

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 461 720**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 79 30964**

- 
- (54) Procédé et appareil de coagulation de latex.
- (51) Classification internationale (Int. Cl. 3). C 08 C 1/14.
- (22) Date de dépôt ..... 18 décembre 1979.
- (33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Canada, 19 juillet 1979, n° 332.147.*
- (41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 6 du 6-2-1981.
- 
- (71) Déposant : Société dite : POLYSAR LTD., résidant au Canada.
- (72) Invention de : Nur Gurak et Klaas Tebbens.
- (73) Titulaire : *Idem* (71)
- (74) Mandataire : Rinuy, Santarelli,  
14, av. de la Grande-Armée, 75017 Paris.
-

L'invention concerne un appareil et un procédé perfectionnés de coagulation d'un latex aqueux de polymère pour produire des particules de polymère pouvant être recueillies et séchées d'une manière classique.

5 Les latex aqueux de polymères sont bien connus. Ces latex peuvent être produits par polymérisation de monomères convenables dans un système de polymérisation en émulsion aqueuse en présence de radicaux libres. Les latex possèdent de nombreuses applications pour lesquelles le  
10 latex proprement dit est nécessaire. La plus grande partie des polymères caoutchouteux produits par polymérisation en émulsion aqueuse en présence de radicaux libres sont demandés sous la forme de caoutchouc sec, ce qui nécessite la récupération et le séchage du polymère provenant du  
15 latex. On recueille classiquement des polymères à partir de leur latex aqueux par mise en contact et mélange du latex avec un coagulant convenable; le polymère coagulé est ensuite séparé, recueilli et séché. La coagulation est réalisée classiquement par introduction du latex, pou-  
20 vant avoir été mélangé préalablement ou non avec un agent de crémage, dans une grande cuve et par introduction simultanée du coagulant dans cette cuve, le contenu de cette dernière étant ensuite mélangé complètement pendant une durée suffisante pour atteindre une coagulation complète.  
25 De tels procédés sont décrits dans le livre de Whitby, pages 201 à 204, pour les caoutchoucs styrène-butadiène, page 803 pour les caoutchoucs butadiène-acrylonitrile, et pages 948-949 pour divers développements allemands ("Synthetic Rubber", G.S. Witby, Editor, J. Wiley & Sons  
30 Inc.). Le brevet allemand n° 761 636 décrit un procédé de production d'un polymère consistant à précipiter une émulsion aqueuse de ce polymère par mélange de l'émulsion avec un coagulant, à enlever immédiatement les particules pré-  
cipitées, puis à les mélanger avec de l'eau, la précipi-  
35 tation étant réalisée dans une tour verticale équipée d'agitateurs. Le brevet canadien n° 686 381 décrit un procédé de production d'un câble de caoutchouc coagulé, consistant à mélanger, dans une buse, un latex et une

solution d'électrolyte, et à faire passer le mélange dans un conduit dans lequel l'écoulement est laminaire.

On a découvert un appareil et un procédé perfectionnés de coagulation d'un latex aqueux de polymère par 5 contact avec un coagulant minéral avec lequel le latex est mélangé dans un dispositif tubulaire de coagulation formant un angle compris entre environ 20 et 90° avec l'horizontale, de manière à provoquer une coagulation complète permettant ensuite de séparer, recueillir et sécher 10 le polymère.

L'invention concerne donc un procédé perfectionné de coagulation d'un latex aqueux d'un polymère contenant une dioléfine conjuguée en  $C_4$  à  $C_6$ . Ce procédé consiste à mettre en contact un courant de latex avec un courant d'une 15 solution aqueuse de coagulant, et à séparer, recueillir et sécher le polymère coagulé. Le procédé est caractérisé par le fait que le latex et la solution de coagulant sont mis en contact dans un dispositif tubulaire de coagulation, à une température comprise entre environ 50 et 20 80°C et pendant une durée d'environ 1 à 30 secondes, avec un nombre de Reynolds compris entre environ 7 000 et 70 000 et un rapport des débits en poids, de la solution de coagulant et du polymère contenu dans le latex compris entre environ 150:1 et environ 750:1, le dispositif tubulaire de 25 coagulation étant disposé de manière à former un angle d'environ 20 à 90° avec le plan horizontal.

L'invention concerne également un appareil de coagulation d'un latex aqueux d'un polymère caoutchouteux contenant une dioléfine conjuguée en  $C_4$  à  $C_6$ . Cet appareil 30 comprend une pompe produisant un courant de latex, une pompe produisant un courant de solution aqueuse d'un coagulant minéral, à une température d'environ 50 à 80°C, un conduit partant de la première pompe citée pour diriger le latex vers un dispositif tubulaire de coagulation, un 35 conduit partant de la seconde pompe pour diriger le coagulant aqueux vers le dispositif tubulaire de coagulation, ce dispositif tubulaire ayant une forme allongée et un faible diamètre. Le conduit d'alimentation en coagulant

aqueux est relié à une première extrémité ou en un point proche d'une première extrémité, et le conduit d'alimentation en latex est relié, à cette extrémité ou à proximité de cette extrémité, à un ou plusieurs conduits disposés sensiblement centralement à l'intérieur du dispositif tubulaire de coagulation, ce ou ces conduits n'occupant pas plus d'environ 25 % de l'aire de la section droite du dispositif tubulaire et se terminant à l'intérieur de ce dispositif tubulaire pour permettre au latex de pénétrer dans le coagulant aqueux en un point situé en aval, mais à peu de distance, du point de branchement du conduit d'alimentation en coagulant aqueux. Le dispositif tubulaire de coagulation se terminant par une extrémité de forme sensiblement non étranglée et ouverte, située au-dessus d'une première extrémité et communiquant avec cette même extrémité d'un conduit qui forme, avec l'horizontale, un angle petit mais suffisant pour permettre au mélange coagulé de descendre le long de ce conduit vers son extrémité opposée où ledit conduit comporte, à une distance de ladite extrémité ne dépassant pas 1,5 fois le diamètre maximal du dispositif tubulaire de coagulation, une plaque d'impact avec laquelle le mélange coagulé entre en contact. Un dispositif mécanique de séparation reçoit de la plaque d'impact du conduit le polymère coagulé afin de le séparer de la phase aqueuse. L'appareil comporte également un dispositif destiné à recueillir, sécher et conditionner le polymère coagulé. Le dispositif tubulaire de coagulation est dimensionné de manière à déterminer un temps de séjour compris entre environ 1 et 30 secondes et à avoir un nombre de Reynolds compris entre environ 7 000 et 70 000, le rapport des débits, en poids, du coagulant aqueux et du polymère contenu dans le latex étant compris entre environ 150:1 et environ 750:1. Le dispositif tubulaire de coagulation est disposé de manière à former avec le plan horizontal un angle compris entre environ 20 et 90°.

Les latex pouvant être coagulés par le procédé de l'invention comprennent les polymères caoutchouteux contenant une dioléfine conjuguée en  $C_4$  à  $C_6$ . De tels latex sont

bien connus en pratique. Des polymères caoutchouteux contenant une dioléfine conjuguée en C<sub>4</sub> à C<sub>6</sub> comprennent des copolymères de polybutadiène, de butadiène-styrène et d'isoprène-styrène contenant d'environ 40 à 85 % de butadiène ou d'isoprène, des copolymères de butadiène-acrylonitrile et d'isoprène-acrylonitrile contenant d'environ 50 à 80 % en poids de butadiène ou d'isoprène, des copolymères de butadiène ou d'isoprène-alphaméthylstyrene des copolymères de butadiène ou d'isoprène-méthacrylonitrile et des copolymères de butadiène-styrène ou de butadiène-acrylonitrile contenant de petites quantités, pouvant atteindre environ 5 % en poids, d'un ou plusieurs monomères supplémentaires tels que le divinylbenzène, l'acrylate ou le méthacrylate de glycidyle ou d'hydroxyéthyle, des acrylates ou des méthacrylates substitués par un amine tels que le méthacrylate de diméthylaminoéthyle, un acrylamide, des mono-acides ou des diacides carboxyliques non saturés, etc. De tels polymères peuvent être préparés par la mise en œuvre de procédés bien connus de polymérisation en émulsion aqueuse en présence de radicaux libres, dans lesquels les émulsifiants sont choisis parmi un ou plusieurs des acides gras, des acides de la rosine et des émulsifiants synthétiques tels les acides naphtalène-sulfoniques et autres. La teneur en polymère de ces latex est généralement comprise entre environ 10 et 35 % en poids, et de préférence entre environ 20 et 30 % en poids.

Les coagulants utilisés selon l'invention sont également bien connus de l'homme de l'art et comprennent des acides minéraux tels que l'acide sulfurique et l'acide chloridrique, et des solutions aqueuses d'électrolytes minéraux tels que des halogénures de métaux alcalins, des halogénures et des sulfates de métaux alcalino-terreux et de l'alun. Des coagulants avantageux comprennent l'acide sulfurique utilisé seul ou avec du chlorure de sodium, en particulier pour les polymères butadiène-styrène, et du chlorure de calcium pour les polymères butadiène-acrylonitrile. Les concentrations dans l'eau de ces coagulants sont bien connues de l'homme de l'art, l'acide

sulfurique étant utilisé, par exemple, à une concentration avantageuse permettant d'obtenir le pH nécessaire, le chlorure de sodium étant utilisé en solution de 3 à 8 % et le chlorure de calcium étant utilisé en solution de 0,3 à 2 %.

- 5 Des auxiliaires de coagulation peuvent être ajoutés si cela est souhaité, ces auxiliaires pouvant comprendre des composés de polyamine, des colles animales, de la caséine, de la lignine, etc.

Le latex et le coagulant sont mis en contact dans 10 le dispositif tubulaire de coagulation à une température comprise entre environ 50 et 80°C, et de préférence entre environ 60 et 80°C. Il est possible de régler très aisément la température de contact en réalisant le chauffage nécessaire du courant de coagulant. Dans un procédé discontinu, le chauffage peut être réalisé par introduction directe de vapeur d'eau dans le courant de coagulant, ou par passage de ce dernier dans un échangeur de chaleur avant son arrivée au dispositif tubulaire de coagulation. Dans un procédé continu, le chauffage peut être réalisé 15 par introduction directe de vapeur d'eau dans la phase aqueuse séparée du polymère coagulé au moyen du dispositif mécanique de séparation, ou par passage dans un échangeur de chaleur, la phase aqueuse chauffée pouvant ensuite être recyclée vers le dispositif tubulaire de coagulation. Une 20 quantité de coagulant frais peut être ajoutée, si cela est nécessaire, à la phase aqueuse recyclée.

Le temps de séjour dans le dispositif tubulaire de coagulation, calculé pour l'ensemble de l'appareil, est compris entre environ 1 et 30 secondes, et de préférence 25 entre environ 5 et 25 secondes. Dans le cas où le temps de séjour est trop court, la coagulation n'est pas complète et la phase aqueuse séparée par le dispositif mécanique contient une matière polymérique généralement présente sous forme de fines particules. Dans le cas où le temps de séjour dans le dispositif tubulaire de coagulation 30 est trop long, il est apparu que les particules de polymère tendent à s'agglomérer de sorte que le polymère coagulé,

séparé au moyen du dispositif mécanique, est constitué de particules dont les dimensions varient sur une grande plage.

Le nombre de Reynolds utilisé dans le dispositif 5 tubulaire de coagulation est compris entre environ 7 000 et 70 000. Le nombre de Reynolds est un terme bien connu utilisé pour décrire le mouvement d'un fluide et, par conséquent, pour décrire le mélange se produisant pendant le mouvement d'un fluide. Le nombre de Reynolds, dans le 10 cas d'un conduit circulaire, est calculé au moyen de l'équation :

$$\text{Nombre de Reynolds (Re)} = \frac{D v \rho}{\mu}$$

où D est le diamètre du conduit en cm, v est la vitesse 15 d'écoulement en cm/s.,  $\rho$  est le poids spécifique du fluide en  $\text{g/cm}^3$  et  $\mu$  est la viscosité en  $\text{g/cm.s}$ . Il est préférable que le nombre de Reynolds du dispositif tubulaire de coagulation soit compris entre environ 10 000 et 50 000, et de préférence entre environ 10 000 et 30 000.

Le rapport des débits d'écoulement, en poids, de 20 la solution de coagulant au polymère contenu dans le latex est compris entre environ 150:1 et environ 750:1. Le débit d'écoulement en volume du courant de latex est en général moins significatif que le débit d'écoulement en volume du 25 courant de coagulant. La concentration du coagulant dans la solution aqueuse de coagulation présente un certain effet sur l'efficacité de cette solution comme agent de coagulation. La concentration du polymère dans le latex présente un effet notable sur la quantité de coagulant 30 nécessaire pour réaliser la coagulation, un latex dilué nécessitant généralement moins de coagulant qu'un latex plus concentré. Par suite, le rapport des débits d'écoulement est exprimé sous la forme du rapport des débits d'écoulement en poids de la solution de coagulant et du 35 polymère contenu dans le latex. Un rapport préféré est compris entre environ 200:1 et environ 600:1, ce rapport étant plus avantageusement compris entre environ 250:1 et 400:1.

Le dispositif tubulaire de coagulation est de forme allongée et de faible diamètre, et il est disposé de manière à former avec le plan horizontal un angle compris entre environ 20 et 90°, cet angle étant avantageusement 5 compris entre environ 75 et 90°, et de préférence entre environ 85 et 90°, au maximum. Le dispositif tubulaire de coagulation peut également comprendre un premier tronçon disposé à peu près verticalement, c'est-à-dire formant un angle d'environ 85 à 90° avec le plan horizontal, un tronçon adjacent disposé à peu près horizontalement, et un autre tronçon adjacent disposé à peu près verticalement. Le dispositif tubulaire de coagulation peut également comprendre deux tronçons de section différente, à savoir un tronçon de faible aire en section droite, auquel les conduits d'alimentation en coagulant et en latex sont reliés, et un tronçon à forte section placé en aval du tronçon de 10 faible section, mais réalisé d'une seule pièce avec ce dernier. Le dispositif tubulaire de coagulation est de préférence d'une section sensiblement circulaire. Il peut 15 être décrit sous la forme d'un long tube de faible diamètre, relié par une première extrémité au conduit d'alimentation en coagulant et en latex, et ouvert à son autre extrémité. Ce dispositif tubulaire se termine par une extrémité ouverte qui n'est pas étranglée, c'est-à-dire dont 20 l'aire de la section est sensiblement la même que celle 25 de la partie restante du dispositif.

Le conduit d'alimentation en coagulant aqueux est relié en un point situé à une extrémité ou proche d'une première extrémité du dispositif tubulaire de coagulation. 30 Ce conduit d'alimentation en coagulant peut être relié directement à l'extrémité du dispositif de coagulation, ou bien il peut être relié au côté du dispositif de coagulation, à l'extrémité ou à proximité de l'extrémité de ce dernier. Le conduit d'alimentation en latex est relié au 35 dispositif tubulaire de coagulation, à la même extrémité ou au même point proche de ladite extrémité, que le conduit d'alimentation en coagulant. Le conduit d'alimentation en latex est relié à un conduit situé à peu près

centralement à l'intérieur du dispositif tubulaire, ce dernier conduit n'occupant pas plus d'environ 25 % de l'aire de la section droite du dispositif de coagulation et aboutissant à l'intérieur de ce dernier, en un point 5 situé en aval, mais à peu de distance, du point auquel le conduit d'alimentation en coagulant aqueux est relié, ce qui permet au latex de pénétrer dans le coagulant aqueux et de se mélanger complètement avec ce dernier. Il est préférable que ce conduit occupe d'environ 5 à 25 % de l'aire 10 de la section droite du dispositif de coagulation, et de préférence entre environ 5 et 15 % de l'aire de la section droite du dispositif de coagulation. Le conduit peut se terminer par une extrémité ouverte, ou bien il peut être 15 équipé d'une buse convenable du type à dispersion, ou bien d'un distributeur convenable. En variante, le conduit d'alimentation en latex peut être relié à un certain nombre de conduits disposés à l'intérieur du dispositif tubulaire de coagulation, afin de former un certain nombre de points d'introduction du latex dans le courant de coagulant.

20 Le dispositif tubulaire de coagulation aboutit en un point situé au-dessus d'une première extrémité, dans laquelle il débouche, d'un conduit formant avec l'horizontale un angle petit mais suffisant pour permettre au mélange coagulé de descendre le long de ce conduit jusqu'à l'extrémité 25 opposée de sortie de ce dernier. Le conduit comporte, à son extrémité de sortie, une plaque d'impact avec laquelle le mélange coagulé entre en contact, cette plaque étant située à une distance de l'extrémité du conduit ne dépassant pas 1,5 fois, et de préférence d'environ 0,25 à 0,75 fois, le diamètre maximal du dispositif tubulaire de coagulation. Le mélange coagulé s'écoule de l'extrémité ouverte du dispositif de coagulation dans la première extrémité fermée du conduit, descend le long de ce conduit et entre en contact avec la plaque d'impact avant de tomber 30 par gravité sur le dispositif mécanique de séparation. Le conduit peut se présenter sous la forme d'une goulotte à peu près rectangulaire, comprenant un fond et deux parois, d'une goulotte de section droite à peu près semi-circulaire,

ou bien d'un conduit essentiellement fermé, présentant une ouverture d'entrée du polymère coagulé et une ouverture par laquelle le courant de polymère coagulé peut sortir pour entrer en contact avec la plaque d'impact. Il est 5 cependant avantageux d'utiliser une goulotte ouverte, de section à peu près rectangulaire.

Le dispositif mécanique de séparation sépare le polymère coagulé de la phase aqueuse et il est d'un type bien connu de l'homme de l'art et comprenant, par exemple, 10 un tamis vibrant ou une bande de tamisage à mouvement continu. La phase aqueuse est recueillie et avantageusement recyclée pour être réutilisée comme coagulant. Le polymère coagulé ainsi séparé peut, le cas échéant, être soumis à une phase de lavage à l'eau, puis à une opération de sé- 15 chage, par exemple par compression et séchage dans un tunnel, ou bien par élimination de l'eau et séchage par extrusion.

Les polymères obtenus par la mise en oeuvre du procédé de l'invention peuvent être utilisés dans des applica- 20 tions bien connues de ces matières, par exemple pour la réalisation de joints et de garnitures dans le cas des polymères butadiène-acrylonitrile, et de bandages dans le cas de polymères butadiène-styrène.

L'invention sera décrite plus en détail en regard 25 des dessins annexés à titre d'exemples nullement limitatifs et sur lesquels :

- la figure 1 est une élévation schématique, avec coupe partielle, de l'appareil mettant en oeuvre le procédé de l'invention ;

30 - la figure 2 est une vue schématique, analogue à celle de la figure 1, montrant une variante de l'appareil mettant en oeuvre le procédé de l'invention ;

- la figure 3 est une vue schématique, analogue à celle des figures 1 et 2, montrant une autre variante de 35 l'appareil mettant en oeuvre le procédé de l'invention ;

- la figure 4 est une vue schématique en perspective d'un détail d'un conduit utilisé dans l'appareil selon l'invention ; et

- la figure 5 est une vue de dessus du conduit représenté sur la figure 3.

La figure 1 représente un conduit 1 au moyen duquel un coagulant aqueux s'écoule d'une pompe 2 vers un conduit 3 destiné à l'alimentation d'un dispositif tubulaire de coagulation. Une pompe 5 fait circuler le latex d'un conduit 4 vers un conduit 6 qui est relié à un conduit 7 assurant l'alimentation en latex du dispositif tubulaire de coagulation. Ce dispositif tubulaire de coagulation comprend un tronçon 8 sensiblement vertical, un court tronçon 9 sensiblement horizontal et un tronçon 10 de sortie à peu près vertical. Le conduit 7 de latex pénètre dans le tronçon 8 en un point situé en aval de l'arrivée de coagulant, et son extrémité est orientée dans le sens d'écoulement afin d'assurer un bon mélange du latex et du coagulant. Le mélange coagulé sort par le tronçon 10 du dispositif tubulaire de coagulation pour pénétrer dans un conduit 11 qui se présente sensiblement sous la forme d'une goulotte fermée à son extrémité à laquelle le mélange coagulé arrive et ouverte à son autre extrémité ou extrémité de sortie. Le conduit 11 est incliné d'un petit angle sur l'horizontale (environ 20°), cet angle étant suffisant pour permettre au mélange coagulé de descendre vers l'extrémité ouverte de sortie. Une plaque 12 d'impact est placée à proximité de l'extrémité ouverte de sortie du conduit 11. Le mélange coagulé descend le long de ce conduit 11, vient en contact avec la plaque 12 d'impact, puis tombe sur un dispositif mécanique de séparation 13 qui est représenté sous la forme d'un tamis vibrant. La phase aqueuse est recueillie en 14 et s'écoule dans un conduit 15. Le polymère séparé descend le long d'une conduite 16 vers des rouleaux presseurs 17 qui le font passer sur un transporteur 18 l'amenant à un séchoir 19 à circulation d'air chaud. Le polymère sec est ensuite conditionné.

La figure 2 représente schématiquement une variante de l'appareil selon l'invention. Le dispositif tubulaire de coagulation est alimenté en latex par une pompe 31 qui fait circuler le latex, provenant d'une source d'alimentation

par un conduit 30, vers un conduit 32, puis dans un conduit 7. Le coagulant circulant dans un conduit 36 passe dans une pompe 35 qui le refoule dans un conduit 34 relié au dispositif tubulaire de coagulation. Ce dispositif 5 tubulaire comprend un tronçon mince 37 dont la plus grande partie de la longueur est orientée à peu près verticalement, un sous-tronçon sensiblement vertical 38, un court tronçon horizontal et élargi 39, et un tronçon 40 de sortie qui est à peu près vertical. Un conduit 33 est placé 10 sensiblement au centre du tronçon 37 du dispositif de coagulation et aboutit en aval du point d'entrée du coagulant. Le polymère coagulé provenant du tronçon de sortie du dispositif de coagulation arrive sur un conduit 41 qui se présente sensiblement sous la forme d'une goulotte 15 ouverte, de section carrée, formant un angle d'environ 20° avec l'horizontale et présentant une extrémité ouverte qui est orientée vers une plaque 42 d'impact. Le mélange de polymère coagulé et de phase aqueuse tombe de la plaque d'impact sur un dispositif mécanique 43 de séparation, et 20 le polymère séparé est dirigé vers une extrudeuse 51 d'élimination de l'eau, puis une extrudeuse 52 de séchage. Le polymère sec provenant de cette extrudeuse 52 est ensuite conditionné. La phase aqueuse séparée est recueillie dans un collecteur 44, puis dirigée par un conduit 45 vers 25 une pompe 46 qui la refoule dans un conduit 48. Du coagulant frais arrive en quantité nécessaire par un conduit 47 dans le conduit 48. La phase aqueuse est dirigée vers un réservoir 49 qui est équipé d'un conduit 50 d'arrivée de vapeur d'eau, permettant d'effectuer un réglage de 30 température.

La figure 3 représente une autre variante de l'appareil selon l'invention. Une pompe 61 fait circuler le latex d'un conduit 60 vers un conduit 62 qui est relié à un conduit 63 d'alimentation du dispositif tubulaire de coagulation. Le coagulant aqueux arrive par un conduit 64 à une pompe 65 qui le fait circuler vers un conduit 66 relié au dispositif tubulaire de coagulation. Ce dispositif tubulaire 67 de coagulation se présente sous la forme

d'un tube de section sensiblement circulaire et de diamètre uniforme, formant un angle d'environ 45° avec l'horizontale. Le conduit 63 de latex pénètre sensiblement au centre de l'extrémité fermée du dispositif de coagulation et aboutit 5 à l'intérieur de ce dernier, en aval du point d'introduction du coagulant. L'extrémité ouverte du dispositif de coagulation est orientée vers le bas et débouche dans un conduit 68 qui fait descendre le mélange coagulé pour le faire porter contre une plaque 69 d'impact. Le liquide passe 10 ensuite sur un dispositif 70 de séparation à tamis vibrant. Le polymère séparé est ensuite séché et conditionné, et la phase aqueuse est recueillie en 71 et dirigée vers un conduit 72 pour être réutilisée comme coagulant, ou pour être rejetée.

15 La figure 4 représente un conduit pouvant être utilisé dans l'appareil selon l'invention. Ce conduit 80 se présente sous la forme d'une goulotte de section sensiblement carrée, ayant une première extrémité fermée 81 et deux parois verticales 82 et 82a. Une plaque 83 d'impact, 20 représentée comme étant équipée d'ailes latérales 84 et 84a et d'une plaque 85 de déviation d'écoulement, est placée directement en face de l'extrémité ouverte du conduit 80.

La figure 5 montre le profil d'un conduit d'une plaque d'impact considérée par le dessus. Le conduit 90 25 est placé à peu de distance de la plaque 91 d'impact dont les ailes latérales 92 et 92a forment des limites minimisant la perte de particules de polymère. La distance comprise entre la plaque 91 d'impact et le conduit 90 est variable et elle ne dépasse pas 1,5 fois le diamètre maximal 30 du dispositif tubulaire de coagulation, et elle est de préférence comprise entre 0,25 et 0,75 fois le diamètre maximal du dispositif tubulaire de coagulation.

Pour chacune des formes de réalisation représentées sur les figures 1, 2 et 3, le dispositif tubulaire de 35 coagulation est de préférence un tube de section droite circulaire, dont la plus grande partie de la longueur est avantageusement orientée à peu près verticalement et dimensionnée conformément au débit total d'écoulement et au

temps de séjour souhaités. Par exemple, dans le cas d'opérations effectuées à l'échelle d'une unité pilote, le conduit de latex peut être un tube dont le diamètre est compris entre environ 0,3 et 1,5 cm ; le conduit de coagulant

5 peut être un tube de diamètre compris entre environ 2 et 7,5 cm, et le dispositif tubulaire de coagulation peut être un tube de diamètre compris entre environ 2 et 7,5 cm. Il est possible de déterminer aisément une longueur convenable pour le dispositif de coagulation, connaissant le diamètre de ce dispositif de coagulation, la vitesse approximative d'écoulement du coagulant et du latex et le temps approximatif de séjour demandés. La vitesse d'écoulement doit être telle que le nombre de Reynolds soit compris dans la plage spécifiée.

15 Lors de la mise en oeuvre du procédé selon l'invention au moyen des formes de réalisation montrées sur les figures 1, 2 et 3, il est avantageux de maintenir la température à l'intérieur du dispositif tubulaire de coagulation en chauffant le courant de coagulant, ce qui peut être 20 réalisé aisément en fonctionnement continu par l'application de la chaleur nécessaire au courant de coagulant recyclé et, en fonctionnement discontinu, par chauffage du courant de coagulant avant son arrivée au dispositif tubulaire.

25 Lorsqu'il est nécessaire de déterminer le pH dans le dispositif de coagulation, par exemple pour la coagulation de polymère de styrène et de butadiène, un acide tel que l'acide sulfurique peut être ajouté au courant de coagulant recyclé ou introduit dans le dispositif tubulaire de coagulation.

30 D'autres formes de réalisation sont évidentes à l'homme de l'art. Les exemples suivants illustrent le procédé de l'invention. Dans ces exemples, toutes les parties sont indiquées en poids et les débits d'écoulement sont indiqués en kg/min.

35 Exemple 1.

L'appareil utilisé est du type montré sur la figure 1, sauf que le polymère recueilli à partir du séparateur mécanique à tamis vibrant est séché dans un four de

laboratoire à circulation d'air chaud. Comme montré sur la figure 1, le conduit 1 de coagulant est un tube de 2,5 cm de diamètre et il aboutit dans le conduit 3 qui est un tube de 7,5 cm de diamètre. Le conduit 4 de latex a 0,6 cm de diamètre et il aboutit au conduit 7 dont le diamètre est également de 0,6 cm, afin d'assurer l'alimentation en latex du dispositif tubulaire de coagulation. Ce dernier est un tube de 7,5 cm de diamètre, dont la longueur totale est d'environ 290 cm, à savoir environ 150 cm pour le tronçon 10 vertical 8, environ 20 cm pour le tronçon horizontal 9 et environ 120 cm pour le tronçon vertical 10 de sortie. Le conduit 11 présente une largeur d'environ 10 cm, la hauteur des parois et de la plaque d'extrémité étant d'environ 15 cm. Ce conduit a une longueur d'environ 120 cm et il forme un angle d'environ 20° avec l'horizontale. La plaque 12 d'impact est située à environ 2,5 cm de l'extrémité du conduit et elle se présente essentiellement comme montré sur les figures 4 et 5. Le latex utilisé contient environ 23 % en poids d'un polymère butadiène-acrylonitrile ayant environ 34 % en poids d'acrylonitrile lié et un poids moléculaire d'environ 50, exprimé par la viscosité Mooney (ML 1 + 4 à 100°C). La température à l'intérieur du dispositif tubulaire de coagulation est de 63°C et le coagulant est une solution à 0,48 % en poids de chlorure de calcium dans de l'eau. Lorsque le procédé atteint des conditions de fonctionnement stables, le débit d'écoulement du latex est de 0,5 kg/min. et le débit d'écoulement du coagulant est de 70 kg/min., le rapport du débit d'écoulement en poids par minute du coagulant aqueux à celui du polymère contenu dans le latex étant d'environ 580:1, le temps de séjour calculé pour le dispositif tubulaire de coagulation étant de 10 secondes et le nombre de Reynolds calculé étant de 20 500. Le calcul du temps de séjour repose sur la supposition que les tronçons 8, 9 et 10 du dispositif 35 tubulaire de coagulation sont pleins de fluide. Le polymère produit se présente sous la forme de particules d'environ 6,5 mm, n'adhérant pas à l'équipement et pouvant être séchées aisément. La phase aqueuse récupérée apparaît

comme étant claire et comme ne contenant pas de matière en suspension.

Exemple 2 (Témoin)

On utilise l'appareil et les matières de l'exemple

5 1. La concentration du chlorure de calcium est de 0,52 % en poids et la température dans le dispositif tubulaire de coagulation est de 60°C. Lorsque des conditions de fonctionnement stables sont atteintes, le débit d'écoulement du latex est de 1 kg/min. et le débit d'écoulement du coagulant 10 est de 27 kg/min. Le temps de séjour dans le dispositif tubulaire de coagulation est calculé comme étant égal à 25,5 secondes et le nombre de Reynolds calculé est de 8 100. Le rapport du débit d'écoulement en poids de la solution de coagulant à celui du polymère contenu dans le 15 latex est de 117:1. Le polymère obtenu se présente sous la forme d'un mélange de grosses particules et de petites particules, et la phase aqueuse récupérée s'avère trouble et contient une matière résiduelle en suspension, indiquant que la coagulation n'est pas achevée.

20 Cet exemple sort du cadre de l'invention et montre l'importance pour le rapport des débits d'écoulement, en poids, de la solution de coagulant et du polymère contenu dans le latex, d'avoir une valeur supérieure à 150:1.

Exemple 3.

25 L'appareil et les matières de l'exemple 1 sont utilisés, sauf que le conduit 7 de latex est équipé, à son extrémité située à l'intérieur du dispositif tubulaire de coagulation, d'une buse de dispersion qui est constituée d'un tube fermé à une extrémité, d'environ 0,3 cm de diamètre, enroulé sur une spire et demi et présentant 8 trous 30 d'environ 0,075 cm de diamètre, répartis le long des spires. La température à l'intérieur du dispositif tubulaire est de 54°C et la concentration de chlorure de calcium est de 0,4 % en poids. Dans des conditions de fonctionnement 35 stables, le débit d'écoulement du latex est de 0,6 kg/min. et celui du coagulant est de 33 kg/min., le rapport des débits d'écoulement, en poids par minute, de la solution de coagulant et du polymère contenu dans le latex étant

d'environ 250:1, le temps de séjour dans le dispositif tubulaire de coagulation étant de 21 secondes et le nombre de Reynolds étant calculé comme étant égal à 9 750. Le polymère recueilli se présente sous la forme de particules 5 de dimensions uniformes et la phase aqueuse s'avère claire.

Exemple 4.

On utilise l'appareil et les matières de l'exemple 3, les seules différences portant sur les débits d'écoulement. Dans des conditions stables de fonctionnement, le 10 débit d'écoulement du latex est de 0,6 kg/min. et celui du coagulant de 19,5 kg/min. Le rapport du débit d'écoulement en poids de la solution de coagulant au débit d'écoulement en poids du polymère contenu dans le latex est d'environ 150:1. Le temps de séjour dans le dispositif 15 tubulaire de coagulation est de 35 secondes et le nombre de Reynolds de 5 900. Le polymère obtenu se présente sous la forme de masses agglomérées et la phase aqueuse s'avère trouble.

Cet exemple, qui sort du cadre de l'invention, 20 montre l'importance pour le rapport des débits d'écoulement du coagulant et du polymère d'être supérieur à environ 150:1, pour le temps de séjour d'être inférieur à 30 secondes et pour le nombre de Reynolds d'être supérieur à 7 000 pour assurer le succès du procédé de l'invention.

25 Exemple 5.

On utilise l'appareil représenté sur la figure 2, à l'exception que le polymère séparé sur le tamis vibrant 43 est séché dans un four de laboratoire à circulation d'air chaud. Comme représenté sur la figure 2, le conduit 32 de latex est un tube de 0,6 cm de diamètre et le conduit 34 de coagulant est un tube de 2,5 cm de diamètre. 30 Le conduit 33 pénètre dans le tronçon 37 du dispositif tubulaire de coagulation jusqu'à un point situé immédiatement au-delà du branchement du conduit 34 de coagulant. 35 Le dispositif tubulaire de coagulation comporte deux tronçons de tube de diamètres différents, à savoir un tronçon 37 de 2,5 cm de diamètre et d'environ 107 cm de longueur, disposé horizontalement sur environ 10 cm et disposé à peu

près verticalement sur environ 97 cm, le second tronçon étant un tube de 5 cm de diamètre. Le tronçon 38 est sensiblement vertical et sa longueur est d'environ 63,5 cm ; le tronçon 39 est à peu près horizontal et sa longueur est 5 d'environ 38 cm, et le tronçon 40 de sortie est sensiblement vertical et sa longueur est d'environ 89 cm. Le conduit et la plaque d'impact sont analogues à ceux décrits dans l'exemple 1. Le latex utilisé est celui décrit dans l'exemple 1 et le coagulant est une solution à 0,5 % en poids de chlore 10 rure de calcium dans de l'eau. La température dans le dispositif tubulaire de coagulation et dans le réservoir 49 est de 66°C. Dans des conditions stables de fonctionnement, le débit d'écoulement du latex est de 0,5 kg/min. et le débit d'écoulement du coagulant est de 33 kg/min., et le 15 rapport des débits d'écoulement en poids de la solution de coagulant et du polymère contenu dans le latex est de 275:1. Le temps de séjour dans le tronçon de 2,5 cm de diamètre du dispositif tubulaire de coagulation est d'environ 1 seconde, et le nombre de Reynolds calculé est d'environ 20 26 500. Le temps de séjour dans le tronçon de 5 cm de diamètre du dispositif tubulaire de coagulation est d'environ 7 secondes et le nombre de Reynolds est de 13 500, ces valeurs reposant sur la supposition que la totalité du tronçon de 5 cm de diamètre est remplie de fluide. Le polymère 25 recueilli se présente sous la forme de particules uniformes d'environ 0,7 cm de diamètre, et la phase aqueuse s'avère claire.

Dans une seconde opération effectuée dans des conditions stables, le débit d'écoulement du latex est de 30 1,12 kg/min. et celui du coagulant est de 72,7 kg/min., ce qui donne un rapport entre les débits d'écoulement en poids du coagulant et du polymère contenu dans le latex de 270:1. Le temps de séjour dans le tronçon de 2,5 cm de diamètre du dispositif tubulaire de coagulation est de 1 seconde et 35 le nombre de Reynolds calculé est de 16 000. Dans le cas des tronçons de 5 cm de diamètre du dispositif tubulaire de coagulation et si l'on suppose que ce tronçon est totalement rempli, le temps de séjour calculé est de 7,3 secondes

et le nombre de Reynolds calculé est de 8 100.

Exemple 6.

On utilise l'appareil de l'exemple 1. Le latex employé contient 12,5 % en poids d'un polymère styrène-butadiène comprenant environ 23,5 % en poids de styrène et ayant un poids moléculaire, exprimé par la viscosité Mooney (ML 1 + 4 à 100°C), d'environ 51. La solution de coagulant contient environ 5 % en poids de chlorure de sodium, suffisamment d'acide sulfurique pour maintenir le pH à 3,5 et un composé de polyamine disponible dans le commerce et connu sous l'appellation "NALCO 107" (NALCO étant une marque commerciale), à une concentration d'environ 0,1 % en poids sur la base du polymère contenu dans le latex. La température dans le dispositif tubulaire de coagulation est de 65°C. Lorsque des conditions stables de fonctionnement sont atteintes, le débit d'écoulement du latex est de 1,2 kg/min. et celui du coagulant est de 57,3 kg/min., ce qui donne un rapport entre les débits d'écoulement en poids du coagulant et du polymère contenu dans le latex égal à 380:1, le temps de séjour et le nombre de Reynolds étant respectivement, pour le dispositif tubulaire de coagulation, de 27 secondes et de 7 700. Le polymère recueilli est constitué de particules de dimensions uniformes, pouvant être aisément séchées.

Il va de soi que de nombreuses modifications peuvent être apportées à l'appareil décrit et représenté sans sortir du cadre de l'invention.

R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé perfectionné de coagulation d'un latex aqueux d'un polymère caoutchouteux contenant une dioléfine conjuguée en  $C_4$  à  $C_6$ , ce procédé consistant à mettre en 5 contact un courant dudit latex avec un courant d'une solution aqueuse de coagulant et à séparer, recueillir et sécher le polymère coagulé, le procédé étant caractérisé en ce que le latex et la solution de coagulant sont mis en contact dans un dispositif tubulaire de coagulation, à 10 une température comprise entre environ 50 et 80°C et pendant une durée d'environ 1 à 30 secondes, le dispositif tubulaire ayant un nombre de Reynolds d'environ 7 000 à 70 000, et le rapport des débits d'écoulement, en poids, de la solution de coagulant et du polymère contenu dans 15 le latex étant compris entre environ 150:1 et 750:1, le dispositif tubulaire de coagulation formant avec l'horizontale un angle compris entre environ 20° et 90° au maximum, ce dispositif étant de forme allongée et de faible diamètre, une conduite d'alimentation en solution de coagulant étant reliée à une première extrémité ou à proximité d'une première extrémité du dispositif tubulaire, une conduite d'alimentation en latex étant reliée, à ladite extrémité ou à proximité de ladite extrémité, à un ou plusieurs conduits disposés à peu près centralement à 20 l'intérieur du dispositif tubulaire de coagulation et n'occupant pas plus d'environ 25 % de l'aire de la section droite du dispositif tubulaire, l'extrémité de chacun de ces conduits étant située à l'intérieur du dispositif tubulaire de coagulation afin de permettre au latex de pénétrer dans la solution de coagulant en un point situé en 25 aval, mais à peu de distance, du point auquel le conduit d'alimentation en solution de coagulant est branché, le dispositif tubulaire de coagulation se terminant par une extrémité de profil sensiblement non étranglé, située au-dessus d'une première extrémité d'un conduit de manière à alimenter ce conduit qui est incliné d'un petit angle sur 30 l'horizontale, cet angle étant suffisant pour permettre au 35

mélange coagulé de descendre le long du conduit vers l'extrémité opposée de sortie de ce dernier, ledit conduit étant équipé, à une distance de son extrémité de sortie ne dépassant pas 1,5 fois le diamètre maximal du dispositif

- 5 tubulaire de coagulation, d'une plaque d'impact avec laquelle le mélange coagulé entre en contact, le polymère coagulé étant ensuite séparé, recueilli et séché.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le latex aqueux contient d'environ 10 à 35 % de polymère, ce dernier étant choisi parmi des polymères polybutadiène, butadiène-styrène et isoprène-styrène contenant d'environ 40 à 85 % en poids de butadiène ou d'isoprène, des polymères butadiène-acrylonitrile et isoprène-acrylonitrile contenant d'environ 50 à 80 % en

10 poids de butadiène ou d'isoprène, des polymères butadiène ou isoprène-alphaméthylstyrène, des polymères butadiène ou isoprène-méthacrylonitrile et des polymères butadiène-styrène ou butadiène-acrylonitrile contenant jusqu'à environ 5 % en poids d'un ou plusieurs monomères additionnels.

20 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le coagulant est une solution aqueuse choisie parmi l'acide sulfurique, l'acide chlorhydrique, des halogénures de métaux alcalins, des halogénures ou des sulfates de métaux alcalino-terreux, et de l'alun.

25 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le temps de séjour dans le dispositif tubulaire de coagulation est compris entre environ 5 et 25 secondes.

5. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le nombre de Reynolds est compris entre environ

30 10 000 et 50 000.

6. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le rapport des débits d'écoulement est compris entre environ 200:1 et 600:1.

7. Procédé selon la revendication 3, caractérisé

35 en ce que le polymère est un polymère butadiène-styrène et le coagulant de l'acide sulfurique ou un mélange d'acide sulfurique et de chlorure de sodium.

8. Procédé selon la revendication 3, caractérisé

en ce que le polymère est un polymère butadiène-acrylonitrile et le coagulant du chlorure de calcium.

9. Appareil de coagulation d'un latex aqueux de polymère caoutchouteux contenant une dioléfine conjuguée

- 5 en  $C_4$  à  $C_6$ , cet appareil, qui met en contact le latex avec un courant d'une solution aqueuse de coagulant, étant caractérisé en ce qu'il comporte une pompe (5, 31, 61) produisant un courant de latex, une pompe (2, 35, 65) produisant un courant de ladite solution de coagulant à une température comprise entre environ 50 et 80°C, un conduit (6, 7 ; 32, 33 ; 62, 63) d'alimentation en latex reliant la pompe (5, 31, 61) à un dispositif tubulaire de coagulation (67), un conduit (3, 34, 66) d'alimentation en solution de coagulant reliant la pompe (2, 35, 65) au dispositif tubulaire de coagulation, ce dernier étant de forme allongée et de faible diamètre, le conduit d'alimentation en solution de coagulant étant branché à une première extrémité ou à proximité d'une première extrémité du dispositif tubulaire, le conduit d'alimentation en latex étant branché, à ladite première extrémité ou à proximité de ladite première extrémité, à un ou plusieurs conduits situés à peu près centralement à l'intérieur du dispositif tubulaire de coagulation et n'occupant pas plus d'environ 25 % de l'aire de la section droite de ce dispositif tubulaire, ce conduit ou ces conduits aboutissant à l'intérieur dudit dispositif tubulaire afin de permettre au latex de pénétrer dans la solution de coagulant en un point situé en aval, mais à peu de distance, du point de branchement du conduit d'alimentation en solution de coagulant, le dispositif tubulaire de coagulation se terminant par une extrémité de forme sensiblement non étranglée, située au-dessus d'une première extrémité d'un conduit (11, 41, 68) qui est alimenté par le dispositif tubulaire et qui forme avec l'horizontale angle petit mais suffisant pour permettre au mélange coagulé de descendre le long du conduit vers l'extrémité opposée de ce dernier, ledit conduit étant équipé, à une distance de ladite extrémité de sortie ne dépassant pas

1,5 fois le diamètre maximal du dispositif tubulaire de coagulation, d'une plaque d'impact (12, 42, 69) avec laquelle le mélange coagulé entre en contact, l'appareil comportant également un dispositif mécanique de séparation (13, 43, 70) alimenté par la plaque d'impact associée au conduit (11, 41, 68) et destiné à séparer le polymère coagulé de la phase aqueuse, et un dispositif destiné à recueillir et sécher le polymère coagulé, le dispositif tubulaire de coagulation étant dimensionné de manière à

5 établir un temps de séjour, à l'intérieur de ce dispositif, compris entre environ 1 et 30 secondes, et de manière à avoir un nombre de Reynolds compris entre environ 7 000 et 70 000, le rapport des débits d'écoulement, en poids, de la solution de coagulant et du polymère contenu dans le

10 latex étant compris entre environ 150:1 et 750:1, le dispositif tubulaire de coagulation formant avec l'horizontal un angle compris entre environ 20° et 90° au maximum.

15

10. Appareil selon la revendication 9, caractérisé en ce que le dispositif tubulaire de coagulation présente une section droite à peu près circulaire.

11. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que le dispositif tubulaire de coagulation comprend un premier tronçon (8 ; 37, 38) disposé sensiblement verticalement, un tronçon adjacent (9, 39) disposé à peu près horizontalement, et un autre tronçon adjacent (10, 40) disposé à peu près verticalement.

12. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que le dispositif tubulaire de coagulation comprend deux tronçons de sections différentes, à savoir un tronçon de faible section auquel les conduits d'alimentation en coagulant et en latex sont reliés, et un tronçon de plus forte section situé en aval du tronçon précédent, mais réalisé d'une seule pièce avec celui-ci.

13. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que le dispositif tubulaire de coagulation forme avec l'horizontale un angle compris entre environ 75 et 90° au maximum.

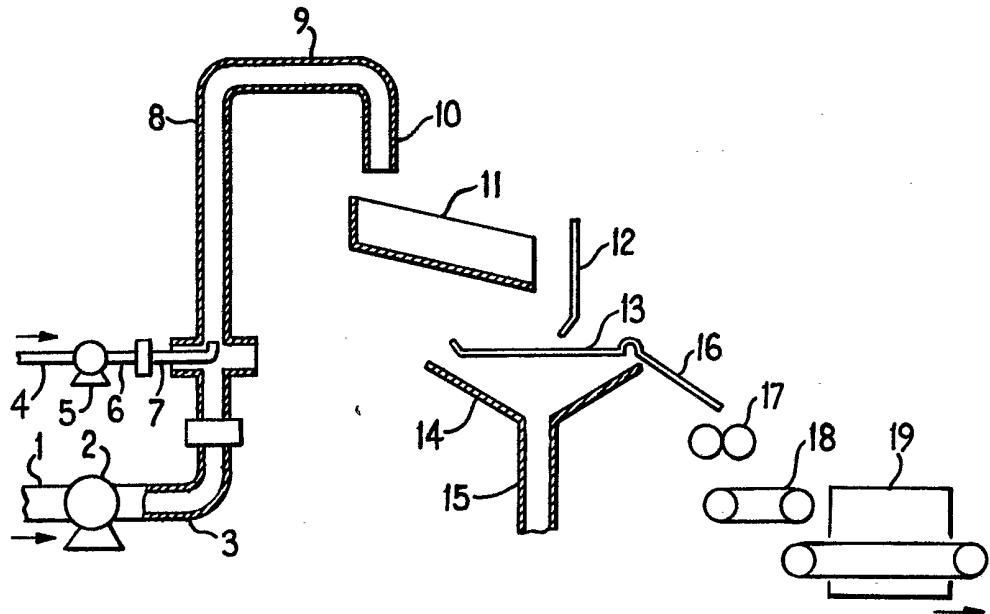


FIG. 1

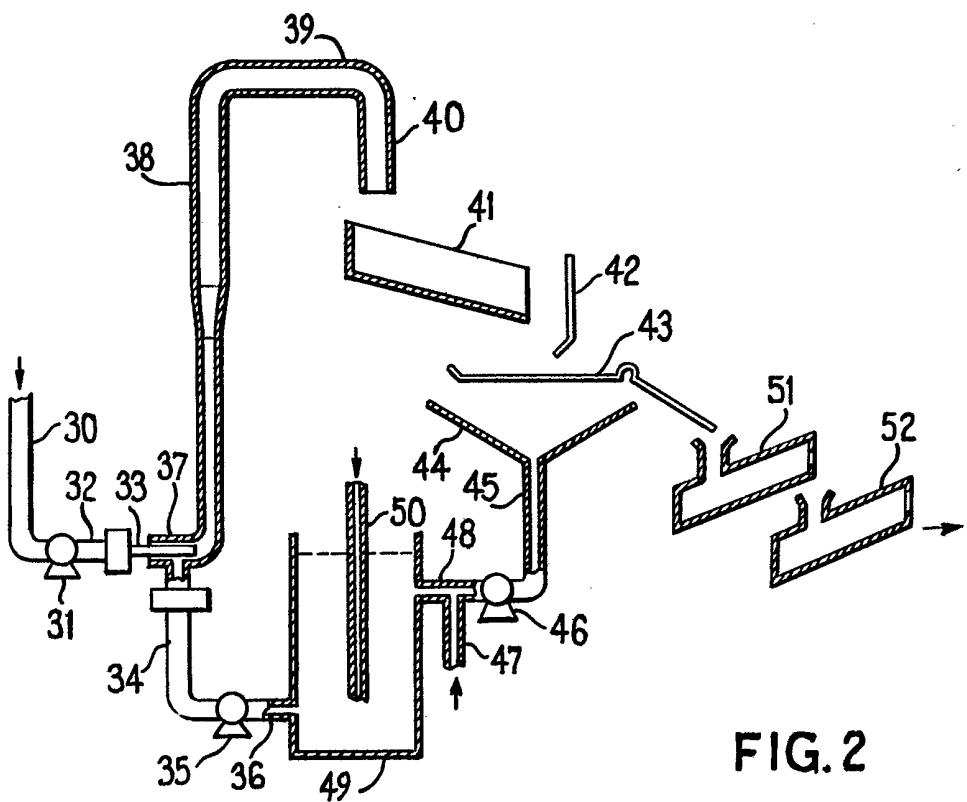


FIG. 2

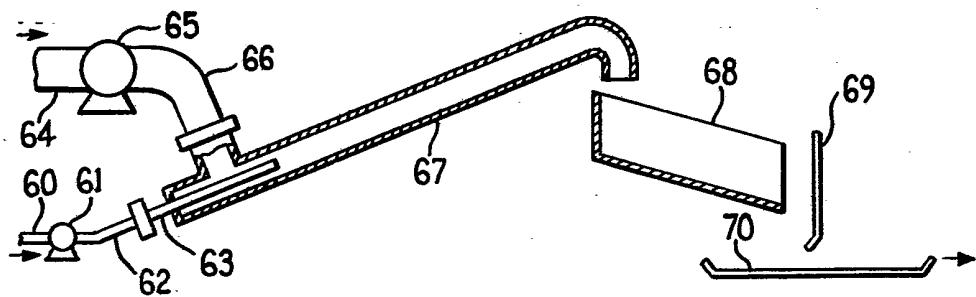


FIG. 3

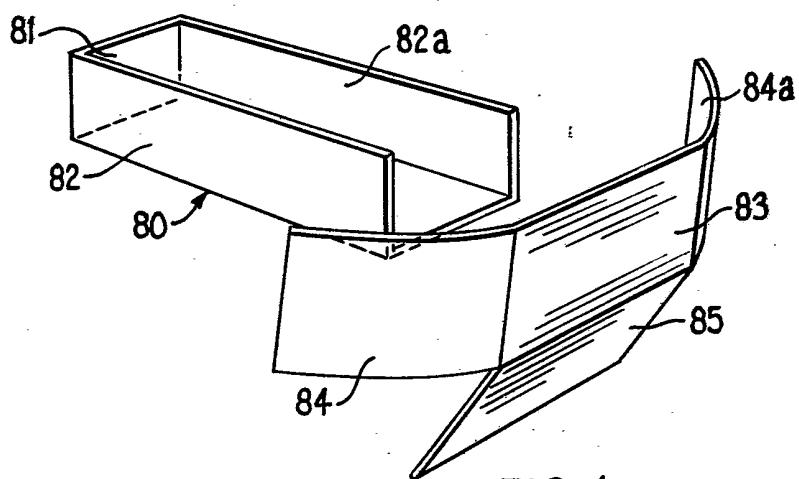
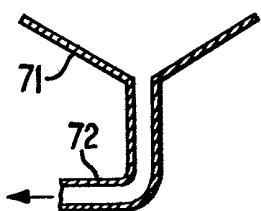


FIG. 4

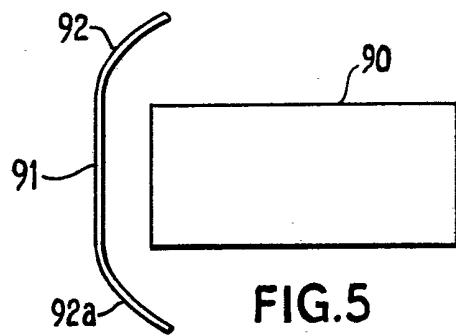


FIG. 5