

Brevet N° **86230**
 du 30 décembre 1985.
 Titre délivré : **17 JUL. 1986**

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



Monsieur le Ministre
 de l'Économie et des Classes Moyennes
 Service de la Propriété Intellectuelle
 LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

La société dite: COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, 300 Park Avenue, (1)
 New York, N.Y., 10022, États-Unis d'Amérique, représentée
 par Maître Alain RUKAVINA, avocat-avoué, demeurant à Luxembourg (2)
 agissant en sa qualité de mandataire,

dépose(nt) ce lundi trente décembre 1985 quatre-vingt-cinq (3)
 à 15.00 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg :

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant :

"Substrat contenant du polypropylène et récipient en comportant
 application"

2. la délégation de pouvoir, datée de New York le 08.11.1985

3. la description en langue française de l'invention en deux exemplaires;

4. une planches de dessin, en deux exemplaires;

5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,

le 30 décembre 1985

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l(es) inventeur(s) est (sont) :

Monsieur Edward A. TAVSS, 17 Kathy Street, Kendall Park (5)
 New Jersey; Monsieur John SANTALUCIA, 8A Taylor Avenue, East
 Brunswick, New Jersey; Monsieur Victor TEMNIKOW, 47 Valentine
 Road, New Providence, New Jersey; tous aux U.S.A.

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de
 brevet d'invention déposée(s) en (7) États-Unis d'Amérique
 le 28 décembre 1984 sous le numéro 687.443 (8)

au nom des inventeurs (9)

élit(élisent) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg

11A, boulevard de la Foire (10)

sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les
 annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à six (11)
 mois.

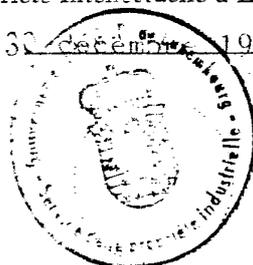
Le mandataire

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des
 Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du :

30 décembre 1985

à 15.00 heures



Pr. le Ministre
 de l'Économie et des Classes Moyennes,
 p. d.

2.5207

Émission	21.12.1958
État-Lieu	Belgique
Classe	254 403

W. K. K.

M E M O I R E D E S C R I P T I F

déposé à l'appui d'une demande de

B R E V E T D ' I N V E N T I O N

au Grand-Duché de LUXEMBOURG

au nom de: COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

pour: "Substrat contenant du polypropylène et récipient
en comportant application"

24

La présente invention concerne, d'une manière générale, la technique des récipients et, plus particulièrement, un récipient distributeur écrasable dont la paroi est stratifiée dans la partie formant corps de ce-
05 lui-ci, grâce à quoi la pénétration et l'absorption du produit, et l'absorption d'oxygène sont évitées dans une large mesure dans toutes les régions de la structure du récipient qui y sont sensibles.

Les tubes écrasables formés de matières métal-
10 liques et plastiques sont connus depuis longtemps dans le domaine de l'emballage. Les tubes de métal extrudé sont intrinsèquement cassants, et leur utilisation répétée conduit fréquemment à des fissures dans la paroi, de sorte que le produit exsude d'un endroit autre que l'orifice de
15 distribution pratiquement rigide. Parmi les tubes métalliques de la technique antérieure, les tubes d'aluminium, bien qu'étant probablement les moins cassants, ont des applications assez limitées, car jusqu'à présent, il n'a pas été possible d'appliquer sur leurs surfaces intérieures un
20 revêtement complètement satisfaisant, lorsque cela était nécessaire pour empêcher l'attaque et la corrosion du métal par des contenus alcalins ou acides et la contamination du contenu par les produits de la réaction. En dépit de la nature relativement cassante des tubes métalliques,
25 l'opération de revêtement interne mentionnée exige un stade de traitement supplémentaire qui augmente nécessairement le coût de l'article final.

Les tubes formés de polyéthylène et d'autres matières plastiques ont connu un large succès commercial
30 dans l'emballage de nombreux produits. Cependant, on a noté que certains autres produits se détérioraient au bout d'un certain temps lorsqu'ils y étaient contenus. Des plastiques comme le polyéthylène sont perméables dans une certaine mesure lorsqu'ils sont utilisés dans les
35 épaisseurs de paroi utilisées dans les récipients tubulaires et les huiles essentielles contenues dans la plupart des dentifrices pour les parfumer voient leur volu-



me réduit au cours du stockage du récipient, ce qui rend le dentifrice moins agréable au goût. De même, la paroi du récipient de plastique absorbe de l'oxygène avec le temps, et peut finalement décomposer le produit, ce qui
05 s'est révélé être effectivement le cas avec les pâtes dentifrice contenant du fluorure. Un autre inconvénient des tubes plastiques réside dans l'incapacité de la surface de recevoir aisément une matière d'impression ou décorative. En outre, les tubes plastiques tels que le
10 polyéthylène, présentent un effet de mémoire, c'est-à-dire qu'ils ne restent pas comprimés lorsqu'ils sont écrasés, ce qui constitue un inconvénient particulier pour les tubes de dentifrice.

Pour remédier aux problèmes ci-dessus, il a
15 été proposé en conséquence de prévoir une feuille métallique comme barrière entre le produit et le corps du tube de polyéthylène. Ceci résoudrait le problème de compressibilité, en ce sens que la couche métallique imposerait sa compressibilité au plastique. En outre, la feuille
20 métallique formant barrière entre le produit et le corps de tube de polyéthylène empêcherait la perte d'huiles essentielles et l'absorption d'oxygène mentionnées ci-dessus. On a suggéré d'utiliser la barrière métallique comme couche intermédiaire entre des couches extérieures
25 de polyéthylène, et de former un stratifié par chauffage, avec ou sans adhésifs appropriés. Cependant, bien qu'une structure présentant ce caractère général soit efficace pour éviter une certaine pénétration du produit et un absorption d'oxygène à travers le corps du tube, et en particulier
30 lorsque la couche thermoplastique interne est un copolymère de l'éthylène et d'un monomère contenant des groupes polaires qui est copolymérisable avec celui-ci, il subsiste la possibilité d'une détérioration du produit, bien que dans une mesure nettement inférieure.

35 L'attention est attirée sur la technique antérieure suivante :

Marchak (brevet canadien N° 728.525 décrit un tube stratifié contenant une couche interne de polyéthylène. Il reconnaît le problème de l'absorption d'huile odoriférante par la paroi thermoplastique et suggère l'utilisation de nylon pour le résoudre.

Herrero (brevet des E. U. A. N° 4.139.665) décrit un stratifié qui ne contient pas de métal. Ce stratifié utilise, entre autres, du polypropylène comme couche intérieure, pour faire office de barrière contre l'humidité et la vapeur d'eau. Un copolymère thermoplastique de l'acrylonitrile sert de barrière aux arômes. Ce stratifié est différent de la présente invention en ce qu'il ne contient pas de feuille métallique. En outre, Herrero ne reconnaît pas l'efficacité du polypropylène comme barrière pour les arômes.

Yoshio et Coll. (brevet des E. U. A. N° 3.958.721) décrivent un tube stratifié écrasable qui ne contient pas non plus de feuille métallique. Bien que ce tube contienne du polypropylène, ils notent que la faible perméabilité aux odeurs et la résistance élevée à l'huile sont apportées par la pellicule d'alcool polyvinylique.

Aucune des références citées ci-dessus ne spécifie le polypropylène comme couche interne de tubes stratifiés écrasables contenant des feuilles métalliques. Dans les cas où des polyoléfines sont mentionnées, la résistance à l'absorption d'huiles essentielles odoriférantes n'est pas indiquée. En fait, le problème que pose le polyéthylène est celui de sa forte absorption des arômes.

Il a été démontré ici, d'une manière surprenante, que le polypropylène, produit chimique étroitement apparenté au polyéthylène, est pratiquement non absorbant pour les huiles odoriférantes. Le tube contient du polypropylène comme couches la plus interne et la plus externe, du papier, une feuille d'aluminium et un adhésif comme couches intermédiaires.

Un des buts importants de la présente invention est de fournir un récipient distributeur écrasable ayant

lit

une paroi stratifiée dans la partie formant corps.

Un autre but de l'invention est de fournir un récipient tubulaire comportant plusieurs couches adhérentes dans sa partie formant corps, une de ces couches, telle qu'une couche métallique, constituant une barrière à la migration du produit et à l'absorption d'oxygène, et une autre de ces couches étant du polypropylène ou un copolymère ou un mélange à base de l'un de ceux-ci de densité et de cristallinité variables. Cette dernière couche étant la plus interne et de préférence la plus externe avec diverses couches supplémentaires prises en sandwich entre elles.

Ces couches supplémentaires comprennent du papier et un adhésif approprié et des agents de liaison tels qu'un copolymère de l'éthylène et de l'acide acrylique. Le récipient distributeur écrasable de la présente invention peut être fabriqué à partir du substrat stratifié de la présente invention au moyen d'appareils ordinaires et connus. Des exemples de cet appareillage et de ce procédé peuvent être trouvés dans le brevet des E. U. A. N° 3.832.964, incorporé au présent mémoire à titre de référence.

Un autre but de la présente invention est de fournir un procédé de fabrication de tubes stratifiés dans lequel un corps tubulaire est formé d'une couche formant barrière et d'un polypropylène ou d'un de ses copolymères stratifié sur celle-ci, le corps de tube stratifié est alors placé sur un élément conformateur, en position adjacente à un élément formant barrière également disposé sur celui-ci.

D'autres buts et avantages de l'invention deviendront plus apparents à la lecture de la description qui va suivre donnée uniquement à titre d'exemple, et faite en référence aux dessins annexés.

Dans les dessins, sur lesquels les mêmes références numériques sont utilisées pour désigner des parties identiques :

la Figure 1 est une vue en coupe d'un fragment d'un substrat stratifié de la présente invention,

la Figure 2 est une vue en élévation latérale d'un récipient distributeur écrasable réalisant les nouveaux concepts de l'invention, des parties des parois du corps étant arrachées pour illustrer plus complètement la structure stratifiée.

La matière thermoplastique de l'invention est du polypropylène.

Si l'on se reporte tout d'abord à la Figure 1 des dessins, un substrat 10 est représenté en coupe transversale, révélant ainsi les constituants du sandwich qui forment la structure stratifiée.

On constatera que la couche inférieure 11 est un polypropylène. La seconde couche 12 au-dessus de celle-ci est une couche adhésive qui joint la couche de polypropylène 11 à une troisième couche 13 qui est une feuille métallique telle qu'une feuille d'aluminium. La quatrième couche 14 est un autre adhésif qui fixe par adhérence l'autre face de la couche de feuille métallique 13 à une couche de papier 15. La couche supérieure 16 est du polypropylène.

Le polypropylène est particulièrement utile, car il a des caractéristiques d'absorption des arômes très réduites, comme le montrent les tableaux suivants, dans lesquels le polypropylène est comparé avec du polyéthylène, les épaisseurs des couches ou du revêtement étant les mêmes :

TABLEAU I
ABSORPTION PAR LES POLYMERES D'UNE HUILE
ODORIFERANTE NON DILUEE

		<u>Absorption %</u>
05	Polypropylène Tenite 4230 G (Eastman)	1,3
	Polypropylène F 120 F (United States Steel)	1,6
	Polypropylène FP 200 F (United States Steel)	2,3
10	Polypropylène Vestrolen P 3200 (Huls Plastic)	2,3
	Polyéthylène basse densité Tenite 154 (Eastman)	5,5
15	Polyéthylène basse densité Anpolen 1804 H (BASF)	5,6 ± 0,14

TABLEAU II
PERTE D'AROME D'UN DENTIFICE
PARFUME DANS LES POLYMERES

		<u>Perte d'arôme*</u>
20	Polypropylène Tenite 4230 G (Eastman)	31
25	Polypropylène F 120 F (United States Steel)	38
	Polypropylène F 200 F (United States Steel)	38
	Polyéthylène basse densité Lupolen 1804 H (BASF)	100
30	Polyéthylène basse densité Tenite 154 (Eastman)	130

* Par rapport au polyéthylène basse densité de la
35 BASF, posé arbitrairement comme égal à 100 ; plus le
nombre est faible, moins la quantité d'arôme perdue par
le dentifrice est importante.

124

TABLEAU III
ABSORPTION RELATIVE D'AROME DANS DES
POLYMERES A PARTIR D'UN DENTIFRICE PARFUME*

		<u>22,2°C</u>	<u>32,2°C</u>	<u>48,9°C</u>
05	Aluminium	0	0	0
	Polypropylène FP 200 F (United States Steel)	34	51	55
	Polypropylène F 120 (United States Steel)	55	68	73
10	Polyéthylène basse densité 6560 (ARCO)	76	76	83
	Polyéthylène basse densité NPE853 (Norchem)	69	76	104
15	Lupolen 1804H (BASF)	100 ± 19	107 ± 14	119 ± 10

* Tous les nombres sont relatifs au polyéthylène basse densité de la BASF, posé comme égal à 100 à 22,2°C ; plus le nombre est faible, moins la quantité d'arôme absorbée est importante.

Dans l'invention, les adhésifs envisagés peuvent être un copolymère de l'éthylène et de l'acide acrylique ou de l'acide méthacrylique ou des sels de sodium ou de zinc de ceux-ci dans un système de diluants.

La feuille métallique peut être de préférence une feuille d'aluminium.

La couche de papier est avantageusement un papier kraft.

L'intervalle d'épaisseurs de chacune des couches est le suivant :

couche de polypropylène 11 : 12,7 à 76,2 microns (0,5 à 3 millièmes de pouce), de préférence 25,0 microns (1,0 millième de pouce),

couche adhésive 12. Suffisante pour assurer l'adhérence,

couche de feuille métallique 13 : 12,7 microns à

14

50,8 microns (0,5 à 2 millièmes de pouce), de préférence
25,4 microns (1,0 millième de pouce),

couche adhésive 14. Suffisante pour assurer l'adhé-
rence,

05 couche de papier 15 : 38,1 à 63,5 microns (1,5 à
2,5 millièmes de pouce), de préférence 50,8 microns
(2,0 millièmes de pouce),

couche de polypropylène 16 : 88,9 microns à 127
microns (3,5 à 5,0 millièmes de pouce), de préférence
10 101,6 microns (4,0 millièmes de pouce).

La couche de polypropylène 16 la plus exté-
rieure adhère à la couche de papier 15 par application
au substrat d'une chaleur et d'une pression suffisantes.
Au cas où l'application de chaleur et de pression est
15 inappropriée, on doit utiliser un adhésif adéquat. La
Figure 2 est un exemple de la structure stratifiée d'un
récipient écrasable, les couches étant désignées comme
dans la Figure 1, la couche 11 étant la plus interne et
les autres couches étant constituées des mêmes matières
et placées dans le même ordre que celui indiqué.
20

Il ressort manifestement de ce qui précède
que la demanderesse a fourni une structure de récipient
écrasable qui réduit notablement les problèmes non réso-
lus jusqu'ici par la technique antérieure. Le substrat
25 stratifié et une pièce formant épaulement et barrière, sup-
priment pratiquement la pénétration du produit et d'ab-
sorption d'oxygène.

La couche externe de polypropylène est une
matière thermoplastique capable de fondre au cours d'un
30 stade de soudure latérale et assurant une protection
adéquate au papier et à la couche intermédiaire de
feuille métallique. La technique de soudage d'un tube
de dentifrice écrasable du type général révélé ici est
décrite dans le brevet des E. U. A. N° 3.295.725, in-
35 corporé au présent mémoire à titre de référence. Cepen-
dant, la couche externe de polypropylène et de papier
peut être supprimée si la feuille barrière a une épais-

seur suffisante pour résister à l'endommagement, et en faisant couler une matière thermoplastique dans la soudure latérale à recouvrement au cours de son scellement lorsqu'on utilise un tel système.

05 En outre, la couche externe peut être du papier dans un stratifié à trois couches formé d'un papier, d'une feuille métallique et d'un polypropylène et d'un de ses copolymères tels que décrits. Comme la couche la plus externe et la couche la plus interne sont de préférence les mêmes, les bords repliés du tube produit à 10 partir du substrat sont commodes à lier par la chaleur. Un adhésif approprié peut être utilisé lorsque la liaison par la chaleur n'est pas possible. Cette variante s'ajoute au stratifié à quatre couches mentionné ci-dessus, 15 constitué de l'extérieur vers l'intérieur de polypropylène, de papier, de feuille métallique et de polypropylène. Il est envisagé d'utiliser si nécessaire des adhésifs appropriés entre les couches.

 Du polypropylène peut également être utilisé 20 pour des pièces formant épaulement, des bouchons, des cols, des pistons et dans la construction de clapets de distribution pour d'autres distributeurs de dentifrice, en particulier dans les parties intérieures exposées au dentifrice contenu, et ici encore, des adhésifs compatibles 25 seront naturellement utilisés.

 En outre, lorsqu'elle est coulée sous forme de pellicule sur les surfaces intérieures de fûts en contreplaqué utilisés pour le stockage d'un dentifrice parfumé, la matière retardera la perte d'arôme dans les 30 fûts, prolongeant ainsi la durée de stockage.

C4

REVENDEICATIONS

- 05 1. Substrat composé de couches de matières, caractérisé en ce qu'il comprend une première couche (11) d'un polypropylène, une seconde couche (13) d'une feuille métallique, une troisième couche (15) de papier et une quatrième couche (10) de polypropylène.
2. Substrat suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la première couche du polypropylène est fixée à la feuille métallique avec un adhésif.
- 10 3. Substrat suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la troisième couche de papier est fixée à la quatrième couche du polypropylène avec un adhésif.
- 15 4. Substrat suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la première couche de polypropylène est fixée à la feuille métallique avec un adhésif, et en ce que la troisième couche de papier est fixée à la quatrième couche de polypropylène avec un adhésif.
- 20 5. Substrat suivant la revendication 4, caractérisé en ce que l'adhésif est un copolymère d'éthylène et d'acide acrylique.
- 25 6. Récipient écrasable distributeur de pâte, caractérisé en ce qu'il est formé à l'aide d'un substrat tel que revendiqué suivant l'une quelconque des revendications précédentes.

LE DIRECTEUR

12

1985

1

9

1

1

12

lundi 30.12.85

LE DIRECTEUR

[Signature]

[Signature]

85/373

Société dite : COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

Substrat contenant du polypropylène et
réceptacle comportant application.

ABREGE DU CONTENU TECHNIQUE DE L'INVENTION

Substrat constitué de couches de matières comprenant des couches de polypropylène entre lesquelles sont prises en sandwich une feuille métallique et une feuille de papier, toutes, de façon appropriée, les unes aux autres.

Application pour la fabrication des tubes pour pâte dentifrice.

FIG. NEANT

64

FIG. 1

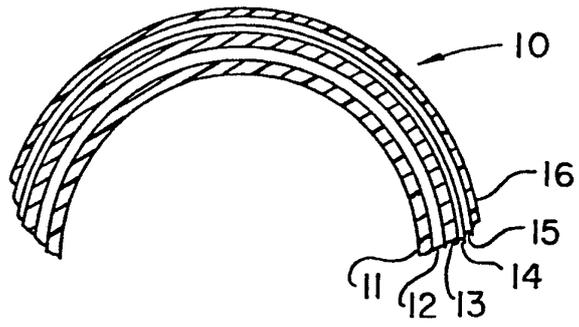
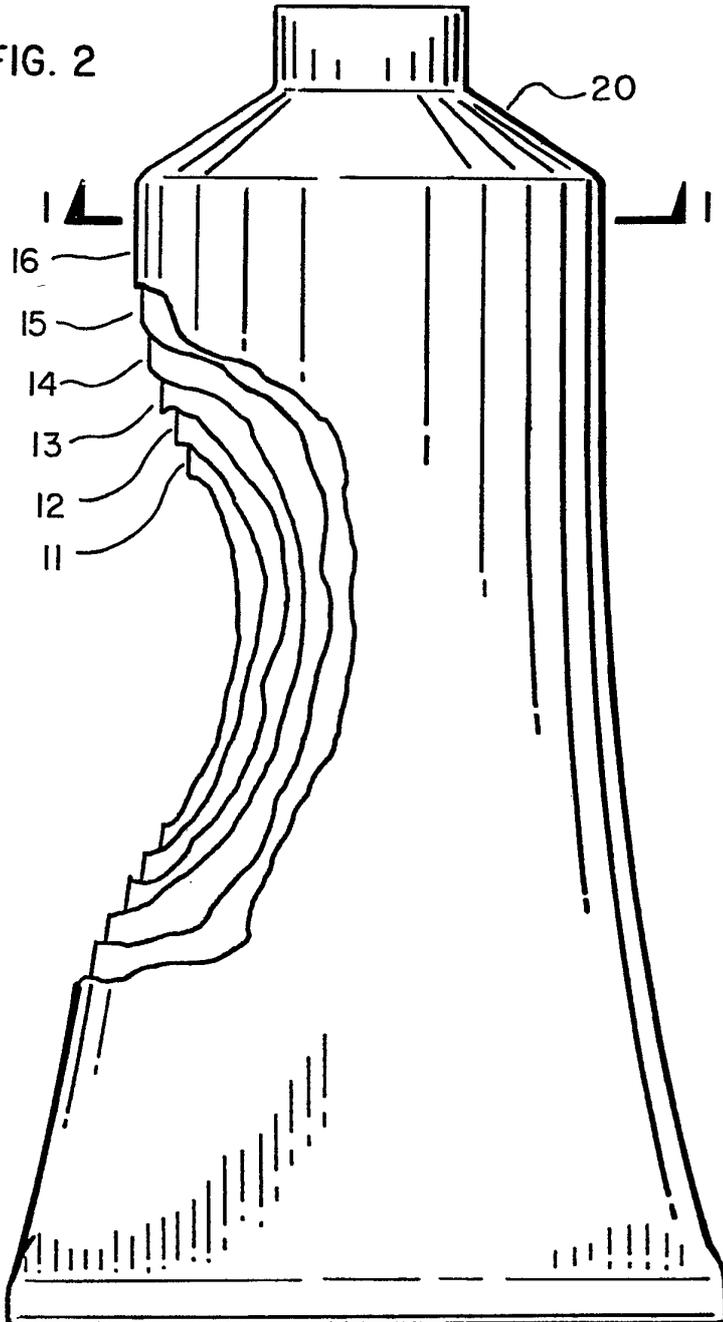


FIG. 2



W. J. ...