-230 °C
- température de la tête de filière : 230 °C
- vitesse d'embobinage : 8 m/mn, rapport de

soufflage : 2,0

- largeur à plat : 314 mm

On a étiré uniaxialement la pellicule obtenue au moyen de rouleaux étireurs dans les conditions d'étirage suivantes :

- température d'étirage : 80 °C

- rapport d'allongement : 2,7 fois la longueur d'origine

- vitesse d'étirage : 11,0 m/mn

La pellicule étirée était suffisamment poreuse et convenablement blanchie. Elle était également uniformément étirée et avait un bel aspect de surface.

On a fabriqué une couche à jeter après usage en utilisant la pellicule poreuse obtenue comme feuille support. On a étalé uniformément un polymère fortement absorbant "Aqua-keep" (produit par Seitetsu Kagaku KK) entre des épaisseurs

10

de duvet de pulpe de bois à une dose de 70 g/m^2 pour former un élément absorbant ayant un poids de base de 300 g/m^2 .

On a enveloppé cet élément stratifié dans du papier de soie résistant à l'humidité. On a placé l'élément stratifié enveloppé sur la feuille support et on l'a recouvert d'une étoffe non tissée (poids de base 20 g/m^2) composée principalement de fibres hydrophobes, plus particulièrement de fibres ES (un produit de Chisso KK) et enfin on a solidarisé les éléments entre eux pour former un objet ou article unitaire auquel on a attaché une languette de fixation à ruban adhésif.

EXEMPLE 2

On a ajouté et mélangé 20 kg d'une résine de polyéthylène à basse densité (Ultzex 2021-NF ; "Ultzex" est une marque déposée de Mitsubishi Sekiyu Nagaku Kogyo KK) et 5 kg d'un hydrocarbure polyhydroxy-substitué saturé obtenu conformément à la Préparation 1 dans un mélangeur Henschel, puis on a ajouté au mélange 25 kg de carbonate de calcium (dimension particulaire moyenne : $1,2 \mu\text{m}$, traité avec un acide gras) après quoi on a effectué un mélange supplémentaire avec agitation.

On a plus complètement mélangé et granulé le mélange ainsi obtenu en utilisant un mélangeur à deux vis DSM-G5 (fabriqué par Nippon Seikojo KK).

On a employé le produit résultant pour effectuer une extrusion de pellicule par soufflage en utilisant une extrudeuse de 40 mm de diamètre pour former une pellicule de $70 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Les conditions d'extrusion ont été les suivantes:

- température du cylindre : 170-190-210-230 °C
- température de la tête de filière : 200 °C
- 30 - vitesse d'embobinage : 8 m/mn, rapport de soufflage : 2,0
- largeur à plat : 314 mm

On a étiré uniaxialement la pellicule obtenue au moyen de rouleaux étireurs dans les conditions d'étirage suivantes :

11

- température d'étirage : 80 °C
- rapport d'allongement : 2,5 fois la longueur
d'origine
- vitesse d'étirage : 11,0 m/mn

5 La pellicule étirée était suffisamment poreuse et convenablement blanchie. Elle était également uniformément étirée et avait également un bel aspect de surface.

En utilisant cette pellicule poreuse comme feuille support on a fabriqué une couche à jeter après usage de la même manière que celle décrite dans l'exemple 1.

10

EXEMPLES 3-7

On a produit des pellicules poreuses en suivant le mode opératoire de l'Exemple 1 mais en modifiant les proportions du polyéthylène à haute densité, de la charge et de l'hydrocarbure polyhydroxy-substitué saturé, comme représenté dans

15 le tableau 1. En utilisant les pellicules poreuses comme feuilles supports on a fabriqué des couches à jeter après usage de la manière décrite dans l'Exemple 1.

EXEMPLES 8-10

20 En utilisant le polymère hydrocarboné obtenu dans la Préparation 1, on a produit des pellicules poreuses de la même manière que celle décrite dans l'Exemple 1 à cette différence près que le rapport d'allongement a été modifié de la manière représentée dans le tableau 1 et on a formé des couches à jeter après usage de la manière décrite dans l'Exem-

25 ple 1 en utilisant les pellicules poreuses respectives en tant que feuilles supports.

EXEMPLES 11-12

On a obtenu des pellicules poreuses de la même manière

30 que celle décrite dans l'Exemple 1 à cette différence près que l'on a utilisé du talc (talc MS, un produit de Japan Talc Co.) ou de la terre de diatomées comme charge. On a formé des couches à jeter après usage de la manière décrite dans l'Exemple 1 en utilisant lesdites pellicules poreuses comme feuilles

35 supports.

EXEMPLES 13-15

On a obtenu des pellicules poreuses en suivant le procédé de l'Exemple 1, mais en changeant les proportions du polyéthylène linéaire à basse densité, de la charge et du polymère hydrocarboné de la manière énoncée dans le Tableau 1.

On a fabriqué des couches à jeter après usage de la manière décrite dans l'Exemple 1 en utilisant lesdites pellicules poreuses comme feuilles supports.

EXEMPLES 16-18

On a produit des pellicules poreuses de la manière décrite dans l'Exemple 2 en utilisant du polybutadiène liquide (Nisso PB-G qui peut être obtenu de Nippon Soda KK) ou du polybutène liquide (Polybutène Nisseki HV-300 qui peut être obtenu de Sekiyu Kagaku KK) comme polymère hydrocarboné liquide et en utilisant du carbonate de calcium ou du talc (Talc MS qui peut être obtenu de Nippon Talc KK) comme charge. On a formé des couches à jeter après usage de la manière décrite dans l'Exemple 1 en utilisant les pellicules poreuses comme feuilles supports.

EXEMPLES COMPARATIFS 1-3

On a obtenu des pellicules poreuses de la même manière que celle décrite dans l'Exemple 1 à cette différence près qu'on n'a pas incorporé de polymère hydrocarboné au mélange et que la température d'étirage et le rapport d'allongement ont été changés. En utilisant ces pellicules poreuses comme feuilles supports, on a formé des couches à jeter après usage en suivant le mode opératoire de l'Exemple 1.

EXEMPLES COMPARATIFS 4-6

On a obtenu des pellicules poreuses de la même manière que celle décrite dans l'Exemple 2 à cette différence près qu'on n'a pas incorporé de polymère hydrocarboné au mélange et que la température d'étirage et le rapport d'allongement ont été changés. On a formé des couches à jeter après usage en suivant le mode opératoire de l'Exemple 1 en utilisant ces pellicules poreuses comme feuilles supports.

Les propriétés des pellicules obtenues dans les Exemples 1-18 et dans les Exemples comparatifs 1-6, les capacités de mise en forme des couches et les résultats d'essais de leur utilisation sont indiqués dans le Tableau 1. On a également effectué des évaluations semblables portant sur une couche fabriquée en utilisant une feuille support disponible dans le commerce et sur une autre couche à jeter après usage fabriquée en utilisant deux feuilles de couche en forme d'anneau disponibles dans le commerce en toile de coton blanchie avec une flanelle de laine disponible dans le commerce et un dessus de couche. Les résultats de ces évaluations sont également indiqués dans le Tableau 1 (Exemples comparatifs 7 et 8).

Les symboles utilisés dans la colonne intitulée "Composition" du Tableau 1 sont définis dans le Tableau 2.

Les données du Tableau 1 ont été déterminées par les méthodes suivantes :

1) Résistance

a) Résistance à la traction

On a disposé un morceau d'essai mesurant 10 x 140 mm dans la direction CD (direction transversale) de la pellicule échantillon et on l'a soumis à une traction exercée à une vitesse de 300 mm/mn avec des intervalles de traction de 100 m/m en utilisant un appareil d'essai de traction Tensilon et la charge maximale a été indiquée comme étant la résistance à la traction.

b) Résistance à la déchirure

On a disposé un morceau d'essai de 30 x 60 mm dans la direction d'étirage de la pellicule échantillon et après avoir formé une fente de 30 mm dans la partie centrale du morceau d'essai, on a mesuré sa résistance à la traction en utilisant l'appareil d'essai de traction Tensilon. La vitesse de déchirure a été réglée à 300 mm/mn.

2) Perméabilité à l'humidité

On a enveloppé du duvet de pulpe de bois de 40 g/m² dans du papier de soie et on l'a moulé en une feuille de

10 x 10 cm. On a placé cette feuille sur une plaque d'aluminium puis on a fait tomber sur elle goutte à goutte 20 ml d'une solution saline physiologique de telle sorte qu'elle s'étalait uniformément sur l'ensemble de la feuille. Ensuite, on a recouvert la plaque d'aluminium et la feuille d'une pellicule échantillon de 12 x 12 cm dont on a fixé les quatre côtés au moyen d'un ruban adhésif en résine de vinyle. On a ensuite fixé l'échantillon préparé à la paroi (plaque en résine acrylique) d'une cuve à eau à température constante maintenue à 30 °C et, 2 heures plus tard, on a mesuré le changement de poids. La mesure a été effectuée dans des conditions de température de 20 °C et d'humidité relative de 60 %.

3) Essai d'utilisation

Les couches à jeter après usage ont été utilisées par sept bébés pendant une semaine sans interruption (pour chaque essai) et on a observé l'érythème fessier et autres troubles qui se sont produits pendant la période d'essai. Lorsque des bébés objet de l'essai ont souffert d'un érythème fessier dû à un trouble de santé (par exemple, une attaque de diarrhée) au cours de l'essai, les essais les concernant n'ont pas été pris en compte dans les résultats d'essais. Les essais ont été effectués pendant la période de Juin à Octobre.

TABLEAU I

Ex. (designe le poly- léline)	Composition (%)		Condition d'étréage		Eclaire- ment la pel- licule (lux)	Résistance		Perméabi- lité à l'humidi- té (g/100 cm ² .2h)	Capacité de mise en un forme et essai d'utilisation de la couche à jeter après usage	Remarques
	Char- bon	Polymère hydropar- héne	Tempé- rature (°C)	Rapport d'étréage (g/g)		à la traction (N)	à la déchirure (N)			
1	A-1 40	B-1 50	C-2 10	80	2,7	48	2,16	0,106	1,6	L'un des sept sujets a souffert d'une légère bourbouille
2	A-2 40	B-1 50	C-1 10	80	2,5	28	1,37	0,137	1,7	Aucun des sept sujets n'a présenté d'anomalie
3	A-1 45	B-1 50	C-2 5	80	2,7	38	2,35	0,093	1,2	Deux des sept sujets ont souffert d'une légère bourbouille
4	A-1 30	B-1 50	C-2 20	80	2,7	36	1,33	0,053	1,5	
5	A-1 70	B-1 20	C-2 10	80	2,7	35	2,51	0,179	0,2	Trois des sept sujets ont présenté un très léger fissier semblable à de la bourbouille
6	A-1 55	B-1 35	C-2 10	80	2,7	37	2,28	0,123	0,5	
7	A-1 30	B-1 60	C-2 10	80	2,7	33	1,45	0,047	1,7	La moitié des couches essayées ont été déchirées pendant l'essai d'utilisation
8	A-1 40	B-1 50	C-1 10	80	2,7	35	2,11	0,088	1,6	
9	"	"	"	80	1,5	45	2,36	0,122	0,6	Etirée d'une manière non uniforme
10	"	"	"	80	1,2	50	2,83	0,130	0,2	Etirée d'une manière non uniforme
11	"	B-2 50	C-2 10	80	2,7	35	2,15	0,070	1,3	
12	"	B-3 50	C-2 10	80	2,7	36	2,26	0,076	1,4	
13	A-2 45	B-1 50	C-1 5	80	2,5	30	1,79	0,093	1,8	

(*) parties en poids

TABLEAU 1 (suite)

Ex.	14	A - 2 55	B - 1 35	C - 1 10	80	2,5	30	1,91	0,149	0,4	
	15	A - 2 30	B - 1 60	C - 1 10	80	2,5	29	1,18	0,055	2,0	Le quart des couches essayées ont été dé- chirées pendant l'essai d'utilisation
	16	A - 2 40	B - 2 50	C - 1 10	80	2,5	30	1,42	0,092	1,9	
	17	"	B - 3 50	C - 3 10	80	2,5	31	1,45	0,101	2,2	
	18	"	B - 1 50	C - 4 10	80	2,5	30	1,51	0,089	1,8	
Ex.	1	A - 1 50	B - 1 50	-	110	4,0	25	1,31	0,031	1,5	La couche a été déchirée pendant l'opération de mise en forme
comp.	2	"	"	-	110	4,0	35	1,62	0,044	1,2	La couche a été déchirée pendant l'essai d'utilisation
	3	"	"	-	110	6,0	25	1,23	0,024	1,6	La couche a été déchirée pendant l'opération de mise en forme
	4	A - 2 50	"	-	100	6,0	25	1	0,032	1,7	"
	5	"	"	-	100	6,0	33	1,22	0,046	1,5	La couche a été déchirée pendant l'essai d'utilisation
	6	"	"	-	100	6,0	37	1,40	0,047	1,1	"
	7	-	-	-	-	-	26	2,45	0,49	0,03	Cinq des sept sujets ont présenté un érythème fessier semblable à de la bourbouille
	8	-	-	-	-	-	-	-	-	1,6	On a utilisé une pellicule étanche aux fuites disponible dans le commerce
											On a utilisé deux feuilles de macle des- sant de couche disponible dans le commerce
											L'un des sept sujets a souffert d'une légère bourbouille

17
TABLEAU 2

	Symbole	Signification
	A-1	Polyéthylène à haute densité Novatek EROO2 (Mitsubishi Kasei Kogyo)
5	A-2	Polyéthylène linéaire à basse densité, Ultzex 2021-NF (Mitsui Sekiyu Kagaku)
	B-1	Carbonate de calcium : dimension particulaire moyenne : 1,2 μ m ; traité avec un acide gras
	B-2	Talc - Talc MS (Japan Talc)
10	B-3	Terre de diatomées
	C-1	Polymère hydrocarboné cireux préparé par hydrogénéation d'un polybutadiène à terminaisons hydroxyle (Préparation 1)
15	C-2	Polymère hydrocarboné liquide préparé par hydrogénéation d'un polybutadiène à terminaisons hydroxyle (Préparation 2)
	C-3	Polybutadiène liquide, Nisso PBG (Nippon Soda)
	C-4	Polybutène liquide, Polybutène Nisseki HV-300 (Nippon Sekiyu Kagaku)

20 Il apparaît immédiatement à l'examen du Tableau 1 qu'il existe une différence de souplesse de la pellicule entre l'Exemple 1 de la présente invention et les Exemples comparatifs 1-3. On notera que dans le cas des exemples comparatifs (couches en papier connues), des difficultés se produisent

25 au cours de la mise en forme de la couche et que les couches, même lorsqu'elles sont mises convenablement en forme, se déchirent au cours de l'usage. L'Exemple 2 est une couche fabriquée en utilisant une résine de polyéthylène linéaire à basse densité. Sa différence avec les Exemples comparatifs

30 4-6 en ce qui concerne la souplesse de la pellicule est évidente. On a fabriqué les couches des Exemples 3-7 en utilisant un polyéthylène à haute densité et en modifiant les proportions de la résine, de la charge et du polymère hydrocarboné. Les proportions de mélange limites des trois composants

respectifs peuvent être déduites de ces Exemples. Dans les Exemples 1 et 8-10 on a modifié les conditions de façonnage de la pellicule pour modifier l'épaisseur de la pellicule poreuse produite. Dans ces exemples, bien qu'on note une amélioration de la résistance de la pellicule, la souplesse, de même que la perméabilité à l'humidité, sont réduites. Ainsi, il est possible de déterminer les limites admissibles de l'épaisseur de la pellicule à partir de ces résultats. Les exemples 11 et 12 sont des cas dans lesquels on a utilisé du talc et de la terre de diatomées comme charge. On voit que les pellicules obtenues dans ces exemples ont présenté des propriétés égales à celles de la pellicule de l'Exemple 1. Dans les Exemples 2 et 13-18, on a produit les pellicules poreuses en utilisant du polyéthylène linéaire à basse densité et on a fabriqué de la même manière des couches en utilisant les pellicules. On notera que le polyéthylène linéaire à basse densité est préférable au polyéthylène à haute densité en ce qui concerne la souplesse et la perméabilité à l'humidité de la pellicule. L'Exemple comparatif 7 est une couche à jeter après usage fabriquée en utilisant une feuille support disponible dans le commerce. Cinq des sept sujets qui ont utilisé cette couche présentaient un érythème fessier après deux jours d'utilisation. L'Exemple comparatif 8 est une couche (couche-culotte pour bébés) fabriquée en flanelle de laine disponible dans le commerce. Dans l'essai d'utilisation de cette couche-culotte, on a utilisé avec elle deux morceaux de toile de coton blanchie en forme d'anneau. Dans tous les essais d'utilisation, l'horaire du changement des couches a été laissé au libre choix des mères des bébés.

Comme il apparaît clairement à l'examen des résultats ci-dessus, la couche à jeter après usage selon la présente invention présente une très grande utilité pratique.

L'article absorbant selon l'invention peut également s'appliquer à une serviette hygiénique. Lorsque l'invention est utilisée pour une serviette hygiénique, il est préféra-

ble qu'un caoutchouc liquide soit incorporé à une résine de polyoléfine utilisée pour former la feuille support, à la place d'un polymère hydrocarboné liquide ou cireux.

La serviette hygiénique a été représentée sur les Fig. 2 et 3. La Fig. 2 est une vue en coupe très schématique d'un mode de réalisation de la serviette hygiénique de la présente invention. La serviette comprend : (1) une épaisseur de matière absorbante qui est constituée par un empilage comprenant une couche de pulpe cotonneuse 13, un papier hydrophile 14 et de l'ouate 15 en fibres coupées de rayonne ; (2) une feuille hydrofuge 12 qui est constituée par une pellicule poreuse préparée par moulage par fusion d'une composition comprenant une résine de polyoléfine, une charge et un caoutchouc liquide, suivi d'un étirage du produit moulé, le dessous, les côtés et une partie de la surface supérieure de l'épaisseur de matière absorbante étant recouverts par la feuille hydrofuge 12 ; et (3) une feuille superficielle 11 recouvrant l'ensemble.

La Fig. 3 est une vue en coupe très schématique qui représente un autre mode de réalisation de la serviette hygiénique de la présente invention. La serviette comprend (1) une épaisseur de matière absorbante qui est constituée par un empilage comprenant une pulpe cotonneuse 13, un papier hydrophile 14 et de l'ouate 15 de fibres coupées de rayonne, (2) une feuille superficielle 11 qui recouvre la surface supérieure de l'épaisseur de matière absorbante ; et (3) une feuille hydrofuge 12 qui est la pellicule poreuse ci-dessus mentionnée qui recouvre le dessous, les côtés et les extrémités de l'épaisseur absorbante, la feuille hydrofuge 12 étant collée et fixée à la feuille superficielle 11 au moyen d'un adhésif 16 fondant à chaud à l'intérieur des extrémités de la feuille superficielle 11.

L'épaisseur de matière absorbante utilisée dans la présente invention contient généralement un polymère ayant des propriétés d'absorption d'eau élevées ainsi que la pulpe

cotonneuse 13, le papier hydrophile 14 et l'ouate 15 en fibres coupées de rayonne.

La présente serviette est caractérisée par l'emploi d'une pellicule imperméable aux sécrétions humaines, perméable aux vapeurs, plus concrètement une pellicule poreuse obtenue en moulant par fusion la composition qui comprend une résine de polyoléfine, une charge et un caoutchouc liquide et en soumettant le produit moulé à un traitement d'étirage pour former la feuille hydrofuge. Pour la résine de polyoléfine et pour la charge on peut utiliser celles des modes de réalisation précédemment décrits. En ce qui concerne le caoutchouc liquide on peut utiliser, par exemple, du polybutadiène liquide et du polybutène liquide. Du point de vue des propriétés filmogènes et de la résistance du produit étiré, le rapport de mélange est, de préférence, de 100 parties en poids de la résine de polyoléfine, de 28 à 200 parties en poids de la charge, et de 10 à 70 parties en poids du caoutchouc liquide. Dans le traitement d'étirage de la pellicule, le rapport d'allongement est d'au moins 1,2 dans au moins une direction.

La pellicule poreuse ainsi obtenue a des pores ouverts et, par conséquent, elle présente une haute perméabilité à la vapeur et une forte résistance à la pression d'eau et ne présente aucun risque de fuite des sécrétions humaines à travers elle. Il est préférable qu'une quantité importante des sécrétions humaines s'évapore à travers la surface de la serviette qui n'est pas en contact avec le corps. On utilise une pellicule poreuse ayant un taux de transmission de vapeur d'eau (conformément à la norme ASTM E 26-66 (E) d'au moins $1\ 000\text{ g/m}^2 \cdot 24\text{ h}$ et, de préférence, d'au moins $2000\text{ g/m}^2 \cdot 24\text{ h}$. Si on utilise une pellicule ayant un taux de transmission de vapeur d'eau inférieur à $1\ 000\text{ g/m}^2 \cdot 24\text{ h}$, une grande quantité de sécrétions humaines est conservée dans la serviette. Par conséquent, une telle pellicule n'a que peu d'effet sur la réduction des odeurs et l'importance de l'utilisation d'une pelli-

cule poreuse comme feuille hydrofuge est réduite.

EXEMPLE 19

On a ajouté 5 kg d'un polybutadiène liquide à terminaisons hydroxyle (de marque Poly bu R-45HT, un produit de Idemitsu Sekiyu Kagaku KK) à 20 kg d'une résine de polyéthylène à haute densité (de marque Novatec BRO02, un produit de Mitsubishi Kasei Kogyo KK) puis on a agité le mélange dans un mélangeur Henschel. Ensuite, on a ajouté au mélange 25 kg de carbonate de calcium (diamètre particulaire moyen = 1,2 μ m; traité avec un acide gras) et on a à nouveau agité le tout.

On a malaxé le mélange résultant dans un mélangeur à deux vis DSM-65 (un produit de Nihon Seiko-sho KK) et on en a fait des pastilles.

On a moulé par soufflage les pastilles au moyen d'une extrudeuse ayant un diamètre de 40 mm pour former une pellicule de 70 μ m d'épaisseur. Les conditions d'extrusion ont été les suivantes :

- température du cylindre : 150-180-180 °C
- température de la tête de filière : 180 °C
- vitesse d'embobinage : 4 m/mn, rapport de soufflage : 1,3
- largeur à plat : 300 mm

On a étiré uniaxialement la pellicule obtenue au moyen d'une machine d'étirage à rouleaux.

Les conditions d'étirage ont été les suivantes :

- température d'étirage : 100°
- rapport d'allongement : 2,2
- vitesse d'étirage : 4,4 m/mn

Ainsi, on a obtenu une pellicule poreuse suffisamment blanchie. La pellicule poreuse avait des surfaces parfaites et était exempte d'irrégularités d'étirage.

On a préparé une serviette hygiénique telle que représentée sur la Fig. 2 en utilisant la pellicule poreuse obtenue comme feuille hydrofuge.

EXEMPLES 20 à 25

On a obtenu des pellicules poreuses de la même manière que celle décrite dans l'Exemple 19 à cette différence près que les températures d'étirage et les rapports d'allongement ont été tels qu'indiqués dans le Tableau 3. On a préparé des serviettes hygiéniques en utilisant les pellicules poreuses obtenues comme feuilles hydrofuges.

Exemples comparatifs 4 et 6

On a préparé des pellicules poreuses de la même manière que celle décrite dans l'Exemple 19 à cette différence près qu'on n'a pas utilisé de caoutchouc liquide et que les températures d'étirage et les rapports d'allongement ont été tels qu'indiqué dans le Tableau 3. On a préparé des serviettes hygiéniques de la manière décrite dans l'Exemple 19 mais en utilisant les pellicules obtenues comme feuilles hydrofuges.

Exemple comparatif 6

On a préparé des serviettes hygiéniques de la manière décrite dans l'Exemple 19 mais en utilisant une feuille stratifiée composée d'une feuille de papier et d'une pellicule de polyéthylène ("papier hydrofuge poly-lami") comme feuille hydrofuge.

On a mesuré l'épaisseur de pellicule, le taux de transmission de la vapeur d'eau et la souplesse des pellicules obtenues dans les Exemples 19 à 23 et dans les Exemples comparatifs 4 à 6 pour obtenir les résultats indiqués dans le Tableau 3.

A la différence des serviettes hygiéniques classiques, les serviettes hygiéniques de la présente invention présentent l'avantage qu'une partie des sécrétions humaines s'évapore à travers la feuille hydrofuge des serviettes, étant donné que ces serviettes utilisent la pellicule imperméable aux sécrétions humaines et perméable à la vapeur comme feuille hydrofuge et que, par conséquent, les utilisatrices ne se sentent pas gênées ou mal à l'aise pendant l'utilisation. En outre, les troubles, tels qu'une éruption et une inflammation, dus à l'absence d'évaporation, sont réduits.

TABLEAU 3

	Conditions d'étréage		Epaisseur de la pellicule (μ)	Taux de transmission de la vapeur d'eau (g/m ² · 24 h)	Souplesse	Remarques
	Temp. (°C)	rapport d'allongement				
Ex. 19	100	2,2	35	2530	0	
" 20	"	1,5	45	1920	Δ	
" 21	"	1,2	50	1250	Δ	
" 22	85	2,2	36	2700	0	
" 23	50	"	37	2910	0	
Ex. Comp. 4	110	2,2	34	2170	x	Les pellicules ont été déchirées
" 5	"	3,0	30	2010	x	"
" 6	"	-	30	330	Δ	Feuilles hydrofuges d'une serviette hygiénique du commerce.

Notes *1 les taux de transmission de vapeur ont été déterminés conformément à la norme ASTM E 26-66 (E)

REVENDICATIONS

1 - Article absorbant comprenant un ensemble en une seule pièce comportant une feuille support (1, 12) imperméable aux liquides, un élément absorbant (2 ; 13, 14, 15) placé sur la feuille support et une feuille (3 ; 11) perméable aux liquides recouvrant l'élément absorbant, caractérisé en ce que la feuille support (1, 12) est constituée par une pellicule poreuse, imperméable aux liquides, perméable aux vapeurs, faite en mélangeant 100 parties en poids d'une résine de polyoléfine, 28 à 200 parties en poids de particules d'une charge et 10 à 70 parties en poids d'un polymère hydrocarboné liquide ou cireux ou d'un caoutchouc liquide, en moulant le mélange pour former une pellicule, puis en étirant ladite pellicule à une dimension supérieure à 1,2 fois sa dimension d'origine dans au moins l'une des directions de sa surface pour former de petits pores dans la pellicule.

2 - Article absorbant selon la revendication 1, caractérisé en ce que la résine de polyoléfine est un polyéthylène à haute densité.

3 - Article absorbant selon la revendication 1, caractérisé en ce que la résine de polyoléfine est un polyéthylène linéaire à basse densité.

4 - Article absorbant selon la revendication 1, caractérisé en ce que la pellicule est composée essentiellement de 30 à 55 % en poids de ladite résine, de 35 à 55 % en poids de ladite charge et de 5 à 20 % en poids dudit polymère hydrocarboné.

5 - Article absorbant selon la revendication 1, caractérisé en ce que la pellicule est composée essentiellement d'environ 40 % en poids de ladite résine, environ 50 % en poids de ladite charge et environ 10 % en poids dudit polymère hydrocarboné.

6 - Article absorbant selon la revendication 1, caractérisé en ce que la résine de polyoléfine est choisie parmi

un polyéthylène à basse densité et un polyéthylène à haute densité et le polymère hydrocarboné est choisi parmi un polybutadiène, un polybutène et un polymère hydrocarboné hydroxy-substitué saturé obtenu par hydrogénation d'un polybutadiène
5 liquide hydroxy-substitué ayant de 1,5 à 5 groupes hydroxyle par molécule, ledit polymère hydrocarboné ayant un poids moléculaire moyen en nombre compris entre 400 et 48 000.

7 - Article absorbant selon la revendication 6, caractérisé en ce que la pellicule est étirée à une dimension comprise entre 1,2 et 4,0 fois sa dimension d'origine dans au
10 moins une direction de sa surface.

8 - Article absorbant selon la revendication 6, caractérisé en ce que les particules de charge ont une dimension particulaire comprise entre 1 et 5 μm .

15 9 - Article absorbant selon la revendication 6, caractérisé en ce que la pellicule a un poids de base compris entre 20 et 50 g/m^2 .

10 - Article absorbant selon la revendication 1, qui est une couche à jeter après usage.

20 11 - Article absorbant selon la revendication 1, qui est une serviette hygiénique.

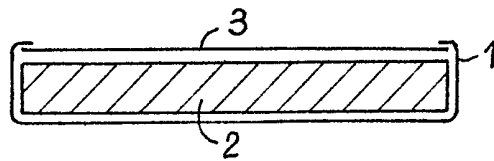


FIG. 1

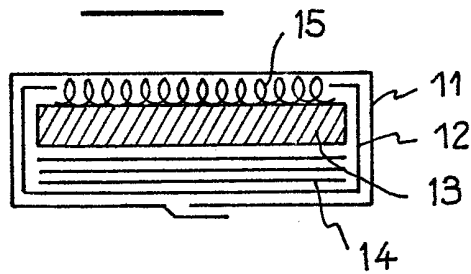


FIG. 3

