

Epreuve d'un candidat

Polymère superabsorbant et ses utilisations

La présente invention concerne les polymères superabsorbants et leur utilisation dans des produits absorbants.

Les produits absorbants sont largement utilisés dans la vie quotidienne, en particulier les produits servant à absorber les sécrétions corporelles, tels que les couches-culottes, les articles destinés à l'adulte incontinent, les produits d'hygiène féminine et les bandages. Ces produits comprennent toujours une première couche imperméable aux liquides, une deuxième couche faite d'un matériau non tissé, et un cœur absorbant intercalé entre les deux couches précédentes, le cœur absorbant comprenant un polymère superabsorbant, c'est-à-dire un polymère capable d'absorber une grande quantité de liquide.

Les polymères superabsorbants actuellement disponibles sur le marché sont presque exclusivement des produits à base acrylique, comme de l'acide acrylique greffé sur un support ou de l'acide polyacrylique réticulé.

C'est le cas par exemple du Superwet A1000.

Ainsi le document D2 décrit des produits absorbants destinés à l'absorption de sécrétions corporelles contenant un cœur absorbant qui comprend des polymères superabsorbants polyacryliques et des fibres cellulosiques, qui ont l'avantage d'être très doux au contact avec la peau.

Cependant, ces polymères polyacryliques superabsorbants ne sont pas facilement biodégradables. Par conséquent, pour des raisons écologiques, il serait hautement désirable d'utiliser des polymères superabsorbants biodégradables, mais ayant des propriétés, en particulier des propriétés d'absorption des liquides et de douceur au contact de la peau, similaires à celles des polymères polyacryliques superabsorbants classiques.

Le document D1 divulgue un polymère superabsorbant qui est biodégradable. Ce polymère superabsorbant est un mélange réticulé de carboxyméthylcellulose sodique (CMCNa) et d'hydroxyéthylcellulose (HEC), dont le rapport en poids CMCNa/HEC est de 0,1 à 5,0, en particulier de 0,8 à 1,6.

La réticulation a lieu en solution aqueuse et on peut utiliser n'importe lequel des agents de réticulation connus, tels que l'épichlorohydrine, le formaldéhyde, les carbodiimides et la divinylsulfone. Le gel obtenu dans cette étape est lavé à l'eau déionisée et séché par inversion de phase. Le polymère est obtenu sous forme de granulés blancs.

Cependant, ce polymère superabsorbant n'est décrit que pour une utilisation au sol pour améliorer sa capacité de rétention d'eau. De surcroît, il n'est capable d'absorber au maximum que 39 g d'eau par g de polymère.

Les présents inventeurs ont montré que, de manière surprenante, un polymère superabsorbant constitué d'un mélange réticulé, à un degré de 2 à 10 %, de carboxyméthylcellulose sodique (CMCNa) et d'HEC, avec un rapport en poids entre la CMCNa et l'HEC de 2 à 3, était à la fois un polymère superabsorbant biodégradable, capable d'absorber de très grandes quantités d'eau de plus de 59 g d'eau par g de polymère, tout en conservant les propriétés de douceur au contact de la peau observé avec les polymères superabsorbants polyacryliques.

Ils ont également montré que le polymère superabsorbant décrit dans D1 pouvait, de manière surprenante malgré sa capacité de libération d'eau, être utilisé dans des produits destinés à l'absorption de sécrétions corporelles dans la mesure où il conserve des propriétés similaires à celles des polymères superabsorbants polyacryliques.

La présente invention concerne donc un polymère superabsorbant constitué d'un mélange réticulé, à un degré de 2 à 10 %, de CMCNa et d'HEC, où le rapport en poids entre la CMCNa et l'HEC est de 2 à 3.

La présente invention concerne également un procédé de préparation d'un polymère superabsorbant comprenant les étapes consistant à :

- (i) faire réagir une solution aqueuse de carboxyméthylcellulose sodique et d'HEC avec un carbodiimide en tant qu'agent de réticulation, en présence d'un catalyseur acide afin de produire un gel polymérique, la somme des concentrations de CMCNa et d'HEC dans la solution aqueuse étant de 3 à 10 % en poids, le rapport en poids entre la CMCNa et l'HEC étant de 2 à 3, et la concentration de carbodiimide dans la solution aqueuse étant de 5 à 15 % en poids ;
- (ii) laver à l'eau le gel obtenu à l'étape (i),
- (iii) sécher le gel, et
- (iv) récupérer le polymère superabsorbant sous forme de granulés.

Le pH dans l'étape (i) est habituellement de 3 à 6, de préférence de 3,5 à 4,5. Il n'y a pas de restriction quant à l'acide à utiliser en tant que catalyseur acide. Il s'agit typiquement de l'acide citrique. La somme des concentrations de CMCNa et d'HEC dans la solution aqueuse est de 3 à 10 % en poids. La somme des concentrations de CMCNa et d'HEC dans la solution aqueuse est de préférence de 4 à 9 % en poids. Il a été montré expérimentalement que des concentrations inférieures à 3 % en poids ou supérieures à 10 % en poids empêchaient la réticulation.

Il est essentiel que la concentration de carbodiimide dans la solution soit de 5 à 15 % en poids, sinon on obtient un gel ayant de mauvaises propriétés mécaniques. La concentration en carbodiimide est de préférence de 5 à 10 % en poids.

De préférence, le gel est séché à l'étape (iii) par inversion de phase.

Dans l'étape de séchage par inversion de phase, on met le gel au contact d'un liquide qui ne dissout pas le polymère, mais qui va absorber l'eau. Le gel polymérique est mis au contact du liquide jusqu'à ce qu'il précipite sous forme de granulés blancs. Le liquide utilisé dans cette étape est généralement l'acétone. En

séchant le polymère superabsorbant par inversion de phase, il en résulte une capacité d'absorption plus élevée qu'en séchant à l'air. Il est cependant possible d'avoir recours au séchage à l'air, si nécessaire.

Le gel est de préférence lavé à l'étape ii) avec de l'eau déionisée. Cela donne en effet des polymères avec une plus grande capacité d'absorption.

Le carbodiimide est de préférence le 1-éthyl-3-(3-diméthyl-aminopropyl)carbodiimide (EDC).

Les carbodiimides sont des agents de réticulation non conventionnels. Ils provoquent la formation de liaisons ester entre la CMCNa et l'HEC, sans participer eux-mêmes aux liaisons. Les carbodiimides se transforment en dérivés de l'urée pendant la réaction de réticulation. Il a été confirmé expérimentalement qu'il ne reste aucune trace de carbodiimide dans le produit final. Un carbodiimide particulièrement préféré est le 1-éthyl-3-(3-diméthylaminopropyl)carbodiimide (EDC).

Le polymère superabsorbant selon l'invention est susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention tel que décrit ci-dessus. Il est de préférence sous forme de granulés.

La présente invention concerne également l'utilisation du polymère superabsorbant tel que défini ci-dessus pour fabriquer un produit absorbant.

Elle concerne aussi un produit absorbant comprenant un polymère superabsorbant selon l'invention tel que défini ci-dessus.

La présente invention concerne d'autre part un produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles comprenant une première couche imperméable aux liquides, une deuxième couche faite d'un matériau non tissé, et un cœur absorbant intercalé entre ces deux couches, ledit cœur absorbant comprenant un polymère superabsorbant constitué d'un mélange réticulé, à un degré de 2 à 10 %, de CMCNa et d'HEC, le rapport en poids entre la CMCNa et l'HEC étant de 0,5 à 5.

De préférence, le polymère superabsorbant contenu dans ces produits absorbants destinés à l'absorption de sécrétions corporelles est tel que défini dans les revendications 11 et 12.

Dans un mode de réalisation préféré, le cœur absorbant du produit absorbant comprend le polymère superabsorbant et des fibres, en particulier des fibres cellulosiques, telles que des fibres de coton, de lin ou de rayonne, ou des fibres synthétiques telles que des fibres en polypropylène ou polyamide. De préférence, les fibres sont des fibres cellulosiques.

De préférence, le produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles selon l'invention est une couche-culotte, un article destiné à l'adulte incontinent, un produit d'hygiène féminine ou un bandage.

La présente invention concerne également un procédé de fabrication d'un produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles selon l'invention, comprenant les étapes consistant à :

(i) mélanger le polymère superabsorbant avec *des fibres dans de l'air chaud, dans un tambour rotatif sous vide, pour constituer un cœur absorbant.*

(ii) laminier le cœur absorbant obtenu à l'étape (i) entre une première couche imperméable aux liquides et une deuxième couche faite d'un matériau non tissé.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de préparation d'un polymère superabsorbant comprenant les étapes consistant à :
 - (i) faire réagir une solution aqueuse de carboxyméthylcellulose sodique (CMCNa) et d'hydroxyéthylcellulose (HEC) avec un carbodiimide en tant qu'agent de réticulation, en présence d'un catalyseur acide afin de produire un gel polymérique,
 - i. la somme des concentrations de CMCNa et d'HEC dans la solution aqueuse étant de 3 à 10 % en poids, le rapport en poids entre la CMCNa et l'HEC étant de 2 à 3, et la concentration de carbodiimide dans la solution aqueuse étant de 5 à 15 % en poids ;
 - (ii) laver à l'eau le gel obtenu à l'étape (i),
 - (iii) sécher le gel, et
 - (iv) récupérer le polymère superabsorbant sous forme de granulés.
2. Procédé de préparation d'un polymère superabsorbant selon la revendication 1, dans lequel le gel est séché à l'étape (iii) par inversion de phase.
3. Procédé de préparation d'un polymère superabsorbant selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le gel est lavé à l'étape (ii) avec de l'eau déionisée.
4. Procédé de préparation d'un polymère superabsorbant selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel le carbodiimide est le 1-éthyl-3-(3-diméthylaminopropyl)carbodiimide (EDC).
5. Polymère superabsorbant constitué d'un mélange réticulé, à un degré de 2 à 10 %, de carboxyméthylcellulose sodique (CMCNa) et d'hydroxyéthylcellulose (HEC), où le rapport en poids entre la CMCNa et l'HEC est de 2 à 3.
6. Polymère superabsorbant selon la revendication 5, le polymère étant susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.
7. Polymère superabsorbant selon la revendication 5 ou 6, ledit polymère étant sous forme de granulés.
8. Utilisation du polymère superabsorbant selon l'une quelconque des revendications 5 à 7 pour fabriquer un produit absorbant.

9. Produit absorbant comprenant un polymère superabsorbant tel que défini dans l'une quelconque des revendications 5 à 7.
10. Produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles comprenant une première couche imperméable aux liquides, une deuxième couche faite d'un matériau non-tissé, et un cœur absorbant intercalé entre ces deux couches, ledit cœur absorbant comprenant un polymère superabsorbant constitué d'un mélange réticulé, à un degré de 2 à 10 %, de carboxyméthylcellulose sodique (CMCNa) et d'hydroxyéthylcellulose (HEC), le rapport en poids entre la CMCNa et l'HEC étant de 0,5 à 5.
11. Produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles selon la revendication 10, dans lequel le polymère superabsorbant est le polymère superabsorbant selon l'une quelconque des revendications 5 à 7.
12. Produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles selon la revendication 10, dans lequel le polymère superabsorbant est susceptible d'être obtenu par un procédé de préparation comprenant les étapes consistant à :
 - (i) faire réagir une solution aqueuse de CMCNa et d'HEC avec un carbodiimide en tant qu'agent de réticulation, en présence d'un catalyseur acide afin de produire un gel polymérique la somme des concentrations de CMCNa et d'HEC dans la solution aqueuse étant de 3 à 10 % en poids, le rapport en poids entre la CMCNa et l'HEC étant de 0,5 à 5, et la concentration de carbodiimide dans la solution aqueuse étant de 5 à 15 % en poids ;
 - (ii) laver à l'eau le gel obtenu à l'étape (i) ; et
 - (iii) sécher le gel.
13. Produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, dans lequel le cœur absorbant comprend le polymère superabsorbant et des fibres, de préférence des fibres cellulosiques.
14. Produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles selon l'une quelconque des revendications 10 à 13, ledit produit absorbant étant une couche-culotte, un article destiné à l'adulte incontinent, un produit d'hygiène féminine ou un bandage.
15. Procédé de fabrication d'un produit absorbant destiné à l'absorption de sécrétions corporelles comprenant les étapes consistant à
 - (i) mélange un polymère superabsorbant tel que défini dans l'une quelconque des revendications 5 à 7, 10 et 12, avec des fibres dans de l'air chaud, dans un tambour rotatif, pour constituer un cœur absorbant ; et
 - (ii) laminer le cœur absorbant obtenu à l'étape (i) entre une première couche imperméable aux liquides et une deuxième couche faite d'un matériau non tissé.

EXAMINATION COMMITTEE I

Candidate No.

Paper A (Chemistry) 2011 - Marking Sheet

Category	Maximum possible	Marks awarded		
		Marker	Marker	
Independent claims	Polymer	30	30	30
	Method / polymer	10	10	10
	Absorbent product	25	25	25
	Method / absorbent product	5	3	3
Dependent claims		15	12	12
Description		15	12	12
Total		100	92	92

Examination Committee I agrees on 92 marks and recommends the following grade to the Examination Board:

PASS
(50-100)

COMPENSABLE FAIL
(45-49)

FAIL
(0-44)

30 June 2011

Chairman of Examination Committee I