

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

⑫ **N° 81 12131**

⑤4 Fil retors composite et applications de celui-ci.

⑤1 Classification internationale (Int. Cl.³). D 02 G 3/24; A 41 D 13/02; A 61 F 13/16; D 02 G 3/28.

⑫2 Date de dépôt..... 19 juin 1981.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : Japon, 19 juin 1980, n° 83390/80; 27 avril 1981, n° 63602/81.

④1 Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 52 du 24-12-1981.

⑦1 Déposant : Société dite : KAO SOAP CO., LTD, résidant au Japon.

⑦2 Invention de : Osamu Ito.

⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1

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

La présente invention concerne un fil retors et un faisceau torsadé de fils dans lequel ledit fil ou au moins un fil est contracté en contact avec de l'eau, en même temps qu'on lui confère de l'élasticité.

5 Un fil retors composite est un fil retors présentant de nouvelles propriétés, ce fil composite étant formé en retordant ensemble au moins deux sortes de fils retors, fils simples, fils ayant subi un retordage mixte ou fils filés et, à l'heure actuelle, il existe, sur le
10 marché, divers fils retors composites qui sont formés par retordage de divers fils retors ou fils simples. Par exemple, on connaît un fil retors composite formé en retordant ensemble un fil de coton et un fil de fibre chimique de façon à conférer de bonnes propriétés des deux fils, telles qu'une bonne aptitude au lavage et un bon toucher, au
15 fil retors composite résultant.

La Demanderesse a effectué des recherches sur ces fils retors composites et a trouvé qu'un fil formé de fibres gonflant dans l'eau est rétréci et rendu élastique
20 lorsqu'il absorbe de l'eau et que, lorsque ce fil est soumis à un retordage mixte avec un autre fil non rétrécissable, on peut obtenir un fil retors composite présentant de nouvelles propriétés et pouvant avantageusement être utilisé dans divers domaines. La présente invention est
25 basée sur cette découverte.

Un premier but de la présente invention consiste à fournir un fil retors composite qui se rétrécit ou contracte lorsqu'il absorbe de l'eau.

30 Un autre but de l'invention consiste à pouvoir disposer d'un fil retors composite, absorbant de l'eau, qui présente une excellente résistance même lorsqu'il absorbe de l'eau.

Encore un autre but de l'invention consiste à
35 fournir un fil retors composite qui est rendu élastique lorsqu'il absorbe de l'eau.

Conformément à la présente invention, ces buts

peuvent être atteints avec un fil retors composite comprenant au moins deux sortes de fils retors, fils simples ou fils retors mixtes, qui sont retordus ensemble, l'un au moins des fils étant un fil filé (fil rétrécissable absorbant de l'eau) constitué d'un fil retors, d'un fil simple ou d'un fil retors mixte qui présente la propriété d'absorber l'eau et qui est rétréci dans le sens de sa longueur, de préférence d'au moins 10% de sa longueur initiale, lorsqu'il absorbe de l'eau, et au moins un autre fil étant un fil filé (fil non rétrécissable) constitué d'un fil retors, d'un fil simple ou d'un fil retors mixte qui n'est pratiquement pas rétréci par contact avec l'eau.

Le fil retors composite de la présente invention est rétréci et rendu élastique par absorption d'eau et, puisque ce fil composite est renforcé par le fil non rétrécissable, le fil de la présente invention présente une excellente résistance mécanique. En conséquence, les buts précités de l'invention sont atteints.

Dans le fil retors composite de la présente invention on peut utiliser, en tant que fil rétrécissable absorbant l'eau, par exemple, des fils en produits de modification de fibres cellulosiques de coton, de rayonne et analogues, comme les fibres de coton carboxyméthylé, de coton méthylé, de coton éthylé, de coton hydroxyéthylé, de coton sulfaté, de coton sulfoné, de coton phosphaté, de coton cationisé, de coton ionisé par amphotérisation, des fibres de cellulose sur lesquelles on a greffé de l'acrylate de sodium, de l'acide acrylique, de l'acrylonitrile, de l'acrylamide ou leurs produits de réticulation, et des produits modifiés similaires dérivant de la laine, de la soie et analogues, ainsi que des fibres synthétiques modifiées, comme des fibres du type acrylonitrile partiellement saponifiées et des fibres de Vinylon partiellement estérifié par l'acide maléïque.

En tant que fibre non rétrécissable (rétrécisse-

ment de moins de 10 % par contact avec de l'eau), on peut
utiliser, par exemple, des fils de fibres synthétiques
comme des fibres de nylon, des fibres acryliques, des
fibres de Vinylon, des fibres polyester et des fibres
5 de polypropylène, des fibres semi-synthétiques comme des
fibres de rayonne et des fibres d'acétate, ainsi que des
fibres naturelles telles que des fibres de chanvre, des
fibres de coton, des fibres de laine et des fibres de
soie.

10 Sur les dessins annexés :

- La figure 1 est une vue schématique de profil illustrant un fil retors composite conforme à la présente invention, dans un état faiblement retordu;
- la figure 2 est une vue schématique de profil illustrant
15 l'état dans lequel le fil retors composite représenté sur la figure 1 absorbe de l'eau;
- la figure 3 est une vue schématique de profil illustrant un fil retors composite conforme à la présente invention, à l'état fortement retordu;
- 20 - la figure 4 est une vue schématique de profil illustrant l'état dans lequel le fil retors composite représenté sur la figure 3 absorbe de l'eau;
- la figure 5 est une vue en coupe transversale d'un article absorbant qui comprend un fil retors composite
25 selon la présente invention;
- la figure 6 est une vue en coupe transversale qui montre l'état dans lequel l'article absorbant représenté sur la figure 5 absorbe de l'eau;
- la figure 7 est une vue de dessus qui montre une couche
30 jetable comprenant un fil retors composite conforme à la présente invention;
- la figure 8 est une vue en coupe transversale de la couche jetable représentée sur la figure 7; et
- la figure 9 est une vue en perspective montrant l'état
35 dans lequel la couche représentée sur la figure 7 est

effectivement utilisée et absorbe de l'eau.

Sur ces différentes figures, les nombres de référence 1 à 8 ont les significations suivantes :

- 5 1 : fil non rétrécissable;
- 2 : fil rétrécissable absorbant l'eau;
- 2' : fil rétrécissable absorbant l'eau et ayant absorbé de l'eau;
- 3 : fil retors composite conforme à la présente invention;
- 10 3' : fil retors composite conforme à la présente invention, ayant absorbé de l'eau;
- 4 : feuille superficielle;
- 5 : article absorbant;
- 6 : feuille dorsale;
- 15 7 : élément absorbant; et
- 8 : fil retors composite conforme à la présente invention.

20 Dans le fil retors combiné de la présente invention, les propriétés se manifestant dans le cas d'un retordage faible (par exemple environ 2 torsades par centimètre) sont différentes, à un certain degré, des propriétés apparaissant dans le cas d'un fort retordage (par exemple 4 torsades par centimètre). Cet aspect sera maintenant décrit en référence aux dessins ci-joints. La

25 figure 1 est un schéma illustrant l'état d'un fil retors composite, peu retordu, où le chiffre de référence 1 représente un fil non rétrécissable et le chiffre de référence 2 représente un fil rétrécissable absorbant l'eau. La figure 2 est un schéma illustrant l'état du fil retors composite de la figure 1, après absorption d'eau. De grands

30 espaces vides se forment autour du fil rétrécissable absorbant l'eau, 2', qui a absorbé de l'eau. En conséquence, dans le fil retors composite, à l'état peu retordu, la propriété de rétention d'eau est accrue et une élasticité

35 apparaît lorsque le fil absorbe de l'eau. La figure 3 est un schéma illustrant l'état d'un fil retors composite, for-

tement retordu, et la figure 4 est un schéma illustrant l'état du fil retors composite de la figure 3, après absorption d'eau. Comme représenté sur la figure 4, le fil retors composite, fortement retordu, de la présente invention, prend la forme d'une enveloppe ou gaine lorsqu'il absorbe de l'eau, mais il peut reprendre sa longueur initiale sous l'action d'une force agissant dans le sens de la longueur du fil. En conséquence, le fil présente une plus grande élasticité.

10 Le fil retors composite de la présente invention peut être utilisé dans divers domaines en prenant soin de régler, de manière convenable, le degré de retordage. On va maintenant décrire des exemples d'applications caractéristiques du fil retors composite de l'invention.

15 En tant qu'application de l'invention, on peut mentionner tout d'abord un article absorbant l'eau. Dans le cas où le fil retors composite de la présente invention est utilisé pour un article absorbant l'eau, tel qu'une serviette hygiénique, un tampon, une couche jetable ou analogue, lorsque l'article absorbant est mouillé par des excréments, des espaces vides sont formés autour du fil retors composite et l'avantage de cet article absorbant est que de grandes quantités d'excréments peuvent être retenues dans ces espaces libres. Par exemple, si le fil retors composite de la présente invention est piqué dans la couche superficielle, c'est-à-dire le tissu non tissé, d'une serviette hygiénique ou d'une couche jetable, le fil retors, qui se contracte par absorption d'eau, est humidifié et par conséquent rétréci lorsque les excréments du corps humain passent à travers la couche superficielle et sont absorbés par un absorbant. Il en résulte que la couche superficielle devient irrégulière en formant des cavités entre le corps de l'utilisateur et l'absorbant, ce qui assure le confort de l'utilisateur.

35 Une autre application de la présente invention est constituée par une couche jetable comportant un élément

élastique formé sur le bord de la partie périphérique de la portion d'entrejambes. En d'autres termes, le fil retors composite de la présente invention peut être utilisé à la place de cet élément élastique. Puisque les éléments élastiques usuels utilisés dans ce domaine ont toujours des propriétés d'élasticité, ils entraînent divers problèmes quant à leur utilisation, leur procédé de préparation et leur transport. Plus spécifiquement, lorsqu'on utilise effectivement une couche, la portion d'entrejambes est toujours fermée par un tel élément élastique et devient moisie. De plus, puisque la portion d'entrejambes est toujours comprimée par l'élément élastique, la sensation du contact sur le porteur n'est pas bonne. Dans la fabrication de ces couches, un tel élément élastique est fixé à la couche dans un état où il est étiré et cette opération implique diverses difficultés, de telle sorte que l'efficacité de la fabrication est réduite. Dans la couche, l'élément élastique est maintenu rétréci, et, par conséquent, l'ensemble de la couche est froncé, de sorte que l'article est en soi volumineux, avec pour résultat un accroissement du coût de transport. Au contraire, lorsque le fil retors composite de la présente invention est utilisé à la place d'un tel élément élastique, les inconvénients précités peuvent être efficacement éliminés. Par exemple, puisque le fil de l'invention n'est pas élastique à l'état ordinaire, un certain espace est formé autour de la portion d'entrejambes lorsque la couche est utilisée, ce qui empêche ladite portion d'entrejambes de devenir moisie. Cependant, puisque le fil de la présente invention est rétréci et est rendu élastique lorsqu'il est mouillé par l'urine, le bord de la couche adhère à la portion d'entrejambes en raison de la présence du fil rétréci de la présente invention et les fuites d'urine peuvent être efficacement empêchées. De plus, lors de la fabrication des couches, puisque le fil retors composite de la présente invention est fixé à la couche, bien qu'il

ne soit pas du tout élastique, (lorsqu'il est à l'état sec), il n'y a pas de réduction de l'efficacité de la fabrication. En outre, la couche n'est pas du tout froncée puisque le fil retors élastique n'est pas élastique avant son utilisation et cette couche n'est pas du tout volumineuse. Par conséquent, le coût de transport peut être réduit.

Un tissu tricoté ou tissé constitue encore une autre application de la présente invention. Par exemple, le fil retors composite de l'invention peut être utilisé pour la fabrication d'un tissu tricoté ou tissé pour costumes de bain. Les costumes de bain actuellement mis sur le marché sont fortement élastiques, de telle sorte qu'ils s'adaptent bien au corps, mais certains costumes de bain, par exemple les maillots de bain tricotés, deviennent lâches lorsqu'ils sont mouillés par l'eau. Au contraire, les costumes de bain en tissu tissé ou tricoté qui sont formés, complètement ou partiellement, à l'aide du fil retors composite de la présente invention sont lâches avant d'être mouillés par l'eau, mais, lorsqu'ils sont mouillés par l'eau, le fil retors composite est rétréci et les costumes de bain épousent alors les corps. Puisque le fil retors composite reprend son état initial après séchage, il peut être utilisé de nombreuses fois, de façon répétée.

Le fil retors composite de la présente invention peut être utilisé pour diverses applications intéressantes autres que celles décrites ci-dessus.

Comme mentionné plus haut, la cellulose carboxyméthylée est la plus appréciée en tant que fil rétrécissable absorbant l'eau. Conformément à d'autres études de la Demanderesse, il est apparu que l'aptitude à l'étirage de la cellulose carboxyméthylée, par absorption d'eau, dépend du degré de carboxyméthylation et de la force du retordage, c'est-à-dire du coefficient de retordage, du fil de cellulose carboxyméthylée.

Plus spécifiquement, l'aptitude du fil retors à l'étirage

est d'autant plus élevé que le degré de carboxyméthylation (désigné ci-après par D.S.) et le coefficient de retordage sont élevés.

5 Pour parvenir aux buts précités de l'invention, le D.S. du fil simple en cellulose carboxyméthylée est de préférence de 0,15 à 0,4. Un fil simple est préalablement retordu généralement pour présenter un "pré-retordage". Lorsque le pré-retordage est insuffisant, on préfère effectuer un retordage complémentaire pour obtenir un
10 coefficient de retordage d'au moins 3,0. Le coefficient de retordage est déterminé conformément à la formule suivante :

$$K = \frac{5}{2} \times \frac{T}{\sqrt{N}}$$

15 dans laquelle K représente le coefficient de retordage; T représente le nombre de torsades par centimètre; et

N représente le n° du fil (si le nombre de fils de No. n à retordre est 1, N est égal à n/1)

20 (Si plusieurs fils sont retordus ensemble, les tours de pré-retordage ne sont pas inclus dans le nombre de torsades. Si un fil simple est utilisé, les tours de pré-retordage sont inclus dans le nombre de torsades).

De plus, le perfectionnement précité, de la présente invention, peut être obtenu en réticulant
25 le fil simple de cellulose carboxyméthylée, sans dissolution, même si ce fil simple présente un degré élevé de carboxyméthylation. Dans le cas où l'on utilise un fil de cellulose carboxyméthylée réticulée, le perfectionnement de la présente invention est obtenu en réglant le
30 D.S. à 0,25-0,70 et le coefficient de retordage à au moins 3,0.

Le fil retors de la présente invention peut être aussi obtenu en retordant plusieurs fils simples de cellulose carboxyméthylée, présentant le degré précité de carboxyméthylation, pour obtenir un coefficient de retordage
35

d'au moins 3,0, ou en retordant le fil simple de cellulose carboxyméthylée avec un autre fil retrécissable, n'absorbant pas l'eau, tel qu'un fil de coton, de rayonne ou de fibre synthétique, pour obtenir un coefficient de retordage d'au moins 3,0. Dans un tel cas, cependant, le fil de cellulose carboxyméthylée doit être utilisé en une quantité d'au moins 50% en poids. Si le fil retrécissable, n'absorbant pas l'eau, est utilisé en une quantité supérieure à 50%, le pouvoir de contraction ou rétrécissement du produit est diminué, ce qui est défavorable. Dans le cas où plusieurs fils simples sont à retordre ensemble, on préfère que le sens de retordage soit le même que le sens de pré-retordage. Cependant, ces sens peuvent être aussi opposés.

Comme exemples de fils de cellulose carboxyméthylée utilisés dans la présente invention, on peut mentionner les fils carboxyméthylés en coton et en celluloses du type rayonne polynosique.

Des agents de réticulation utilisables pour l'obtention de fils de cellulose carboxyméthylée et réticulée comprennent par exemple le glyoxal, l'épichlorhydrine, l'éthylène-glycol et l'éther glycidylique.

Le fil simple de cellulose carboxyméthylée présente, comme mentionné plus haut, une excellente aptitude à l'étirage, à savoir un pouvoir de contraction d'au moins 0,098 N et un coefficient de contraction d'au moins 10% par absorption d'eau. Le fil qui se contracte lors de l'absorption de l'eau présente une résistance mécanique élevée.

La présente invention sera maintenant décrite en détail en référence aux exemples suivants, donnés à titre non limitatif. On décrit tout d'abord des exemples de production de fils retrécissables absorbant l'eau et pouvant être utilisés dans la présente invention.

Exemple de production 1 (coton carboxyméthylé)

5 Dans une solution de réactifs comprenant 0,8 g de NaOH, 1,83 g de $\text{ClCH}_2\text{COONa}$ et 60 g d'éthanol à 80%, on immerge 0,3 g d'un fil de coton (fil à bâtir Daruma 40/3) et on laisse le fil au repos, dans la solution, à la température ambiante, pendant 1 heure. On effectue ensuite la réaction à 60°C pendant 6 heures et on neutralise, avec de l'acide acétique, le fil ainsi traité. Le fil est ensuite lavé trois fois avec de l'éthanol à 10 80% et 1 fois avec de l'éthanol, puis il est séché. Le degré d'éthérisation est de 0,35 dans le fil de coton carboxyméthylé résultant.

Exemple de production 2 (coton méthylé)

15 Dans 100 ml d'une solution aqueuse à 30% de NaOH, on immerge 2,0 g d'un fil de coton (fil à bâtir Daruma), dans une atmosphère d'azote, à la température ambiante, pendant 1 heure. Le fil est comprimé de telle sorte que le rapport de compression soit de 3 et NaOH en excès est enlevé. Le fil est ensuite introduit dans 20 100 ml de toluène, puis 5 ml de sulfate de diméthyle sont ajoutés goutte à goutte en une durée de 1 heure, sous agitation. Le mélange est agité pendant 10 heures à la température ambiante et le toluène est éliminé du fil. Le fil est ensuite neutralisé avec de l'acide 25 acétique. Il est alors lavé avec du méthanol à 80% (rapport eau/méthanol : 20/80) et séché. Le degré d'éthérisation est de 0,3 dans le fil de coton carboxyméthylé résultant.

Exemple de production 3 (coton sulfaté)

30 Dans une solution de réactifs (comprenant 0,63 g de sulfate d'ammonium, 13 ml de 1-butanol et 35 ml d'acide sulfurique à 95%), refroidie à 0°C, on immerge 2,5 g de fil de coton (fil à bâtir Daruma), à 0°C, pendant 20 minutes. Le fil est ensuite retiré de cette solution et 35 dispersé dans du méthanol à 50% (rapport eau/méthanol : 50/50) et neutralisé à 0°C avec une solution aqueuse à 5%

d'acide acétique, puis lavé avec du méthanol à 80% (rapport eau/méthanol : 20/80) et séché sur du chlorure de calcium, sous pression réduite. Le degré d'éthérification est de 0,2 dans le fil de coton sulfaté résultant.

Exemple de production 4 (coton cationisé)

Dans 38 g d'alcool isopropylique aqueux à 75%, contenant 3,36 g de chlorure de glycidyltriméthyl-ammonium, on immerge 6,0 g d'un fil de coton (fil à bâtir Daruma), on élève la température jusqu'à 50°C et on ajoute 0,8 g d'une solution aqueuse à 20% de NaOH. On effectue la réaction à 50°C, pendant 9 heures, et on neutralise le fil avec de l'acide chlorhydrique dilué. Le fil est ensuite lavé avec du méthanol à 80% (rapport eau/méthanol : 20/80) et séché.

Le degré de cationisation est de 0,25 dans le fil de coton cationisé.

Exemple de production 5 (fibre acrylique partiellement saponifiée)

Dans 95 g d'une solution aqueuse à 15% de NaOH, on immerge 5 g d'une fibre du type acrylonitrile et on porte à l'ébullition, sous agitation, pendant 30 minutes. La fibre traitée est dispersée dans une solution aqueuse à 50%, neutralisée avec de l'acide acétique, lavée avec du méthanol à 80% et séchée. La fibre obtenue est filée pour donner un fil filé No. 30 qui constitue un fil rétrécissable absorbant l'eau.

La fibre acrylique partiellement saponifiée résultante contient 2,1 millimoles de groupes $-COONa$ par gramme.

Les propriétés physiques des fils rétrécissables absorbant l'eau obtenus dans les exemples de production ci-dessus, dans l'état où ils sont après absorption d'eau, sont données sur le tableau I.

Les fils rétrécissables absorbant l'eau obtenus dans les exemples de production 1 à 5 sont soumis à un retordage mixte avec un fil de coton (fil à bâtir Daruma),

5 constituant le fil non rétrécissable, le nombre de torsades étant d'environ 2 par centimètre, pour obtenir des fils retors composites (exemples 1 à 5) selon l'invention. Les propriétés de ces fils, dans l'état où ils sont après absorption d'eau, sont données sur le tableau II.

10 Il existe d'ailleurs deux procédés de production de fils rétrécissables absorbant l'eau. Conformément à un de ces procédés, le fil en soi est mis à réagir comme dans les exemples de production 1, 2, 3 et 4, tandis que, selon l'autre procédé, la fibre est tout d'abord mise à réagir et ensuite filée pour donner un fil. On peut adopter l'un ou l'autre de ces procédés dans la présente invention.

Tableau I

Fils rétrécissables absorbant l'eau

<u>Exemple de production No.</u>	<u>Pourcentage de rétrécissement (%)</u>	<u>Module d'Young initial (Pa)</u>	<u>Module d'Young à la longueur initiale (Pa)</u>	<u>Résistance à la traction (N)</u>
1	29	$1,5 \times 10^5$	$2,8 \times 10^6$	0,551
2	14	$5,2 \times 10^5$	$6,7 \times 10^6$	2,06
3	24	$1,7 \times 10^5$	$3,5 \times 10^6$	0,68
4	12	$6,7 \times 10^5$	$8,1 \times 10^6$	2,75
5	26	$1,7 \times 10^5$	$1,9 \times 10^6$	0,594

Tableau II

Fils retors composites

Exemple No.	Pourcentage de rétrécissement* (%)	Module d'Young initial Pa	Module d'Young à la longueur initiale (Pa)	Résistance à la traction (N)
1	30	$1,9 \times 10^5$	$4,5 \times 10^6$	8,04
2	13	$5,6 \times 10^5$	$9,1 \times 10^6$	8,93
3	22	$2,3 \times 10^5$	$4,9 \times 10^6$	8,63
4	11	$7,1 \times 10^5$	$9,8 \times 10^6$	9,32
5	26	$1,8 \times 10^5$	$3,7 \times 10^6$	7,26

14

Remarque * : pourcentage de rétrécissement = $\frac{\text{longueur initiale du fil} - \text{longueur du fil après rétrécissement}}{\text{longueur initiale du fil}} \times 100$

2485046

D'après les résultats numériques des tableaux I et II, il est évident que les fils retors composites obtenus permettent d'atteindre complètement les buts de l'invention.

5 La présente invention sera maintenant décrite plus en détail dans les exemples suivants qui mettent en oeuvre, en tant que fil rétrécissable absorbant l'eau, un fil carboxyméthylé.

10 Il existe deux procédés de production de fils retors composites selon l'invention. Conformément à un de ces procédés, on prépare tout d'abord un fil rétrécissable absorbant l'eau et on le soumet ensuite à un retordage mixte avec un fil non rétrécissable, comme illustré dans les exemples 1 à 5 (procédé en deux étapes). Conformément à l'autre procédé, un fil, qui est à faire réagir
15 pour former un fil rétrécissable absorbant l'eau, est retordu avec un fil que l'on ne fait pas réagir avec une solution de réactifs, et le fil retors est traité avec la solution de réactifs de façon à ce que seul le fil cité en premier réagisse avec la solution de réactifs (procédé en une étape).
20

Exemple 6 (procédé en deux étapes)

Fil rétrécissable absorbant l'eau :

25 Fil de coton carboxyméthylé (fil à bâtir Daruma 40/3, c'est-à-dire 3 fils retors de No. 40)

Fil non rétrécissable :

Fil de coton (fil à bâtir Daruma)

30 Des fils rétrécissables absorbant l'eau sont préparés de la manière décrite dans l'exemple de production 1, sauf que la durée de réaction est maintenant de 2, 4, 6 ou 9 heures et qu'ils sont soumis à un retordage mixte avec le fil non rétrécissable.

35 Les degrés d'éthérification des fils rétrécissables absorbant l'eau obtenus en effectuant la réaction pendant 2, 4, 6 et 9 heures sont respectivement de 0,12;

0,27; 0,35 et 0,40.

Exemple 7 (procédé en une étape)

Fil rétrécissable absorbant l'eau :

5 Fil de coton carboxyméthylé (fil à bâtir Daruma 40/3, constitué de 3 fils de No. 40)

Fil non rétrécissable :

Fil à bâtir en Vinyllon

10 Le fil de coton de départ (fil à bâtir Daruma 40/3) est retordu avec le fil non rétrécissable et le fil obtenu par ce retordage mixte est carboxyméthylé dans les conditions indiquées dans l'exemple 6.

Exemple 8

Fil rétrécissable absorbant l'eau :

15 Fil de coton carboxyméthylé et réticulé (fil à bâtir Daruma 40/3)

Fil non rétrécissable :

Fil de coton (fil à bâtir Daruma 40/3)

20 Le fil de coton de départ est carboxyméthylé dans les conditions données dans l'exemple de production 1 et ensuite réticulé avec du glyoxal pour obtenir un fil rétrécissable absorbant l'eau.

25 La réaction de réticulation est effectuée par immersion du fil carboxyméthylé dans de l'éthanol à 80%, en une quantité égale à 10 fois(en poids) la quantité de fil, l'éthanol à 80% contenant 0,5; 1,0; 1,5 ou 2,0% de glyoxal à 40%, l'immersion s'effectuant pendant 5 minutes sous agitation; le fil est récupéré par filtration et la réaction est conduite à 105°C pendant 30 minutes.

30 Le fil rétrécissable absorbant l'eau, carboxyméthylé et réticulé obtenu par la réaction ci-dessus est soumis à un retordage mixte avec le fil non rétrécissable, ce qui donne un fil retors composite.

35 Les propriétés des fils rétrécissables absorbant l'eau et des fils retors composites obtenus dans les exemples 6 à 8 sont données sur les tableaux III et IV.

Tableau III

Fils rétrécissables absorbant l'eau

Echan- tillon No.	Exem- ple No.	Durée de réaction (heures)	D.S.	Quantité (%) de glyoxal à 40%, à l'état réticulé	Pourcentage de rétré- cissement (%)	Module d'Young initial (Pa)	Module d'Young à la longueur ini- tiale (Pa)	Résis- tance à la trac- tion (N)
1	6	2	0,12	-	17	$4,3 \times 10^5$	$5,9 \times 10^6$	1,67
2	6	4	0,27	-	24	$1,6 \times 10^5$	$3,5 \times 10^6$	0,50
3	6	6	0,35	-	29	$1,5 \times 10^5$	$2,8 \times 10^6$	0,55
4	6	9	0,40	-	35	$1,6 \times 10^5$	$2,3 \times 10^6$	0,62
5	8	6	0,35	0,5	33	$1,6 \times 10^5$	$3,3 \times 10^6$	0,66
6	8	6	0,35	1,0	32	$2,0 \times 10^5$	$3,0 \times 10^6$	0,63
7	8	6	0,35	1,5	30	$2,3 \times 10^5$	$3,4 \times 10^6$	0,72

Tableau IV
Fils retors composites

Echantillon No.	Exemple No.	Durée de réaction (heures)	Nombre de torsades par cm	Pourcentage de rétrécissement (%)	Module d'Young initial (Pa)	Module d'Young à la longueur initiale (Pa)	Résistance à la traction (N)
1	6	6	2	30	$1,9 \times 10^5$	$4,5 \times 10^6$	8,04
2	6	9	2	33	$1,9 \times 10^5$	$4,3 \times 10^6$	8,63
3	6	6	2	29	$2,3 \times 10^5$	$4,8 \times 10^6$	8,43
4	7	6	2	27	$1,9 \times 10^5$	$3,9 \times 10^6$	15,7
5	7	9	2	34	$2,0 \times 10^5$	$3,8 \times 10^6$	14,2
6	7	6	2	27	$2,4 \times 10^5$	$4,1 \times 10^6$	14,7
7	8	9	4	25	$2,8 \times 10^5$	$7,0 \times 10^6$	8,73
8	8	9	8	19	$3,3 \times 10^5$	$8,9 \times 10^6$	9,12

D'après les résultats précédents, il est bien évident que le fil retors composite de la présente invention se rétrécit par absorption d'eau et présente des propriétés élastiques tout en conservant une résistance mécanique élevée.

On va maintenant décrire des exemples d'application du fil retors composite selon l'invention.

Exemple d'application 1

Comme représenté sur la figure 5, on divise 26 g de pulpe cotonneuse (fournie par Weahouser Co.) en moitiés pour former des absorbants 5 et on dispose entre les absorbants 5, comme indiqué par le chiffre de référence 3, une quantité égale à 5 g du fil retors composite obtenu dans l'exemple 6 en conduisant la réaction pendant 9 heures. Pour constituer la feuille superficielle 4, on utilise un tissu non tissé, lié par fusion, comprenant 45% de fibres polyester et 55% de fibres ES, ce tissu pesant 20 g/m², tandis qu'une feuille de polyéthylène, de 25 g/m² est utilisée comme feuille dorsale, de façon à former la structure représentée sur les figures 5 et 6. Sur la figure 6, le chiffre de référence 3' représente le fil retors composite après absorption d'eau. Les propriétés de l'article absorbant ainsi obtenu, c'est-à-dire la durée d'absorption et la quantité restituée, sont données sur le tableau suivant.

<u>Tableau</u>		
	<u>Durée d'absorption (secondes)</u>	<u>Quantité resti- tuée (g)</u>
30	Article absorbant contenant le fil re- tors composite de la présente invention	76 1,7
	Article absorbant comprenant seulement 30 g de pulpe co- tonneuse	92 2,6

La durée d'absorption et la quantité restituée sont déterminées conformément aux processus suivants.

On ménage un trou d'un diamètre de 1 cm sur un récipient placé sur la surface de l'article absorbant et on mesure la durée requise pour l'absorption de 60 cm³ d'urine artificielle à travers le trou. Cette durée est la durée d'absorption. 2 minutes après la fin de l'absorption de l'urine artificielle, on applique une pression de 4 kPa sur une surface de 100 cm² autour du point d'absorption et le liquide s'échappant de l'article absorbant est absorbé dans un papier-filtre; on mesure la quantité de liquide absorbée, cette quantité étant la quantité restituée.

D'après les excellents résultats précédents, on peut voir que si le fil retors composite de la présente invention est incorporé dans un article absorbant, des espaces vides sont formés autour de ce fil retors composite, lorsque l'article absorbant est mouillé, ce qui accroît la quantité de liquide retenue et réduit la quantité de liquide restituée.

Exemple d'application 2

Comme représenté sur les figures 7 et 8, on place 10 fils retors composites (obtenus en effectuant la carboxyméthylation pendant 6 heures) sur les portions d'entrejambe gauche et droite (5 de chaque côté) d'une couche en papier, à des intervalles de 1 cm, comme indiqué par le chiffre de référence 8, et on lie et fixe les fils retors composites à la couche de papier par fusion à chaud. Le chiffre de référence 7 représente un élément absorbant l'eau. On absorbe de l'urine artificielle sur la couche ainsi obtenue. Lorsque l'urine artificielle vient en contact avec les fils retors composites, ces fils se rétrécissent et le bord de la couche adhère étroitement à la portion d'entrejambe, comme représenté sur la figure 9 (en 8).

Le fil de cellulose carboxyméthylée perfectionné selon l'invention est encore illustré par les exemples ci-après.

Exemple 9

Fil de cellulose : coton; D.S. : 0,16
Type de retordage : retordu; trois fils No.
20 (désigné ci-après par
20 s/3)

5 Coefficient de retordage : 3,0

Exemple 10

Fil de cellulose : coton; D.S. : 0,23
Type de retordage : 20s/3
Coefficient de retordage : 5,0

10 Exemple 11

Fil de cellulose : coton; D.S. : 0,32
Type de retordage : 20s/3
Coefficient de retordage : 7,5

Exemple 12

15 Fil de cellulose : coton; D.S. : 0,38
Type de retordage : 20s/3
Coefficient de retordage : 7,0

Exemple 13

20 Fil de cellulose : coton; D.S. : 0,16
Type de retordage : 10s
Coefficient de retordage : 3,0

Exemple 14

25 Fil de cellulose : coton; D.S. : 0,15
Type de retordage : 20s
Coefficient de retordage : 3,5

Exemple 15

30 Fil de cellulose : coton; D.S. : 0,35
Agent de réticulation : glyoxal
(on ajoute du glyoxal à 40%, en une quantité de 1%, par
rapport à l'éthanol à 80%, à de l'éthanol à 80%, à raison
de 10 parties en poids par partie en poids de fil de co-
ton carboxyméthylé . Le fil de coton carboxyméthylé est
ensuite ajouté à la solution et l'ensemble est agité pen-
dant 5 minutes. Après filtration, la réaction est effec-
tuée à 105°C, pendant 30 minutes).

Type de retordage : 20s/3

Coefficient de retordage : 3,5

Exemple 16

5 Fil de cellulose: coton; D.S. : 0,65
Agent de réticulation : glyoxal
Type de retordage : 20s/3
Coefficient de retordage : 7,5

Exemple 17

10 Fil de cellulose: coton; D.S.: 0,15
Type de retordage : 20s/3 (l'un des trois
fils n'est pas un fil de coton carboxyméthylé)
Coefficient de retordage : 3,5

Exemple 18

15 Fil de cellulose: coton; D.S.: 0,35
Type de retordage : 20s/3 (l'un des trois
fils n'est pas un fil de coton carboxyméthylé)
Agent de réticulation : glyoxal
Coefficient de retordage : 3,5

Exemple 19

20 Fil de cellulose: rayonne polynosique; D.S. 0,15
Type de retordage : 30s/3
Coefficient de retordage : 3,0

Exemple 20

25 Fil de cellulose: rayonne polynosique; D.S. 0,25
Type de retordage : 30s/3
Coefficient de retordage : 7,0

Exemple 21

30 Fil de cellulose: rayonne polynosique; D.S. 0,27
Agent de réticulation : Glyoxal
Type de retordage : 30s/3
Coefficient de retordage : 3,5

Exemple 22

35 Fil de cellulose: coton; D.S.: 0,35
Type de retordage : 20s/3
Coefficient de retordage : 7,5
Sens de torsion du fil simple : sens Z
Sens de torsion du fil retors : sens S

Exemple de comparaison 1

Le même que dans l'exemple 9, sauf que D.S. est 0,14.

Exemple de comparaison 2

5 Le même que dans l'exemple 9, sauf que le coefficient de retordage est de 2,8.

Exemple de comparaison 3

Le même que dans l'exemple 11, sauf que D.S. est 0,41.

10 Exemple de comparaison 4

Le même que dans l'exemple 18, sauf que deux des trois fils sont des fils de coton non carboxyméthylé.

Exemple de comparaison 5

15 Fil de cellulose : coton; D.S. : 0,23
Agent de réticulation : Glyoxal
Type de retordage : 20s/3
Coefficient de retordage : 4,0

Exemple de comparaison 6

20 Le même que dans l'exemple 19, sauf que D.S. est de 0,14.

Exemple de comparaison 7

Le même que dans l'exemple 19, sauf que le coefficient de retordage est de 2,8.

Exemple de comparaison 8

25 Le même que dans l'exemple 19, sauf que le coefficient de retordage est de 2,8.

30 La puissance de contraction et le coefficient de contraction des fils retors des exemples 9 à 22 et des exemples de comparaison 1 à 8, après absorption d'eau, sont déterminés par les procédés suivants, les résultats étant donnés sur le tableau V.

Pouvoir de contraction: Pouvoir de contraction du fil mouillé par de l'urine artificielle (unités : N)

Coefficient de contraction: obtenu en soustrayant la longueur de la fibre contractée de la longueur initiale de cette fibre, en divisant le résultat obtenu par la longueur initiale et en le multipliant par 100.

TABLEAU V

Exemple N°	Pouvoir de contraction (N)	Coefficient de contraction %
9	0,176	15
10	0,716	64
11	1,628	87
12	1,206	82
13	0,157	14
14	0,196	16
15	0,245	20
16	1,776	89
17	0,147	14
18	0,235	23
19	0,147	12
20	1,668	75
21	0,284	19
22	0,795	26
Ex. comp.		
1	0,088	5
2	0,088	8
3	Dissolution	
4	0,078	4
5	0,098	6
6	0,098	4
7	0,108	5
8	Dissolution	

REVENDEICATIONS

- 1) Fil retors composite comprenant au moins deux fils ayant été retordus ensemble, caractérisé en ce qu'au moins un fil, appelé premier fil, est un fil susceptible d'être rétréci dans le sens de sa longueur et rendu élastique par contact avec de l'eau et en ce qu'au moins un autre fil, appelé second fil, a une longueur pratiquement non modifiée même par contact avec l'eau.
- 2) Fil retors composite selon la revendication 1, caractérisé en ce que le premier fil est rétréci d'au moins 10% dans sa longueur par un contact avec de l'eau.
- 3) Fil retors composite selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le premier fil est en cellulose carboxyméthylée.
- 4) Fil retors composite selon la revendication 3, caractérisé en ce que le fil de cellulose carboxyméthylée présente un degré de carboxyméthylation de 0,15-0,40 et un coefficient de retordage d'au moins 3,0.
- 5) Fil retors composite selon la revendication 3, caractérisé en ce que le premier fil est un fil simple en cellulose carboxyméthylée et réticulée présentant un degré de carboxyméthylation de 0,25-0,70 et un coefficient de retordage d'au moins 3,0.
- 6) Fil retors comprenant (1) un fil retors simple en cellulose carboxyméthylée ou (2) plusieurs fils retors simples en cellulose carboxyméthylée ou un fil retors comprenant au moins 50% en poids de fil simple (ou fils simples) en cellulose carboxyméthylée et un autre fil simple, caractérisé en ce que le fil simple en cellulose carboxyméthylée présente un degré de carboxyméthylation de 0,15-0,40 et un coefficient de retordage d'au moins 3,0.
- 7) Fils retors comprenant (1) un fil retors simple, à l'état réticulé, en cellulose carboxyméthylée ou (2) plusieurs fils retors simples en cellulose carboxymé-

thylée réticulée ou un fil retors comprenant au moins
50% en poids de fil simple (ou fils simples) en cellulose
carboxyméthylée réticulée et un autre fil simple,
5 caractérisé en ce que le fil simple en cellulose carboxy-
méthylée réticulée présente un degré de carboxyméthyla-
tion de 0,25-0 70 et un coefficient de retordage d'au
moins 3,0.

FIG. 1

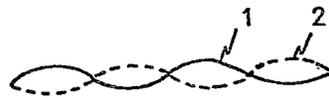


FIG. 2

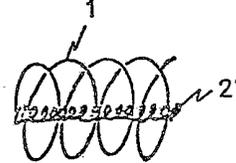


FIG. 3

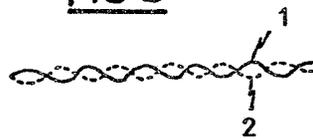


FIG. 4

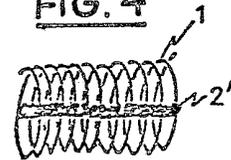


FIG. 5

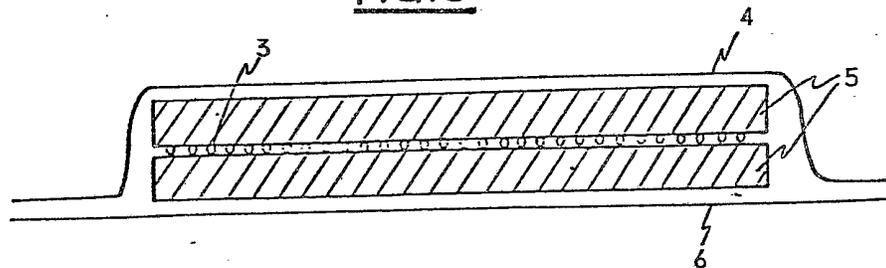


FIG. 6

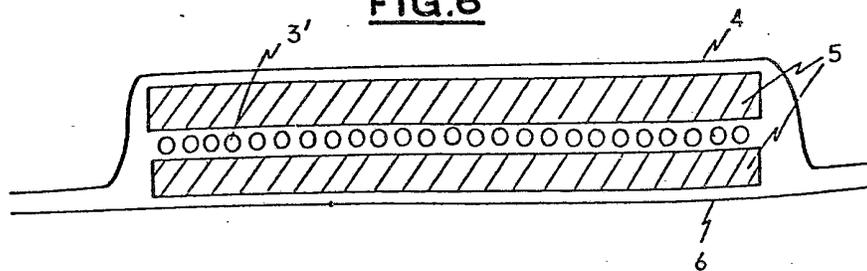


FIG.7

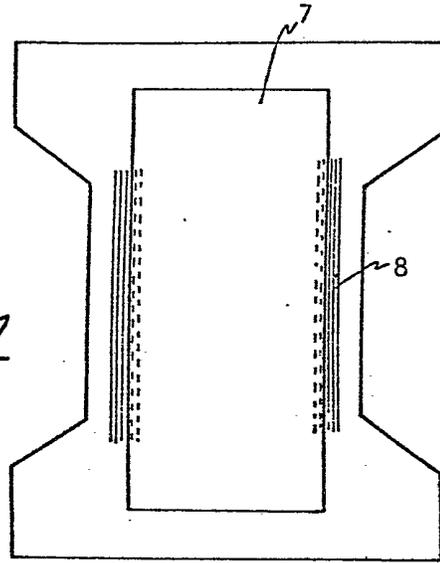


FIG.8

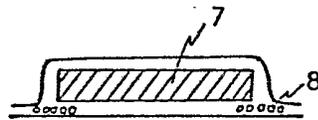


FIG.9

