

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
13 décembre 2018 (13.12.2018)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2018/224773 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C08C 3/02 (2006.01) B29C 47/36 (2006.01)

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2018/051304

Publiée:
— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(22) Date de dépôt international :
06 juin 2018 (06.06.2018)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
17/55046 07 juin 2017 (07.06.2017) FR

(71) Déposant : COMPAGNIE GENERALE DES ÉTABLISSEMENTS MICHELIN [FR/FR] ; 23 place des Carmes-Déchaux, 63000 Clermont-Ferrand (FR).

(72) Inventeur : DUSSILLOLS, Jérôme ; MANUFACTURE FRANCAISE DES PNEUMATIQUES MICHELIN, CBS/CORP/J/PI - F35 - Ladoux, 63040 CLERMONT-FERRAND Cedex 9 (FR).

(74) Mandataire : GANDON-PAIN, Sylvie ; MANUFACTURE FRANCAISE DES PNEUMATIQUES MICHELIN, 23, place des Carmes-Déchaux, CBS/CORP/J/PI - F35 - Ladoux, 63040 CLERMONT-FERRAND CEDEX 9 (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI

(54) Title: METHOD FOR DECONTAMINATING NATURAL RUBBER BY HIGH-PRESSURE FILTRATION OF A WET COAGULUM OF NATURAL RUBBER

(54) Titre : PROCEDE DE DECONTAMINATION DE CAOUTCHOUC NATUREL PAR FILTRATION SOUS HAUTE PRESSION D'UN COAGULUM HUMIDE DE CAOUTCHOUC NATUREL

(57) Abstract: The present invention relates to a method for decontaminating natural rubber by filtering a wet coagulum of natural rubber. The method comprises passing a natural rubber coagulum having a water content greater than 10% through a filter, the pressure at the inlet of the filter being greater than 100 bar.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de décontamination de caoutchouc naturel par filtration d'un coagulum humide de caoutchouc naturel, lequel procédé comprend le passage d'un coagulum de caoutchouc naturel ayant une teneur en eau supérieure à 10% à travers un filtre, la pression à l'entrée du filtre étant supérieure à 100 bars.



WO 2018/224773 A1

Procédé de décontamination de caoutchouc naturel par filtration sous haute pression d'un coagulum humide de caoutchouc naturel.

5 L'invention concerne un procédé de décontamination de caoutchouc naturel par filtration d'un coagulum humide de caoutchouc naturel, lequel procédé permet d'éliminer les contaminants présents dans le caoutchouc naturel.

10 Le caoutchouc naturel qui contient une matrice polyisoprène à fort taux de cis est un élastomère très largement utilisé dans le domaine du pneumatique en raison de ses propriétés remarquables. Par exemple, il est utilisé dans les compositions de caoutchouc destinées à la fabrication de semi-finis pour les véhicules transportant de lourdes charges, en raison du compromis de performance qu'il peut apporter au pneumatique. En effet, l'introduction de caoutchouc naturel dans une composition de caoutchouc renforcée par
15 une charge renforçante comme un noir de carbone confère à la composition de caoutchouc un compromis tout à fait intéressant en terme d'hystérèse et d'usure qui se traduit en terme de performance pour le pneumatique par un bon compromis entre l'endurance et l'usure du pneumatique.

20 Le caoutchouc naturel provient de la matière sèche caoutchouteuse du latex de caoutchouc naturel, très souvent extraite de l'hévéa après saignée : le latex est généralement recueilli dans un godet appelé tasse. Selon un premier procédé de coagulation dit spontané, le latex coagule directement dans la tasse pour former un coagulum dit fond de tasse (en anglais « cup lump »), appellation bien connue de l'homme du métier dans le domaine de la
25 fabrication du caoutchouc naturel. Selon un deuxième procédé de coagulation dit provoquée, le latex encore liquide dans la tasse est transvasé, éventuellement stabilisé, puis coagulé par exemple à l'aide d'un agent chimique.

30 Le produit de la coagulation, spontanée ou provoquée, du latex de caoutchouc naturel, ci-après appelé produit de la coagulation, comprend la matrice polyisoprène imbibée d'un sérum. Très souvent, il contient aussi des feuilles, des brindilles, du sable et autres débris qui viennent contaminer le coagulum au cours de la récolte. Dans les procédés traditionnels de fabrication de caoutchouc naturel, le coagulum est généralement coupé et lavé pour éliminer les contaminants les plus gros (décontamination primaire). Pour éliminer les
35 contaminants plus fins (décontamination secondaire), le coagulum est aussi déchiqueté sous forme de granulés (en anglais « crumbs »), puis lavé à l'eau dans des piscines, ensuite acheminé dans des crêpeuses. Il est aussi connu de la demande de brevet WO 2016162645 d'éliminer les contaminants les plus fins d'un caoutchouc naturel par passage d'un coagulum humide dans un dispositif comprenant une extrudeuse, une pompe à engrenage et un filtre.

40

Le caoutchouc naturel étant un produit viscoélastique de forte viscosité, son passage à travers un filtre occasionne des contraintes de cisaillement d'autant plus élevées que les pressions appliquées sont fortes. Or, une des propriétés du caoutchouc naturel est sa sensibilité au cisaillement qui provoque des scissions de chaînes de polyisoprène, et qui se traduit par un abaissement de sa viscosité. Cette propriété qui est par exemple utilisée dans les opérations de plastification du caoutchouc naturel pour faciliter son mélangeage avec des charges renforçantes par exemple, peut conduire à une dégradation des propriétés rupture et des propriétés d'hystérèse d'une composition de caoutchouc à base de caoutchouc naturel.

10

La Demanderesse, poursuivant ses efforts pour augmenter davantage l'efficacité des procédés de décontamination du caoutchouc naturel par filtration d'un coagulum humide de caoutchouc naturel, a découvert un procédé de décontamination de caoutchouc naturel par filtration sous haute pression d'un coagulum humide de caoutchouc naturel. Ce procédé permet de produire un caoutchouc naturel décontaminé tout en préservant ses propriétés, notamment sa viscosité, malgré les très fortes pressions appliquées à l'entrée du filtre. Le procédé, généralement mené après une décontamination primaire du coagulum humide, permet donc de réaliser une décontamination secondaire du caoutchouc naturel. Le procédé a aussi l'avantage de produire un caoutchouc naturel décontaminé dont la teneur en eau est fortement réduite, ce qui permet d'envisager un gain en énergie pour les opérations ultérieures de séchage du caoutchouc naturel.

15

20

L'objet de l'invention est un procédé de décontamination de caoutchouc naturel qui comprend le passage d'un coagulum de caoutchouc naturel ayant une teneur en eau supérieure à 10% à travers un filtre, la pression à l'entrée du filtre étant supérieure à 100 bars.

25

I. DESCRIPTION DES FIGURES :

30

La figure 1 représente de façon très schématique un dispositif utile aux besoins de l'invention. Le dispositif comprend une extrudeuse (11) et un porte filtre (12) (filtre non visible sur la figure). L'extrudeuse (11) comprend une trémie d'alimentation (111), un fourreau (112) et une monovis (113) comportant un moyeu et un filet qui s'étend radialement extérieurement relativement au moyeu. La surface intérieure (1121) du fourreau est aussi représentée sur la figure 1. En sortie d'extrudeuse, le système comprend un ou plusieurs filtre(s) installé(s) sur un porte filtre (12). Le système comprend des moyens de mesure, en particulier pour mesurer les pressions et températures (P, T).

35

40

La figure 2 représente un autre dispositif de façon très schématique utile aux besoins de l'invention. Le dispositif comprend une extrudeuse (21), un porte filtre (22) (filtre non visible sur la figure) et une pompe à engrenage externe (23). L'extrudeuse (21) comprend une

trémie d'alimentation (211), un fourreau (212) et une monovis (213) comportant un moyeu et un filet qui s'étend radialement extérieurement relativement au moyeu. La surface intérieure (2121) du fourreau est aussi représentée sur la figure 2. En sortie d'extrudeuse, le système comprend un ou plusieurs filtre(s) installé(s) sur un porte filtre (22). Le système
5 comprend également des moyens de mesure, en particulier pour mesurer les pressions et températures (P, T).

La figure 3 représente une vue de coupe d'un fourreau rainuré.

Dans la partie droite du demi-cercle (marqué A sur la figure), les rainures (311) sont en queue d'aronde. Dans la partie gauche du demi-cercle (marqué B sur la figure), les rainures
10 (312) sont en forme de créneaux.

Les rainures (311, 312) définissent des nervures (321, 322).

La figure 4 représente schématiquement en trois dimensions deux rainures consécutives
15 séparées par une nervure. La rainure comprend

- une face de fond (44) délimitée par deux arêtes de fond (432, 433),
- deux faces latérales (422, 423) s'étendant vers l'intérieur depuis la face de fond (44), chacune étant délimitée par une arête de fond (432, 433) et une arête d'intersection (412, 413) avec la surface intérieure du fourreau.

20 Les rainures définissent des nervures dont les faces supérieures (41), délimitées par deux arêtes d'intersection (411, 412), constituent la surface intérieure du fourreau.

Sur la figure 4, la distance entre deux nervures consécutives est la distance entre les deux arêtes d'intersection (412) et (413), représentée par la double flèche. La distance entre deux rainures est la distance entre les deux arêtes d'intersection (411) et (412).

25 Sur la figure 4, la distance minimum séparant la face de fond (44) et le plan passant par les arêtes d'intersection (412) et (413) est représentée par la double flèche en surbrillance.

II. DESCRIPTION DETAILLÉE DE L'INVENTION :

30 Tout intervalle de valeurs désigné par l'expression "entre a et b" représente le domaine de valeurs allant de plus de a à moins de b (c'est-à-dire bornes a et b exclues) tandis que tout intervalle de valeurs désigné par l'expression "de a à b" signifie le domaine de valeurs allant de a jusqu'à b (c'est-à-dire incluant les bornes strictes a et b).

Dans la présente description, sauf indication expresse différente, tous les pourcentages (%)
35 indiqués sont des % en poids.

Dans la présente demande, on entend par latex de caoutchouc naturel le latex issu de la saignée de l'hévéa Brasiliensis.

40 Le coagulum de caoutchouc naturel destiné à être filtré par le procédé conforme à l'invention est un produit de la coagulation du latex de caoutchouc naturel, indifféremment

obtenu par une coagulation spontanée ou provoquée. De préférence, le coagulum est un fond de tasse.

5 Le coagulum est dit humide, car il est imbibé d'un sérum et est le plus souvent imbibé d'eau qui provient par exemple des eaux de lavage résultant des opérations de lavage du coagulum généralement conduites en piscine sous eau, notamment mises en œuvre dans les opérations de décontamination primaire. Il est rappelé que les opérations de décontamination primaire visent à éliminer les objets grossiers. Le coagulum a une teneur en eau supérieure à 10%, de préférence supérieure à 15%. Les pourcentages sont exprimés en 10 poids, par rapport au poids total du coagulum. Avantageusement, la teneur en eau dans le coagulum est d'au plus 40%.

15 Le coagulum utile aux besoins de l'invention peut se présenter sous toute forme, sa forme étant indifférente à l'efficacité du procédé compte-tenu des fortes pressions appliquées au coagulum à l'entrée du filtre. Il peut donc se présenter sous forme de feuilles ou de granulés.

20 Le procédé conforme à l'invention a pour caractéristique de faire passer le coagulum humide à travers un filtre pour éliminer les contaminants les plus fins du caoutchouc naturel en les retenant sur le filtre. Le filtre permet avantageusement une filtration des contaminants de taille supérieure à 1 mm, avantageusement supérieure à 500 μm , plus avantageusement supérieure à 100 μm .

25 Une autre caractéristique essentielle du procédé conforme à l'invention est d'appliquer au coagulum humide une pression supérieure à 100 bars à l'entrée du filtre. La pression est mesurée typiquement au moyen de capteurs de pression installés en amont du filtre. Elle peut être mesurée, au plus près du filtre, par exemple à moins de 1 cm de la surface constituée par les mailles du filtre ou du filtre traversé en premier par le coagulum humide dans le cas où plusieurs filtres sont utilisés. Autrement, le capteur de pression peut être 30 placé à la sortie d'une pompe à engrenage en amont du filtre, par exemple à 10 cm ou 20 cm de la surface du filtre. Pour prendre en compte la perte de pression entre la sortie de la pompe à engrenage et le filtre, la valeur de pression à la sortie de la pompe à engrenage est celle de la pression à l'entrée du filtre plus celle de la perte de pression.

35 De préférence, la pression à l'entrée du filtre est comprise entre 100 bars et 700 bars. De manière plus préférentielle, elle est comprise dans un domaine allant de 150 bars à 500 bars. Une pression élevée favorise aussi un meilleur essorage du coagulum humide, ce qui se traduit par l'obtention d'un coagulum filtré dont la teneur en eau résiduelle est davantage réduite. La fourniture d'un coagulum moins humide à l'issue de l'opération de décontamination secondaire est avantageuse dans un procédé global de fabrication du 40 caoutchouc naturel, puisque moins d'énergie sera nécessaire pour les opérations ultérieures de séchage du caoutchouc naturel.

La température du coagulum humide à l'entrée du filtre est préférentiellement inférieure à 210°C, plus préférentiellement comprise entre 50 et 150°C, encore plus préférentiellement comprise dans un domaine allant de 80 à 120°C. La température peut être mesurée au
5 moyen de capteurs installés à l'entrée du filtre, au plus près du filtre, par exemple à moins de 1 cm de la surface constituée par les mailles du filtre ou du filtre traversé en premier par le coagulum humide dans le cas où plusieurs filtres sont utilisés.

10 Le procédé peut être mis en œuvre dans tout dispositif équipé d'un filtre et d'un moyen apte à appliquer une pression supérieure à 100 bars à l'entrée du filtre. Le dispositif peut comprendre aussi des moyens de chauffage ou de refroidissement, par exemple une double enveloppe le long du dispositif, notamment pour maintenir le coagulum au cours du procédé à une température choisie selon une consigne demandée.

15 Le filtre est tout moyen de filtration adapté. Il peut en particulier s'agir d'un ou plusieurs filtres à maille, dont la taille est choisie en fonction de la maille de filtration, installés sur un porte filtre. La taille de la maille varie avantageusement de 100 µm à 1 mm. Le cas échéant, on pourra disposer plusieurs filtres à la suite l'un de l'autre. Les filtres peuvent ensuite
20 facilement être changés au cours du procédé par un système adapté, de manière continue ou discontinue.

Selon une première variante, le dispositif comprend un filtre, un piston et un réservoir de forme cylindrique dans lequel peut se déplacer le piston. Le réservoir présente deux
25 ouvertures, l'une pour l'alimentation en coagulum, l'autre pour l'évacuation du coagulum sous la pression exercée par le déplacement du piston. Le filtre est placé à l'ouverture dédiée à l'évacuation du coagulum. Ce dispositif a l'inconvénient de mettre en œuvre le procédé de façon discontinue.

30 Selon une deuxième variante, le dispositif comprend une machine à vis sans fin et un filtre, installé en sortie de la machine à vis sans fin.

Selon une troisième variante, le dispositif comprend une machine à vis sans fin, une pompe à engrenage et un filtre installé en sortie de la machine à vis sans fin, la pompe à engrenage étant disposée à l'extrémité de la vis et avant le filtre.

35 Les dispositifs mis en œuvre selon la deuxième et la troisième variante ont l'avantage de pouvoir fonctionner en continu et donc d'assurer un procédé continu.

40 Qu'il s'agisse de la deuxième ou de la troisième variante, la machine à vis sans fin est typiquement une extrudeuse comprenant un fourreau et une vis disposée dans le fourreau,

notamment une extrudeuse monovis. Selon la troisième variante, la pompe à engrenage est disposée à l'extrémité de la vis, avant le filtre.

5 Le fourreau peut être de forme cylindrique ou conique, de préférence cylindrique. La vis comporte un moyeu et un filet qui s'étend radialement extérieurement relativement au moyeu. Le fourreau présente une ouverture reliée à une trémie d'alimentation qui équipe de façon conventionnelle une extrudeuse et qui permet l'introduction du coagulum humide. Le fourreau comprend aussi dans la zone d'alimentation une ou plusieurs ouvertures destinées à évacuer hors du fourreau l'eau qui peut être expulsée du coagulum lors de la
10 montée en pression dans le fourreau. La zone d'alimentation est la zone qui se trouve sous l'ouverture de la trémie. Les ouvertures destinées à évacuer l'eau peuvent se présenter sous la forme de fente ou de trou circulaire.

15 Le fourreau comprend sur sa surface intérieure des rainures qui s'étendent depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la zone d'alimentation de l'extrudeuse. La présence de rainures sur la surface intérieure du fourreau facilite le déplacement du coagulum humide dans le fourreau.

20 Selon un mode de réalisation préférentiel de la deuxième variante, les rainures du fourreau s'étendent depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la zone d'alimentation jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse, le diamètre du moyeu de la vis est constant et le pas du filet de la vis régulier. Selon ce mode de réalisation préférentiel, les rainures s'étendent sur toute la longueur du fourreau.

25 Selon un mode de réalisation plus préférentiel de la troisième variante, le fourreau présente dans sa longueur deux parties contiguës : une première partie dans laquelle la surface intérieure du fourreau est rainurée, une deuxième partie dans laquelle la surface intérieure du fourreau est dépourvue de rainures et est considérée comme lisse. Selon ce mode de réalisation préférentiel, la première partie du fourreau s'étend depuis l'extrémité du
30 fourreau la plus proche de la zone d'alimentation jusqu'à la deuxième partie tandis que la deuxième partie s'étend jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse. La deuxième partie s'étend de préférence au moins sur le dernier tiers de la longueur totale du fourreau. De manière plus préférentielle, la deuxième partie s'étend au moins sur le dernier tiers de la longueur totale du fourreau et au plus depuis la fin de la zone
35 d'alimentation jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse. La présence de rainures sur la surface intérieure de la première partie du fourreau facilite le déplacement du coagulum humide dans le fourreau. L'absence de rainures sur la surface intérieure du fourreau dans la deuxième partie du fourreau favorise la montée en pression à l'aspiration de la pompe à engrenage pour faciliter le gavage de la pompe à engrenage et
40 donc pour assurer son bon fonctionnement et son rendement nominal. Par conséquent, la présence d'une surface lisse dans la deuxième partie du fourreau garantit un bien meilleur

débit en caoutchouc naturel décontaminé que ne l'aurait fait la présence d'une surface rainurée dans la deuxième partie du fourreau qui ne peut empêcher un reflux du caoutchouc naturel en direction de l'extrémité du fourreau la plus proche de la zone d'alimentation, reflux qui est occasionné par la montée en pression en bout de vis et qui a pour

5 conséquence de diminuer le débit en caoutchouc naturel décontaminé.

Dans la première partie du fourreau, le diamètre du moyeu de la vis est de préférence constant avec un pas du filet de la vis régulier. Dans la deuxième partie du fourreau, le diamètre du moyeu de la vis peut être constant ou bien il peut varier, son diamètre augmentant alors en s'approchant de l'extrémité de la vis. Cette augmentation de diamètre

10 peut s'accompagner aussi d'une réduction du pas du filet. Ces dernières caractéristiques permettent l'augmentation de la pression du coagulum à proximité de la pompe à engrenage.

Un fourreau étant une structure à symétrie axiale, un fourreau rainuré comprend dans son

15 épaisseur des rainures débouchant sur la surface intérieure du fourreau rainuré. Dans la suite de l'exposé, le terme « fourreau rainuré » désigne aussi bien le fourreau dans toute sa longueur lorsqu'il est rainuré sur toute sa longueur que la partie rainurée du fourreau lorsqu'il est rainuré sur une partie de sa longueur.

Chaque rainure est définie par une face de fond délimitée par deux arêtes de fond, deux faces latérales s'étendant vers l'intérieur depuis la face de fond, chacune des deux faces étant délimitée par une arête de fond et une arête d'intersection avec la surface intérieure du fourreau rainuré. De préférence, le fourreau rainuré est tel que, dans tout plan

20 perpendiculaire à l'axe du fourreau, R, exprimé en mm, étant la distance entre le centre du fourreau et la surface intérieure du fourreau rainuré :

- a. le ratio (longueur cumulée des ouvertures de rainure, exprimée en mm)/(2 π R), dénommé A, est au moins égal à 0,25 et au plus égal à 0,9;
- b. le ratio (nombre de rainures/2R), dénommé B, est supérieur ou égal à 0,1 ;
- c. le ratio (profondeur des rainures, exprimée en mm)/(2R), dénommé C, est supérieur

30 à 0,02, et

- d. le plan passant par les deux arêtes de fond formant avec chaque plan, passant par une arête de fond et une arête d'intersection, délimitant une face latérale, un angle δ au moins égal à 60° et au plus égal à 90°.

Au sens de la présente invention, les rainures définissent des nervures dont les faces supérieures, délimitées par deux arêtes d'intersection, constituent la surface intérieure du fourreau.

Au sens de la présente invention, l' « arête d'intersection » ou encore « arête d'intersection avec la surface intérieure du fourreau » (311, 312, 313) est l'arête entre la face latérale et la

40 surface intérieure du fourreau.

Au sens de la présente invention, la « longueur cumulée des ouvertures de rainure » est la somme des distances, exprimées en mm, entre les deux arêtes d'intersection entre deux nervures.

Au sens de la présente invention, la « profondeur de la rainure » est définie par la distance minimum, exprimée en mm, séparant la face de fond et le plan passant par les arêtes d'intersection.

Au sens de la présente invention, la « distance minimum » est la distance minimum radiale par rapport à l'axe du fourreau.

10 Le fourreau rainuré est avantageusement tel que A est au moins égal à 0,3 et au plus égal à 0,7. Plus particulièrement, A est au moins égal à 0,45 et au plus égal à 0,55.

Dans tout plan perpendiculaire à l'axe du cylindre, la distance entre les deux arêtes d'intersection entre deux nervures est avantageusement de 8 à 15 mm, pour un diamètre intérieur du fourreau rainuré, 2R, de 60 à 230 mm.

Dans tout plan perpendiculaire à l'axe du cylindre, la profondeur des rainures est avantageusement de 2 à 10 mm, pour un diamètre intérieur du fourreau rainuré, 2R, de 60 à 230 mm.

20 Les rainures peuvent être sous la forme de créneau ou en queue d'aronde. Ainsi, chaque rainure est avantageusement de forme trapézoïdale, la grande base du trapèze formant le fond de la rainure, les côtés du trapèze adjacents à la grande base formant les faces latérales de la rainure, la hauteur du trapèze étant la profondeur de la rainure.

En particulier, le fond des rainures est un arc d'un cercle C_R , et le ratio C est calculé par la

$$\frac{D_{extF} - D_{intF}}{D_{intF}} > 0,02 \quad (I)$$

D_{intF} étant le diamètre de la surface intérieure du fourreau rainuré, soit 2R

D_{extR} étant le diamètre du cercle C_R qui a pour centre l'axe du moyeu,

30 Les rainures peuvent être parallèles à l'axe du fourreau ou hélicoïdales, de préférence hélicoïdales.

La pompe à engrenage est typiquement une pompe à engrenage simple comprenant deux roues dentées côte à côte et s'engrenant (et tournant donc en sens opposé). Elle permet de garantir un débit stable de filtration, malgré les variations de pressions qui peuvent se produire à l'entrée du filtre. La pompe à engrenage est dimensionnée pour pomper le coagulum humide, pour monter en pression le coagulum humide à filtrer à travers le filtre et appliquer à l'entrée du filtre les pressions utiles aux besoins de l'invention.

La mise en œuvre du procédé avec le dispositif décrit dans la troisième variante est très avantageuse pour les raisons suivantes :

- la filtration peut être assurée de manière continue sans interruption du procédé,
- des pressions supérieures à 100 bars peuvent être appliquées sans impacter le débit de filtration,
- les variations de pression de filtration n'impactent pas significativement le débit de filtration,
- des débits importants de filtration peuvent être atteints, par exemple supérieurs à 1 tonne /heure.
- les fonctions simultanées de filtration et d'essorage peuvent être assurées, ce qui permet un gain en énergie pour les étapes ultérieures de séchage.

Ces avantages sont observés sans qu'il ne soit observé une diminution de la viscosité du caoutchouc naturel

- 15 Qu'il s'agisse de la deuxième ou troisième variante, le ou les filtres installés en sortie d'extrudeuse sont typiquement portés par un porte filtre.

Le dispositif mis en œuvre selon la deuxième ou la troisième variante peut comprendre en outre un ou plusieurs rouleaux d'alimentation localisés dans la zone d'alimentation, typiquement dans la trémie d'alimentation, au plus près de la vis. Le rouleau peut tourner à la même vitesse que la vis ou à une vitesse différente et indépendante de la vitesse de la vis.

A la sortie du dispositif, c'est-à-dire après le filtre, on peut prévoir tout dispositif permettant d'obtenir la forme recherchée du caoutchouc naturel filtré, par exemple la forme de bande, de tranche, de boudin, de granulé, ...

III. EXEMPLE DE REALISATION DE L'INVENTION

III.1.a-Teneur en eau dans le coagulum :

La teneur en eau est déterminée avec un dessiccateur halogène HB43-S Mettler Toledo. Le dessiccateur est un dispositif automatisé qui intègre une coupelle, une balance et un couvercle destiné à fermer la coupelle. La coupelle est positionnée sur la balance. Le couvercle comprend un moyen de chauffage par une lampe halogène, ce moyen de chauffage se déclenchant lorsqu'on rabat le couvercle sur la coupelle. Dans la coupelle, on pèse exactement un échantillon de 10 grammes de caoutchouc naturel : le dispositif enregistre le poids correspondant « a ». On rabat le couvercle pour fermer la coupelle, ce qui déclenche la montée en température pour atteindre une consigne de 160°C. Lorsque le dispositif détecte une diminution de poids inférieure 0.001 g par minute, le dispositif relève un poids « b ». La teneur en eau dans l'échantillon est donnée en pourcentage massique par l'équation suivante :

Teneur en eau (%) = $100 \cdot ((a-b)/a)$

III.1.b-Viscosité du caoutchouc naturel :

On mesure la viscosité du caoutchouc naturel en mesurant sa plasticité Mooney. On utilise un consistomètre oscillant tel que décrit dans la norme française NF T 43-005 (Novembre 1980). La mesure de plasticité Mooney se fait selon le principe suivant : le caoutchouc naturel est moulé dans une enceinte cylindrique chauffée à 100°C. Après une minute de préchauffage, le rotor tourne au sein de l'éprouvette à 2 tours/minute et on mesure le couple utile pour entretenir ce mouvement après 4 minutes de 8 rotations. La plasticité Mooney (ML 1+4) est exprimée en "unité Mooney" (UM, avec 1 UM = 0,83 Newton.mètre).

III.2-Mise en œuvre du procédé dans un dispositif selon la troisième variante décrite précédemment, c'est-à-dire un dispositif comprenant une machine à vis sans fin, une pompe à engrenage et un filtre installé en sortie de la machine à vis sans fin, la pompe à engrenage étant disposée à l'extrémité de la vis et avant le filtre :

Extrudeuse monovis :

- Diamètre de la vis (D) : 60 mm avec diamètre de moyeu constant et le pas de vis constant
- Longueur de la vis : 14 D
- La longueur de la partie lisse s'étend depuis la fin de la zone d'alimentation jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse. La zone d'alimentation est rainurée.

Pompe à engrenage :

- Pompe à engrenage de cylindrée 176 cm³/tour

Filtre :

- Diamètre du filtre : 168 mm
- Maille du filtre : un filtre de 500 µm + 2 filtres de maille 2.5 mm

On alimente l'extrudeuse d'un coagulum humide traité avec une décontamination primaire (slab cutter, wet prebreakers) avec un taux d'humidité donné dans le tableau 1. Les conditions de pression et de température à l'entrée du filtre, figurent dans le tableau 1, ainsi que les débits et les caractéristiques du caoutchouc naturel mesurés à la sortie du filtre. La vitesse de la vis d'extrusion est réglée de manière à gaver correctement la pompe à engrenage. La vitesse de la pompe à engrenage est réglée de manière à obtenir le débit de caoutchouc naturel filtré.

La viscosité du caoutchouc naturel filtré est mesurée après un séchage dans un séchoir sous air pendant 4h à 120C. Pour étudier l'incidence de la filtration sur la viscosité du caoutchouc

naturel, la viscosité du caoutchouc naturel filtré est comparée à celle d'un témoin. Le témoin est un caoutchouc naturel non filtré et séché dans les mêmes conditions. La plasticité Mooney du témoin est de 82.

- 5 On constate que le procédé de filtration selon l'invention ne s'accompagne pas d'une diminution de la viscosité du caoutchouc naturel.

Tableau 1

Essai	Humidité dans le coagulum non filtré	Pression (bar)	Température (°C)	Débit (kg/h)	Humidité dans le coagulum filtré	Plasticité Mooney
1	22.6%	180	95	100	15.9%	83
2	17.8 %	290	95	100	15.0 %	84
3	22.6 %	110	95	100	16.9 %	83

- 10 On constate que les contaminants sont bien retenus sur les filtres, que les mailles des filtres ne sont pas altérées après filtration et ainsi le coagulum qui est obtenu après filtration est bien décontaminé. Il est nécessaire de changer périodiquement les filtres de la machine. Ce changement peut s'effectuer en quelques secondes c'est-à-dire sans interruption significative du procédé.

15

20

REVENDEICATIONS

- 5 1. Procédé de décontamination de caoutchouc naturel qui comprend le passage d'un coagulum de caoutchouc naturel ayant une teneur en eau supérieure à 10% à travers un filtre, la pression à l'entrée du filtre étant supérieure à 100 bars.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel la pression à l'entrée du filtre est comprise entre 100 bars et 700 bars.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 2 dans lequel la pression à l'entrée du filtre est comprise dans un domaine allant de 150 bars à 500 bars.
- 15 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel la température à l'entrée du filtre est inférieure à 210°C.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 dans lequel la température à l'entrée du filtre est comprise entre 50°C et 150°C.
- 20 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 dans lequel la température à l'entrée du filtre est comprise dans un domaine allant de 80°C à 120°C.
- 25 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 dans lequel le coagulum de caoutchouc naturel a une teneur en eau supérieure à 15%.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 dans lequel le coagulum de caoutchouc naturel a une teneur en eau d'au plus 40%.
- 30 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, lequel procédé est mis en œuvre dans un dispositif comprenant une extrudeuse et un filtre installé en sortie de l'extrudeuse, l'extrudeuse comprenant un fourreau et une vis disposée dans le fourreau, le fourreau comprenant sur sa surface intérieure des rainures qui s'étendent depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la zone d'alimentation de l'extrudeuse.
- 35 10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel le dispositif comprend en outre une pompe à engrenage disposée à l'extrémité de la vis et avant le filtre.
- 40 11. Procédé selon la revendication 10 dans lequel le fourreau présente dans sa longueur deux parties contiguës, une première partie dans laquelle la surface intérieure du fourreau est rainurée, une deuxième partie dans laquelle la surface intérieure du

fourreau est dépourvue de rainures, la première partie s'étendant depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la zone d'alimentation jusqu'à la deuxième partie, la deuxième partie s'étendant jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse.

5

12. Procédé selon la revendication 11 dans lequel la deuxième partie s'étend au moins sur le dernier tiers de la longueur totale du fourreau.

10

13. Procédé selon la revendication 11 ou 12 dans lequel la deuxième partie s'étend au moins sur le dernier tiers de la longueur totale du fourreau et au plus depuis la fin de la zone d'alimentation jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse.

15

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 13 dans lequel l'extrudeuse est une extrudeuse monovis.

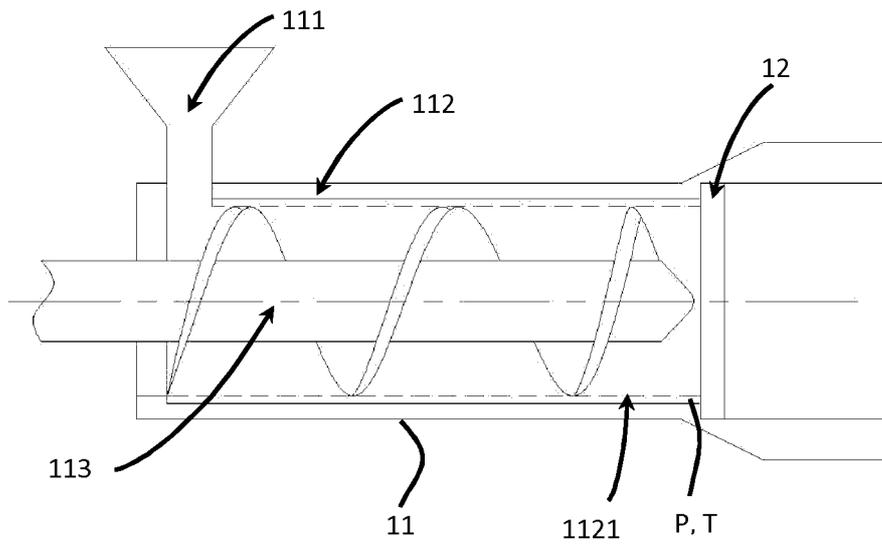


Figure 1

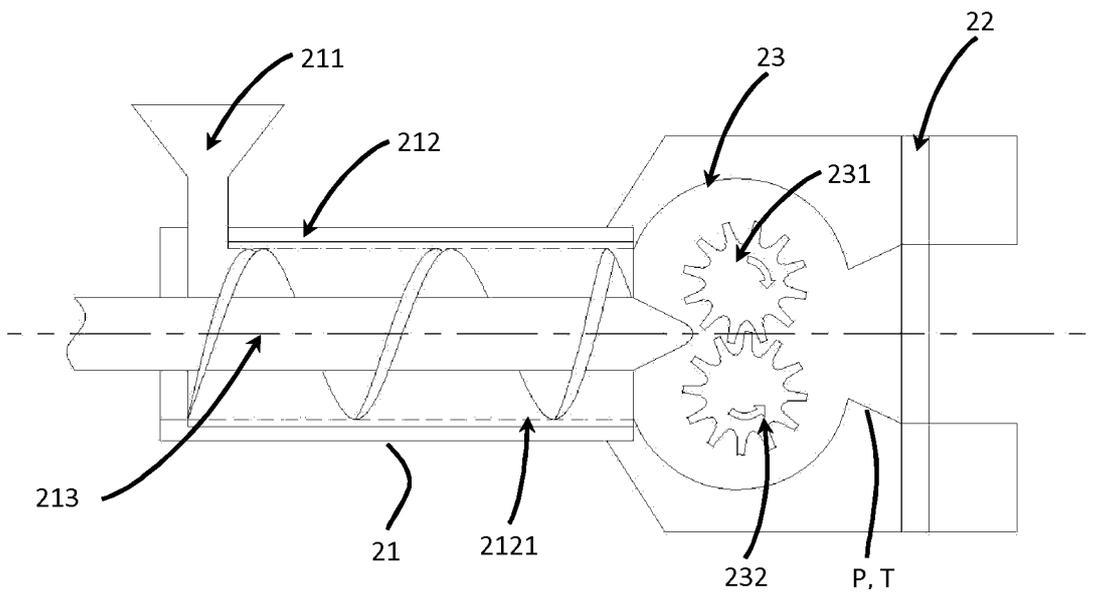


Figure 2

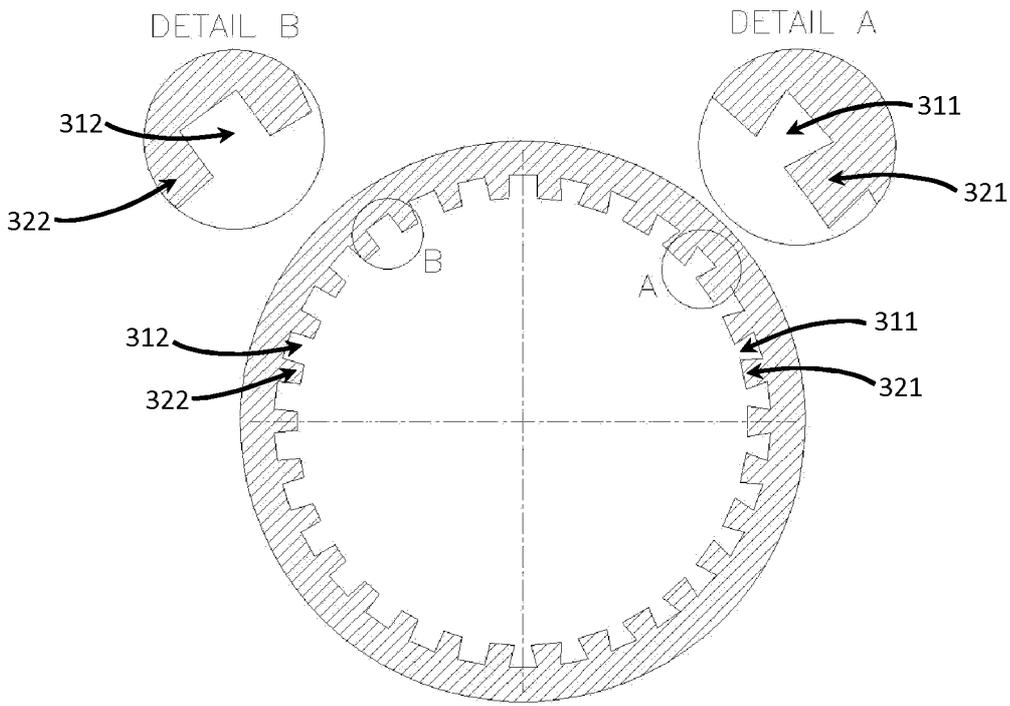


Figure 3

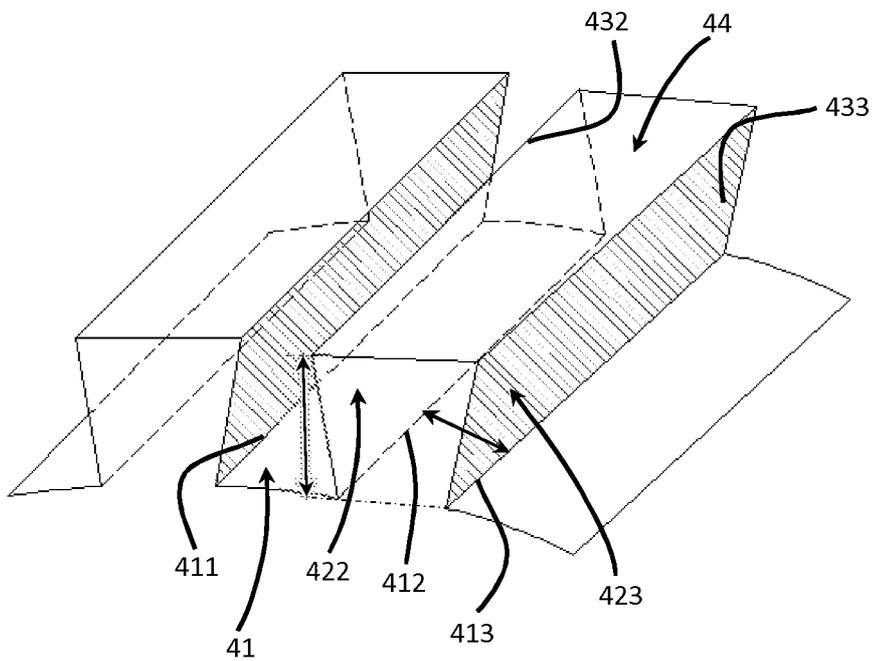


Figure 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2018/051304

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C08C3/02 B29C47/36
ADD.
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C08C B29C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	BE 842 847 A (ABCOR INC) 13 December 1976 (1976-12-13) claims 1-7	1-14
X	WO 2016/162645 A2 (MICHELIN & CIE [FR]; MICHELIN RECH TECH [CH]) 13 October 2016 (2016-10-13) cited in the application page 8, line 20 - line 28; claim 1	1-14
A	FR 2 981 076 A1 (MICHELIN SOC TECH [FR]; MICHELIN RECH TECH [CH]) 12 April 2013 (2013-04-12) the whole document	1-14
A	WO 2017/011570 A1 (CABOT CORP [US]) 19 January 2017 (2017-01-19) the whole document	1-14

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 27 August 2018	Date of mailing of the international search report 19/09/2018
--	---

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Höfler, Thomas
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/FR2018/051304

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
BE 842847	A	13-12-1976	NONE

WO 2016162645	A2	13-10-2016	CN 107592833 A 16-01-2018
			EP 3280581 A2 14-02-2018
			FR 3034703 A1 14-10-2016
			US 2018134814 A1 17-05-2018
			WO 2016162645 A2 13-10-2016

FR 2981076	A1	12-04-2013	CN 103874586 A 18-06-2014
			EP 2766203 A1 20-08-2014
			FR 2981076 A1 12-04-2013
			RU 2014118748 A 20-11-2015
			US 2015038617 A1 05-02-2015
			WO 2013053733 A1 18-04-2013

WO 2017011570	A1	19-01-2017	AU 2016294421 A1 01-02-2018
			AU 2016294426 A1 01-02-2018
			AU 2016294430 A1 01-02-2018
			CA 2992267 A1 19-01-2017
			CA 2992269 A1 19-01-2017
			CA 2992270 A1 19-01-2017
			CL 2018000089 A1 11-05-2018
			CN 108026314 A 11-05-2018
			CN 108026315 A 11-05-2018
			CN 108291049 A 17-07-2018
			DE 112016003162 T5 19-04-2018
			DE 112016003168 T5 12-04-2018
			DE 112016003173 T5 29-03-2018
			FR 3038900 A1 20-01-2017
			FR 3038901 A1 20-01-2017
			FR 3038902 A1 20-01-2017
			GB 2556568 A 30-05-2018
			GB 2556570 A 30-05-2018
			GB 2556571 A 30-05-2018
			US 2017306107 A1 26-10-2017
			US 2017306108 A1 26-10-2017
			US 2018201753 A1 19-07-2018
			WO 2017011561 A1 19-01-2017
			WO 2017011566 A1 19-01-2017
			WO 2017011570 A1 19-01-2017

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2018/051304

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C08C3/02 B29C47/36 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C08C B29C		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	BE 842 847 A (ABCOR INC) 13 décembre 1976 (1976-12-13) revendications 1-7	1-14
X	WO 2016/162645 A2 (MICHELIN & CIE [FR]; MICHELIN RECH TECH [CH]) 13 octobre 2016 (2016-10-13) cité dans la demande page 8, ligne 20 - ligne 28; revendication 1	1-14
A	FR 2 981 076 A1 (MICHELIN SOC TECH [FR]; MICHELIN RECH TECH [CH]) 12 avril 2013 (2013-04-12) le document en entier	1-14
A	WO 2017/011570 A1 (CABOT CORP [US]) 19 janvier 2017 (2017-01-19) le document en entier	1-14
<input type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 27 août 2018		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 19/09/2018
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Höfler, Thomas

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2018/051304

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
BE 842847	A	13-12-1976	AUCUN	

WO 2016162645	A2	13-10-2016	CN 107592833 A	16-01-2018
			EP 3280581 A2	14-02-2018
			FR 3034703 A1	14-10-2016
			US 2018134814 A1	17-05-2018
			WO 2016162645 A2	13-10-2016

FR 2981076	A1	12-04-2013	CN 103874586 A	18-06-2014
			EP 2766203 A1	20-08-2014
			FR 2981076 A1	12-04-2013
			RU 2014118748 A	20-11-2015
			US 2015038617 A1	05-02-2015
			WO 2013053733 A1	18-04-2013

WO 2017011570	A1	19-01-2017	AU 2016294421 A1	01-02-2018
			AU 2016294426 A1	01-02-2018
			AU 2016294430 A1	01-02-2018
			CA 2992267 A1	19-01-2017
			CA 2992269 A1	19-01-2017
			CA 2992270 A1	19-01-2017
			CL 2018000089 A1	11-05-2018
			CN 108026314 A	11-05-2018
			CN 108026315 A	11-05-2018
			CN 108291049 A	17-07-2018
			DE 112016003162 T5	19-04-2018
			DE 112016003168 T5	12-04-2018
			DE 112016003173 T5	29-03-2018
			FR 3038900 A1	20-01-2017
			FR 3038901 A1	20-01-2017
			FR 3038902 A1	20-01-2017
			GB 2556568 A	30-05-2018
			GB 2556570 A	30-05-2018
			GB 2556571 A	30-05-2018
			US 2017306107 A1	26-10-2017
			US 2017306108 A1	26-10-2017
			US 2018201753 A1	19-07-2018
			WO 2017011561 A1	19-01-2017
			WO 2017011566 A1	19-01-2017
			WO 2017011570 A1	19-01-2017
