

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 635 441**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **88 10991**

⑤1 Int Cl⁵ : A 23 G 3/30.

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 Date de dépôt : 18 août 1988.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 8 du 23 février 1990.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : *Société dite : GENERAL FOODS
FRANCE. — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : François Boudy.

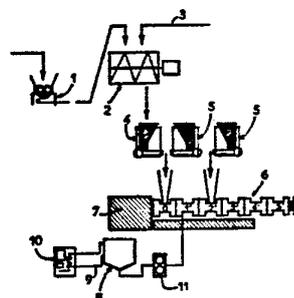
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Brot et Jolly.

⑤4 Concentrés de gomme de base à haute teneur en polymères, leur procédé de préparation et leur utilisation dans la fabrication de gomme à mâcher.

⑤7 L'invention concerne un procédé de préparation d'un concentré de gomme de base à haute teneur en polymères, du type comprenant des élastomères à haut poids moléculaire, des plastifiants et des charges minérales.

Ce procédé est caractérisé en ce que l'on broie les élastomères à poids moléculaire élevé sous forme de particules, en ce que l'on mélange dans les proportions souhaitées ces particules et les plastifiants, en ce que l'on introduit séparément dans les proportions désirées le mélange résultant et les charges minérales dans un extrudeur bi-vis 6 à fourreaux 0, 1', 2', 3', 4', 5' dans lequel la température ne dépasse pas 120 °C, où le mélange d'élastomères ne séjourne pas plus d'environ une minute et trente secondes et dont la vitesse de rotation des vis est inférieure à environ 120 tr/mn, et en ce que l'on récupère le concentré sortant de l'extrudeur.



FR 2 635 441 - A1

D

Concentrés de gomme de base à haute teneur en polymères,
leur procédé de préparation et leur utilisation dans la
fabrication de gommes à mâcher.

5 La présente invention concerne des concentrés de gomme de base à haute teneur en polymères, utilisables dans la préparation de gomme de base pour chewing-gums.

L'invention concerne également la préparation de tels concentrés et leur utilisation dans la fabrication de gommes à mâcher.

10 On sait que les gommes de base comprennent habituellement des polymères, à haut et bas poids moléculaire, des charges minérales et des plastifiants. Parmi les polymères à haut poids moléculaire, on mentionnera, sans que ceci ait un caractère limitatif, les
15 copolymères d'isoprène et d'isobutylène, le styrène butadiène et le polyisobutylène, et, parmi les polymères à bas poids moléculaire, le polyisobutylène et l'acétate de polyvinyle. Les plastifiants comprennent, eux, des résines de collophane et des cires.

20 Ces gommes de base peuvent être préparées directement par les fabricants de gommes à mâcher. Elles peuvent aussi être fabriquées séparément et être commercialisées comme produits semi-ouverts.

25 Leur fabrication se fait habituellement en deux étapes.

Dans un premier temps, on prépare un prémélange à base de polymères, de plastifiants et de charges minérales. Ce prémélange est ensuite repris dans un mélangeur, où l'on ajoute le reste des constituants usuels
30 de la gomme de base. Cette seconde étape ne concerne pas la présente invention et l'on insistera donc seulement ci-après sur la fabrication et la formulation des prémélanges.

35 Ceux-ci peuvent être préparés par dissolution à haute température du polymère principal dans les autres matières. Cette opération de dissolution dure environ 3 à 6 heures et elle est conduite dans un mélangeur ouvert à bras mobiles appelé "pétrin", où le mélange est maintenu

entre 120 et 150°C durant toute l'opération. Cette technique présente toutefois l'inconvénient que le polymère subit des dégradations au niveau des chaînes élastiques, en raison de la température à laquelle est conduite la dissolution et de la durée d'un cycle. Il en résulte que le produit obtenu présente une élasticité médiocre, alors qu'une bonne élasticité est une caractéristique importante d'un prémélange satisfaisant.

On peut aussi effectuer le prémélange du polymère de base et des autres matières à volume constant et sous pression, dans un mélangeur à haut pouvoir de cisaillement, que l'on appelle mélangeur interne. La durée d'un cycle de mélange est de 20 à 30 minutes et le produit subit de fortes contraintes mécaniques et thermiques.

Ce procédé, comme le précédent, entraîne donc une dégradation des propriétés élastiques du polymère. En outre, un tel procédé ne peut s'appliquer à la préparation de produits collants ou visqueux et il nécessite que le mélange résultant ait une certaine consistance.

Le prémélange peut enfin être réalisé par coextrusion des différents constituants, mais ce procédé, qui combine les effets de la température, de la pression et du cisaillement, entraîne lui aussi une dégradation des propriétés élastiques du polymère.

Quelle que soit la technique adoptée pour la préparation de ces prémélanges, ceux-ci n'ont jamais contenu plus d'environ 50% en poids de polymère.

La présente invention vise à remédier aux inconvénients de la technique antérieure rappelée ci-dessus.

Un but de la présente invention est donc de proposer un procédé de préparation d'un concentré à haute teneur en polymères, pouvant atteindre et dépasser 85% en poids, qui n'altère pas sensiblement les propriétés élastiques de ces polymères.

Un autre but de l'invention est de proposer un procédé, qui puisse être utilisé sans restrictions pour la préparation du concentré à haute teneur en polymères, même

visqueux ou collants.

L'invention a également pour but un concentré dont la teneur en polymère puisse atteindre et dépasser 85% en poids.

5 L'invention vise également à proposer un concentré de ce type qui présente une élasticité satisfaisante pour la préparation de gommes à mâcher.

10 L'invention vise enfin à proposer un tel concentré que les industriels puissent appliquer aisément à la préparation de leurs propres produits, en y incorporant les additifs qui leur sont propres, dans les proportions nécessaires.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de préparation d'un concentré de gomme de base à haute teneur
15 en polymères, du type comprenant des élastomères à haut poids moléculaire, des plastifiants et des charges minérales, caractérisé en ce que l'on broie les élastomères à poids moléculaire élevé sous forme de particules, en ce que l'on mélange dans les proportions
20 souhaitées ces particules et les plastifiants, en ce que l'on introduit séparément dans les proportions désirées le mélange résultant et les charges minérales dans un extrudeur bi-vis à fourreaux dans lequel la température ne dépasse pas 120°C, où le mélange d'élastomères ne séjourne
25 pas plus d'environ 1mn 30s et dont la vitesse de rotation des vis est inférieure à environ 120 tr/mn, et en ce que l'on récupère le concentré sortant de l'extrudeur.

Dans cette définition du procédé conforme à l'invention, dans la suite de la description et dans les
30 revendications qui suivent, on entend par élastomères à haut poids moléculaire, des élastomères ayant une masse moléculaire en nombre égal à au moins 220 000 et une masse moléculaire en poids égal à au moins 450 000.

Avantageusement, le mélange d'élastomère à poids
35 moléculaire élevé et de plastifiants sera introduit dans le fourreau disposé le plus en amont de l'extrudeur bi-vis, tandis que les charges minérales sont introduites en aval, de préférence dans deux fourreaux distincts de

l'extrudeur pour améliorer leur répartition dans le produit fini. Les particules d'élastomère broyé pourront avoir une dimension maximum de l'ordre de 5 mm.

5 Dans le cas où des matières collantes telles que des élastomères à bas poids moléculaire doivent être présentes dans le concentré ainsi préparé, on les introduit à l'état fondu dans l'extrudeur bi-vis, en aval du mélange d'élastomères à haut poids moléculaires et de plastifiants et en amont des charges minérales. Par élastomères à bas
10 poids moléculaire, on entend des élastomères ayant une masse moléculaire en nombre inférieure à 4 000 et une masse moléculaire en poids inférieure à 150 000.

Le procédé conforme à l'invention vise par conséquent à éviter d'imposer aux chaînes élastiques de l'élastomère
15 des contraintes excessives de température et de cisaillement ou de les soumettre à de telles contraintes pendant un délai trop long.

Une forme de mise en oeuvre de ce procédé va être décrit ci-après plus en détail, à titre d'exemple non
20 limitatif, en référence aux dessins annexés. Sur ces dessins:

La figure 1 est une vue schématique de l'appareillage utilisé dans cette forme de mise en oeuvre du procédé ;

Les figures 2a, 2b et 2c sont des schémas illustrant
25 les conditions de fonctionnement de l'extrudeur à cinq fourreaux de cet appareillage.

Comme on le voit sur la figure 1, l'élastomère à haut poids moléculaire est d'abord broyé en particules d'une taille moyenne de cinq millimètres dans un broyeur à
30 couteaux 1. Le produit broyé est ensuite mélangé dans un mélangeur à ruban 2 avec des plastifiants (résines de collophane, cires etc...) amenés par la ligne 3 et le mélange résultant est transféré dans un doseur pondéral vibrant 4.

35 Les charges minérales à incorporer dans le produit (talc et carbonate de calcium) sont, elles, chargées dans deux doseurs pondéraux vibrants 5.

Ces différents doseurs introduisent ensuite dans des

proportions définies les matières qu'ils contiennent dans un extrudeur bi-vis 6 qui, dans le cas présent, est à "cinq fourreaux" (on rappelle que, dans la dénomination usuelle des extrudeurs, il n'est pas tenu compte du fourreau d'introduction ou fourreau 0; dans la présente installation, l'extrudeur comprend donc en réalité six fourreaux 0, 1', 2', 3', 4', et 5'). Plus précisément, après préchauffage de l'extrudeur bi-vis 6, les vis étant entraînées par le moteur, on introduit le prémélange élastomère à haut poids moléculaire + plastifiants dans le fourreau 0 ou fourreau d'introduction de l'extrudeur, tandis que les charges minérales sont introduites par les deux doseuses 5 respectivement dans deux fourreaux distincts, par exemple les fourreaux 0 et 2', de l'extrudeur bi-vis, afin d'améliorer l'homogénéité du produit fini.

Si le concentré que l'on prépare doit contenir des élastomères à bas poids moléculaire, ceux-ci sont amenés à l'état fondu dans une cuve 8, chauffée à une température de 100 à 120°C par une circulation d'huile en circuit fermé 9 à partir d'une chaudière 10. Ces élastomères sont ensuite injectés par une pompe à engrenages 11 dans le fourreau 1'.

L'ensemble de l'appareillage peut naturellement fonctionner en continu.

Les vis de l'extrudeur 6 peuvent tourner en sens inverse ou dans le même sens.

Pour un débit donné, leur vitesse de rotation sera choisie de façon telle que l'on minimise la dégradation du polymère, tout en assurant l'entrée des matières dans la machine de façon satisfaisante.

Avec un débit de 120 kg/h, en utilisant un extrudeur à cinq fourreaux dont les vis ont un diamètre de 64 mm et une longueur égale à 29 fois le diamètre (type d'extrudeur dit 29 D), la vitesse de rotation des vis pourra être comprise entre 80 et 100 tours/mn.

Toujours dans le cas d'un extrudeur à cinq fourreaux,

le Tableau suivant donne les températures pour chacun des fourreaux.

	Fourreau	Température
5	0	12°C
	1'	60°C
	2'	60°C
	3'	80°C
	4'	80°C
10	5'	80°C
	Buse d'extrusion	70°C

Après un temps de séjour dans l'extrudeur bi-vis de 1 mn 30 s, le concentré à haute teneur en polymère sort de la buse d'extrusion à une température comprise entre 100 et 120°C.

Les figures 2a, 2b et 2c, qui doivent être considérées comme étant disposées bout à bout, illustrent les traitements imposés dans ce cas aux matières mélangées dans les cinq fourreaux de l'extrudeur. Les abréviations utilisées sur ces schémas ont la signification suivante:

TSF : transfert;

LM : malaxage à faible cisaillement;

HM : malaxage à fort cisaillement;

CM : malaxage à contre-filet.

En appliquant les conditions ci-dessus, l'appareillage qui vient d'être décrit permet de réaliser des concentrés à haute teneur en polymères qui présentent une élasticité satisfaisante pour la préparation de gommes à mâcher.

Les concentrés ainsi préparés pourront ainsi avoir, suivant l'utilisation à laquelle ils sont destinés, une composition entrant dans la gamme des compositions suivantes, en % en poids :

	- élastomères à haut poids moléculaire:	30 à 85%,
35	- élastomères à faible poids moléculaire:	0 à 5%,
	- résine de collophanes:	8 à 10%,
	- plastifiant du type des cires:	2 à 10%,
	- charges minérales :	5 à 10%.

Un concentré de gomme de base destiné à la préparation de tablettes de gomme à mâcher aura de préférence la composition suivante, en % en poids:

	- élastomères :	85%
5	- charges minérales:	18%
	- plastifiants	2%

Les élastomères à poids moléculaire élevé utilisés dans ce cas pourront avoir des masses moléculaires en nombre Mn, et en poids Mw, variables suivant la vitesse de rotation des vis de l'extrudeur bi-vis à cinq fourreaux.

Ces masses seront par exemple les suivantes:

	Mn	Mw
- Fabrication en continu à 80 tours/mn	135 900	208 800
15 - Fabrication en continu à 100 tours/mn	131 800	200 000
- Fabrication en continu à 120 tours/mn	128 800	196 400

Pour un concentré destiné à la préparation de gommes dites "bubble gum", une composition préférée sera la suivante, en % en poids :

	- élastomères:	32%
	- charges minérales:	52%,
	- plastifiants:	16%.

Les élastomères à poids moléculaire élevé utilisés dans ce cas pourront avoir les caractéristiques suivantes, en fonction de la vitesse de rotation des vis de l'extrudeur bi-vis à cinq fourreaux:

	Mn	Mw
30 - Fabrication en continu à 80 tours/mn	86 500	459 700
- Fabrication en continu à 100 tours/mn	79 700	609 000

Dans les concentrés ainsi préparés, les propriétés élastiques initiales des élastomères ne sont pas altérées par le procédé de préparation et se retrouvent pratiquement inchangées dans le produit fini.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé de préparation d'un concentré de gomme de base à haute teneur en polymères, du type comprenant des élastomères à haut poids moléculaire, des plastifiants et des charges minérales, caractérisé en ce que l'on broie les élastomères à poids moléculaire élevé sous forme de particules, en ce que l'on mélange dans les proportions souhaitées ces particules et les plastifiants, en ce que l'on introduit séparément dans les proportions désirées le mélange résultant et les charges minérales dans un extrudeur bi-vis (6) à fourreaux (0, 1', 2', 3', 4', 5') dans lequel la température ne dépasse pas 120°C, où le mélange d'élastomères ne séjourne pas plus d'environ une minute et trente secondes et dont la vitesse de rotation des vis est inférieure à environ 120 tr/mn, et en ce que l'on récupère le concentré sortant de l'extrudeur.

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les élastomères à poids moléculaire élevé sont broyés sous forme de particules ayant une dimension maximum de l'ordre de 5 mm.

3.- Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le mélange d'élastomères à poids moléculaire élevé et de plastifiants est introduit dans le fourreau (0) disposé le plus en amont de l'extrudeur bi-vis (6), tandis que les charges minérales sont introduites en aval de ce mélange.

4.- Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que les charges minérales sont introduites dans deux fourreaux distincts (0, 2') de l'extrudeur bi-vis (6).

5.- Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que des élastomères à bas poids moléculaire sont introduits à l'état fondu dans l'extrudeur bi-vis (6) en aval du mélange d'élastomères à poids moléculaire élevé.

6.- Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'extrudeur bi-vis (6) est un extrudeur à cinq fourreaux (0, 1', 2', 3', 4', 5').

7.- Concentré de gomme de base préparé par un procédé

selon l'une des revendications 1 à 6.

8.- Concentré de gomme de base caractérisé en ce qu'il comprend au moins 30% et, de préférence, 85% en poids de polymères.

5 9.- Utilisation d'un concentré de gomme de base selon l'une des revendications 1 à 8 pour la préparation de gomme à mâcher.

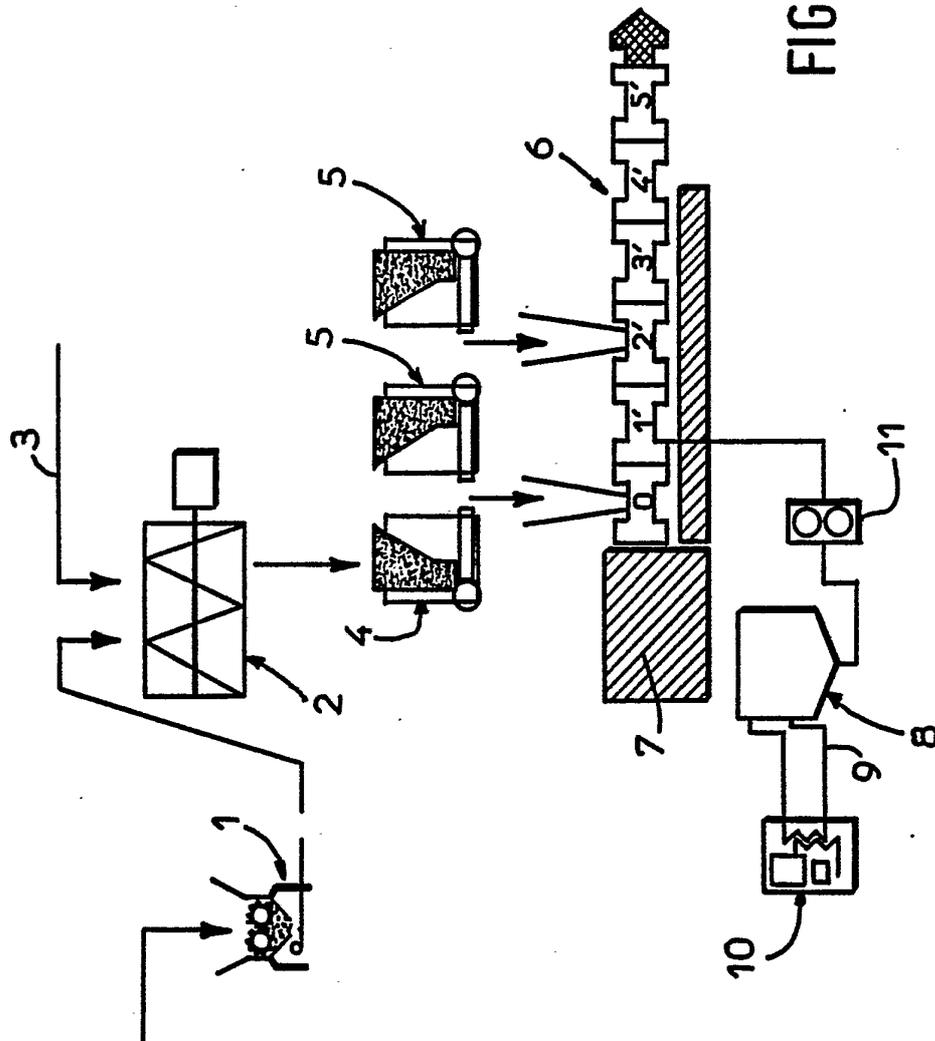


FIG.1

