



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2000/12/11
 (87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2001/06/21
 (45) Date de délivrance/Issue Date: 2006/05/23
 (85) Entrée phase nationale/National Entry: 2002/06/13
 (86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2000/003468
 (87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2001/044355
 (30) Priorité/Priority: 1999/12/13 (FR99/15671)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C08J 3/00* (2006.01),
A61L 15/00 (2006.01), *A61L 15/46* (2006.01),
C08K 9/04 (2006.01), *C08J 3/20* (2006.01)

(72) Inventeurs/Inventors:
 GANCET, CHRISTIAN, FR;
 CHAMBRETTE, JEAN-PAUL, FR;
 GOURMAND, MYRIAM, FR

(73) Propriétaire/Owner:
 ATOFINA, FR

(74) Agent: OGILVY RENAULT LLP/S.E.N.C.R.L.,S.R.L.

(54) Titre : PROCÉDE D'ADDITIVATION MINIMISANT LA SEGREGATION DES ADDITIFS ET LEUR MIGRATION
 (54) Title: ADDITIVE MIXING METHOD REDUCING TO A MINIMUM ADDITIVE SEGREGATION AND MIGRATION

(57) **Abrégé/Abstract:**

L'invention concerne un procédé d'enrobage de particules d'un polymère superabsorbant par un additif anti-microbien. Le procédé selon l'invention comprend les étapes suivantes : (a) mélangeage et malaxage du polymère superabsorbant et de l'additif anti-microbien de façon à former une composition contenant 90 à 99,99% en poids de polymère et 0,01 à 10% en poids d'additif anti-microbien; et (b) étuvage de la composition obtenue à l'étape (a) à une température comprise entre la température de fusion de l'additif et 200°C, jusqu'à la fusion totale de l'additif. Ce procédé permet de minimiser la ségrégation de l'additif et sa migration.

ABRÉGÉ

L'invention concerne un procédé d'enrobage de particules d'un polymère superabsorbant par un additif anti-microbien. Le procédé selon l'invention comprend les étapes suivantes : (a) mélangeage et malaxage du polymère superabsorbant et de l'additif anti-microbien de façon à former une composition contenant 90 à 99,99% en poids de polymère et 0,01 à 10% en poids d'additif anti-microbien; et (b) étuvage de la composition obtenue à l'étape (a) à une température comprise entre la température de fusion de l'additif et 200°C, jusqu'à la fusion totale de l'additif. Ce procédé permet de minimiser la ségrégation de l'additif et sa migration.

PROCÉDÉ D'ADDITIVATION MINIMISANT LA SÉGRÉGATION DES ADDITIFS ET LEUR MIGRATION

La présente invention se rapporte au domaine des polymères superabsorbants destinés à la réalisation d'articles sanitaires aptes à absorber et à
5 retenir les liquides corporels, et plus particulièrement aux polymères superabsorbants renforcés contre les odeurs. En particulier, l'invention vise un procédé d'additivation minimisant la ségrégation d'additifs et leur migration.

Les polymères superabsorbants au sens de l'invention, désignés ci-après par SAP, sont des polymères qui résultent de la polymérisation avec réticulation
10 partielle de monomères éthyléniquement insaturés hydrosolubles, en particulier les acides acryliques et méthacryliques et leurs sels alcalins, qu'ils soient obtenus par un procédé de polymérisation en solution, en masse ou en suspension inverse. Ces polymères sont doués d'une très grande capacité d'absorption et de rétention de
15 l'eau et des solutions aqueuses, et aujourd'hui ils sont largement répandus dans le commerce sous forme de poudres ayant des granulométries comprises entre 100 et 800 μm . La littérature en est très riche; on pourra consulter par exemple les demandes européennes publiées Nos. EP 312.952 et EP 441.507.

L'industrie des superabsorbants est très souvent confrontée à un besoin d'ajout d'additif. En effet, pour répondre aux demandes du marché, il est souvent
20 nécessaire d'ajouter d'autres propriétés à ces produits en plus de leurs performances d'absorption et de rétention. Par exemple, lorsque l'article absorbant en place est imprégné de liquides corporels, en particulier d'urine, il s'y dégage des odeurs puissantes et incommodantes. Parmi celles-ci dominant des odeurs ammoniacales dues à l'ammoniac provenant de l'hydrolyse de l'urée par
25 les uréases des bactéries présentes sur la peau et dans le tube digestif.

Dans le but de supprimer ces odeurs, il est nécessaire d'ajouter dans la composition un additif anti-microbien. Dans ce cas, un tel composé est généralement qualifié d'agent ou d'additif anti-odeur.

Pour ajouter un anti-odeur aux SAP, différentes techniques ont été utilisées. Ainsi, les demandes internationale publiée Nos. WO 98/20915 et européenne publiée No. EP 739.635 décrivent des mélanges contenant respectivement des zéolites et du borax. Ces mélanges réalisés à l'état solide en mélange poudre-
5 poudre. Le brevet américain No. US 4.842.593 décrit des changes contenant du SAP avec des agents tampons et un agent anti-microbien non-toxique, non-irritant et non volatil.

L'agent anti-microbien préféré est sous forme solide plutôt que sous forme liquide en solution à base d'alcool. Dans ce dernier cas, il n'est pas incorporé
10 dans le SAP, mais dans le voile (top sheet) au contact avec la peau.

Le procédé le plus utilisé pour ajouter un produit à un autre est le mélange à l'état solide dit incorporation. En effet, l'incorporation est un procédé efficace pour apporter de nouvelles fonctions à un produit industriel existant. De nombreux exemples peuvent être cités tels que les différents additifs (colorants, pigments,
15 charges...) que l'on introduit dans les poudres de polymères comme le chlorure de polyvinyl (PVC), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP) et le polyamide avant extrusion.

Toutefois, ce type d'additivation conduit généralement à une ségrégation des composés, le composé le plus dense ayant tendance à sédimenter, et ce
20 d'autant plus que la morphologie et la distribution de taille des 2 types de particules sont très différentes. Ce problème est d'autant plus crucial que les poudres de superabsorbants peuvent être stockées plusieurs mois et sont soumises à des conditions de transport pouvant favoriser la sédimentation (mer houleuse, route défoncée...).

25 Les demandes internationale publiée No. WO 98/20915 et européenne publiée No. EP 739.635 proposent une solution basée sur l'adaptation de la granulométrie pour éviter la séparation et la sédimentation.

2a

La présente invention ici entend résoudre ce phénomène de ségrégation dans le cas d'additifs organiques ayant une température de fusion $< 200^{\circ} \text{C}$.

Dans un de ses aspect, la présente invention procure un procédé d'enrobage de particules d'un polymère superabsorbant par un additif anti-microbien ayant une température de fusion, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes:

5 a) mélangeage et malaxage à l'état solide du polymère superabsorbant et de l'additif anti- microbien de façon à former une composition contenant 90 à 99,99% en poids de polymère et 0,01 à 10 %, préférablement 0,01 à 5%, en poids d'additif anti-microbien; et b) étuvage de la composition obtenue à l'étape (a) à

10 une température comprise entre la température de fusion de l'additif et 200°C , jusqu'à la fusion totale de l'additif.

Dans un aspect additionnel, la présente invention procure une composition superabsorbante caractérisée en ce qu'elle contient 90 à 99,99% en poids de particules d'un polymère superabsorbant et 0,01 à 10%, préférablement 0,01 à

15 5%, en poids d'un additif anti-microbien, les particules de polymère étant enrobées par l'additif anti-microbien, et en ce qu'elle est obtenue par un procédé de la présente invention.

Dans un aspect supplémentaire, la présente invention procure l'utilisation d'une composition superabsorbante de la présente invention, éventuellement

20 diluée de façon à ramener la teneur en additif anti-microbien à une valeur comprise entre 0,01 et 0,5% en poids dans la réalisation d'articles sanitaires aptes à absorber et à retenir des liquides corporels.

Le procédé de l'invention consiste à chauffer un mélange SAP / additif anti odeur, après homogénéisation à l'état solide, à une température comprise entre la

température de fusion de l'additif et 200°C, et de préférence supérieure d'au moins 5°C à la température de fusion du produit. Il y a alors enrobage des particules de SAP par l'additif fondu, ce qui évite ensuite tout phénomène de ségrégation entre le SAP et l'additif et de migration de l'additif.

5 Le procédé selon l'invention permet d'éviter les phénomènes de sédimentation et d'inhomogénéité dans les superabsorbants mélangés avec des composés organiques sous forme solide. Ce procédé est plus simple et moins coûteux qu'une incorporation dans le SAP par pulvérisation, imprégnation ou immersion avec une solution liquide aqueuse ou non, car il n'y a pas d'étape de
10 pulvérisation ni d'étape d'évaporation.

Selon l'invention, l'additif anti-odeur est un anti-microbien tel que le triclosan décrit par Michael et Irene ASH dans «The index of antimicrobials, édition GOWER - 1996 ».

Le procédé de l'invention est tout à fait adapté à l'incorporation dans les
15 SAP de l'IRGASAN DP300 (marque de commerce) qui est une formulation particulière du triclosan. En effet, dans le cas particulier de l'IRGASAN DP300, ce composé se présente sous la forme de bâtonnets ayant une granulométrie moyenne de 200 p alors que les particules de SAP généralement utilisés en hygiène (type gel process ou suspension inverse) ont un diamètre compris entre
20 100 et 800 µm, préférentiellement centré autour de 400-500 µm, et des formes de cailloux (gel process) ou de billes agglomérées (suspension inverse). Ainsi, malgré une densité voisine de celle des particules de SAP, la ségrégation entre l'additif et la matrice est favorisée.

Ce procédé est plus particulièrement utile dans le cas de l'additivation des
25 SAP par le triclosan, afin d'obtenir un SAP anti-odeur. Cet additif étant très efficace, la concentration optimale à introduire est comprise entre 0,01 et 0,5%, préférentiellement de l'ordre de 0,05%. Il est donc très important d'éliminer tout risque de ségrégation pour éviter des variations de dosage en triclosan dans l'application finale (changes bébé ou adulte et serviettes pour l'hygiène
30 féminine).

Il est également important de contrôler tout risque de migration des additifs vers la peau des bébés ou des adultes.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, la quantité nécessaire de l'agent anti-odeur est ajoutée directement dans le SAP. Selon un autre mode de réalisation préféré, on prépare tout d'abord un mélange maître SAP/additif ayant
5 approximativement 5% en poids d'additif, ensuite on dilue le mélange maître avec un SAP brut de façon à atteindre la teneur en additif nécessaire pour l'application.

L'invention vise également un SAP contenant de 0,01 à 0,5 % en poids d'additif anti-bactérien et réalisé selon le procédé décrit précédemment.

10 L'invention vise de plus l'utilisation des SAP ci-dessus dans les articles d'hygiène tels que les changes pour bébés ainsi que les articles d'hygiène eux-mêmes.

Pour réaliser un SAP renfermant 0,05% en poids de triclosan selon l'invention, on peut procéder de la manière suivante:

15 1. On réalise tout d'abord un mélange maître à 5% en triclosan selon les étapes suivantes

a) homogénéisation du mélange SAP + triclosan dans un mélangeur.

b) étuvage dynamique ou statique en fûts chauffants type mélangeur avec double enveloppe ou mélangeur suivi d'une capacité chauffante ou de
20 tout autre façon, par exemple à l'aide d'un brassage d'air chaud à une température supérieure à la température de fusion de l'additif désignée par T_f , ce qui permet le mélangeage et la fusion de l'additif, ou d'autres types d'appareils pouvant combiner ces deux actions. L'étuvage statique peut également être réalisé sous forme de sacs de mélange maître empilés sur
25 une palette.

L'homogénéisation initiale peut se faire dans les fûts précités ou dans un autre mélangeur. La température d'étuvage doit être supérieure d'au moins 5°C à la température de fusion de l'additif organique. Elle est choisie en fonction de la quantité à traiter et du système utilisé et contrôlée grâce

à des sondes placées au cœur du système. Dans le cas de l'IRGASAN DP300 ($T_f = 57 \pm 1^\circ\text{C}$), il est préférable de chauffer le système SAP + additif à au moins 63°C , voire 65°C . Il faut toutefois que la température d'étuvage soit inférieure à la température de décomposition du produit. Les performances de gonflement des SAP ne sont pas affectées par l'étuvage. À 200°C , le SAP peut être étuvé environ 1 heure et beaucoup plus pour des températures inférieures.

La durée d'étuvage est bien évidemment fonction de la différence de température entre la température d'étuvage et celle de fusion, ainsi que de la quantité de produit étuvé et du produit lui-même (par sa conductivité thermique). L'utilisation de mélange maître permet de diminuer la quantité de produit à étuver et par conséquent la durée d'étuvage.

Un test rapide permet d'estimer la durée d'étuvage : une observation sous optique grossissante permet de confirmer la disparition des particules d'additif (bâtonnets dans le cas de l'IRGASAN DP300).

2. Refroidissement du système par retour à la température ambiante ou par refroidissement contrôlé soit:

- En statique;
 - En continuant le mélangeage si l'étuvage a été réalisé en dynamique.
- Après la fusion, l'additif organique reste un certain temps en surfusion, c'est-à-dire qu'il ne recristallise pas immédiatement quand la température devient inférieure à son point de fusion.

Le mode de refroidissement, en statique ou en dynamique, influence uniquement la consistance du produit après étuvage. En effet, un SAP fortement concentré en additif (cas du mélange maître) refroidit de façon statique (en palette) aura tendance à former des agglomérats qui sont facilement friables et qui peuvent facilement être désagglomérés par un mélangeage efficace ultérieurement. Il est toutefois préférable

que le produit refroidisse sous agitation afin d'éviter ce phénomène d'agglomération observable avec un refroidissement statique.

3. Dilution dans un rapport 1 : 100 du mélange maître dans du SAP brut.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans en limiter la portée.

5 EXEMPLES

- 1) Evaluation de la sédimentation avec des SAP additivés de 5% de triclosan avec et sans étuvage

Description du test

Un tube en PLEXIGLAS* de hauteur 42,5 cm et de diamètre 3 cm, et fermé à ses
10 2 extrémités par des bouchons en caoutchouc, est rempli de 150 g de SAP additivé à 5% en triclosan. Ce tube rempli au 2/3 est ensuite placé verticalement dans une tamiseuse de type RETSCH* et est soumis à 10 minutes de vibrations (cycles de 10 secondes de vibration et 3 secondes de repos) d'amplitude 1,2 mm afin de favoriser la sédimentation du mélange.

15 Environ 15 g de SAP sont ensuite récupérés par le haut et le bas du tube pour que la concentration en triclosan dans le SAP aux extrémités du tube puisse être déterminée.

Conditions de préparation des échantillons

20 *Sans étuvage:* mélange à sec pendant 2 heures au turbula de SAP HP200 + 5% triclosan.

Avec étuvage statique: mélange à sec pendant 2 heures au turbula de SAP HP200 + 5% triclosan, suivi d'un étuvage à 75°C pendant 1 heure. L'échantillon est ensuite remis à température ambiante jusqu'à refroidissement complet et recristallisation du triclosan. Les agglomérats sont grossièrement éliminés
25 par agitation avec une spatule, puis l'échantillon est homogénéisé 2 heures au turbula.

Avec étuvage dynamique: mélange à sec pendant 2 heures au turbula de SAP HP200 + 5% triclosan. 400 g de ce mélange sont introduits dans un réacteur en verre à double enveloppe de 1 litre muni d'un agitateur à pales. La température
30 de consigne du bain thermostaté est fixée à 80°C et la vitesse d'agitation à 350

* Marque de commerce

tr/min. Au bout de 20 minutes de chauffe, le réacteur est refroidit. L'agitation est maintenu pendant 30 minutes pour laisser le temps au triclosan de recristalliser.

Extraction du triclosan et dosage par UV

5 Le spectre UV du triclosan comporte 2 pics à $\lambda = 202.5$ et 282 nm avec des coefficients d'extinction différents. Les méthodes A et B décrites ci-dessous diffèrent par la prise d'échantillon et le choix de la longueur d'onde. La méthode B sera préférée, car la prise d'échantillon plus importante permet de limiter les erreurs dues à l'échantillonnage et, de plus, l'éthanol absolu utilisé comme solvant
10 ne présente aucune absorbance à la longueur d'onde utilisée.

Méthode A :

Pour des concentrations de l'ordre de 5% en triclosan, 1 g de SAP additivé est ajouté dans 300 g d'éthanol absolu et la solution est placée sous agitation à 500 tr/min pendant 2 heures, puis soumise à 15 minutes d'ultrasons. 5 g
15 du surnageant sont ensuite dilués dans 200 g d'éthanol absolu afin d'obtenir une concentration finale mesurable par spectrophotométrie (absorbance comprise entre 0,5 et 1).

La concentration en triclosan dans des solutions d'éthanol absolu est déterminée par spectromètre UV. Une courbe d'étalonnage a ensuite été réalisée
20 à la longueur d'onde $\lambda = 202,5$ nm à partir de solutions témoins de concentrations comprises entre 1 et 8 ppm. L'introduction du surnageant dans les cellules de mesure se fait à l'aide d'une seringue et d'un filtre pour éviter d'introduire des poussières. La référence utilisée pour les mesures de
triclosan extrait de SAP est le surnageant obtenu selon le même protocole
25 avec du SAP non additivé (temps d'extraction et dilutions identiques).

Méthode B :

Pour des concentrations de l'ordre de 5% en triclosan, 10 g de SAP additivé est ajouté dans 150 g d'éthanol absolu et la solution est placée sous agitation à 500 tr/min pendant 2 heures puis soumise à 15 minutes d'ultrasons. 1
30 g du surnageant est ensuite dilué dans 100 g d'éthanol absolu afin d'obtenir une

concentration finale mesurable par spectrophotométrie (absorbance comprise entre 0,5 et 1).

La concentration en triclosan dans des solutions d'éthanol absolu est déterminée par spectromètre UV. Une courbe d'étalonnage a ensuite été réalisée à la longueur d'onde $\lambda = 282$ nm à partir de solutions témoins de concentrations comprises entre 10 et 60 ppm. L'introduction du surnageant dans les cellules de mesure se fait à l'aide d'une seringue et d'un filtre pour éviter d'introduire des poussières. La référence utilisée pour les mesures de triclosan extrait de SAP est le surnageant obtenu selon le même protocole avec du SAP non additivé (temps d'extraction et dilutions identiques).

Résultats

Les résultats sont la moyenne de deux extractions au minimum, chacune étant dosée au minimum 2 fois.

	Concentration en triclosan dans le SAP	
	Méthode A	Méthode B
HP200 + 5% triclosan Sans étuvage Fraction haute	2,5	2.6
HP200 + 5% triclosan Sans étuvage Fraction basse	9,8	11,2
HP200 + 5% triclosan Avec étuvage statique Fraction haute	5,3	-
HP200 + 5% triclosan Avec étuvage statique Fraction basse	4,9	-
HP200 + 5% triclosan Avec étuvage dynamique Fraction haute	5,2	5,2
HP200 + 5% triclosan Avec étuvage dynamique Fraction basse	4,6	4,8

On peut noter qu'une très forte sédimentation de l'additif est observée lorsque le mélange SAP + triclosan n'est pas étuvé. Au contraire, de fortes vibrations ne modifient pas la répartition de l'anti-bactérien dans le SAP lorsque le mélange a été étuvé.

2) Évaluation des performances anti-bactériennes et anti-odeur des SAP additivés de 0,05% de triclosan avec et sans étuvage.

Préparation de l'urine

Le test peut être réalisé soit sur urine réelle, soit sur urine synthétique. Dans le cas de l'urine réelle, 4 jours avant le test, une collecte d'urine est réalisée avec indication de s'abstenir pour les personnes prenant des médicaments ou des

antibiotiques. Pour l'urine synthétique, il suffit de la préparer le moment venu, selon la composition ci-après

Pour 1 H₂O

	Urée	25 g	K ₂ SO ₄	4 g
	NaCl	9 g	(NH ₄) ₂ SO ₄	2,5 g
	MgSO ₄	0,6 g	Glucose	5 g
5	Ca(OCOCH ₃) ₂	0,7 g	Extrait de levure	5 g

TEST PANEL

Préparation de l'inoculum

L'inoculum est préparé avec 20 ml d'urine réelle ou synthétique, 0,5 g d'urée et soit 2 g de fluff souillé (présentant déjà une odeur ammoniacale), soit la
 10 ou les souche(s) bactérienne(s) souhaitée(s). Le mélange est mis à incuber pour 2 jours, pendant lesquels l'urine collectée est conservée à 4°C.

Au moment du test, l'inoculum présente une odeur marquée, signe d'une croissance satisfaisante.

Dans le cas des souches isolées, il est procédé à une mesure de la
 15 concentration en bactéries, exprimée en cfu/ml (colony forming units/ml), afin de procéder à un ensemencement reproductible.

Préparation des échantillons

On prépare $n \times 8$ boîtes hermétiques cylindriques en polyéthylène, n étant le nombre de produits à tester. Chaque série de 8 boîtes est repérée par un nombre
 20 aléatoire à trois chiffres. Dans chaque boîte, on dépose 0,5 g de cellulose (fluff), et 0,3 g de superabsorbant dispersé ou non dans la masse, additionné ou non du ou des produits anti-odeur à tester.

Sur chaque tampon, on verse 30 ml d'urine synthétique enrichie de la quantité souhaitée d'inoculum. Les boîtes sont refermées et mises à incuber une
 25 nuit à 37°C en étuve.

Évaluation de l'odeur

Au moment du test, les boîtes sont sorties de l'étuve, et proposées de façon aléatoire aux personnes du jury qui doivent noter l'odeur entre 1 et 6. L'absence d'odeur de NH₃ est notée 1, et une odeur très forte est notée 6.

Les résultats sont rassemblés, et on calcule pour chaque produit testé la moyenne des notes obtenues.

Comptage des bactéries

5 Après évaluation de l'odeur, il est procédé à un comptage des micro-organismes pour chaque type d'échantillon. Pour ce faire, on dilue les échantillons avec 70 ml d'eau stérile, et on procède au comptage à l'aide de plaquettes MILLIPORE (marque de commerce). Le résultat est exprimé en cfu/ml (colony forming units/ml).

Exemple

10 Urine synthétique.

Inoculation à 10^4 cfu/ml

Échantillon	Note Panel Moyenne (1-6)	Bactéries, cfu/ml
HP200 témoin	4,88	TNTC*
HP200 + 0.01%		
IRGASAN	1,25	72-100
avec étuvage		
HP200 + 0,01 %		
IRGASAN	1,13	80-100
sans étuvage		
HP200 + 0,05%		
IRGASAN	1,5	35-40
avec étuvage		
HP200 + 0,05%		
IRGASAN	1,38	55-60
sans étuvage		
HP200 + 0,1 % IRGASAN		
avec étuvage	1,25	5-15
HP200 + 0.1 % IRGASAN		
sans étuvage	1,50	0-1

* TNTC signifie « Too numerous to count »

TEST NH₃*Inoculation de l'urine synthétique*

Un tube de bactéries *Proteus mirabilis* lyophilisées (Référence LMG 2954 - conservation à 4°C des bactéries lyophilisées) est introduit dans 333 g
5 d'urine synthétique (soit l'équivalent de 3 doses par litre).

Préparation des échantillons

On prépare $n \times 2$ fioles erlenmeyer de 100 cm³ (rodage 19/26) comportant un raccord torion (diamètre 8 sur rodage 19/26 et joint étanche en polytétrafluoroéthylène), n étant le nombre de produits à tester, dans lesquelles
10 sont introduit 0,5 g de fluff et 0,5g de SAP additivé de 0,05% de triclosan (étuvé ou non), dispersé ou non dans la masse de fluff. Sur chaque tampon, on verse 33 g d'urine synthétique inoculée. Les fioles sont alors fermées par l'introduction d'un tube dosimètre prêt à la mesure (Tube gastec - passive dosi-tube NH₃ - Référence PROLABO* 02 436 112) puis placée en étuve à 40°C.
15 La coloration du tube doseur permet de déterminer la concentration en NH₃ (en ppm) dans la fiole selon la formule suivante:

* Marque de commerce

Lecture du tube x
0.8/Nombre d'heure
d'étuvage

La valeur 0.8 du coefficient correspond à une température d'étuvage de 40°C.

Résultats

Durée (heure)	Blanc (Fluff)	Dosage NH ₃ (ppm)	
		HP200 + 0,05% triclosan Avec étuvage	HP200 + 0,05% triclosan Sans étuvage
0	0	0	0
1	0	0	0
2	5	0	0
3,5	6	0	0
4	7	0	0
5	16	0	0
6	60	0	0
7	Hors échelle	1	1
8	Hors échelle	1	1
9,5	Hors échelle	1	1
24	Hors échelle	1	1

5 La fabrication des systèmes SAP HP200 + 0,05% triclosan est réalisée à partir de mélange maître HP200 + 5% triclosan dilué 100 fois dans du SAP HP200.

10 *Système HP200 + 0,05% triclosan sans étuvage*: le mélange maître utilisé est celui réalisé sans étuvage (voir descriptif dans le paragraphe précédent). La dilution dans HP200 se fait par agitation pendant 2 heures au turbula.

Système HP200 + 0,05% triclosan avec étuvage: le mélange maître utilisé est celui réalisé avec étuvage statique (voir descriptif dans le paragraphe

précédent). La dilution dans HP200 se fait par agitation pendant 2 heures au turbula.

On peut noter qu'il n'y a aucune différence significative des propriétés antibactériennes et anti-odeur du SAP lorsque le mélange maître est étuvé ou non, dans les conditions où le système non étuvé a été homogénéisé pour éviter
5 toute sédimentation et, par conséquent, toute variation de concentration en triclosan.

Les réalisations de l'invention au sujet desquelles un droit exclusif de propriété ou de privilège est revendiqué, sont définies comme suit :

1. Procédé d'enrobage de particules d'un polymère superabsorbant par un additif anti-microbien ayant une température de fusion, caractérisé en ce qu'il
5 comprend les étapes suivantes :
 - a) mélangeage et malaxage à l'état solide du polymère superabsorbant et de l'additif anti-microbien de façon à former une composition contenant 90 à 99,99 % en poids de polymère et 0,01 à 10 % en poids d'additif anti-microbien; et
 - b) étuvage de la composition obtenue à l'étape (a) à une température
10 comprise entre la température de fusion de l'additif et 200°C, jusqu'à la fusion totale de l'additif.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite composition
15 contient 95 à 99,99 % en poids de polymère et 0,01 à 5 % en poids d'additif anti-microbien.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'étape (b) est
20 réalisée à une température d'au moins de 5 degrés supérieure à la température de fusion de l'additif anti-microbien.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce
que l'étuvage est réalisé en statique.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce
25 que l'étuvage est réalisé en dynamique.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'additif anti-microbien est le triclosan.
7. Composition superabsorbante caractérisée en ce qu'elle contient 90 à 99,99 % en poids de particules d'un polymère superabsorbant et 0,01 à 10 % en poids d'un additif anti-microbien, les particules de polymère étant enrobées par l'additif anti-microbien, et en ce qu'elle est obtenue par le procédé selon la revendication 1.
8. Composition selon la revendication 7, caractérisée en ce qu'elle contient 95 à 99,99 % en poids de polymère et 0,01 à 5 % en poids d'additif anti-microbien.
9. Composition selon la revendication 7 ou 8, caractérisé en ce que l'additif anti-microbien est le triclosan.
10. Utilisation d'une composition superabsorbante telle que définie dans la revendication 7, 8 ou 9, éventuellement diluée de façon à ramener la teneur en additif anti-microbien à une valeur comprise entre 0,01 et 0,5 % en poids dans la réalisation d'articles sanitaires aptes à absorber et à retenir des liquides corporels.
11. Articles sanitaires contenant une composition superabsorbante telle que définie dans la revendication 7, 8 ou 9.