

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 03.05.00.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 09.11.01 Bulletin 01/45.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : *TRIOPLANEX FRANCE Société ano-
nyme — FR.*

⑦② Inventeur(s) : GUSTAFSON BO.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : IXAS CONSEIL.

⑤④ FILM MULTICOUCHE MICROPOREUX RESPIRABLE A IMPERMEABILITE RENFORCEE AUX LIQUIDES ET
PROCEDE DE PRODUCTION.

⑤⑦ L'invention concerne un procédé de fabrication d'un
film polyoléfinique, ayant simultanément les propriétés
d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imper-
méabilité renforcée aux liquides, ce procédé comprenant
les étapes de:

- l'extrusion à partir d'une filière d'un mélange de poly-
mères et/ ou copolymères polyoléfiniques et de charges mi-
nérales formant un film précurseur;
- l'étirage du film précurseur pour former un film multi-
couche respirable,

qui se caractérise en ce que ledit film précurseur est un
film multicouche de base comportant au moins deux cou-
ches contiguës de même composition, ayant au minimum la
structure "B" - "B", éventuellement associé à au moins une
couche de composition différente, ayant une caractéristique
spécifique.

FR 2 808 470 - A1



Film multicouche microporeux respirable à imperméabilité
renforcée aux liquides et procédé de production

5 Domaine de l'invention

L'invention concerne un procédé de production d'un film microporeux, perméable aux gaz et plus particulièrement à la vapeur d'eau, et ayant une imperméabilité renforcée aux
10 liquides.

L'invention concerne plus particulièrement, un procédé de production d'un film microporeux, perméable aux gaz et plus particulièrement à la vapeur d'eau, et
15 d'imperméabilité renforcée aux liquides, c'est-à-dire sans qu'il y ait perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides, par coextrusion de compositions thermoplastiques constituées de mélanges de polymères et/ou de copolymères oléfiniques et de charges particulières, ledit film
20 comportant au moins deux couches contiguës de même composition, utilisé en tant que tel, ou associé par exemple par coextrusion à au moins une troisième couche de composition différente, ladite couche ayant une composition spécifique.

25 L'invention concerne également un film respirable, perméable aux gaz et plus particulièrement à la vapeur d'eau, et à imperméabilité renforcée aux liquides, ainsi que les produits laminés associant ledit film à au moins
30 un tissu non tissé et les articles d'hygiène jetables, tels que couches pour enfants, pour adultes incontinents ou articles d'hygiène féminine, de même que les vêtements jetables, mettant en œuvre le film microporeux et/ou le produit laminé, ainsi que pour des applications relatives
35 au bâtiment.

Etat de l'art

Les films homogènes continus réalisés au moyen de polymères sont naturellement étanches aux liquides et à la
5 vapeur d'eau : ils constituent une véritable barrière à ces matières.

Quand ces films barrières sont mis en œuvre comme composants d'articles sanitaires jetables, tels que les
10 couches pour enfants ou pour adultes incontinents, ou encore dans les articles d'hygiène féminine, ils peuvent provoquer des irritations de la peau, l'humidité ne pouvant pas s'échapper de l'article lors de son utilisation. C'est pourquoi, un effort de recherche
15 approfondi pour plus de confort s'est particulièrement développé dans le domaine des films destinés à l'architecture des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, portant sur la respirabilité du film, sur son toucher textile,
20 plus particulièrement quand il s'agit du film arrière.

Plusieurs procédés ont été développés pour produire des films polymères imperméables aux liquides mais perméables à la vapeur d'eau (perméabilité aux gaz) avec une vitesse
25 de transmission élevée de la vapeur d'eau.

Ces procédés, pour la plupart, ont abouti à la production de films respirables (parce que perméables aux gaz), mettant en œuvre l'un ou l'autre des moyens permettant la
30 création physique d'une microporosité dans lesdits films, ou utilisant des polymères spécifiques, tels que des polymères hydrophiles, parfois perméables à la vapeur d'eau, dont les structures de chaîne facilitent tout à la fois l'absorption de la vapeur d'eau et le transfert des
35 gaz.

Quant à la microporosité des films produits selon les procédés connus, elle peut être réalisée par de nombreuses

méthodes, incluant par exemple la microperforation mécanique.

Toutefois, la méthode la plus fréquemment mise en œuvre
5 pour la fabrication de films microporeux, consiste,

- dans une première étape, à extruder (ou extruder souffler) un mélange de polymères et de charges minérales sous la forme d'un film précurseur, puis
10
- dans une deuxième étape (ou en ligne), à soumettre ce film précurseur, à une opération d'étirage dans le sens longitudinal et/ou dans le sens transversal, à une température plus basse que celle du point de fusion du
15 mélange de polymères, conduisant à la création d'une multiplicité de pores ou de micro-trous.

De tels pores (ou micro-trous) ont des diamètres suffisamment petits pour empêcher le passage des liquides,
20 mais permettre le transfert de gaz (vapeur d'eau) à des vitesses de transmission allant de la plus modérée, jusqu'à très élevée.

Les caractéristiques affichées par de tels films basés sur
25 les polyoléfinés indiquent que procédés et matières premières jouent un rôle critique dans la détermination de leurs propriétés finales : les micrographies par microscope électronique permettent d'illustrer par exemple les différences dans la forme et la dimension des pores
30 des films étirés uniaxialement ou biaxialement, ou encore dans l'apparition de micro-déchirures, et de souligner l'origine et la nature de l'apparition de déchirures.

La méthode analytique consistant à déterminer la vitesse
35 de transmission de la vapeur d'eau est un moyen pour mesurer la respirabilité du film, c'est-à-dire la masse ou le volume de gaz transféré à travers l'épaisseur du film,

pour une unité de surface et par unité de temps, dans des conditions environnementales bien définies.

5 Mais, les films respirables et imperméables aux liquides, peuvent avoir une structure monocouche ou plus récemment multicouche.

10 Les films monocouches microporeux sont bien connus dans le domaine des produits d'hygiène tels que les couches pour enfants, adultes incontinents ou les articles d'hygiène féminine. Ils sont utilisés dans les structures de produits jetables, en association avec d'autres composants, particulièrement en tant que film arrière.

15 Ces films monocouches peuvent être fabriqués par extrusion, ou extrusion soufflée, d'un polymère chargé afin de produire un film précurseur, suivi d'une opération d'étirage de ce film précurseur selon une ou deux
20 directions (biaxialement), puis d'une étape de stabilisation thermique, créant ainsi les micro-trous qui provoquent la respirabilité du film. De tels films peuvent également être gaufrés avant ou après l'étape d'étirage. Lesdits films sont utilisés en tant que tels, dans les
25 produits d'hygiène mais peuvent être également associés à un non tissé pour la même application.

Des exemples de tels films monocouches microporeux ont été décrits dans plusieurs documents.

30 Le brevet US 4,829,096 décrit un film microporeux respirable et imperméable aux liquides, ainsi que son procédé de fabrication.

35 Ce procédé consiste en la préparation d'un mélange comprenant du polyéthylène linéaire à basse densité et une charge minérale, et éventuellement d'un agent tensioactif, puis la formation d'un film précurseur par des moyens

connus, particulièrement l'extrusion, et enfin l'étirage du film précurseur (étirage mono- ou biaxial) afin de donner au film son caractère microporeux.

5 Les films ainsi conçus trouvent leurs applications dans différents domaines, tels que les articles de loisirs, les vêtements de sport, l'habillement, les produits d'hygiène féminine, les couches jetables pour bébé, les produits sanitaires jetables pour adultes incontinents...

10

Le brevet EP 0232060 décrit aussi un processus de fabrication d'un film microporeux, perméable à la vapeur d'eau, mais imperméable aux liquides, selon différentes étapes, comprenant la préparation d'un mélange comportant
15 des polymères oléfiniques, (homo- et copolymères), et une charge minérale, l'extrusion du mélange afin de réaliser un film précurseur, le gaufrage dudit film précurseur, puis son étirage selon au moins une direction monoaxiale. De tels films possèdent une porosité due à la création de
20 micropores provoqués lors de l'étirage du film, et résultant de la quantité et de la taille de la charge minérale, du taux d'étirage et d'autres facteurs maîtrisés ou non. Dans un autre mode de réalisation, l'étape de gaufrage peut être effectuée de nouveau après l'étirage.
25 Le gaufrage est censé donner une plus grande porosité au film et lui apporter également un toucher plus doux.

Le brevet WO9805501 décrit un film ayant une porosité (perméabilité) à la vapeur d'eau élevée, mais également
30 doté d'autres propriétés inconnues de l'art tels que l'épaisseur extrêmement faible du film, permettant la légèreté du film, aussi bien qu'un toucher plus doux pour ledit film. Ces performances sont rendues possibles par l'utilisation des polymères de polyéthylène d'origine
35 métallocène. Ledit film est produit par l'extrusion d'un mélange formé de ces polyéthylènes métallocènes et ce

charges minérales, délivrant, comme précédemment décrit, un film précurseur soumis à une opération d'étirage selon au moins une direction.

5 Cependant, tous ces procédés ont en commun une caractéristique gênante, qui apparaît de plus en plus dans les films microporeux, conçus actuellement pour être de plus en plus minces. Cette spécificité consiste en l'apparition de la perte de la propriété "d'imperméabilité
10 aux liquides".

Des micro-déchirures dudit film microporeux peuvent en effet apparaître lors d'un étirage important. De tels accidents, même limités à des zones spécifiques du film
15 respirable, sont gênants, car le film respirable ne possède plus sa propriété de barrière absolue aux liquides. Bien qu'il existe des procédures de contrôle de la qualité qui peuvent être mises en place et qui peuvent détecter ces micro-déchirures, ces procédures sont
20 coûteuses et non pertinentes à 100%.

De telles micro-déchirures peuvent être provoquées par une charge particulière de taille trop importante ou par des agglomérats de particules, ou bien par la présence d'un
25 "gel" formé de particules de polymère réticulé, créé durant la fabrication du film ou déjà présent dans le polymère avant sa mise en oeuvre. Les "gels" peuvent avoir également d'autres origines comme, par exemple, des contaminations croisées entre des polymères d'indices de
30 fluidité différents.

Les micro-déchirures peuvent également être provoquées par des bulles gazeuses plus ou moins grandes, présentes dans le film précurseur, en raison d'émissions gazeuses (même
35 minimes) qui se produisent pendant l'extrusion, ou d'air initialement présent, piégé dans la matière extrudée.

Plus précisément, selon la charge particulaire utilisée, la dimension des particules de cette charge, la dispersion de ces particules dans la matière polymère, il existe un
5 risque de voir le film étiré être non seulement microporeux à la vapeur d'eau mais devenir perméable aux liquides, en raison de la création de pores de diamètre trop important et de micro-déchirures.

10 La formation de "gels" est un phénomène connu qui est :

- propre aux producteurs de polymère,
- ou qui se produit dans l'extrudeuse lors de
15 l'extrusion. Ce phénomène n'est pas entièrement maîtrisé à ce jour, même par les hommes de métier les plus avertis.

L'apparition de bulles gazeuses pendant le procédé
20 d'extrusion est souvent due :

- à une température trop élevée qui altère plus ou moins la matière polymère avec émission de matières
25 volatiles,
- ou encore à la vaporisation de liquides présents en quantité minime dans la matière polymère fondue,
- ou enfin, résulte de l'air inclus initialement dans la
30 matière polymère et libéré au cours de l'extrusion.

Lors de l'opération d'étirage du film, ces bulles gazeuses deviendront des volumes gazeux de forme sensiblement ellipsoïdale et provoqueront au mieux un amincissement du
35 film et au pire une déchirure totale du film.

Objectifs de l'invention

Dès lors, l'invention poursuit un certain nombre
5 d'objectifs, pour éliminer les inconvénients précités.

Tout au long de la description de l'objet de l'invention,
la perméabilité du film aux gaz en général s'exprimera par
la perméabilité dudit film à la vapeur d'eau.

10

Un premier objet de l'invention est de créer une méthode
de fabrication d'un film à imperméabilité renforcée, voire
totale, aux liquides et perméable à la vapeur d'eau, qui
opère à des vitesses de production élevées et qui utilise
15 des polyoléfines comme matières constitutives des diverses
couches.

Un autre objet de l'invention est de créer ladite méthode
de fabrication d'un film à imperméabilité renforcée aux
20 liquides mais perméable à la vapeur d'eau, réduisant la
quantité de défauts du film, sources de perte de
l'imperméabilité.

Un autre objet de l'invention est de créer ladite méthode
25 de fabrication d'un film, à imperméabilité renforcée aux
liquides mais perméable à la vapeur d'eau, utilisé en tant
que tel, ou associé à une architecture multicouche par un
procédé de coextrusion ou autre.

Un autre objet de l'invention est de créer ladite méthode
30 de fabrication d'un film, à imperméabilité aux liquides,
mais perméable à la vapeur d'eau, grâce à des surfaces
spécifiques, afin d'incorporer des moyens d'adhésion pour
l'assemblage ultérieur dudit film multicouche imperméable
35 aux liquides et perméable à la vapeur d'eau avec d'autres
structures, telles que du tissu non tissé par exemple.

Un autre objet de l'invention est d'optimiser la vitesse de transmission de la vapeur d'eau pour la structure finale, tout en renforçant l'imperméabilité du film aux
5 liquides.

Un autre objet de l'invention est de créer ladite méthode de fabrication d'un film perméable à la vapeur d'eau d'épaisseur réduite, d'après les exigences du marché, et
10 sans perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides.

Un autre objet de l'invention est de réaliser, selon ladite méthode, un film mince, à imperméabilité renforcée aux liquides et perméable à la vapeur d'eau, résistant
15 cependant suffisamment à la déchirure, qui puisse être utilisé en tant que tel comme film arrière des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, ou assemblé par laminage à un tissu non tissé, le produit laminé en résultant étant utilisé
20 comme film arrière des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, ou bien encore associé à une architecture multicouche par un procédé de coextrusion ou autre, utilisé en tant que tel comme film arrière des couches pour enfants, pour adultes
25 incontinents et des articles d'hygiène féminine, ou assemblé par laminage à un tissu non tissé, le produit laminé en résultant étant utilisé comme film arrière des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, aussi bien que pour des
30 vêtements jetables ou que des films destinés à des applications relatives au bâtiment, pour les films d'épaisseur plus importante.

Sommaire de l'invention

35

Les objectifs précédemment cités peuvent être atteints en mettant en œuvre le procédé selon l'invention.

Ainsi, l'invention concerne un procédé de fabrication d'un film polyoléfinique, ayant simultanément les propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée, voire totale, aux liquides, ce
5 procédé comprenant les étapes de :

- l'extrusion à partir d'une filière d'un mélange de polymères et/ou copolymères polyoléfiniques et de charges minérales formant un film précurseur ;

10

- l'étirage du film précurseur pour former un film multicouche respirable,

caractérisé en ce ledit film précurseur est un film multicouche de base, comportant au moins deux couches contiguës de même composition, ayant au minimum la structure "B"- "B", éventuellement associé à au moins une couche de composition différente.

20 L'invention concerne également une méthode de fabrication d'un film polyoléfinique à structure multicouche, ayant simultanément les propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée, c'est-à-dire ne présentant aucune perte de sa propriété de perméabilité aux liquides, cette méthode comprenant les
25 étapes de :

- l'extrusion simultanément, à partir d'une filière, d'au moins deux couches contiguës de même composition formant un film de base multicouche ayant au minimum la
30 structure suivante : "B"- "B", avec au moins une couche possédant une autre propriété spécifique pour former un film précurseur d'au moins trois couches ayant au minimum la structure suivante "A"- "B"- "B" ou "C"- "B"-
35 "B" où "A" est une couche de peau spécifique, "B" est une couche de base et "C" est une couche de peau/d'adhésion spécifique ;

- l'étirage du film précurseur multicouche pour former le film multicouche perméable à la vapeur d'eau sans perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides.

5 L'invention concerne également un film mince à structure multicouche, perméable à la vapeur d'eau sans perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides, utilisé aussi bien seul qu'assemblé par laminage avec un tissu non tissé, comme film arrière pour les articles sanitaires jetables, pour enfants, pour adultes incontinents et pour les articles d'hygiène féminine, ou les vêtements.

Description détaillée de l'invention

15 Selon l'invention, l'étape d'extrusion, au cours de laquelle est formé le film précurseur, comprend la coextrusion simultanée d'au moins deux couches contiguës de même composition, ayant la structure minimum "B"- "B", représentant au plus 100% de l'épaisseur totale du film.

25 Selon l'invention également, l'étape d'extrusion, au cours de laquelle est formé le film de base "B"- "B", peut comprendre la coextrusion simultanée d'au moins trois couches, dont deux couches au moins "B"- "B" sont contiguës et de même composition, la au moins troisième couche, de composition différente des couches contiguës "B"- "B", étant choisie parmi les couches "A" et "C".

30 Les épaisseurs des différentes couches s'expriment en pourcentage de l'épaisseur totale du film multicouche respirable, et sont les suivantes :

35 . pour les couches de base contiguës "B"- "B", d'environ 40 % à environ 95 % d'épaisseur cumulés des deux couches,

pour l'au moins troisième couche, l'épaisseur varie entre 5 et 60 % de l'épaisseur totale du film respirable.

5 Lorsque le film respirable comprend au moins quatre couches, parmi lesquelles deux couches "B"- "B", les deux autres couches étant choisies parmi les couches "A" et "C", le film de base "B"- "B" a la même épaisseur que précédemment décrite, alors que les couches "A" et
10 "C" ont chacune une épaisseur variant d'environ 5 à environ 30 % de l'épaisseur totale du film respirable.

Lesdites couches "A", "B" et "C" sont entièrement composées de polymères polyoléfiniques, l'élastomère
15 entrant dans la composition de certaines couches, étant lui-même choisi préférentiellement parmi ceux d'origine oléfinique.

Couches de base contiguës "B"- "B"

20 Les couches de base contiguës "B"- "B", selon l'invention qui sont coextrudées et rendues microporeuses par étirage, sont formées d'au moins un homopolymère et/ou un copolymère polyoléfinique et d'au
25 moins une charge particulière, et éventuellement d'un ou de plusieurs élastomères généralement à base de polyoléfine.

Ces homopolymères ou copolymères sont choisis dans le
30 groupe comprenant les polyéthylènes homo et/ou copolymères, préférentiellement les polyéthylènes linéaires à basse densité et/ou des polypropylènes homo et/ou copolymères.

35 Quand des polyéthylènes, homo ou copolymères polymérisés à haute pression, ou des polyéthylènes à haute densité et basse pression sont utilisés, ils sont choisis parmi ceux ayant une densité comprise dans

l'intervalle 0,915 (kg/m³) à 0,965 (kg/m³) (norme ASTM 1505, densité exprimée en kg/m³), et préférentiellement dans l'intervalle de plus basse densité de 0,915 (kg/m³) à 0,935 (kg/m³).

5

Quant aux polyéthylènes linéaires à basse densité, ils ont une densité comprise entre 0,890 (kg/m³) et 0,940 (kg/m³) et peuvent être choisis dans le groupe des copolymères d'éthylène et de comonomères alpha oléfiniques tels que ceux en C4 à C10, pouvant être obtenus par exemple par polymérisation catalytique en présence d'un catalyseur, tel qu'un métallocène ou selon d'autres modes. Ces comonomères en C4 à C10 sont choisis, de préférence, dans le groupe comprenant le butène-1, le pentène-1, l'héxène-1, le 4-méthylpentène-1, l'héptène-1, et l'octène-1.

10

15

Les polymères de propylène homo ou copolymères incluent des homopolymères de propylène, des copolymères de propylène avec de l'éthylène, des copolymères de propylène avec des comonomères alpha oléfiniques en C4 à C10. Pour les copolymères de propylène, un ou plusieurs comonomères alpha oléfiniques peuvent être utilisés. Les copolymères de propylène alpha-oléfinique peuvent avoir une teneur en alpha oléfine comprise entre 0,1 et 40 % en poids, et de préférence encore de 1 à 10 % en poids.

20

25

Lorsque des copolymères de polypropylène sont utilisés, ils sont préférentiellement choisis dans le groupe des copolymères d'éthylène-propylène.

30

Les polymères et/ou copolymères des couches de base contiguës "B"- "B" sont choisis de telle manière que l'indice de fluidité soit compris entre 0,2 et 15,0 g/10 min, mesuré selon les références d'une charge de 2,16 kg, d'une température de 190°C pour les

35

polyéthylènes et 230°C pour les polypropylènes avec un orifice standard (norme ASTM D 1238).

5 Pour le procédé par coulée (cast process), l'indice de fluidité peut varier de 0,8 à 15,0 g/10 min, et pour le procédé de soufflage (blown process) de 0,2 à 10,0 g/10 min.

10 Toutefois, les couches de base contiguës "B"- "B" sont de préférence fabriquées à partir d'un polyéthylène linéaire à faible densité (copolymères d'éthylène et d'alpha-oléfine).

15 Tous ces polymères ou copolymères peuvent être formulés avec des agents glissants et des agents antibloquants, de même qu'avec des agents antioxydants et stabilisants.

20 Les couches de base contiguës "B"- "B" selon l'invention contiennent également au moins une charge particulaire à raison de 30 à 80 % en poids et préférentiellement de 40 à 55 % en poids du cumul de ladite charge particulaire et de la matière polymère.

25 Ces charges particulières connues dans l'état de la technique, peuvent provenir de tous matériaux organiques ou inorganiques ayant une faible affinité pour l'eau naturellement ou par un traitement approprié et une rigidité par opposition à l'élasticité de la
30 matière polymère.

35 Les charges particulières organiques peuvent comprendre, par exemple, des polymères avec un haut point de fusion et/ou à haute viscosité et dont les particules ont une taille compatible avec l'étape d'étirage du procédé. De tels polymères sont, par exemple, des polyéthylènes, des polypropylènes, des

polyamides, des polyesters, des polyuréthanes à haute densité et de poids moléculaire extrêmement élevé.

5 Les charges particulières inorganiques peuvent comprendre des sels de métaux, tels que du carbonate de baryum ; du carbonate de calcium ; du carbonate de magnésium ; du sulfate de magnésium ; du sulfate de baryum ; du sulfate de calcium, des hydroxydes de métaux, tels que l'hydroxyde d'aluminium ; l'hydroxyde
10 de magnésium, des oxydes de métaux, tels que de l'oxyde de calcium ; de l'oxyde de magnésium ; de l'oxyde de titane ; du dioxyde de titane et de l'oxyde de zinc, ou d'autres matériaux particuliers, tels que l'argile, du kaolin, du talc, de la silice, de la terre à diatomées,
15 de la poudre de verre, de mica, d'aluminium et des zéolites.

Les charges particulières inorganiques sont préférentiellement choisies dans le groupe constitué
20 par le carbonate de calcium, le sulfate de baryum, la silice, l'alumine, le kaolin, et le talc.

Le carbonate de calcium est particulièrement préféré en raison de son coût économique, de sa blancheur, de son
25 inertie et de sa disponibilité.

Les charges particulières inorganiques (telles que le carbonate de calcium) peuvent être traitées en surface pour les rendre hydrophobes, et pour améliorer la
30 liaison de la charge avec le polymère. Un revêtement préféré est l'acide stéarique réagissant avec le stéarate de calcium qui est utilisé dans l'alimentation. Mais, d'autres revêtements sont possibles.

35

Il peut être souhaitable de traiter en surface des charges inorganiques pour une dispersion optimale dans la matière polymère, et pour éviter toute agglomération

(pouvant former un agrégat particulaire provoquant la création de trous durant l'opération d'étirage). On peut réaliser ceci grâce à un traitement de surface ou en incorporant dans la matière polymère un agent de dispersion tel que des phosphates d'alkyle, des phosphonates d'alkyle, des sulfates d'alkyle, des sulfonates d'alkyle, ou analogues (éventuellement oxyéthylées).

10 Bien que la quantité de charges particulaires introduite dans les couches de base contiguës "B"- "B" ait été antérieurement mentionnée, il est souhaitable de préciser les raisons des limites en pour cent en poids déjà évoquées.

15 En effet, la quantité de charges particulaires ajoutée aux polyoléfines dépend des propriétés souhaitées pour le film respirable, qui doit posséder entre autres une bonne résistance à la déchirure, une vitesse de transmission de vapeur d'eau suffisante et une élasticité également suffisante. Cependant, il apparaît qu'un film ne peut pas être suffisamment respirable quand il est fabriqué avec une quantité de charges inférieure à environ 30 % en poids de la composition polyoléfine-charges. Ainsi, la quantité minimum de 30 % en poids de charges est nécessaire pour assurer la création d'une microporosité utile du film lors de l'étirage. De plus, il apparaît que les films ne peuvent pas être mis en œuvre avec une quantité de charges supérieure à environ 80 % en poids de la composition polyoléfine-charges car des quantités plus importantes de charges peuvent causer des problèmes lors du mélange et provoquer des pertes significatives de résistance pour le film respirable final.

35 C'est pourquoi, la quantité de charges particulaires entrant dans la composition des couches selon l'invention est comprise entre environ 30 % et 80 % en

poids, par rapport au cumul de la matière polymère et de la charge.

5 Les diamètres moyens des charges particulières mises en œuvre dans l'invention sont choisis entre 0,5 et 5 microns, et de préférence entre 0,8 et 2,2 microns pour les couches de base contiguës "B"- "B", pour des films ayant une épaisseur comprise entre 20 et 100 microns avant étirage.

10

Les matières polyoléfiniques selon l'invention et les charges mises en oeuvre dans cette invention peuvent être mélangées de différentes manières connues.

15

Selon l'invention, les élastomères mis en œuvre dans les couches de base contiguës "B"- "B", sont choisis dans le groupe constitué par les caoutchoucs éthylène-propylène (EPR), caoutchoucs modifiés éthylène-propylène-diène (EPDM), styrène-butadiène-styrène (SBS), styrène-éthylène-butadiène-styrène (SEBS), 20 caoutchoucs styrène-butadiène (SBR), éventuellement réticulés partiellement ou totalement, styrène-isoprène-styrène (SIS), caoutchoucs butyle (BR), caoutchoucs nitrate-fuel (NBR), caoutchoucs hydrogéné-nitrile-butyle et acétate polyvinyle ; ou utilisés 25 conformément avec un mélange, (soit dans un réacteur ou par extrusion), de polyéthylène et/ou de propylène semi-cristallin avec au moins un autre élastomère, tel que par exemple du polyéthylène/caoutchouc éthylène-propylène (PE/EPR), du polyéthylène/caoutchouc modifié 30 éthylène-propylène-diène (PE/EPDM). Il est également possible que la fraction élastomérique soit partiellement ou complètement réticulée, ou appartienne au groupe des polypropylènes (homopolymères) avec des 35 blocs amorphes et semi-cristallins et des copolymères de propylène/éthylène ou alpha-oléfine avec des blocs amorphes et semi-cristallins.

Tous ces polymères ou copolymères peuvent être formulés par introduction de divers agents, tels que des agents glissants et antibloquants, des agents antioxydants et stabilisants.

5

Selon l'invention, le film de base "B"- "B" peut être utilisée pour recycler les déchets des matériaux multicouches récupérés dans le procédé, avant étirage ou après étirage, ou potentiellement après les étapes d'assemblage. La quantité de matériaux recyclés dans la couche centrale "B" peut varier de 0 à 50 % en poids, et est préférentiellement comprise entre 0 et 25 % en poids.

15 **Association du film de base "B"- "B" avec d'autres couches par un procédé de coextrusion**

Comme mentionné précédemment, selon l'invention, l'étape de coextrusion durant laquelle est formé le film précurseur de base "B"- "B", peut comprendre la coextrusion simultanée d'au moins trois couches, avec au moins deux couches contiguës et de même composition, ayant au moins la structure "B"- "B", et une autre couche au moins, de composition différente des couches "B", pouvant être choisie parmi les couches "A" et "C", dites couches spécifiques.

Cette autre couche spécifique l'est de la propriété qu'elle possède, portant par exemple sur le toucher, l'adhésion, les conditions d'assemblage, la respirabilité, la capacité à améliorer les performances d'extrusion par rapport aux problèmes liés à la filière.

35 L'évolution actuelle des marchés conduit à des exigences plus fonctionnelles pour de tels films respirables, imperméables aux liquides, comprenant un revêtement doux au toucher et une capacité à être

assemblés avec les tissus non tissés. Comme dans la plupart des cas, les films microporeux ont une capacité extensible modeste et une résistance assez faible à la déchirure, ils sont souvent combinés avec un autre substrat (qui peut être par exemple un tissu non tissé).

La couche de peau spécifique "A" microporeuse selon l'invention est formée d'au moins un copolymère polyoléfinique ayant un module E inférieur à 50 mPa (ASTM 882). Ce copolymère est choisi dans le groupe formé par les copolymères polaires à base d'éthylène et/ou les polymères polyoléfiniques greffés.

De tels copolymères polaires et polymères polyoléfiniques greffés mettent en évidence des niveaux de cristallinité différents, de ceux des versions homopolymères : ils présentent des propriétés de transfert de la vapeur d'eau plus importantes et des propriétés de douceur au toucher améliorées pour la couche de peau considérée "A".

La perméabilité aux gaz et à la vapeur d'eau de ladite couche spécifique "A" est mesurée par la vitesse de transmission de vapeur d'eau (exprimée en g/m²/24 heures à une température donnée et une humidité relative donnée, par exemple à 38°C et 90 % pour une épaisseur donnée).

Les propriétés de douceur au toucher sont mesurées (selon le test tactile ASTM D882) par un module E qui doit être inférieur à 50 mPa.

Le copolymère éthylénique polaire mis en œuvre dans la réalisation de la couche spécifique "A" est un copolymère composé d'éthylène et d'au moins un comonomère à caractère polaire choisi dans le groupe constitué par la famille des esters vinyliques, par la

famille des acides et esters acryliques et méthacryliques.

5 D'une manière préférentielle, le comonomère polaire peut être choisi dans le groupe constitué par l'acétate de vinyle, le propionate de vinyle, l'acide acrylique, l'acide méthacrylique et leurs esters tels que les acrylates ayant 4 à 8 atomes de carbone tels que l'acrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate de n-propyle, l'acrylate d'isopropyle, l'acrylate de n-butyle, l'acrylate t-butyle, l'acrylate d'isobutyle et
10 les méthacrylates ayant 4 à 8 atomes de carbone, tels que méthacrylate de méthyle, méthacrylate d'éthyle, méthacrylate de n-propyle, méthacrylate d'isopropyle, méthacrylate de n-butyle, méthacrylate de t-butyle et
15 le méthacrylate d'isobutyle. Un ou plusieurs de ces comonomères peuvent être utilisés simultanément.

20 Les copolymères d'éthylène et d'au moins un comonomère polaire sont formés d'au plus 30 % en poids de comonomère. Une teneur en comonomère supérieure à 30 % en poids, copolymérisé avec de l'éthylène, engendre des problèmes d'odeur et d'adhésion.

25 Les copolymères d'éthylène et d'au moins un comonomère polaire doivent avoir un indice de fluidité compris dans l'intervalle de 1 à 15 g/10 min dans des conditions standard (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 190°C).

30 Les polymères polyoléfiniques greffés mis en œuvre dans la réalisation de la couche spécifique "A" peuvent être fabriqués par greffage chimique au moyen d'acide acrylique, d'acide méthacrylique, d'anhydride maléic et d'acrylates et méthacrylates d'alkyle dans lesquels
35 l'alkyle est une chaîne hydrocarbonée de C1 à C8.

L'indice de fluidité de tels polymères greffés se situe dans le même intervalle que les copolymères polaires mentionnés précédemment.

5 Tous ces polymères ou copolymères peuvent contenir des agents glissants et antibloquants aussi bien que des agents antioxydants et stabilisants.

10 Selon l'invention, la couche de peau/d'adhésion spécifique "C" qui va devenir microporeuse lors de l'étirage, comprend au moins, un agent liant d'adhésion et/ou un homopolymère et/ou un copolymère polyoléfinique thermoplastique et une charge particulaire.

15 Ces polymères polyoléfiniques sont choisis dans le groupe qui comprend des polyéthylènes, et de préférence des polyéthylènes linéaires à basse densité et/ou des polypropylènes et/ou des copolymères d'éthylène-propylène et d'éthylène et d'alpha oléfine.

20 Les composants polyoléfiniques homopolymères et/ou copolymères de la couche de peau/d'adhésion spécifique "C" microporeuse sont des polyéthylènes linéaires à basse densité, de densité comprise entre 0,880 (kg/m³) et 0,940 (kg/m³), des copolymères d'éthylène et de comonomères alpha-oléfiniques, tels que ceux en C4 à C10 et/ou un polyéthylène réticulé à haute pression de densité comprise entre 0,915 (kg/m³) et 0,965 (kg/m³),
25 et de préférence entre 0,915 (kg/m³) et 0,935 (kg/m³)
30 et/ou un polypropylène, et un copolymère de propylène et d'éthylène choisi de préférence dans un groupe de copolymères bloc aléatoires.

35 Selon l'invention, l'agent adhésif/liant présent uniquement dans la couche de peau/d'adhésion spécifique "C" est choisi dans le groupe des copolymères d'éthylène et de comonomères polaires ou non polaires,

des copolymères de propylène et de comonomères polaires ou non polaires et/ou des homopolymères ou copolymères (à base d'éthylène ou de propylène) greffés.

5 Les copolymères non polaires peuvent être choisis dans le groupe des élastomères, précédemment décrit pour les couches de base contiguës "B"- "B". L'agent adhésif/liant est introduit dans la composition de ladite couche à raison de 2 à 20 % et de préférence de 10 5 à 15 % en poids.

Quant aux copolymères polaires ils peuvent être choisis dans le groupe précédemment décrit pour la couche de peau spécifique "A".

15 La couche de peau/d'adhésion spécifique "C" selon l'invention comprend de 30 à 80 % en poids et de préférence de 45 à 55 % en poids de charges particulières.

20 Ces diverses charges mentionnées antérieurement pour les couches de base contiguës "B"- "B" comprennent les charges organiques et minérales mais sont choisies de préférence dans le groupe des charges minérales 25 comprenant le carbonate de calcium, le sulfate de baryum, la silice, l'alumine, le kaolin, le talc et très préférentiellement le carbonate de calcium. Les diamètres moyens des charges particulières sont choisis 30 entre 0,2 et 3 microns, et de préférence entre 0,8 et 1,5 microns pour la couche de peau/d'adhésion spécifique "C", afin de renvoyer la jauge mince à l'extrémité de ladite couche spécifique "C".

35 Comme décrit précédemment, la charge minérale peut être traitée en surface ou associée à un agent de dispersion.

L'ajout de TiO_2 blanc (ou d'autres pigments) est possible dans n'importe quelle couche "A", "B" ou "C".

5 Tous ces polymères peuvent être formulés selon des méthodes connues pour une stabilisation thermique améliorée.

Procédé de coextrusion et méthode de fabrication du film respirable multicouche

10

Le film précurseur multicouche de base est coextrudé dans une filière, dans le cadre d'un procédé par coulée, et est fixé sur le rouleau de refroidissement au moyen d'une boîte à vide et/ou d'une lame d'air. Le film précurseur multicouche de base est par la suite réchauffé et étiré entre au moins deux systèmes de rouleaux (primaire et secondaire) d'étirage. Une étape de stabilisation thermique peut être intégrée dans la chaîne de fabrication, afin de libérer les tensions créées dans le film lors de l'étape d'étirage.

15
20

Lorsque le film précurseur de base comportant au moins deux couches contiguës "B"- "B" est associé à au moins une autre couche, on utilise et conduit de la même manière le procédé de coextrusion.

25

Une étape d'impression ultérieure et une étape de gaufrage du film peuvent également exister dans le cadre de l'invention.

30

Procédé de coextrusion / film par coulée

Comme précédemment évoqué, le procédé consiste :

35 - à coextruder simultanément au moins un film précurseur de base à au moins deux couches à partir d'une filière, alors que ledit film précurseur multicouche de base peut être associé, lors de la

coextrusion, à au moins une autre couche de composition différente, avec la structure suivante : "A"- "B"- "B", "C"- "B"- "B", "B"- "B"- "B" ou au moins quatre couches dont les structures peuvent être "A"- "B"- "B"- "A", "C"- "B"- "B"- "C", "A"- "B"- "B"- "C", où "A" est une couche de peau spécifique, "B"- "B" est le film de base, et "C" est une couche de peau/d'adhésion ;

10 - et à étirer par la suite ledit film précurseur multicouche coextrudé, pour former ainsi le film multicouche respirable, en créant des micro-porosités dans la couche centrale et dans les couches de peau, étant entendu que le procédé d'étirage est conduit et les diverses couches sont formulées pour permettre la création de la micro-porosité qui permet le passage de vapeur d'eau mais qui empêche complètement le passage des liquides.

20 L'association du film de base comportant au moins deux couches contiguës "B"- "B" à au moins une autre couche peut être aussi conduite par d'autres procédés connus, comme l'extrusion-laminage, en ligne ou lors d'une autre étape.

25 Des méthodes conventionnelles de fabrication de films multicouches ou de feuilles peuvent être facilement modifiées, pour permettre la mise en œuvre de l'invention. Ainsi, le film multicouche peut être 30 réalisé en utilisant une chaîne de coextrusion pour un film mince par coulée (cast film), ou une chaîne de coextrusion pour un film soufflé (blown cast).

35 Quand il s'agit du procédé de coextrusion du film par coulée, la température de fusion de la matière polymère peut être réglée entre environ 200°C et 250°C.

Selon la présente invention, le film précurseur de base peut être coextrudé et fixé comme précédemment évoqué au rouleau de refroidissement au moyen d'une lame d'air et/ou une boîte à vide. Le film multicouche précurseur est rapidement refroidi. La température du film précurseur de base, en quittant le rouleau de refroidissement, est réglée entre 15°C et 60°C.

Procédé de coextrusion d'un film soufflé (blown cast)

Le film précurseur de base peut également être fabriqué sur une chaîne de coextrusion de film soufflé. Le polymère fondu est extrudé à travers une filière multicouche annulaire, puis soufflé en une bulle qui est refroidie par de l'air dirigé à travers un anneau d'air.

La température de fusion de la matière polymère peut être réglée entre 150°C et 240°C.

La hauteur de la chaîne de refroidissement (la chaîne de refroidissement correspond au changement de brume sèche résultant de la solidification du polymère fondu) est un paramètre important à contrôler. Cette hauteur de la chaîne de refroidissement est normalement réglée entre 10 et 80 cm de la surface de la filière.

Le rapport de soufflage correspondant au rapport entre le diamètre des bulles et le diamètre de la filière est un autre paramètre du procédé à contrôler : ce rapport de soufflage contrôle l'orientation de la direction croisée. Ce rapport de soufflage varie normalement d'environ 1,5 à 4,0.

La bulle est ensuite pliée pour former un film plat couché et enroulé sur un rouleau ou fendu et enroulé sous la forme de deux rouleaux séparés.

La vitesse de la chaîne est comprise entre 20 et 150 m/min pour un film précurseur de 100 à 20 microns.

5 Par la suite, le film précurseur de base est étiré, de manière similaire à l'étape décrite dans la technologie d'extrusion d'un film multicouche par coulée.

10 Comme antérieurement mentionné, un objet de l'invention est d'éliminer par dégazage au cours de l'extrusion les matières volatiles et l'humidité présentes qui, sous l'effet de la chaleur peuvent être libérées et peuvent provoquer une perte d'imperméabilité aux liquides par la formation de vide.

15 L'étape de dégazage est réalisée dans des conditions de vide inférieur à 200 millibars dans chacune des extrudeuses.

Etirage

20

Le film précurseur hautement chargé (en tant que tel ou associé), lorsqu'il est étiré d'une manière contrôlée, produit un film microporeux de jauge beaucoup plus mince, qui possède les propriétés souhaitées de respirabilité et d'imperméabilité aux liquides.

25

30 Selon l'invention, l'extrusion et lesdites étapes d'étirage sont réalisées, de telle sorte que le film microporeux multicouche obtenu ait une épaisseur d'au plus 40 microns et de préférence d'au plus 25 microns, lorsqu'il est utilisé dans des applications relatives à l'hygiène, et jusqu'à 60 microns dans d'autres applications.

35

Avant d'être étiré, le film précurseur de base sortant du rouleau de refroidissement, est réchauffé jusqu'à la température adéquate pour l'étirage puis est étiré pour former un film multicouche respirable.

Le film précurseur de base peut être étiré par n'importe quelle méthode conventionnelle, par exemple par un étirage monoaxial ou biaxial. De préférence, le film multicouche précurseur est étiré dans une direction, qui est celle de la machine (sens longitudinal).

L'étirage est réalisé entre au moins deux systèmes de rouleaux fonctionnant à des vitesses de rotation différentes, dans une unité standard d'étirage. Le film précurseur multicouche est étiré à une température comprise entre 20°C et 95°C, et le rapport d'étirage est compris entre 1:1,5 et 1:6.

L'étirage du film précurseur multicouche peut être réalisé en une ou plusieurs étapes, suivies d'une éventuelle étape de stabilisation thermique.

Comme déjà mentionné, les systèmes de rouleaux d'étirage opèrent à des vitesses de rotation différentes, afin d'obtenir, par exemple à partir d'un film précurseur de base de 80 microns, un film plus mince de, par exemple, 20 microns, correspondant à un rapport d'étirage monoaxial de 4:1, dépendant de la relaxation ; le rapport de vitesse entre les systèmes de rouleaux est connu sous le nom de taux d'étirage : ce rapport de vitesse est mesuré entre les systèmes de rouleaux d'entrée et de sortie de la zone d'étirage.

Enfin, après qu'il ait été étiré, le film respirable est thermiquement stabilisé (par la libération des tensions) en passant sur des systèmes de rouleaux chauffés. Les températures de stabilisation thermique (réglées par les températures des systèmes de rouleaux de stabilisation) sont comprises entre 30°C et 90°C pour le polyéthylène et 30°C et 120°C pour le polypropylène.

Selon l'invention, on met en œuvre un système de contrôle qualité, afin de détecter visuellement les défauts le long de la chaîne. Son but est de contrôler et de quantifier les types et nombres de défauts présents dans le film respirable, qui pourraient, selon leur fréquence et leur typologie, provoquer une perte totale ou partielle de l'imperméabilité aux liquides pour le film respirable.

Le film respirable multicouche selon l'invention peut également subir une étape de gaufrage après l'étirage : ce gaufrage donne un toucher plus doux et réduit la brillance du film. Ce gaufrage a lieu entre deux rouleaux réglés à une température de 35°C à 100°C.

Utilisation du film

Le film respirable multicouche (film de base en tant que tel ou associé à au moins une autre couche) selon l'invention détient une vitesse de transmission de la vapeur d'eau d'au moins 500 g/m²/24 heures (à 38°C, 90 % d'humidité relative) et de préférence entre 2000 et 5000 g/m²/24 heures (à 38°C, 90 % d'humidité relative), sans perdre son imperméabilité aux liquides.

Le film respirable multicouche selon l'invention peut être utilisé dans la réalisation du film arrière (backsheet) d'une couche pour enfants, adultes incontinents et d'articles jetables d'hygiène, d'articles d'hygiène féminine, aussi bien que de vêtements jetables, ou bien assemblé avec un non tissé par laminage et utilisé en tant que produit laminé pour le film arrière d'une couche pour enfants, adultes incontinents et d'articles jetables d'hygiène, d'articles d'hygiène féminine et de vêtements jetables.

Selon l'invention, le film multicouche respirable a une épaisseur inférieure à 40 microns et de préférence inférieure à 25 microns.

5 Dans un autre mode de réalisation, l'épaisseur du film est bien supérieure et peut varier de 40 à 100 microns, ces films de jauge élevée étant utilisés pour les applications relatives au bâtiment, telles que l'isolation des murs et les toitures.

10

Exemple 1

L'invention sera mieux décrite en exposant un exemple spécifique. Ce premier exemple concerne la réalisation
15 d'un film microporeux, multicouche ayant la structure "B"-
"B"-
"B", à imperméabilité renforcée aux liquides, c'est-à-dire ne présentant pas de perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides.

20 On réalise la mesure de l'imperméabilité aux liquides selon la norme EN 20811-1992.

Cette méthode consiste en une mesure de la perte hydrostatique. Il s'agit de mesurer la résistance au
25 passage de l'eau à travers le film respirable. Le film subit une pression d'eau, croissant constamment, sur une face, dans des conditions standard, jusqu'à la pénétration en trois points. On relève la pression à laquelle l'eau pénètre en un troisième point. La pression de l'eau peut
30 être appliquée en dessus ou en dessous du film spécimen à tester. La surface du film à tester est de 100 cm².

On enregistre la hauteur d'eau correspondant à la formation de gouttes. Lorsqu'on mesure la pression
35 hydrostatique sur un défaut léger, enregistré et bien identifié, sur un film spécimen à tester, respirable, d'une épaisseur de 20 microns, on peut établir la corrélation suivante présentée dans le tableau 1.

Tableau 1 : corrélation entre le type de défaut et la hauteur de la colonne d'eau.

5

Film respirable	Typologie et taille des défauts en mm ²	Hauteur de la colonne d'eau en mm
Pas de défaut	0	Supérieure à 750
Niveau 1	1-2	600 ± 150
Niveau 2	2-100	300 ± 150
Niveau 3	100-1000	100 ± 50
Trous présents	> 1000	0-50

Alors qu'un film monolithique non respirable présentera des valeurs bien supérieures pour la hauteur de la colonne d'eau avant rupture (2 m ou plus selon l'épaisseur et l'élongation du matériel lors de la rupture), un film respirable présentera une réduction significative, inhérente de la hauteur de colonne d'eau atteinte.

On peut facilement mettre en œuvre un système de caméra à balayage lié à un logiciel sophistiqué sur un tel procédé conçu pour réaliser des films respirables ne présentant pas de perte de leur propriété d'imperméabilité aux liquides. L'enregistrement est continu et est effectué sur tout le film. On effectue le classement des défauts par type au moyen d'une analyse d'images qui correspondent à des images intégrées et stockées dans le logiciel. Une réponse rapide de l'ordinateur permet la lecture instantanée des caractéristiques des défauts du film.

Les défauts de "niveau 1" sont enregistrés optiquement comme ayant une dimension de 1 à 2 mm² et correspondant à des points noirs ou blancs, dus à une agglomération grossière de CaCO₃ ou autre, sans zone plus mince et plus légère entourant ces points. Lors de l'étirage, ils pourront provoquer une possible déchirure.

Les défauts de "niveau 2" sont enregistrés optiquement comme ayant une dimension de 2 à 100 mm². Ils correspondent à des zones plus légères et plus minces, entourant un amorceur qui peut être un agglomérat ou un gel polymère, ou un vide (bulle gazeuse) présent initialement dans le mélange qui a été étiré lors de la fusion du mélange formant le film précurseur et allongé lors de l'étirage pratiqué par la suite. Ces défauts n'affecteront pas la résistance du film dans la direction transversale au-delà d'une limite de 50 %.

Les défauts de "niveau 3" sont enregistrés optiquement comme ayant une dimension de 100 à 1000 mm². Ils correspondent aussi à des zones plus fines et plus légères, entourant un amorceur qui peut être un agglomérat plus grand ou un gel polymère plus grand, ou bien un vide (bulle gazeuse) plus grand, tous s'allongeant et provoquant un amincissement local du film fondu et étiré par la suite. Pour ces défauts, la résistance à la traction sera réduite à plus de 50 %.

Il faut souligner le fait que les filtres présents entre la zone de mesure de l'extrudeuse et la filière, au niveau de l'adaptateur, ne bloquent pas le passage de ces particules gênantes. Un filtre à tamis 250 arrête les particules de 60 microns. L'augmentation de la capacité de filtration se ferait au détriment du débit de l'extrudeuse et pourrait provoquer la formation de gel, allant à l'encontre de la production.

La hauteur d'eau dans la colonne d'eau hydrostatique exercera un allongement complémentaire sur ces défauts et provoquera une rupture à une hauteur d'eau plus haute ou plus basse en fonction de la typologie du défaut, résultant de l'épaisseur du film, de la surface et de la taille.

Il existe une corrélation directe entre la pression hydrostatique de l'eau (hauteur de la colonne en mm) qui peut être mesurée selon la typologie des échantillons discrets, et le nombre de défauts par typologie par 10000
 5 m² de film produit qui peut être contrôlé en continu par la caméra à balayage.

Dans cet exemple, selon l'invention, on a produit un film microporeux multicouche de structure "B"- "B"- "B" ne
 10 présentant pas de perte dans sa propriété d'imperméabilité aux liquides. Le polymère constituant le film de base "B"- "B"- "B" est un "Dowlex 2035" linéaire à basse densité dans un rapport de 45 % comprenant un carbonate de calcium traité en surface "Filmlink 520" dans un rapport de 45 %
 15 et avec un ajout de 10 % de matières recyclées.

Tableau 2 : Structure et composants

	Film de base "B"- "B"- "B"
Distribution de l'épaisseur	Réparti de manière égale à 100 %
-Polymère 1	45 % de "Dowlex 2035"
COMPOSANTS -Charge	45 % de "Filmlink 520"
-Matière recyclée	10 % de "B"- "B"- "B"

20 La matière recyclée est issue des découpes des bords du film respirable qui ont été densifiées et réincorporées dans les extrudeuses alimentant la filière du film précurseur de base.

25 Les différents matériaux cités dans l'exemple précédent sont décrits ci-dessous :

- le "Dowlex 2035" de Dow est un polyéthylène linéaire à basse densité à base d'octène ayant un indice de
 30 fluidité de 6,0 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 190°C) et une densité de 0,919 (kg/m³);

- "Filmlink 520" de English China Clay (ECC) est une charge de carbonate de calcium (CaCO_3) broyé humide ayant un diamètre moyen D50 des particules de 2,0 microns. Elle possède une enveloppe hydrophobe de 1 % et un Elrepho (brillance ISO) de 90.

On obtient le film précurseur de base "B"- "B"- "B" par une coextrusion coulée. Cedit film est ensuite fixé sur un rouleau de refroidissement au moyen d'une lame d'air et d'une boîte à vide. On utilise ce procédé pour éliminer la fumée qui apparaît lors du procédé d'extrusion.

Les températures d'extrusion sont réglées entre 180°C et 240°C. La température de l'adaptateur est réglée à 235°C, alors que la température de la filière est réglée à une température légèrement plus élevée. On utilise une filière automatique, afin de réaliser un contrôle précis de la jauge : la précision atteinte est inférieure à plus ou moins 2 %. On contrôle la température de fusion à 230°C.

On a fortement dégazé les polymères dans les trois différentes extrudeuses, afin d'éliminer toutes les matières volatiles ou l'air piégé, présentes dans les polymères, le vide étant réglé à moins de 200 millibars.

Le film précurseur de base "B"- "B"- "B" a une épaisseur finale de 80 microns avant l'étirage. Il est réalisé à une vitesse de chaîne d'environ 25 m/min. Après être étiré dans un rapport de 4:1, le film respirable résultant a une épaisseur de 20 microns et une respirabilité d'environ 3500 g/m² par 24 heures (à 38°C, avec une humidité relative de 90 %).

Comme précédemment énoncé, s'il n'est pas possible de donner une valeur statistiquement significative du comportement d'imperméabilité aux liquides du film respirable par comparaison, il est tout à fait approprié de considérer l'apparition de défauts qui constitue

l'indicateur véritable d'une telle propriété, à une épaisseur donnée du film.

Le tableau 3 ci-dessous résume cette comparaison qui indique le nombre de défauts mesuré optiquement le long de la chaîne par typologie et pour 10000 m² de film produit - apparition de défauts :

Tableau 3 : Apparition/Détection comparative des défauts

10

Défauts, types et nombre	Film monocouche "B"	Film de base précurseur "B"- "B"- "B"	Film respirable étiré, monocouche "B"	Film respirable étiré "B"- "B"- "B"
Epaisseur du film (microns)	80	80	20	20
Trous	0	0	3	0
Niveau 3	2	0	8	2
Niveau 2	16	8	64	26
Niveau 1	80	86	66	86

De tels résultats confirment l'amélioration des performances que l'on peut attribuer au concept du film de base constitué par deux couches ou plus, contiguës et de même composition.

Il est nécessaire de souligner que la lecture par caméra est faite à travers la structure entière de la couche. Plus précisément, l'apparition de défauts est distribuée statistiquement parmi les trois couches contiguës "B"- "B"- "B", ou parmi les deux couches contiguës "B"- "B". Ces défauts pondérés par le nombre de couches se révèlent en nombre très inférieur au nombre de défauts présents dans le monocouche.

25

Le film respirable est gaufré après avoir été étiré et stabilisé thermiquement. Cette étape est réalisée entre deux rouleaux de gaufrage chauffés, gravés de manière appropriée. Les températures de gaufrage sont connues dans l'état de l'art. Le contrôle des défauts est effectué avant l'enroulement.

Le film respirable multicouche de l'exemple 1 réalisé selon l'invention est utilisé dans la réalisation de film arrière de couches et d'articles d'hygiène jetables ou assemblé avec un non tissé et utilisé pour un film arrière laminé de couches ou d'articles d'hygiène jetables, de produits d'hygiène féminine, aussi bien que le vêtement jetable.

15

Exemple 2

Dans cet autre exemple, on modifie les compositions, afin d'adapter le film à d'autres exigences fonctionnelles.

20

Le film produit est un film de base "B"- "B" associé par coextrusion à une troisième couche "A" spécifique.

Tableau 4 : Structure et composants

25

	Film de base "B"- "B"	Troisième couche "A" associée
Distribution de l'épaisseur	90 %	10 %
-Polymère 1	42 % de "Dowlex 2035"	100 % de (Lotryl 20MB08)
-Polymère 2	8 % de copolymère bloc "Adflex X102S"	
-Charges	50 % de "Filmlink 520"	
-Matière recyclée	0	

- le "Lotryl 20 MB08" d'ATOCHEM est un copolymère d'éthyle (méthacrylate) ayant un indice de fluidité de 8,0 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 190°C)
5 avec une teneur en méthacrylate de méthyle de 20 %, formulé avec des agents glissants et antibloquants, afin de faciliter le procédé ;

- l'"Adflex X102S" de MONTELL est un polymère
10 polyoléfinique thermoplastique avec un indice de fluidité de 8,0 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 230°C) et une densité de 0,890 (kg/m³) et un point de ramollissement de Vicat de 55°C.

- 15 L'extrusion et les opérations d'étirage ultérieures sont très similaires à celles décrites dans l'exemple 1.

Le nombre de défauts est du même ordre de grandeur que dans l'exemple 1 soulignant l'importance du concept du
20 film de base, en considérant l'emploi de deux couches contiguës de même composition, selon l'invention. La présence de "Adflex X102S" provoque un niveau de défauts légèrement supérieur.

25 On mesure une respirabilité finale de 3000 g/m²/24 heures (à 38°C et 90 % d'humidité relative).

Il n'y a pas eu le moindre dépôt sur le rouleau de refroidissement, car la couche "A", en contact avec le
30 rouleau de refroidissement, ne contient pas de charges.

Ce film respirable est utilisé en tant que tel comme film arrière pour les couches pour enfants. La couche de peau spécifique "A" offre un toucher doux. De plus, le film a
35 été gaufré après l'étape d'étirage.

Exemple 3

Dans cet exemple, on modifie les compositions, afin
5 d'adapter le film à d'autres exigences fonctionnelles.

Le film produit est un film de base "B"- "B" associé par
coextrusion à une troisième couche "C".

10 **Tableau 5 : Structure et composants**

	Film de base "B"- "B"	Troisième couche "C" associée
Distribution de l'épaisseur	80 %	20 %
COMPOSANTS	-Polymère 1	32 % de "Dow Elite 5200"
	-Polymère 2	10 % de "Escorene 259" "
	-Charges	50 % de "Filmlink 520"
	-Matière recyclée	0
	-Additifs	8 % de copolymère polypropylène "Adflex X102S"
		38 % de "Boréal BD801F"
		10 % de "Adflex X102S"
		52 % de "Filmlink 400"

Les deux couches contiguës "B"- "B" de composition
identique ont la même épaisseur. La troisième couche "C"
15 est associée par coextrusion.

- l'"Elite 5200" de DOW est un polyéthylène linéaire à
basse densité à base d'octène (catalyseur métallocène',
d'indice de fluidité de 4,0 g/10 min (MFI norme ASTM D
20 1238 - 2,16 kg - 190°C) et de densité 0,917 (kg/m³) ;

- l'"Escorene 259" de EXXON est un polyéthylène à basse densité ramifié à haute pression avec un indice de fluidité de 12 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 190°C) et de densité 0,915 (kg/m³) ;
- 5
- Le BD 801F de BOREALIS est un polypropylène ;
 - le "Filmlink 400" de ENGLISH CHINA CLAY (ECC) est une charge de carbonate de calcium broyé humide (CaCO₃)
- 10
- avec un diamètre moyen D50 des particules de 1,2 microns. Cette charge possède un revêtement hydrophobe de 1 % et un Elrepho (brillance ISO) de 90.

Les conditions de réalisation des opérations au niveau de l'extrusion, aussi bien qu'au niveau de l'étirage, sont ajustées pour s'adapter à de faibles différences de viscosité, mais variant de moins de 10°C par rapport à l'exemple 1.

20 Dans un autre mode de réalisation, l'"Adflex X102S" est remplacé par "Kraton D-2122 compound" de SHELL, un copolymère bloc SBS, avec un indice de fluidité de 21 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238) et de densité 0,930 (kg/m³), selon la norme ASTM D 792.

25

Le film respirable présente une respirabilité de 2000 g/m²/24 heures à 38°C avec une humidité relative de 90 %.

Le nombre de défaut est compris dans l'intervalle mentionné dans l'exemple 2, qui est légèrement (10 %) plus élevé que le nombre de défauts atteint dans l'exemple 1, en raison d'une "pluie de gel" (gel shower) qui résulte de la présence de copolymères blocs.

35 Le film respirable final a une épaisseur de 20 microns après l'étape d'étirage. Il n'a pas été étiré, mais laissé comme tel. Il a ensuite été assemblé avec un non tissé, la couche "C" ayant la capacité exigée à être lié au non

tissé considéré. Le produit laminé final est utilisé comme film arrière de couches jetables pour enfants.

Dans un autre mode de réalisation, l'épaisseur globale du film est de 40 microns après l'étape d'étirage. On obtient
5 cette épaisseur en réduisant proportionnellement la vitesse de la chaîne lors de l'étape de formation du film précurseur, tout en maintenant le rapport d'étirage aux niveaux précédents. En raison de l'augmentation de
10 l'épaisseur du film, l'apparition d'amorce de déchirure et de la perte d'imperméabilité aux liquides qui s'ensuit.

Le film est utilisé dans le bâtiment, dans des applications relatives à l'isolation.

15

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un film polyoléfinique, ayant
5 simultanément les propriétés d'être perméable à la
vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée
aux liquides, ce procédé comprenant les étapes de :
- l'extrusion à partir d'une filière d'un mélange de
10 polymères et/ou copolymères polyoléfiniques et de
charges minérales formant un film précurseur ;
 - l'étirage du film précurseur pour former un film
15 multicouche respirable,
- caractérisé en ce que ledit film précurseur est un
film multicouche de base, comportant au moins deux
couches contiguës de même composition, ayant au
20 minimum la structure "B"- "B", éventuellement associé à
au moins une couche de composition différente.
2. Procédé de fabrication d'un film polyoléfinique à
structure multicouche, ayant simultanément les
25 propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et
d'avoir une imperméabilité renforcée aux liquides, ce
procédé comprenant les étapes de :
- l'extrusion simultanément, à partir d'une filière,
30 d'au moins deux couches contiguës de même
composition formant un film de base multicouche
ayant au minimum la structure suivante : "B"- "B",
avec au moins une couche possédant une autre
propriété spécifique pour former un film précurseur
35 d'au moins trois couches ayant au minimum la
structure suivante "A"- "B"- "B" ou "C"- "B"- "B" où "A"
est une couche de peau spécifique, "B" est l'une des
couches de base et "C" est une couche de
peau/d'adhésion spécifique ;

- l'étirage du film précurseur multicouche pour former le film multicouche perméable à la vapeur d'eau sans perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides.

5

3. Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape d'extrusion comprend la coextrusion simultanée d'au moins deux couches contiguës de même composition "B"- "B", représentant au plus 100 % de l'épaisseur totale du film.

10

4. Procédé de fabrication selon l'une ou l'autre des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'étape d'extrusion comprend la coextrusion simultanée d'au moins trois couches, dont deux couches au moins "B"- "B" sont contiguës et de même composition, la au moins troisième couche étant choisie parmi les couches "A" et "C" de composition différente des couches contiguës "B"- "B", dont les épaisseurs exprimées en pourcentage de l'épaisseur totale du film multicouche respirable sont :

15

20

25

-pour les couches de base contiguës "B"- "B", d'environ 40 % à environ 95 % d'épaisseur cumulée des deux couches,

-pour la au moins troisième couche, l'épaisseur varie entre environ 5 et environ 60 % de l'épaisseur totale du film respirable.

30

5. Procédé de fabrication selon la revendication 4, caractérisé en ce que, quand le film respirable comprend au moins quatre couches, parmi lesquelles deux couches "B"- "B", les deux autres couches étant choisies parmi les couches "A" et "C", les couches "A" et "C" ont chacune une épaisseur variant d'environ 5 à environ 30 % de l'épaisseur total du film respirable.

35

6. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la composition des couches contiguës "B"- "B" comporte au moins un homopolymère et/ou un copolymère polyoléfinique et au moins une charge particulière, et éventuellement un ou plusieurs élastomères à base de polyoléfine.
7. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que les polymères et/ou copolymères polyoléfiniques entrant dans la composition des couches contiguës "B"- "B" sont choisis dans le groupe comprenant les polyéthylènes homo- et/ou copolymères, préférentiellement les polyéthylènes linéaires à basse densité, et/ou les polypropylènes homo- et/ou copolymères.
8. Procédé de fabrication selon la revendication 7, caractérisé en ce que les polyéthylènes homo- ou copolymères entrant dans la composition des couches contiguës "B"- "B" sont choisis parmi ceux ayant une densité comprise dans l'intervalle $0,915 \text{ (kg/m}^3\text{)}$ à $0,965 \text{ (kg/m}^3\text{)}$ (norme ASTM 1505, densité exprimée en kg/m^3), et préférentiellement dans l'intervalle de plus basse densité de $0,915 \text{ (kg/m}^3\text{)}$ à $0,935 \text{ (kg/m}^3\text{)}$.
9. Procédé de fabrication selon la revendication 7, caractérisé en ce que les polyéthylènes linéaires à basse densité sont choisis parmi ceux ayant une densité comprise entre $0,890 \text{ (kg/m}^3\text{)}$ et $0,940 \text{ (kg/m}^3\text{)}$, et préférentiellement choisis dans le groupe des copolymères d'éthylène et des comonomères alpha-oléfiniques en C4 à C10.
10. Procédé de fabrication selon la revendication 9, caractérisé en ce que les comonomères en C4 à C10 sont choisis dans le groupe comprenant le butène-1, le

pentène-1, l'héxène-1, le 4-méthylpentène-1, l'héptène-1 et l'octène-1.

- 5 11. Procédé de fabrication selon la revendication 7, caractérisé en ce que les polymères de propylène homo- ou copolymères sont choisis dans le groupe constitué par les homopolymères de propylène, les copolymères de propylène et d'éthylène, les copolymères de propylène et de comonomères alpha-oléfiniques en C4 à C10.
- 10 12. Procédé de fabrication selon la revendication 11, caractérisé en ce que les copolymères de propylène et d'alpha oléfine en C4 à C10 ont une teneur en alpha oléphine comprise entre 0,1 et 40 % en poids, et de préférence entre 1 à 10 % en poids.
- 15 13. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que les polymères et/ou copolymères des couches contiguës "B"- "B" sont choisis de telle manière que leur indice de fluidité mesuré par la méthode de "Melt Flow Index" (MFI) est compris entre 0,2 et 15 g/10 min, mesuré selon les références d'une charge de 2,16 kg, d'une température de 190°C pour les polyéthylènes et 230°C pour les polypropylènes avec un orifice standard (norme ASTM D 1238).
- 20 14. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que les couches contiguës "B"- "B" contiennent au moins une charge particulière d'origine minérale ou organique, à raison de 30 à 80 % en poids et préférentiellement de 40 à 55 % en poids du cumul de ladite charge particulière et de la matière polymère.
- 25 15. Procédé de fabrication selon la revendication 6, caractérisé en ce que les élastomères mis en œuvre dans les couches contiguës "B"- "B", sont choisis dans
- 30
- 35

le groupe constitué par les caoutchoucs éthylène-propylène (EPR), caoutchoucs modifiés éthylène-propylène-diène (EPDM), styrène-butadiène-styrène (SBS), styrène-éthylène-butadiène-styrène (SEBS),
5 caoutchoucs styrène-butadiène (SBR), styrène-isoprène-styrène (SIS), caoutchoucs butyle (BR), caoutchoucs nitrate-fuel (NBR), caoutchoucs hydrogène-nitrile-butyle et acétate polyvinyle mis en œuvre seuls ou en mélange, avec du polypolyéthylène et/ou du propylène
10 semi-cristallin.

16. Procédé de fabrication selon la revendication 15, caractérisé en ce que la fraction élastomérique est choisie dans le groupe des polypropylènes
15 (homopolymères) avec des blocs amorphes et semi-cristallins, des copolymères de propylène/éthylène ou alpha-oléfine avec des blocs amorphes et semi-cristallins.

20 17. Procédé de fabrication selon l'une et l'autre des revendications 15 et 16, caractérisé en ce que la fraction élastomérique est partiellement ou complètement réticulée.

25 18. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 17, caractérisé en ce que les couches contiguës "B"- "B" sont utilisées pour recycler les déchets des matériaux multicouches récupérés dans le procédé, avant étirage, après étirage, ou après
30 assemblage du film.

19. Procédé de fabrication selon la revendication 18, caractérisé en ce que la quantité des déchets de matériaux multicouches recyclés dans les couches
35 contiguës "B"- "B" varie de 0 à 50 % en poids, et préférentiellement de 0 et 25 % en poids, par rapport à ladite couche.

20. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2, 4 ou 5, caractérisé en ce que la couche de peau "A" microporeuse est formée d'au moins un copolymère polaire à base d'éthylène et/ou de polymère polyoléfinique greffé.
21. Procédé de fabrication selon la revendication 20, caractérisé en ce que le copolymère éthylénique polaire mis en œuvre dans la réalisation de la couche "A" est composé d'éthylène et d'au moins un comonomère à caractère polaire choisi dans le groupe constitué par la famille des esters vinyliques, par la famille des acides et des esters acryliques et méthacryliques.
22. Procédé de fabrication selon l'une ou l'autre des revendications 20 et 21, caractérisé en ce que le copolymère éthylénique polaire comporte au moins un comonomère préférentiellement choisi dans le groupe constitué par l'acétate de vinyle, le propionate de vinyle, l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate de n-propyle, l'acrylate d'isopropyle, l'acrylate de n-butyle, l'acrylate t-butyle, l'acrylate d'isobutyle, le méthacrylate de méthyle, le méthacrylate d'éthyle, le méthacrylate de n-propyle, le méthacrylate d'isopropyle, le méthacrylate de n-butyle, le méthacrylate de t-butyle, le méthacrylate d'isobutyle.
23. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 20 à 22, caractérisé en ce que les copolymères d'éthylène et d'au moins un comonomère polaire sont formés d'au plus 30 % en poids de comonomère.
24. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 20 à 23, caractérisé en ce que les polymères polyoléfiniques sont greffés au moyen d'acide acrylique, d'acide méthacrylique, d'anhydride

maleïc, d'acrylates et méthacrylates d'alkyle dans lesquels l'alkyle est une chaîne hydrocarbonée de C1 à C8.

- 5 25. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2, 4 ou 5, caractérisé en ce que les homopolymères et/ou copolymères polyoléfiniques de la couche de peau/d'adhésion "C" sont choisis dans le groupe qui comprend des polyéthylènes, et de
10 préférence des polyéthylènes linéaires à basse densité et/ou des polypropylènes et/ou des copolymères d'éthylène-propylène et d'éthylène et d'alpha oléfine.
- 15 26. Procédé de fabrication selon la revendication 25, caractérisé en ce que les composants polyoléfiniques homopolymères et/ou copolymères de la couche de peau/d'adhésion "C" sont choisis dans le groupe formé par des polyéthylènes linéaires à basse densité, de densité comprise entre 0,880 (kg/m³) et 0,940 (kg/m³),
20 des copolymères d'éthylène et de comonomères alpha-oléfiniques en C4 à C10, des polyéthylènes de densité comprise entre 0,915 (kg/m³) et 0,965 (kg/m³), et de préférence entre 0,915 (kg/m³) et 0,935 (kg/m³), des polypropylènes et des copolymères de propylène et
25 d'éthylène choisis de préférence parmi les copolymères bloc aléatoires.
- 30 27. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2, 4, 5, 25 et 26, caractérisé en ce que, selon l'invention, l'agent adhésif/liant présent dans la couche de peau/d'adhésion "C" est choisi dans le groupe des copolymères d'éthylène et de comonomères polaires ou non polaires, des copolymères de propylène et de comonomères polaires ou non polaires et/ou des
35 homopolymères ou copolymères, à base d'éthylène ou de propylène greffés.

28. Procédé de fabrication selon la revendication 27, caractérisé en ce que les copolymères polaires sont choisis parmi ceux intervenant dans la couche de peau "A".
- 5
29. Procédé de fabrication selon la revendication 27, caractérisé en ce que les copolymères non polaires sont choisis dans le groupe constitué par des élastomères entrant dans la composition des couches contiguës "B"- "B".
- 10
30. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2, 4, 5, 25 à 29, caractérisé en ce que l'agent adhésif/liant de la couche de peau/d'adhésion "C" entre dans la composition de ladite couche à raison de 2 à 20 % et de préférence de 5 à 15 % en poids.
- 15
31. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2, 4, 5, 25 à 30, caractérisé en ce que la couche de peau/d'adhésion "C" comprend de 30 à 80 % en poids et de préférence de 45 à 55 % en poids de charges particulières.
- 20
32. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2 à 20 et 25 à 31, caractérisé en ce que les charges particulières mises en œuvre dans les couches contiguës "B"- "B" et de peau/d'adhésion "C" sont d'origine inorganique et organique choisies dans le groupe constitué par les poudres de polyéthylènes, polyamides, polyesters, polyuréthanes de haute densité et de poids moléculaire élevé, le carbonate de baryum; le carbonate de calcium ; le carbonate de magnésium ; le sulfate de magnésium ; le sulfate de baryum ; le sulfate de calcium, l'hydroxyde d'aluminium ; l'hydroxyde de magnésium, l'oxyde de calcium ; l'oxyde de magnésium ; l'oxyde de titane ; le dioxyde de titane et l'oxyde de zinc, l'argile, le kaolin, le
- 25
- 30
- 35

talc, la silice, la terre à diatomées, les poudres de verre, de mica, d'aluminium et les zéolites, et préférentiellement le carbonate de calcium, le sulfate de baryum, la silice, l'alumine, le kaolin et le talc.

5

33. Procédé de fabrication selon la revendication 32, caractérisé en ce que les charges particulières mises en œuvre dans les couches contiguës "B"- "B" et de peau/d'adhésion "C" ont un diamètre moyen, pour les
10 couches contiguës "B"- "B" choisi entre 0,5 et 5 microns, et de préférence entre 0,8 et 2,2 microns et pour la couche de peau/d'adhésion "C" choisi entre 0,2 et 3 microns, et de préférence entre 0,8 et 1,5 microns.

15

34. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 33, caractérisé en ce que le film précurseur multicouche est obtenu par coextrusion à travers une filière plate d'un film coulé (cast film),
20 à une température comprise entre 200°C et 250°C, suivi d'un refroidissement, par l'intermédiaire d'un rouleau approprié, à une température comprise entre 15°C et 60°C.

25

35. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 33, caractérisé en ce que le film précurseur multicouche est obtenu par coextrusion à travers une filière annulaire d'un film soufflé (blown cast) à une température comprise entre 150°C et 240°C,
30 suivi d'un refroidissement dans une chaîne réglée entre 10 et 80 cm de la surface de la filière et un rapport de soufflage compris entre 1,5 et 4,0.

35

36. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 35, caractérisé en ce que les matières volatiles, l'humidité et l'air inclus dans les matériaux intervenant dans la fabrication des diverses

couches du film précurseur multicouche sont éliminés par dégazage au cours de l'extrusion.

- 5 37. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 36, caractérisé en ce que le film précurseur multicouche est étiré selon le sens de la machine, en une ou plusieurs étapes, à une température comprise entre 20°C et 95°C et un rapport d'étirage (mesuré entre l'entrée et la sortie de la zone
- 10 d'étirage) compris entre 1:1,5 et 1:6.
- 15 38. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 37, caractérisé en ce que le film multicouche microporeux sortant de l'étirage est soumis à une étape de gaufrage, à une température comprise entre 35°C et 100°C.
- 20 39. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 38, caractérisé en ce que le film multicouche microporeux sortant de l'étirage est soumis à une étape de stabilisation thermique, à une température comprise entre 30°C et 120°C.
- 25 40. Film multicouche microporeux respirable obtenu par la mise en œuvre du procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 39, caractérisé en ce que son épaisseur est au plus de 40 microns et de préférence au plus de 25 microns, pour les applications aux produits d'hygiène.
- 30 41. Film multicouche microporeux obtenu par la mise en œuvre du procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 39, caractérisé en ce que son épaisseur est comprise entre 40 et 100 microns, pour
- 35 les applications autres que les produits d'hygiène.
42. Film multicouche microporeux respirable selon l'une ou l'autre des revendications 40 ou 41, caractérisé en ce

qu'il détient une vitesse de transmission de la vapeur d'eau d'au moins 500 g/m²/24 heures (à 38°C, 90 % d'humidité relative) et de préférence entre 2000 et 5000 g/m²/24 heures (à 38°C, 90 % d'humidité relative), sans perdre son imperméabilité aux liquides.

43. Film multicouche microporeux respirable selon l'une au moins des revendications 40 à 42, caractérisé en ce qu'il est assemblé par laminage avec un tissu non tissé.

44. Utilisation du film multicouche microporeux respirable selon l'une des revendications 40 à 43 en tant que film arrière d'une couche pour enfants, adultes incontinents et d'articles jetables d'hygiène, bâtiments ou bien, après assemblage avec un non tissé par laminage, en tant que produit laminé d'une couche pour enfants, adultes incontinents et d'articles jetables d'hygiène, vêtements jetables.

20



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
 établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

2808470

N° d'enregistrement national

FA 589994
 FR 0005641

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	WO 98 58799 A (KIMBERLY CLARK CO) 30 décembre 1998 (1998-12-30)	1-4, 6-8, 11, 14, 15, 20-22, 40, 42-44	B29C47/06 B29C55/02 B32B27/32 A61L15/24
A	* revendications 1-3, 5-12, 17-22; figures 1-3; exemples *	23, 32, 33	
X	WO 99 29499 A (BOICH HEINZ HORST ; CORONOR COMPOSITES GMBH (DE)) 17 juin 1999 (1999-06-17)	1, 2, 4-7, 11, 40, 43, 44	
A	* revendications 1, 2, 4-12; figures 1-4 *	8, 27, 42	
X	US 4 728 478 A (SACKS WILLIAM ET AL) 1 mars 1988 (1988-03-01)	1-4, 7, 8, 13, 14, 33, 35, 40	
	* colonne 2, ligne 36 - colonne 4, ligne 16; revendications 1, 5, 7, 14, 16, 18 *		
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199551 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A18, AN 1995-401078 XP002157905 & JP 07 278329 A (MARUZEN POLYMER KK), 24 octobre 1995 (1995-10-24) * abrégé *	1, 40	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) B32B
X	WO 97 04955 A (BLESSINGS CORP) 13 février 1997 (1997-02-13)	1, 2, 7-9, 18, 36, 40, 41, 44	
Y	* revendications 1, 3, 5, 10, 22, 24, 25, 30, 31 *	7-9, 13, 14	
X, D	US 4 829 096 A (KITAMURA SHUJI ET AL) 9 mai 1989 (1989-05-09)	1, 40, 41, 44	
Y	* revendications *	7-9, 13, 14	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
19 janvier 2001		Derz, T	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

2
EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)