

⑤④ Procédé de décontamination de caoutchouc naturel par filtration d'un coagulum humide de caoutchouc naturel.

②② Date de dépôt : 15.04.22.

③③ Priorité :

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *COMPAGNIE GENERALE DES
ETABLISSEMENTS MICHELIN Société en
commandite par actions — FR.*

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 20.10.23 Bulletin 23/42.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 25.10.24 Bulletin 24/43.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦② Inventeur(s) : DUSSILLOLS Jérôme, GEFFROY
Sébastien, KINGPHETRUNG RUANG Suriyon,
NACHTEGAELE Marc et HILBERT Yves.

⑦③ Titulaire(s) : *COMPAGNIE GENERALE DES
ETABLISSEMENTS MICHELIN Société en
commandite par actions.*

⑦④ Mandataire(s) : MANUFACTURE FRANCAISE DES
PNEUMATIQUES MICHELIN.



Description

Titre de l'invention : Procédé de décontamination de caoutchouc naturel par filtration d'un coagulum humide de caoutchouc naturel.

- [0001] 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.
- [0002] 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 de pneumatique 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 une charge renforçante comme un noir de carbone confère à la composition de caoutchouc un compromis tout à fait intéressant en termes d'hystérèse et d'usure qui se traduit pour le pneumatique par un bon compromis de performance entre l'endurance et l'usure du pneumatique.
- [0003] 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 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.
- [0004] 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 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.
- [0005] Il est aussi connu de la demande de brevet WO 2016162645 A2 d'éliminer les contaminants les plus fins d'un caoutchouc naturel par passage d'un coagulum humide de caoutchouc naturel dans un dispositif comprenant une extrudeuse et un filtre installé

en sortie de l'extrudeuse à des températures inférieures à 100°C. La demande de brevet WO 2018224773 A1 décrit aussi un procédé de filtration d'un coagulum humide d'un caoutchouc naturel, mais à des pressions plus élevées, notamment supérieures à 100 bars. Les dispositifs mettant en œuvre les procédés de filtration décrits dans ces deux demandes de brevet comprennent préférentiellement une pompe à engrenage pour pouvoir augmenter le débit en caoutchouc naturel décontaminé. Néanmoins, la nécessité de recourir à une pompe à engrenage dans le procédé de décontamination a pour effet de complexifier le dispositif par l'ajout d'un appareil supplémentaire entre l'extrudeuse et le filtre. Il existe un intérêt de disposer d'un procédé qui permet d'augmenter le débit en caoutchouc naturel décontaminé sans avoir à recourir à une pompe à engrenage.

[0006] La Demanderesse poursuivant ses efforts a mis au point un procédé de filtration d'un coagulum humide d'un caoutchouc naturel par passage dans une extrudeuse qui est nouveau et qui permet d'augmenter le débit en caoutchouc naturel décontaminé sans avoir à recourir à une pompe à engrenage. Cet objectif est atteint par l'application de conditions de pression et de température spécifiques à un coagulum humide de caoutchouc naturel dans une extrudeuse qui comprend un fourreau comportant des rainures sur sa surface intérieure et des doigts qui s'étendent radialement vers l'intérieur du fourreau et qui sont présents dans au moins une partie du fourreau qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse.

[0007] Ainsi, un objet de l'invention est un procédé de préparation d'un caoutchouc naturel décontaminé, qui comprend une étape de décontamination par passage d'un coagulum de caoutchouc naturel ayant un taux d'humidité supérieur à 12% en poids, dans un dispositif comprenant une extrudeuse comportant un fourreau et une vis sans fin, et un filtre installé en sortie de l'extrudeuse,

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,

l'extrudeuse ayant des doigts dans le fourreau qui s'étendent radialement vers l'intérieur du fourreau relativement à l'axe de rotation de la vis et qui sont présents au moins dans une partie du fourreau qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse,

la pression appliquée au coagulum à l'entrée du filtre allant de 70 bars à 120 bars, la température du coagulum à l'entrée du filtre étant supérieure à 130°C et inférieure à 190°C.

Description détaillée

[0008] La [Fig.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) qui est rainuré et portant des doigts, non représentés sur la figure, et une monovis (113) ayant un axe de rotation (X113) et 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 [Fig.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).

[0009] La [Fig.2] représente une vue de coupe d'un fourreau rainuré.

Dans la partie droite du demi-cercle (marqué A sur la figure), les rainures (211) sont en queue d'aronde. Dans la partie gauche du demi-cercle (marqué B sur la figure), les rainures (212) sont en forme de créneaux.

Les rainures (211, 212) définissent des nervures (221, 222).

[0010] La [Fig.3] représente schématiquement en trois dimensions deux rainures consécutives séparées par une nervure. La rainure comprend

- une face de fond (34) délimitée par deux arêtes de fond (332, 333),
- deux faces latérales (322, 323) s'étendant vers l'intérieur depuis la face de fond (34), chacune étant délimitée par une arête de fond (332, 333) et une arête d'intersection (312, 313) avec la surface intérieure du fourreau.

Les rainures définissent des nervures dont les faces supérieures (31), délimitées par deux arêtes d'intersection (311, 312), constituent la surface intérieure du fourreau.

Sur la [Fig.3], la distance entre deux nervures consécutives est la distance entre les deux arêtes d'intersection (312) et (313), représentée par la double flèche. La distance entre deux rainures est la distance entre les deux arêtes d'intersection (311) et (312).

Sur la [Fig.3], la distance minimum séparant la face de fond (34) et le plan passant par les arêtes d'intersection (312) et (313) est représentée par la double flèche en surbrillance.

[0011] 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). Sauf indication expresse différente, tous les pourcentages (%) indiqués sont des % en masse.

[0012] Dans la présente demande, on entend par latex de caoutchouc naturel le latex issu de la saignée de l'hévéa Brasiliensis.

[0013] Le procédé conforme à l'invention a pour caractéristique de faire passer un coagulum humide de caoutchouc naturel dans un dispositif qui comprend une extrudeuse et un filtre installé en sortie de l'extrudeuse. Comme le procédé peut être mis en œuvre sans

l'utilisation d'une pompe à engrenage en sortie de l'extrudeuse en amont du filtre, le dispositif utile aux besoins de l'invention est préférentiellement dépourvu de pompe à engrenage entre la vis et le filtre.

- [0014] Le coagulum de caoutchouc naturel destiné à alimenter l'extrudeuse dans le procédé conforme à l'invention est désigné ci-après sous la dénomination de coagulum humide. Il est qualifié d'humide, car il contient une teneur en eau supérieure à 12%. Il est imbibé d'un sérum et le plus souvent 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 de préférence supérieure ou égale à 15%. Les pourcentages sont exprimés en poids, par rapport au poids total du coagulum. De préférence, la teneur en eau dans le coagulum humide est d'au plus 40%. Avantageusement, l'extrudeuse est alimentée avec un coagulum de caoutchouc naturel ayant une teneur en eau variant de 15% à 40%.
- [0015] Le coagulum humide peut se présenter sous toute forme, sa forme étant indifférente à l'efficacité du procédé. Il peut donc se présenter sous forme de feuilles ou de granulés. Le coagulum de caoutchouc naturel est un produit de la coagulation du latex de caoutchouc naturel, indifféremment obtenu par une coagulation spontanée ou provoquée. Selon l'un quelconque des modes de réalisation de l'invention, le coagulum de caoutchouc naturel est préférentiellement un coagulum de fond de tasse.
- [0016] Une extrudeuse est une machine à vis sans fin qui comprend de manière bien connue un fourreau et une vis sans fin disposée dans le fourreau. De manière bien connue, 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. Également de manière bien connue, une extrudeuse comporte une zone d'alimentation et une zone de mise en pression (zone de compression). La zone d'alimentation est la zone du fourreau qui se trouve sous l'ouverture de la trémie. La zone de compression est une zone du fourreau dédiée à la montée en température et en pression de la matière à extruder, en l'espèce le coagulum humide, et qui est localisée en aval de la zone d'alimentation et qui s'étend jusqu'à l'extrémité la plus proche de la sortie de l'extrudeuse. Dans ce qui suit, on fera référence aux termes amont et aval en considérant le sens et la direction d'extrusion du coagulum allant depuis la zone d'alimentation de l'extrudeuse vers la zone de compression de l'extrudeuse. De manière connue, l'extrémité la plus proche de la sortie de l'extrudeuse est à l'opposé de l'extrémité la plus proche de la zone d'alimentation de l'extrudeuse.
- [0017] 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 montée en pression dans le fourreau. Les ouvertures destinées à évacuer l'eau peuvent se présenter sous la forme de fentes ou de trous circulaires. La vis sans fin comporte un moyeu, également appelé âme, et un filet qui s'étend radialement extérieurement relativement au moyeu. De préférence, le diamètre du moyeu de la vis est constant et le pas du filet de la vis régulier. De préférence, l'extrudeuse est une extrudeuse monovis.

- [0018] L'extrudeuse utile aux besoins de l'invention a pour caractéristique essentielle de comporter un fourreau qui 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. Le fourreau étant une structure à symétrie axiale, de préférence une structure cylindrique, comprend donc dans son épaisseur des rainures qui débouchent sur la surface intérieure du fourreau.
- [0019] L'extrudeuse utile aux besoins de l'invention a aussi pour caractéristique essentielle de comprendre des doigts dans le fourreau. Les doigts qui s'étendent radialement vers l'intérieur du fourreau relativement à l'axe de rotation de la vis sont présents au moins dans une partie du fourreau qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse. Selon l'invention, les doigts sont présents au moins dans une partie du fourreau qui est en aval de la zone d'alimentation et qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse. En particulier, les doigts sont présents dans la zone de compression.
- [0020] Selon un mode de réalisation de l'invention, la partie du fourreau dans laquelle les doigts sont présents s'étend jusqu'à la zone d'alimentation. Selon ce mode de réalisation, les parties du fourreau autres que celle qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse jusqu'à la zone d'alimentation sont préférentiellement dépourvues de doigts.
- [0021] Selon un autre mode de réalisation de l'invention, la partie du fourreau dans laquelle les doigts sont présents s'étend jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la zone d'alimentation. En d'autres termes, les doigts sont présents dans le fourreau sur toute sa longueur.
- [0022] Les doigts peuvent être présents à la fois dans la zone d'alimentation de l'extrudeuse et dans la zone de compression de l'extrudeuse.
- [0023] Selon une première variante de l'invention, les rainures du fourreau s'étendent sur toute la longueur du fourreau, c'est-à-dire 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. Selon la première variante, les doigts peuvent être présents également tout le long du fourreau ou seulement dans la partie du fourreau qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse jusqu'à la zone d'alimentation ou en aval de la zone d'alimentation. En particulier, ils peuvent être

présents uniquement dans la zone de compression de l'extrudeuse.

- [0024] Selon une deuxième variante de l'invention, les rainures du fourreau s'étendent seulement sur une partie du fourreau. Selon la deuxième variante, elles s'étendent en amont de la zone de compression, préférentiellement jusqu'à la zone de compression. Selon la deuxième variante, les doigts peuvent être présents dans le fourreau sur toute sa longueur ou bien seulement dans la partie du fourreau qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse jusqu'à la zone d'alimentation ou en aval de la zone d'alimentation. En particulier, ils peuvent être présents uniquement dans la zone de compression de l'extrudeuse.
- [0025] Le fourreau peut être constitué d'un seul cylindre ou de plusieurs cylindres, préférentiellement deux, mis bout à bout, le cylindre dans la zone d'alimentation étant rainuré. Les autres cylindres sont ou ne sont pas rainurés, selon la variante de l'invention mise en œuvre.
- [0026] 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 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 :
- le ratio (longueur cumulée des ouvertures de rainure, exprimée en mm)/($2\pi R$), dénommé A , est au moins égal à 0,25 et au plus égal à 0,9;
 - le ratio (nombre de rainures/ $2R$), dénommé B , est supérieur ou égal à 0,1 ;
 - le ratio (profondeur des rainures, exprimée en mm)/($2R$), dénommé C , est supérieur à 0,02, et
 - 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° .
- [0027] 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 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.

[0028] 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.

[0029] Dans tout plan perpendiculaire à l'axe du fourreau, 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 fourreau, la profondeur des rainures est avantageusement de 2 à 10 mm, pour un diamètre intérieur du fourreau rainuré, 2R, de 60 à 230 mm.

[0030] 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.

[0031] En particulier, le fond des rainures est un arc d'un cercle C_R , et le ratio C est calculé par la formule (I)

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

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

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

[0032] Les rainures peuvent être parallèles à l'axe du fourreau ou hélicoïdales, de préférence elles sont parallèles à l'axe du fourreau.

[0033] Les doigts facilitent le déplacement du coagulum humide dans le fourreau jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse. Leur présence contribue à augmenter le débit de l'extrudeuse en caoutchouc naturel décontaminé, même en l'absence de pompe à engrenage à la sortie de l'extrudeuse entre la vis et le filtre. Plus le nombre de doigts dans le fourreau est élevé, plus le débit en caoutchouc naturel décontaminé est augmenté. Par exemple, une diminution d'un facteur 2 du nombre de doigts dans le fourreau entraîne une réduction du débit d'environ 20% en caoutchouc naturel décontaminé pour une température en entrée de filtre comprise entre 140°C et 150°C. Le nombre de doigts dans le fourreau est ajusté par l'homme du métier selon la longueur et le diamètre du fourreau. Les doigts sont généralement répartis régulièrement dans la zone où ils sont présents. Les doigts sont préférentiellement portés par le fourreau. Lorsque le fourreau porte des doigts qui s'étendent radialement vers l'intérieur du fourreau relativement à l'axe de rotation de la vis, le filet de la vis qui est hélicoïdal et qui s'étend radialement depuis un arbre central de la vis est interrompu de manière à former des espaces annulaires cylindriques dans

lesquels sont disposés les doigts. La distance entre la surface du moyeu de la vis et l'extrémité du doigt la plus proche du moyeu de la vis est comprise avantageusement dans un domaine allant de 2 à 10 mm, plus avantageusement dans un domaine allant de 3 à 5 mm. Les dimensions des doigts utiles aux besoins de l'invention sont typiquement celles des doigts de malaxage par ailleurs connus pour équiper des fourreaux d'extrudeuses utilisées typiquement dans l'extrusion de polymères.

[0034] Le filtre est installé en sortie de l'extrudeuse. Au sens de la présente invention, « en sortie de l'extrudeuse » désigne à la suite de la vis. Le filtre est avantageusement porté par un porte filtre (12). 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. Avantageusement, la taille de la maille est choisie de façon à retenir sur le filtre tout objet ayant une taille supérieure à 500 μm ou ayant une taille supérieure à 750 μm , ce qui correspond typiquement à une taille de maille inférieure à 35 US mesh (« US sieve size »), préférentiellement inférieure à 25 US mesh. Ces plages définissant la taille de la maille du filtre peuvent s'appliquer à l'un quelconque des modes de réalisation de l'invention. Le cas échéant, on pourra disposer plusieurs filtres à la suite l'un de l'autre. Les filtres peuvent ensuite facilement être changés au cours du procédé par un système adapté, de manière continue ou discontinue.

[0035] La pression appliquée au coagulum à l'entrée du filtre va de 70 bars à 120 bars, préférentiellement de 80 bars à 110 bars. 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 3 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.

[0036] La température du coagulum à l'entrée du filtre est supérieure à 130°C et inférieure à 190°C. La température peut être mesurée au moyen de capteurs installés à l'entrée du filtre, au plus près du filtre, par exemple à moins de 3 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. C'est typiquement le travail mécanique sous pression qui s'exerce sur le coagulum dans le fourreau qui est à l'origine des niveaux de température du coagulum relevés dans le fourreau. Des calories peuvent être aussi apportées en chauffant la vis ou le fourreau ou encore les deux, vis et fourreau, par l'intermédiaire d'une double enveloppe ou de résistances électriques. Le cas échéant, l'extrudeuse peut comprendre aussi des moyens de refroidissement par exemple par l'intermédiaire de la double enveloppe déjà mentionnée. De préférence, la température du coagulum à l'entrée du filtre est inférieure à 170°C. Ce mode de réalisation est tout particulièrement préférentiel lorsque le caoutchouc naturel décontaminé est introduit

tout de suite après la filtration dans une deuxième extrudeuse pour être séché selon un procédé comprenant une étape de détente éclair adiabatique comme décrit par exemple dans les demandes de brevet WO 2017207912, WO°2019102107, WO 2019102108, WO 2021224568, WO 2021111082 et WO 2022064144.

- [0037] La présence à la fois des doigts et des rainures dans le fourreau selon l'invention et les conditions de pression et de température selon l'invention permettent non seulement de supprimer l'utilisation d'une pompe à engrenage tout en augmentant le débit en caoutchouc naturel décontaminé, mais aussi de diminuer la consommation d'énergie du procédé.
- [0038] Lors de son passage dans le fourreau, le coagulum humide est soumis à des contraintes mécaniques qui ont pour effet de l'essorer. Il peut perdre jusqu'à 50% en poids de sa teneur en eau, voire plus. La perte en eau sous l'effet de l'essorage dépend de la teneur en eau initiale du coagulum humide qui alimente l'extrudeuse et des conditions de pression et de température. Typiquement, le caoutchouc naturel décontaminé selon le procédé conforme à l'invention et récupéré à la sortie du filtre a une teneur en eau résiduelle supérieure à 7%, préférentiellement supérieure à 10%.
- [0039] Une fois le caoutchouc naturel décontaminé selon le procédé conforme à l'invention, il peut être soumis après l'opération de filtration à un traitement ultérieur. Comme traitement ultérieur, on peut citer par exemple le séchage dans des tunnels sous circulation d'air traditionnellement utilisés pour la préparation des grades TSR20 de caoutchouc naturel, le séchage dans une deuxième extrudeuse par une détente éclair adiabatique comme décrit précédemment.
- [0040] Il peut être aussi prévu après le filtre tout dispositif permettant d'obtenir la forme recherchée du caoutchouc naturel décontaminé, par exemple la forme de bande, de tranche, de boudin, de granulé ..., notamment pour conduire les traitements ultérieurs mentionnés précédemment.
- [0041] En résumé, l'invention est mise en œuvre avantageusement selon l'un quelconque des modes de réalisation suivants 1 à 23 :
- [0042] Mode 1 : Procédé de préparation d'un caoutchouc naturel décontaminé, qui comprend une étape de décontamination par passage d'un coagulum de caoutchouc naturel ayant un taux d'humidité supérieur à 12% en poids, dans un dispositif comprenant une extrudeuse comportant un fourreau et une vis sans fin, et un filtre installé en sortie de l'extrudeuse,
- 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,
- l'extrudeuse ayant des doigts dans le fourreau qui s'étendent radialement vers l'intérieur du fourreau relativement à l'axe de rotation de la vis et qui sont présents au moins dans une partie du fourreau qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus

proche de la sortie de l'extrudeuse,

la pression appliquée au coagulum à l'entrée du filtre allant de 70 bars à 120 bars,

la température du coagulum à l'entrée du filtre étant supérieure à 130°C et inférieure à 190°C.

- [0043] Mode 2 : Procédé selon le mode 1 dans lequel la partie du fourreau dans laquelle les doigts sont présents s'étend jusqu'à la zone d'alimentation.
- [0044] Mode 3 : Procédé selon le mode 1 dans lequel la partie du fourreau dans laquelle les doigts sont présents s'étend jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la zone d'alimentation.
- [0045] Mode 4 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 3 dans lequel les doigts sont portés par le fourreau.
- [0046] Mode 5 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 4 dans lequel la distance entre la surface du moyeu de la vis et l'extrémité du doigt la plus proche du moyeu de la vis est comprise dans un domaine allant de 2 à 10 mm.
- [0047] Mode 6 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 5 dans lequel la distance entre la surface du moyeu de la vis et l'extrémité du doigt la plus proche du moyeu de la vis est comprise dans un domaine allant de 3 à 5 mm.
- [0048] Mode 7 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 6 dans lequel les rainures du fourreau s'étendent jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse.
- [0049] Mode 8 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 7 dans lequel les rainures du fourreau s'étendent en amont de la zone de compression, la zone de compression étant en aval de la zone d'alimentation et s'étendant jusqu'à l'extrémité la plus proche de la sortie de l'extrudeuse.
- [0050] Mode 9 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 8 dans lequel les rainures du fourreau s'étendent jusqu'à la zone de compression, la zone de compression étant en aval de la zone d'alimentation et s'étendant jusqu'à l'extrémité la plus proche de la sortie de l'extrudeuse.
- [0051] Mode 10 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 9 dans lequel la pression appliquée au coagulum à l'entrée du filtre va de 80 bars à 110 bars.
- [0052] Mode 11 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 10 dans lequel la température du coagulum à l'entrée du filtre est inférieure à 170°C.
- [0053] Mode 12 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 11 dans lequel :
 - chaque rainure comprenant :
 - une face de fond délimitée par deux arêtes de fond,
 - deux faces latérales s'étendant vers l'intérieur depuis la face de fond, chacune étant délimitée par une arête de fond et une arête d'intersection avec la surface intérieure du fourreau,

dans tout plan perpendiculaire à l'axe du fourreau, R , exprimé en mm, étant la distance entre le centre du fourreau et la surface intérieure du fourreau,

le ratio (longueur cumulée des ouvertures de rainure, exprimée en mm)/($2\pi R$),

dénommé A , est au moins égal à 0,25 et au plus égal à 0,9;

le ratio (nombre de rainures/ $2R$), dénommé B , est supérieur ou égal à 0,1 ;

le ratio (profondeur des rainures, exprimé en mm)/($2R$), dénommé C , est supérieur à 0,02, et

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° .

[0054] Mode 13 : Procédé selon le mode 12 dans lequel A est au moins égal à 0,3 et au plus égal à 0,7.

[0055] Mode 14 : Procédé selon le mode 12 ou 13 dans lequel A est au moins égal à 0,45 et au plus égal à 0,55.

[0056] Mode 15 : Procédé selon l'un quelconque des modes 12 à 14 dans lequel chaque rainure est 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.

[0057] Mode 16 : Procédé selon l'un quelconque des modes 12 à 15 dans lequel le fond des rainures est un arc d'un cercle C_R , et le ratio C est calculé par la formule (I)

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

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

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

[0058] Mode 17 : Procédé selon l'un quelconque des modes 12 à 16 dans lequel les rainures du fourreau sont parallèles à l'axe du fourreau.

[0059] Mode 18 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 17 dans lequel l'extrudeuse est une extrudeuse monovis.

[0060] Mode 19 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 18 dans lequel la taille de la maille est choisie de façon à retenir sur le filtre tout objet ayant une taille supérieure à $500 \mu\text{m}$.

[0061] Mode 20 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 18 dans lequel la taille de la maille est choisie de façon à retenir sur le filtre tout objet ayant une taille supérieure à $750 \mu\text{m}$.

[0062] Mode 21 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 20 dans lequel l'extrudeuse est alimentée avec un coagulum de caoutchouc naturel ayant une teneur en eau variant de 15% à 40%.

[0063] Mode 22 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 21 dans lequel le coagulum

de caoutchouc naturel est un coagulum de fond de tasse.

[0064] Mode 23 : Procédé selon l'un quelconque des modes 1 à 22 dans lequel le dispositif est dépourvu de pompe à engrenage disposée à la sortie de l'extrudeuse entre la vis et le filtre.

[0065] Les caractéristiques précitées de la présente invention, ainsi que d'autres, seront mieux comprises à la lecture de la description suivante de plusieurs exemples de réalisation de l'invention, donnés à titre illustratif et non limitatif.

Exemples

[0066] Extrudeuse monovis :

Diamètre de la vis (D) : 150 mm avec diamètre de moyeu constant et le pas de vis constant,

Longueur de la vis : 12 D,

Fourreau constitué de deux cylindres de même longueur, seul le cylindre dans la zone d'alimentation est rainuré, seul le cylindre dans la zone de compression porte des doigts, 64 répartis régulièrement dans le cylindre

[0067] Filtre :

Diamètre du filtre : 200 mm

3 mesh superposés : 1 mesh 6 + 1 mesh 20 + 1 mesh 10 (US mesh).

[0068] On alimente l'extrudeuse d'un coagulum humide de fond de tasse traité avec une décontamination primaire (« slab cutter », « wet prebreakers ») avec un taux d'humidité donné dans le tableau 1. Les conditions de pression (P) et de température (T) à l'entrée du filtre, figurent dans le tableau 1, ainsi que la teneur en eau du caoutchouc naturel décontaminé et le débit en caoutchouc naturel décontaminé tous les deux mesurés à la sortie du filtre. La consommation d'énergie pour opérer le procédé figure également dans le tableau 1.

[0069] Deux essais sont conduits. L'essai 1 n'est pas conforme à l'invention, puisque la température à l'entrée du filtre (T) est de 100°C. L'essai 2 est conforme à l'invention.

[0070] 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 :

$$\text{Teneur en eau (\%)} = 100 * ((a-b)/a)$$

[0071] Le débit en caoutchouc naturel décontaminé est donné en base 100 par rapport à l'essai 1 pris comme référence.

[0072] La consommation d'énergie est donnée en base 100 par rapport à l'essai 1 pris comme référence. Les valeurs sont données pour la même quantité de caoutchouc naturel décontaminé.

[0073] [Tableaux1]

Essai	P (bar)	T (°C)	Débit	Consommation d'énergie	% eau dans le coagulum	
					qui alimente l'extrudeuse	en sortie de l'extrudeuse après le filtre
1	85	100	100	100	24%	11%
2	75	150	170	58	24%	12%

[0074] Le tableau 1 montre que le procédé conforme à l'invention permet bien d'augmenter le débit et permet aussi de réduire la consommation d'énergie. Ce résultat est obtenu sans avoir à recourir à l'utilisation d'une pompe à engrenage. Il est observé que le débit de l'essai 2 est réduit d'environ 20% si le nombre de doigts est réduit d'un facteur 2.

[0075] Trois autres essais conformes à l'invention (3 à 5) sont conduits sur une extrudeuse qui comporte un fourreau rainuré sur toute sa longueur et des doigts portés par le fourreau sur toute sa longueur.

Les conditions de pression (P) et de température (T) à l'entrée du filtre, les teneurs en eau, les débits et les consommations d'énergie figurent dans le tableau 2. Les valeurs de débit et de consommation d'énergie sont données en base 100 par rapport à l'essai 3 pris comme référence. Les valeurs relatives à la consommation d'énergie sont données pour la même quantité de caoutchouc naturel décontaminé.

[0076] [Tableaux2]

Essai	P (bar)	T (°C)	Débit	Consommation d'énergie	% eau dans le coagulum	
					qui alimente l'extrudeuse	en sortie de l'extrudeuse après le filtre
3	90	155	100	100	24%	10%
4	100	160	107	99	23%	12%
5	90	145	92	(*)	23%	14%

[0077] (*) non mesurée

[0078] Les essais 3 à 5 montrent la reproductibilité dans les résultats quant au débit et à la

consommation d'énergie, quand bien même il est observé à l'entrée du filtre une variation de pression de 10 bars (essai 3 comparé à l'essai 4) ou une variation de température de 10 degrés (essai 3 comparé à l'essai 5).

Revendications

- [Revendication 1] Procédé de préparation d'un caoutchouc naturel décontaminé, qui comprend une étape de décontamination par passage d'un coagulum de caoutchouc naturel ayant un taux d'humidité supérieur à 12% en poids, dans un dispositif comprenant une extrudeuse comportant un fourreau et une vis sans fin, et un filtre installé en sortie de l'extrudeuse, 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, l'extrudeuse ayant des doigts dans le fourreau qui s'étendent radialement vers l'intérieur du fourreau relativement à l'axe de rotation de la vis et qui sont présents au moins dans une partie du fourreau qui s'étend depuis l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse, la pression appliquée au coagulum à l'entrée du filtre allant de 70 bars à 120 bars, la température du coagulum à l'entrée du filtre étant supérieure à 130°C et inférieure à 190°C.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1 dans lequel la partie du fourreau dans laquelle les doigts sont présents s'étend jusqu'à la zone d'alimentation.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 dans lequel la partie du fourreau dans laquelle les doigts sont présents s'étend jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la zone d'alimentation.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel les rainures du fourreau s'étendent jusqu'à l'extrémité du fourreau la plus proche de la sortie de l'extrudeuse.
- [Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel les rainures du fourreau s'étendent en amont de la zone de compression, préférentiellement jusqu'à la zone de compression, la zone de compression étant en aval de la zone d'alimentation et s'étendant jusqu'à l'extrémité la plus proche de la sortie de l'extrudeuse.
- [Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 dans lequel la pression appliquée au coagulum à l'entrée du filtre va de 80 bars à 110 bars.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 dans lequel la température du coagulum à l'entrée du filtre est inférieure à 170°C.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 dans lequel :

chaque rainure comprenant :

- une face de fond délimitée par deux arêtes de fond,
- deux faces latérales s'étendant vers l'intérieur depuis la face de fond, chacune étant délimitée par une arête de fond et une arête d'intersection avec la surface intérieure du fourreau,

dans tout plan perpendiculaire à l'axe du fourreau, R, exprimé en mm, étant la distance entre le centre du fourreau et la surface intérieure du fourreau,

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;

le ratio (nombre de rainures/2R), dénommé B, est supérieur ou égal à 0,1 ;

le ratio (profondeur des rainures, exprimé en mm)/(2R), dénommé C, est supérieur à 0,02, et

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°.

[Revendication 9] Procédé selon la revendication 8 dans lequel le fond des rainures est un arc d'un cercle C_R , et le ratio C est calculé par la formule (I)

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

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

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

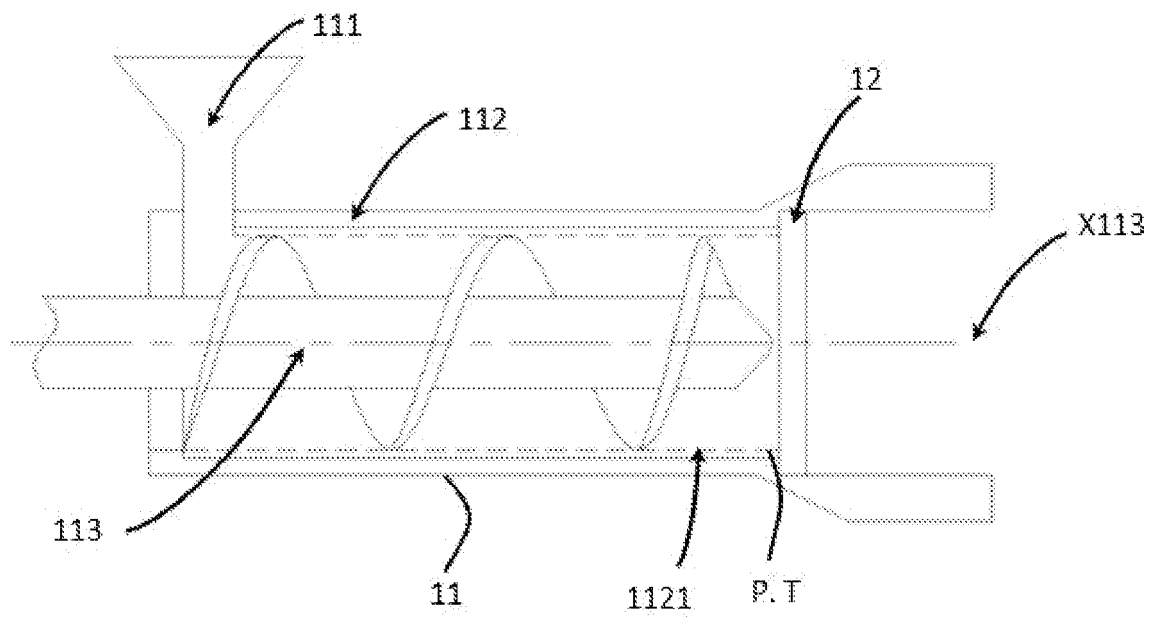
[Revendication 10] Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 9 dans lequel les rainures du fourreau sont parallèles à l'axe du fourreau.

[Revendication 11] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 dans lequel l'extrudeuse est une extrudeuse monovis.

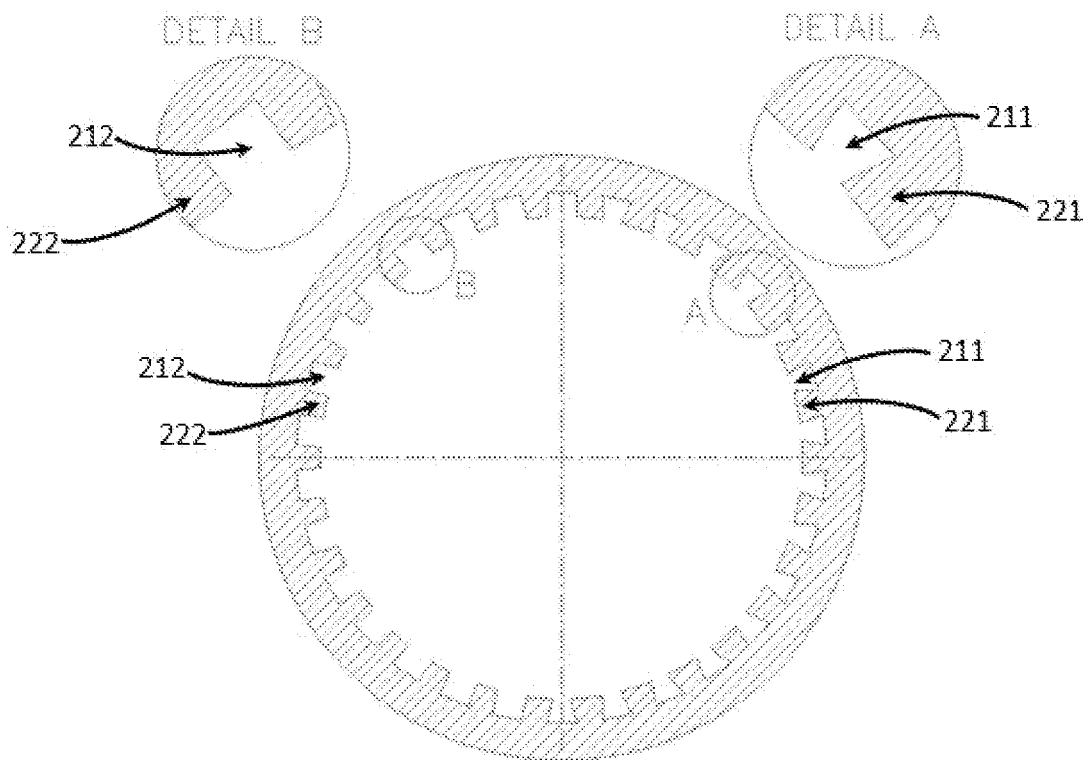
[Revendication 12] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 dans lequel l'extrudeuse est alimentée avec un coagulum de caoutchouc naturel ayant une teneur en eau variant de 15% à 40%.

[Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 dans lequel le dispositif est dépourvu de pompe à engrenage entre la vis et le filtre.

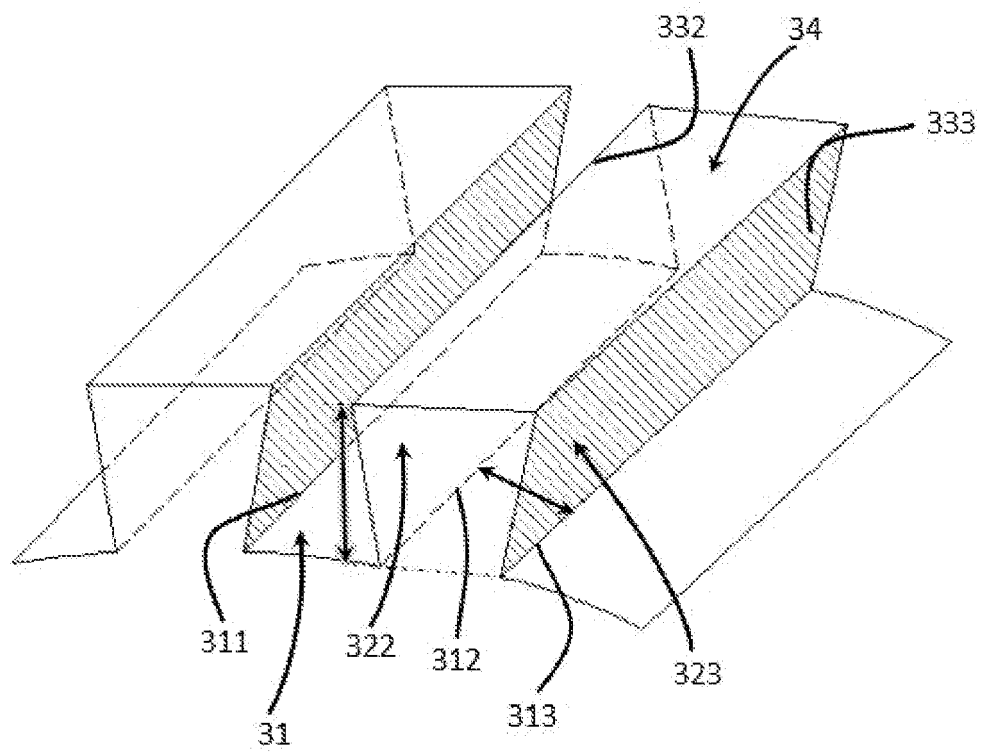
[Fig. 1]



[Fig. 2]



[Fig. 3]



RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

☒ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

☒ Le demandeur a maintenu les revendications.

☐ Le demandeur a modifié les revendications.

☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

☒ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION

WO 2018/224773 A1 (MICHELIN & CIE [FR])
13 décembre 2018 (2018-12-13)

WO 2020/094992 A1 (MICHELIN & CIE [FR])
14 mai 2020 (2020-05-14)

CN 105 599 167 A (BEIJING NEW UNIVERSAL
SCIENCE AND TECH CO LTD)
25 mai 2016 (2016-05-25)

WO 2012/128056 A1 (TOYO TIRE & RUBBER CO
[JP]; NAGAE TAICHI [JP] ET AL.)
27 septembre 2012 (2012-09-27)

2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL

NEANT

3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES

NEANT