

Short communication

Determination expérimentale et interprétation des capacités d'absorption des liquides par les biotextiles à structure absorbante complexe — influence des gels de polymères superabsorbants

Experimental determination and liquid absorption capacities interpretation of biotextiles with complex absorbent structure — influence of superabsorptive gel polymer

D. Aliouche^a, H. Ait-Amar^{b,*}, K. Lahfati^a

^a F.S.I, Université de Boumerdès, 35000, Alger, Algeria

^b U.S.T.H.B, B.P 32, El-Alia, Bab-Ezzouar, Alger, Algeria

Received 14 April 1999; received in revised form 25 February 2000; accepted 15 March 2000

Abstract

Les biotextiles hygiéniques sont des matériaux à structure hétérogène comprenant un support fibreux cellulosique dans lequel est dispersé un polymère superabsorbant (SAP). Aussi s'est-on intéressés:

- aux méthodes de mise en œuvre de ces matériaux absorbants, notamment les méthodes de dispersion des SAP dans le matelas fibreux;
- à leurs propriétés physico-chimiques comme la capacité d'absorption, la rétention ou les processus de transport des liquides.

Des essais d'absorption, de rétention et de remouillage avec des liquides standards (eau désionisée et solution saline physiologique) ont été menés sur des échantillons de laboratoire.

L'analyse des résultats a permis de mettre en évidence les capacités d'absorption de ces biotextiles. L'amélioration de ces propriétés physico-chimiques est conditionnée par la présence du polymère superabsorbant.

The disposable diapers are materials with heterogeneous structure organized by a fibrous cellulosic support and a reinforcement of a superabsorptive polymer (SAP) profile. In this study, we are interested to:

- modes of use of these absorbent materials, specially scattering techniques of SAP polymer in the absorbent core;
- their physical and chemical properties such as absorption capacity or fluid transport mechanisms.

In laboratory samples we led absorption, retention and wet-back tests with a standard liquids (deionized water and physiological saline solution). The analysis of results reveal absorption capacities of these biotextiles, the improvement of their characteristics is conditioned by the superabsorptive polymer. © 2001 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

Keywords: Absorption capacity; Liquid absorption; Biotextile structures

1. Introduction

La conception des produits hygiéniques absorbants a subi des modifications importantes depuis le début des années 1960. Ces nouveaux matériaux absorbants sont des articles à structure hétérogène comprenant un support fibreux et un renfort de polymère superabsorbant. Ces composants appliqués en couche individuelle accomplissent leur fonction d'absorption comme des éléments isolés.

Les exigences pour les matériaux absorbants sont complexes: une absorption instantanée des liquides, une importante rétention et un très faible remouillage sont nécessaires. Les principaux composants d'un matériau absorbant sont le support fibreux de pâte kraft de bois et les polymères superabsorbants dispersés sous forme de poudres dans ce support.

- Le support cellulosique en pulpe de bois est capable d'avoir une absorption efficace et instantanée, mais sa rétention est plutôt faible. Son réseau fibreux n'est pas assez élastique et au mouillé il tend à s'effondrer, dans ces conditions sa résistance mécanique est négligeable.

* Corresponding author. Tel.: +213-251-50-06; fax: +213-251-50-06.

- Les polymères superabsorbants (SAP) immobilisent le liquide et empêchent sa redistribution vers l'extérieur. Le polymère SAP constitue un élément essentiel dans le noyau absorbant des produits d'hygiène de dernière génération. Il joue un rôle décisif dans la gestion du liquide, son principal avantage est sa capacité à emmagasiner les liquides de façon complète et permanente [1].

Il est essentiel que le liquide absorbé par le polymère soit fortement retenu, le niveau de rétention doit être maintenu même si le polymère est soumis à une charge, en principe le liquide ne doit pas être relargué [2].

Les propriétés des superabsorbants peuvent être divisées en deux parties:

1. les propriétés liées à leur usage dans les matériaux absorbants telles la rétention des liquides, la capacité d'absorption sous charge ou la vitesse d'absorption;
2. les caractéristiques liées au processus technologique de leur fabrication telles la grosseur des particules, la densité de la poudre, son pouvoir de ruissellement ou le taux de monomère résiduel.

Le mécanisme par lequel le liquide est distribué à travers le superabsorbant n'est pas entièrement clair. Mais, d'une manière générale, on sait cependant que le transport des liquides à travers le polymère SAP est accompli grâce à des phénomènes de capillarité et de diffusion. Initialement au contact entre le liquide et le superabsorbant, le mécanisme de transport est effectué en premier lieu par capillarité. La vitesse à laquelle le polymère sera entièrement imprégné dépend de la granulométrie et la porosité des particules, de leur densité, de la polarité des molécules de polymère, ainsi que de son degré de réticulation [3].

Lorsque le liquide absorbé est de l'eau, les propriétés moyennes de cette dernière changent graduellement à partir de l'état où elle se trouve étroitement liée au polymère jusqu'à l'état où elle ressemble à de l'eau libre. Cette différence entre eau liée et non-liée dans un réseau de polymère peut être mise en évidence par les résultats d'une analyse thermique différentielle du polymère [4].

Dans le but de considérer les paramètres les plus importants, la démarche expérimentale a été menée dans trois directions:

1. caractérisation de l'absorption du gel polymère;
2. définition des propriétés du support fibreux en pulpe de bois;
3. évaluation des caractéristiques du produit hygiénique final.

Plusieurs facteurs contribuent à l'amélioration de l'efficacité d'un matériau absorbant; la conception du produit fini et la nature de ses composants sont parmi les plus importants [5].

2. Matériel et méthode

Dans cette étude, nous avons considéré particulièrement les deux éléments majeurs que sont le polymère

superabsorbant et le support fibreux. Nous avons mesuré l'absorption, la rétention et le remouillage de deux liquides de test: l'eau désionisée et une solution saline physiologique (NaCl à 0,9%), habituellement utilisée pour caractériser l'absorption des produits hygiéniques.

2.1. Caractéristiques des matières

1. Le superabsorbant que nous avons utilisé (type Norsocryl D60) est un polymère à base d'acrylate de sodium (sel sodique d'acide polyacrylique réticulé) fourni par 'Elf Atochem S.A.' (France), sous forme de poudre blanche inodore.

- Granulométrie: 100–800 microns
- Densité: 600 kg/m³
- Température de décomposition: >200°C
- Température d'autoinflammabilité: 440°C

2. Le type de support fibreux de 'fluff' cellulosique employé (Biofluff TD) est une pâte Kraft traitée, à base d'un mélange de rondins de pin maritime et de déchets de scierie, fournie par 'Tartas S.A.' (France).

- Aspect: fibres courtes blanches et brillantes
- Population: 4×10⁶ fibres/g.
- Longueur des fibres: 2,2 mm
- Masse linéique: 30 mg/100 m
- Taux d'humidité conventionnel: 7%
- Teneur en a-cellulose: >85%
- Densité (cellulose): 1,50 g/cm³

2.2. Mesure de la vitesse d'absorption

On mesure la quantité de liquide absorbé par le matériau en fonction du temps jusqu'à saturation. Le polymère superabsorbant est séché, pesé puis placé dans un petit sachet en voile non-tissé de polypropylène (tea bag) dont le poids est bien connu. Le sachet est fixé à un support relié au fléau d'une balance analytique, il est ensuite trempé dans un récipient contenant 300 ml de liquide de test, puis pesé à intervalles de temps réguliers. Dans une seconde étape, la même procédure de mesurage est appliquée aux supports fibreux.

2.3. Mesures d'absorption et de rétention

L'absorption, ainsi définie, mesure la quantité de liquide qui reste associée au matériau après un temps d'imprégnation et un temps d'égouttage. La rétention est la quantité de liquide déterminée après centrifugation d'un échantillon qui a été auparavant imprégné dans le liquide puis égoutté.

La procédure est inspirée de la norme STN2:117/87 du Codex allemand. Le superabsorbant placé dans un sachet en voile non-tissé de polypropylène (dont le poids est bien fixé) est séché, pesé puis immergé dans le liquide de test pendant une durée définie (30 min). Il est, ensuite, égoutté pendant 5 min sur un support statif avec tiges. La quantité



Fig. 1. Vue de la distribution des particules de SAP dans le matelas fibreux.

de liquide absorbé peut être déterminée en pesant à nouveau le polymère. Pour mesurer la rétention, le polymère est centrifugé pendant 0,5 min à 2800 tr/min (800 G) dans une centrifugeuse BIOBLOCK Scientific (modèle 55702), puis pesé une dernière fois.

En ce qui concerne les résultats du support fibreux et du produit fini (support+SAP), la même procédure est appliquée. Pour ces derniers essais, nous avons utilisé le matelas de cellulose défibrée, enveloppé dans le voile non-tissé de polypropylène (le même voile de surface utilisé dans les produits d'hygiène). La poudre de superabsorbant est répartie, par saupoudrage, de manière homogène sur quelques couches (deux à trois) du matelas fibreux (Fig. 1).

2.4. Mesure du remouillage (*Rewet*)

Ce paramètre mesure la quantité de liquide transféré, sous pression, du noyau absorbant vers un support poreux (papier filtre). La procédure est inspirée de la méthode de test développée par le STOCKHAUSEN Quality Lab (Stockhausen GmbH, Allemagne) avec le Kanga testing apparatus.

Le matelas absorbant est maintenu à plat sous une charge de 3,5 kPa le liquide de test y est incorporé progressivement grâce à un dispositif de dosage central. L'intervalle de dosage est de 20 min, le remouillage est déterminé après les seconde, troisième et quatrième doses de 100 ml chacune. Pour ce faire, du papier filtre est pesé puis étendu sur le matelas fibreux humide sous une charge bien définie (pression de 3,5 kPa). Après 15 s, la quantité de liquide absorbé est déterminée en pesant à nouveau le papier filtre. Les mesures individuelles et intermédiaires sont additionnées, le papier filtre est changé après chaque mesure.

Dans les trois cas les déterminations expérimentales ont été effectuées à trois reprises pour chaque type d'échantillon,

en atmosphère normale et à une température moyenne de 20°C.

3. Resultats et discussion

Nous avons utilisé des échantillons de petite taille (échantillons de laboratoire), la démarche expérimentale a concerné la caractérisation de l'absorption du polymère; du support fibreux cellulosique et enfin l'évaluation des caractéristiques du produit hygiénique final. Les matelas fibreux ont été enveloppés dans un voile non-tissé et la poudre de superabsorbant y a été répartie par saupoudrage dans la masse du noyau fibreux. Les combinaisons de coussins absorbants qui ont été préparées contiennent respectivement les quantités de polymère suivantes: 5, 10, 15 et 20% en poids du matelas fibreux.

Les comportements du polymère SAP, du support fibreux et des combinaisons support fibreux/polymère sont illustrés par la Fig. 2 pour le gonflement dans l'eau et par la Fig. 3 pour celui dans la solution physiologique (NaCl à 0,9%).

Les courbes obtenues montrent que le mécanisme d'absorption de ces structures suit trois étapes:

1. au commencement, la forte et rapide absorption du liquide est assurée d'abord par le réseau capillaire hydrophile du noyau fibreux ('fluff' cellulosique);
2. le gonflement du polymère et l'espacement du réseau fibreux surviennent ensuite;
3. enfin, la phase de saturation et de stabilisation traduite par le fait que les particules de polymère sont complètement distendues (Fig. 4), le réseau fibreux est alors saturé.

Dans la première étape, l'absorption capillaire du polymère est relativement faible, le liquide est absorbé en surface.

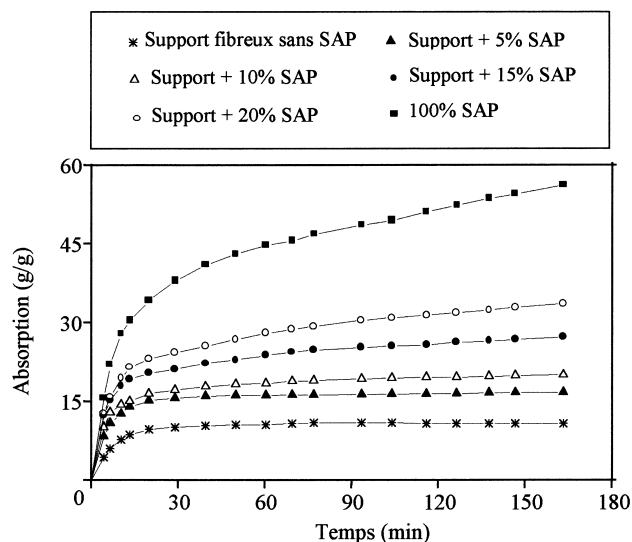


Fig. 2. Vitesse d'absorption de l'eau par les structures absorbantes.

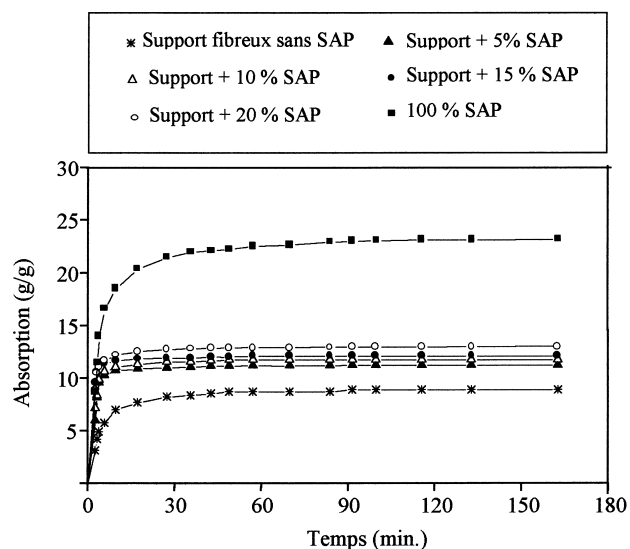


Fig. 3. Vitesse d'absorption de la solution saline par les structures absorbantes.

Le gonflement des particules de polymère commence alors par la formation d'une couche gonflée extérieure, puis, comme il a été rapporté par Budtova et Navard [6], une coexistence entre deux phases se produit: un noyau sec interne et une couronne gonflée à l'extérieur (phase dense et phase diluée). Le développement de cette couche de gel superficielle faiblement perméable bloque toute diffusion du liquide vers l'intérieur de la masse polymère non gonflée. Ce phénomène assez fréquent est connu sous le nom de 'gel blocking', ses effets peuvent être limités grâce à un mixage efficace et une bonne répartition des poudres SAP dans le noyau absorbant du produit hygiénique.

En dernière partie, la phase de saturation du polymère est lente (Fig. 1), on peut supposer la présence de l'eau

interfaciale probablement associée avec la première phase diluée. Mais, en général, l'eau retenue dans le réseau interne du polymère SAP se trouve à un état non lié.

Les résultats de mesures d'absorption et de rétention sont portés au Tableau 1.

Ainsi, la capacité d'absorption du polymère superabsorbant dans sa forme pure est largement supérieure à celle observée lorsqu'il est incorporé dans le noyau cellulosique fibreux du biotextile hygiénique. Un tel comportement a été, également, observé par D. Visioli [7] pour différents systèmes fluff-superabsorbant. Ces résultats confirment le rôle de chaque composant du produit hygiénique absorbant: le réseau fibreux pour les fonctions de capillarité; le polymère SAP pour retenir et immobiliser le liquide.

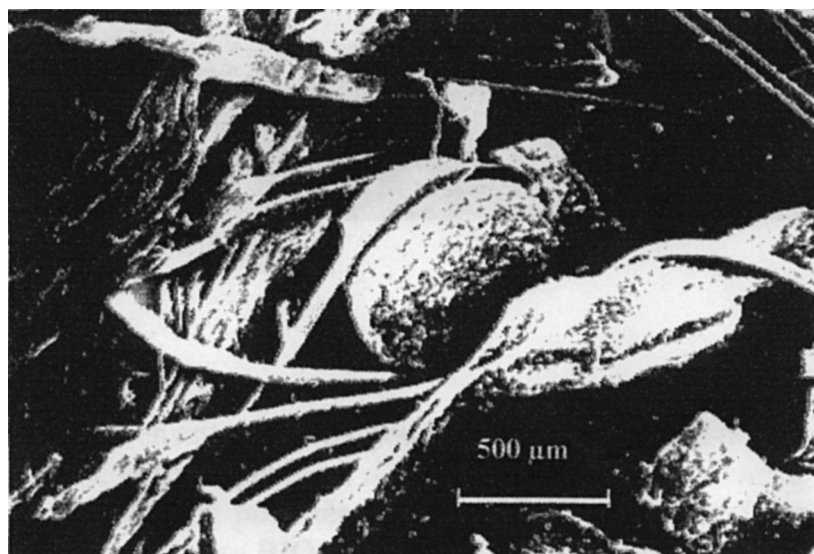


Fig. 4. Vue microscopique du gel polymère gonflé.

Tableau 1
Absorption et rétention des liquides par les différents produits absorbants

Structure absorbante	Absorption (g/g)		Rétention (g/g)	
	Eau désionisée	Solution saline (NaCl à 0,9%)	Eau désionisée	Solution saline (NaCl à 0,9%)
Polymère SAP pur	42,54 (0,074) ^a	24,88 (0,091)	38,42 (0,027)	19,23 (0,049)
Support fibreux cellulosique	14,20 (0,203)	11,10 (0,279)	6,75 (0,064)	4,66 (0,055)
Biotextile (support+12% SAP)	19,55 (0,193)	14,28 (0,207)	12,42 (0,062)	6,83 (0,096)

^a Ecart-type.

Tableau 2
Influence du mode de répartition du SAP sur l'absorption du tampon fibreux

Mode de répartition du SAP	Absorption (g/g)		Rétention (g/g)	
	Eau désionisée	Solution saline	Eau désionisée	Solution saline
A la surface du noyau	20,94 (0,223) ^a	14,14 (0,318)	12,86 (0,095)	5,90 (0,143)
Au fond du noyau	19,39 (0,209)	13,04 (0,285)	11,74 (0,119)	6,16 (0,180)
Dans la masse du 'fluff'	19,55 (0,193)	14,28 (0,207)	12,42 (0,062)	6,83 (0,096)

^a Ecart-type.

A l'origine, pour obtenir des produits hygiéniques performants, les fabricants ont privilégié certaines méthodes spécifiques de distribution du polymère dans le noyau absorbant. Ainsi, une répartition à la surface est utilisée pour réduire les fuites et les effets de remouillage; par contre une distribution dans le fond du noyau est préférée pour améliorer la rétention du produit. Nous avons, donc, étalé manuellement sur le matelas fibreux 12% en poids de polymère SAP, selon trois configurations: à la surface, au fond et enfin une répartition homogène dans la masse du noyau fibreux. Les mesures d'absorption et de rétention sont, ensuite, prises comme décrit précédemment.

Les résultats obtenus et indiqués au Tableau 2 ne montrent pas de grande différence dans les caractéristiques des trois matelas fibreux expérimentaux. Le comportement équivalent observé dans les trois cas, semble dû à la grande capacité de distribution du noyau fibreux cellulosique, le transport capillaire des liquides est rapidement et efficacement assuré à travers le réseau fibreux, quel que soit le niveau de répartition du polymère SAP.

Dans les matelas fibreux qui renferment peu ou pas de polymère SAP, l'absorption et la rétention sont améliorées par l'accroissement de la compacité du réseau fibreux. C'est le cas des produits hygiéniques de première génération, produits épais et denses dont les caractéristiques d'absorption sont proportionnelles au volume du matelas.

Dans la suite du travail, le polymère a été réparti en couche mince entre deux couches compactes de 'fluff', le taux de polymère déposé dans le noyau est de 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 et 20% en poids du matelas. Les mesures d'absorption et de rétention sont, ensuite, prises pour chaque échantillon ainsi confectionné.

Les résultats sont illustrés par la Fig. 5 pour la capacité d'absorption et la Fig. 6 pour la rétention de l'eau désionisée et de la solution saline.

Ces courbes montrent que l'accroissement de l'absorption ou la rétention du matelas fibreux est, évidemment, fonction du pourcentage de polymère présent dans l'échantillon. Dans les coussins moins denses, à forte teneur en SAP (20%),

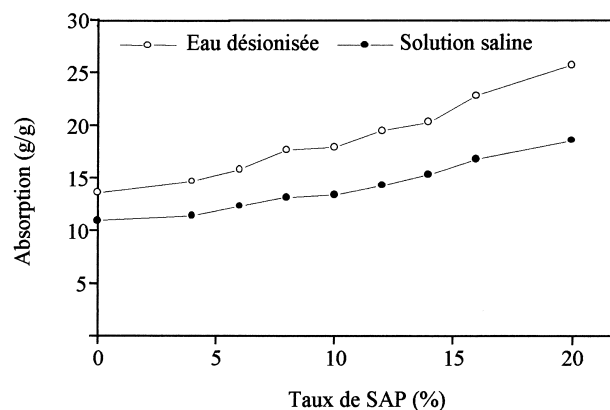


Fig. 5. Influence du taux de SAP sur l'absorption du noyau fibreux.

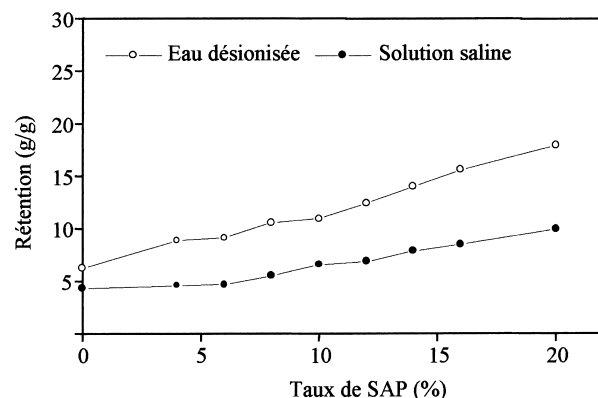


Fig. 6. Influence du taux de SAP sur la rétention du noyau fibreux.

le polymère est complètement gonflé, ses particules distendues pour absorber de nouvelles mictions (Fig. 4). C'est le cas des produits hygiéniques de seconde génération, produits plus pratiques permettant de réduire la taille du noyau absorbant

Indépendamment des propriétés d'absorption, les fuites de liquide représentent l'un des risques majeurs de fonctionnement défectueux d'un biotextile absorbant. Une distribution harmonieuse du polymère dans le matelas améliore la rétention de la structure interne et permet d'éviter les infiltrations de liquide vers l'extérieur. Notre évaluation du remouillage est basée sur la mesure de la quantité de solution saline absorbée par du papier filtre à travers le matelas fibreux sous une charge de 3,5 kPa. Les résultats obtenus sont:

- 8,11 g de liquide physiologique (NaCl à 0,9%), équivalent aux fuites recueillies d'un matelas fibreux sans polymère SAP;
- 2,82 g de liquide physiologique correspondant aux fuites recueillies d'un matelas fibreux renfermant 12% en poids de polymère SAP.

Le remouillage est, évidemment, négligeable en présence de polymère; le liquide est mieux retenu dans les particules de SAP que dans les pores des fibres du noyau. Il faut remarquer aussi que les structures de matelas fibreux moins denses et de faible épaisseur (cas des structures avec polymère) permettent une répartition du liquide qui favorise sa diffusion à l'intérieur des particules de polymère où il sera fortement retenu, même sous charge.

Enfin, en dernière observation, l'analyse de nos résultats montre une baisse de performances des structures absorbantes lorsque le liquide absorbé est la solution saline (NaCl à 0,9%). Cette limitation de l'absorption en présence de sel et ce comportement particulier a été confirmé par différents auteurs [8,9], et attribué à l'influence des sels sur les gels de polyélectrolytes. En effet, à l'équilibre d'absorption, le potentiel chimique de l'eau dans la structure du polymère est équivalent à celui de l'eau au voisinage du polymère. L'addition d'un sel à l'eau conduit à une baisse de potentiel de l'eau autour du polymère et provoque ainsi une contraction du réseau interne du polymère. Dans ces conditions, le polymère polyélectrolyte absorbe moins de solution saline que d'eau pure.

4. Conclusion

Nous avons montré que la capacité d'absorption du polymère SAP pur est supérieure à celle observée lorsqu'il est incorporé dans le noyau cellulosique. Le but de cette

étude est de tenter d'expliquer cette différence et de démontrer que l'absorption et la rétention des liquides par les systèmes 'fluff' — polymère sont une fonction complexe de la compacité (volume) du matelas fibreux et de la concentration de polymère présent. Le noyau fibreux cellulosique comportant des polymères SAP peut absorber et retenir les fluides par trois voies:

1. à l'intérieur des fibres de cellulose;
2. dans les interstices entre les fibres;
3. à l'intérieur du gel polymère.

Quoique l'affinité de la cellulose pour l'eau soit grande, la quantité retenue après absorption est modeste. Dans les systèmes fibreux contenant peu ou pas de polymère, la rétention est améliorée par l'accroissement du volume de fluff. Dans ce cas, les forces capillaires dans les pores sont grandes; la structure relativement rigide résiste à la compression et aux fuites de liquides grâce aux nombreux points de jonction par unité de volume entre les fibres qui favorisent le compactage du support fibreux.

Dans les systèmes fibreux à grande concentration de polymère, la faible compacité du matelas fibreux est favorisé par la forte rétention. Ceci peut être expliqué par le fait qu'une grande quantité de liquide peut être transférée des pores de fibres vers le réseau du gel polymère. Sous charge, la structure résiste suffisamment pour permettre au polymère de retenir une grande quantité de liquide.

References

- [1] P. Specklin, Les superabsorbants: des poudres aux fibres, *L'indust. Textile* 1257 (1994) 48–51.
- [2] K. Nukushina, *Kagaku Kyokaiishi* 38 (546) (1980), Chem. Abstr. 94, 66783e.
- [3] F.L. Buchholz, N.A. Peppas, *Superabsorbent Polymers*, ACS Symposium Series, Vol. 573, Washington DC, 1994.
- [4] T. Hori, H. Zollinger, Influence de la structure de l'eau dans les polymères sur la diffusion des réactifs dans les fibres, in: *Proceedings of the International Dyeing Symposium AATCC*, 1986.
- [5] S. Meyer, G. Werner, *Polymères absorbants: moteur d'innovation*, Int. Text. Bull. (Non tissés-Textiles Technol.) 01 (1996) 32–38.
- [6] T. Budtova, P. Navard, Swelling kinetics of a polyelectrolyte gel in water and salt solutions, *Macromolecules* 31 (N25) (1998) 8845–8850.
- [7] D. Visioli, K.R. Williams, Effect of superabsorbent-pulp interactions on the performance of absorbent structures, *Aiche Meeting*, Session 201 Paper, San Francisco, 1989.
- [8] T. Budtova, N.G. Belnikévitch, I.S. Suleimenov, S.Y. Frenkel, Concentration redistribution of low-molecular weight salt of metals in the presence of a swelling polyelectrolyte hydrogel, *Polymer* N34 (1993) 5154–5156.
- [9] X. Liu, Z. Tong, O. Hu, Swelling equilibria of hydrogels in water and in aqueous solutions, *Macromolecules* 28 (N10) (1995) 3813–3820.