

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 531 716

②1 N° d'enregistrement national :

83 13278

⑤1 Int Cl³ : C 08 F 6/22.

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 12 août 1983.

③0 Priorité DE, 13 août 1982, n° P 32 30 128.6.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 7 du 17 février 1984.

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

⑦1 Demandeur(s) : Société dite : BAYER AKTIENGESELL-
SCHAFT. — DE.

⑦2 Inventeur(s) : Rudolf Casper, Dieter Grenner et Martin
Ulrich.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Beau de Loménie.

⑤4 Procédé par coagulation à froid pour séparer des polymères de leurs dispersions.

⑤7 Selon l'invention, on congèle la phase cohérente que l'on
décongèle ensuite, après quoi l'on sépare les phases, la phase
cohérente ayant été effectuée sur une couche mobile du
produit soumise à des forces de cisaillement.

FR 2 531 716 - A1

D

La présente invention se rapporte à un procédé ménagé pour séparer des polymères de leurs dispersions sous une forme permettant des manipulations et des transports faciles par un mode particulier de coagulation par réfrigération.

5 De nombreux polymères sont préparés par homo- ou co-polymérisation de monomères appropriés dans un milieu liquide par polymérisation en suspension, en émulsion ou avec précipitation. Dans ces procédés, le polymère est obtenu sous la forme de dispersion de substances solides (latex), dans la plupart des cas aqueuse, d'où il faut séparer le polymère si l'utilisation prévue n'est pas celle du latex.

10 Pour séparer un polymère de sa dispersion, on procède normalement par coagulation. On connaît divers procédés à cet effet (Houben-Wel, Methoden der Organischen Chemie, 4ème édition 1961, volume XIV/1, pages 470 et suivantes).

15 Ainsi par exemple, à partir de latex qui ont été préparés en milieu alcalin, on peut faire coaguler le polymère par acidification à l'aide d'un acide minéral ou d'un acide organique par exemple. Dans de nombreux cas, l'acidification seule ne suffit pas pour une coagulation complète du polymère et il est nécessaire d'ajouter des électrolytes forts (des sels contenant des cations polyvalents tels que Mg^{+2} , Ca^{+2} ou Al^{+3}) avec l'acide.

20 Un inconvénient de ce procédé réside dans les grandes quantités d'acide ou d'électrolyte nécessaires pour une précipitation complète du polymère. Outre les inconvénients économiques, on risque de laisser dans le produit des quantités relativement fortes des agents précipitants, affectant des propriétés importantes. Il est alors nécessaire de laver le polymère coagulé par des quantités d'eau relativement fortes, ce qui pose à nouveau des problèmes économiques et écologiques. Un autre inconvénient de la coagulation par 25 les acides et les électrolytes réside en ce que le polymère est obtenu en partie sous la forme de gros grumeaux contenant à l'intérieur du latex qui n'a pas été précipité ou un excès d'agent précipitant, de sorte qu'il devient difficile, sinon impossible, de procéder à une coagulation complète ou au lavage subséquent. Toutefois, 35 on rencontre aussi fréquemment le phénomène opposé, c'est-à-dire que le coagulat est obtenu à l'état de très fine division et il

devient très difficile d'isoler le polymère par filtration ou sédimentation.

Un autre procédé possible consiste à coaguler des dispersions de polymères sous l'action de températures élevées, éventuellement à pression élevée, et en outre sous l'action d'électrolytes et de forces de cisaillement (brevet de la R.F.A. n° 1.570.185 et demande de brevet de la R.F.A. publiée sous n° DOS 2.839.306).

Ce procédé a pour inconvénient que le produit est soumis à des contraintes thermiques considérables qui nuisent aux propriétés recherchées. En outre, l'énergie nécessaire pour produire les fortes températures observées constitue un inconvénient économique.

Tenu compte de ces inconvénients des procédés de coagulation décrits, on a tenté de séparer des polymères de leurs dispersions aqueuses par congélation (Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, 4^{ème} édition 1961, XIV/1, pages 472 et suivantes). Dans ce procédé, on refroidit le latex au-dessous du point de congélation de la phase aqueuse qui, par conséquent, se congèle. Lorsqu'on soumet ensuite la phase aqueuse à décongélation dans des conditions appropriées, on obtient le polymère sous forme de coagulat qui peut être séparé de la phase aqueuse. Pour parvenir à des vitesses de coagulation acceptables dans l'industrie, c'est-à-dire suffisamment rapides, on a tenté de congeler le latex à l'état de couches minces. On a mis au point à cet effet des cylindres de coagulation pouvant être refroidis de l'intérieur. Ces cylindres sont immergés dans le latex dans lequel ils tournent entraînant une couche mince de celui-ci dans leur rotation et provoquant la congélation de cette couche sur leur surface (brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 2.187.146). La pellicule mince de coagulat et de glace est détachée du cylindre à l'aide d'une lame racleuse et évacuée puis chauffée : la glace fond et le polymère forme en résidu une pellicule poreuse continue qui est ensuite lavée et traitée. Avec tous ces avantages, ce procédé présente l'inconvénient de ne pouvoir être appliqué qu'à des polymères capables de former une pellicule continue, suffisamment cohérente, non cassante et cependant poreuse. Par suite, le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 2.187.146 est limité à la coagulation par congélation des latex de polychloroprène.

La présente invention vise en conséquence à la mise au point d'un procédé pour séparer des polymères de leurs dispersions aqueuses, exigeant un minimum seulement d'acide et, facultativement, l'addition d'un électrolyte, avec des contraintes thermiques aussi légères que possible sur le produit, et donnant le polymère séparé sous une forme de division pas trop fine avec cependant une forte surface spécifique permettant un lavage aisé et l'envoi à des machines appropriées de lavage, de déshydratation et de séchage, procédé qui pourrait être appliqué à une grande variété de dispersions de polymères.

D'autres buts et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description ci-après.

On a effectivement trouvé avec surprise que le problème posé pouvait être résolu en effectuant la coagulation par congélation sur une couche mobile du produit soumise à des forces de cisaillement. Le procédé connu antérieurement de coagulation par congélation à l'aide d'un cylindre refroidisseur était réalisé sur une couche stationnaire du produit.

L'invention concerne en conséquence un procédé pour séparer des polymères de leurs dispersions, procédé dans lequel on congèle la phase cohérente, on décongèle la phase cohérente et on sépare les phases, ce procédé se caractérisant en ce que la congélation de la phase cohérente est effectuée sur une couche mobile du produit soumise à des forces de cisaillement.

Le procédé selon l'invention peut être mis en oeuvre sur des appareils connus et variés. Ainsi par exemple, on peut utiliser avec satisfaction des évaporateurs à couche mince conçus par des produits à haute viscosité et constitués de lames racleuses placées en oblique facilitant le transport par gravité de la matière dans l'appareil vertical, des séchoirs à contact en couche mince pouvant fonctionner verticalement ou horizontalement, et des appareils de séchage en disposition horizontale pour produits pâteux susceptibles de former des croûtes, équipés d'éléments de cisaillement et de transport chauffables qui peuvent être auto-nettoyants à des degrés variés par action de lames racleuses fixées sur le logement et s'étendant dans la région de l'axe ou sous

l'action d'un axe racleur engagé dans l'axe principal.

Dans ce procédé selon l'invention, ces éléments d'appareillage ne sont pas utilisés pour le but prévu à l'origine, c'est-à-dire en tant qu'évaporateurs ou séchoirs : ils ne sont pas chauffés, mais refroidis.

Des extrudeuses à vis à arbre unique conçues pour être refroidies conviennent également pour la mise en oeuvre du procédé selon l'invention si l'on dispose de moyens pour empêcher une adhérence du produit sur l'axe de vis et sa rotation avec cet axe. On peut y parvenir par exemple en prévoyant des ergots de cisaillement fixés au logement et s'engageant dans le filet de vis en un point où ce dernier est localement interrompu.

Comme autres extrudeuses à vis appropriées, aptes à être refroidies, on citera en particulier celles dans lesquelles les filets de vis sont conçus uniquement pour transporter de la matière. Les extrudeuses à double vis engrenées, spécialement celles dans lesquelles les vis tournent dans le même sens, conviennent particulièrement à cet effet.

Dans une forme préférée de vis doubles engrenées tournant dans le même sens, le profil de vis est interrompu sur une partie au moins de sa longueur totale par l'introduction de cannelures.

Ces cannelures ont de préférence la même profondeur de canal que le profilé de filet et le nombre des cannelures par axe est égal au nombre des filets du profilé de filetage, la section transversale des cannelures est rectangulaire ou trapézoïdale et les cannelures sont hélicoïdales avec le même pas que le filetage de vis, mais tournant en direction opposée. De telles vis ont été décrites dans la demande de brevet de la R.F.A. DOS 3.038.973.

Le refroidissement des extrudeuses à vis à utiliser conformément à l'invention peut être réalisé par le logement des vis ou par les arbres de vis, creux à cet effet, ou par les deux.

On peut coaguler conformément à l'invention une grande variété de dispersions de polymères, par exemple des latex de caoutchouc de polychloroprène, SBR, NBR, BR, et naturel et des dispersions d'ABS ou de PVC. On peut également coaguler facilement par le procédé selon l'invention des mélanges de latex ou dispersions.

Il est préférable d'utiliser un appareil demandant peu d'énergie pour le transport et la division physique de la matière à coaguler car l'énergie libérée doit être évacuée du système par un refroidissement supplémentaire.

5 Le logement et facultativement les axes des appareils mentionnés ci-dessus pour le procédé selon l'invention sont refroidis par des liquides de transfert de chaleur. L'intervalle de température préféré pour le liquide refroidissant est de -50 à -10°C . Parmi les liquides refroidissants qui conviennent, on citera par
10 exemple les mélanges d'eau et d'un glycol ou les saumures réfrigérantes, par exemple les solutions aqueuses salines ou des alcools comme le méthanol. On parvient à un refroidissement particulièrement efficace en utilisant des liquides tels que l'ammoniac ou un "Frigen" qui s'évaporent directement dans l'appareil à refroidir.
15 Le produit refroidi quitte l'appareil à une température inférieure de quelques degrés au point de congélation, c'est-à-dire dans l'intervalle de -10 à 0°C .

Le gradient de vitesse ou gradient de cisaillement entre les parois intérieures du logement et les rotors, les racleurs ou les
20 arbres de vis de l'appareillage ci-dessus balayant les parois intérieures à une certaine distance de celles-ci est pris comme critère de la contrainte de cisaillement à laquelle la couche de produit est soumise. Ce gradient de vitesse en $1/\text{s}$ est calculé à partir du quotient de la vitesse périphérique du point du rotor le plus éloigné de l'axe par la distance de ce point extrême du rotor et de la
25 paroi intérieure du logement. Pour le procédé selon la présente invention, les gradients de vitesse de l'appareillage décrit ci-dessus sont de 30 à 3.000 $1/\text{s}$.

La matière déchargée de l'appareillage décrit ci-dessus pour
30 la coagulation par congélation conformément à la présente invention dans une couche mobile de produit soumise à une contrainte de cisaillement est un mélange de la phase aqueuse du latex congelée et du polymère coagulé sous forme granulaire. Ce mélange présentant l'apparence de la neige est ensuite décongelé en continu, par des moyens
35 variés.

Ainsi par exemple, on peut décongeler le mélange à l'état de couche stationnaire sur un appareil à tapis transporteur conçu pour être chauffé. Le dispositif de chauffage peut agir directement sur le mélange solidifié : c'est le cas par exemple lorsqu'on souffle de l'air chaud ou de la vapeur qui se condense sur le mélange; on peut aussi pulvériser de l'eau chaude sur le mélange ou l'exposer à une chaleur radiante. Le chauffage indirect par contact est également possible : on chauffe le tapis par le dessous à l'aide d'un agent de transfert de la chaleur.

La décongélation du mélange neigeux solidifié peut également être effectuée dans une couche mobile. Dans un tel cas, on peut utiliser un courant tubulaire pour le transport pneumatique et le véhicule de transport et d'énergie utilisé dans ce cas peut consister par exemple en air chaud ou en vapeur. On peut également faire fonctionner un appareillage transporteur sous la forme de vis ou d'extrudeuses à vis avec une couche mobile de produit. Un tel appareillage peut agir directement sur la matière par l'intermédiaire des agents et des modes opératoires décrits ci-dessus en référence à l'appareil de transport; le mélange peut également être décongelé par de la chaleur provenant des parois et produite par contact. Dans le cas d'extrudeuses à vis, une source supplémentaire d'énergie offerte à la décongélation consiste en l'énergie de cisaillement sur laquelle on peut agir par la forme géométrique et la vitesse de rotation de la vis.

Si la décongélation effectuée par l'un des modes opératoires décrits ci-dessus est appliquée à la récupération de polymères particulièrement collants ou qui adhèrent fortement, avec une tendance à l'agglomération en gros grumeaux ou à la formation de dépôts tenaces sur les parois de l'appareillage, on peut combattre cette tendance en ajoutant des agents de démoulage avant ou durant la décongélation ou même au moment de la coagulation par congélation.

La substance obtenue après la décongélation est un mélange séparable d'une phase aqueuse et de particules de polymères, qu'on peut séparer presque complètement par des moyens mécaniques. Ainsi

par exemple, la plus grande partie de l'eau peut être séparée sur un tamis à secousses, un filtre rotatif ou un filtre à tapis; elle peut également être séparée sur un filtre-presse à tapis équipé d'un second tapis. Une technique convenant particulièrement pour
5 la séparation des caoutchoucs consiste en la technique connue d'expression à l'aide de vis presseuses qui peuvent opérer avec des zones de filtration pour essorage latéral ou sans zone de filtration, c'est-à-dire avec essorage en arrière (H. Herrmann; Schneckenmaschinen in der Verfahrenstechnik, Springer-Verlag 1972,
10 pages 24-27 et pages 141-146). Lorsqu'on opère cette déshydratation mécanique dans des vis presseuses, la teneur en humidité peut être abaissée considérablement dans la dernière section de la vis ou dans une vis séparée, en liaison, la "vis d'expansion", par chauffage et sous l'action de forces de cisaillement, avec évaporation
15 subséquente par relâchement de la pression. On peut également réaliser une opération finale de séchage par la chaleur dans un lit fluidisé, un séchoir à écoulement, un séchoir à plaques ou à tapis ou un autre séchoir quelconque de type connu opérant par convection ou par contact. Selon le type de polymère et la teneur en humidité,
20 il y a avantage à utiliser une combinaison de l'appareil de séparation simple décrit à l'origine, et, par exemple, des vis de presse reliées à cet appareil.

Les stades opératoires de décongélation et de séparation subséquente des phases peuvent également exercer l'un sur l'autre
25 une influence mutuelle en raison de l'appareillage utilisé. Ainsi par exemple, on peut combiner avantageusement la décongélation sur un appareil à tapis transporteur avec l'utilisation d'un filtre à tapis ou d'un filtre à tapis presseur pour la déshydratation préliminaire. Un autre exemple de combinaison appropriée aux faibles
30 teneurs en humidité lorsqu'on utilise des vis presseuses pour la séparation de l'eau consiste en addition, en amont de ces vis, d'une section de décongélation si on utilise une vis avec une couche mobile de matière.

Exemple 1

On prépare un latex de caoutchouc de chloroprène par un mode opératoire classique de polymérisation en émulsion à 45°C à partir de 94,6 kg de chloroprène, 5,4 kg de 2,3-dichloro-1,3-butadiène, 125 kg d'eau, 5,0 kg du sel de sodium d'un acide abiétique dismuté, 5 0,65 kg du sel de sodium d'un produit de condensation du formaldéhyde et de l'acide naphtalène-sulfonique et 0,65 kg d'hydroxyde de sodium (par exemple P.R. Johnson in Rubber Chem. Technol., 49 (1976) page 665 et suivantes). La polymérisation est arrêtée au taux de conversion de 65% et le latex est débarrassé des monomères résiduels par distillation à la vapeur. 10

Le latex de polychloroprène (à 31% en poids de matières solides) réglé à pH 6 à l'aide d'acide acétique, est envoyé au débit de 8 kg/h, à l'aide d'une pompe doseuse, dans une extrudeuse à double vis avec vis engrenées, auto-nettoyantes tournant dans le même sens. Le diamètre extérieur des vis est de 32 mm, le diamètre des axes de 17 mm, et le pas de chacune des vis à deux filets est de 20 mm. Les vis à deux 15 filets qui sont creuses sont placées dans un logement fermé, pouvant être refroidi, de 600 mm de longueur disposé en aval de la trémie d'alimentation. Du méthanol refroidi à -32°C dans une machine frigorifique constitue l'agent réfrigérant passant à la fois dans les 20 arbres creux et dans le logement. Le latex pénétrant dans l'extrudeuse à vis à 20°C est solidifié en continu sous forme d'une couche de produit mobile soumise à des contraintes de cisaillement. L'extrudeuse à vis opérant à une vitesse d'axe de 100 tr/min décharge 25 à la sortie le mélange de cristaux de glace et de caoutchouc coagulé par congélation sous la forme de bandes de 30 à 100 mm de longueur à une température de -18°C. Lorsque le mélange se décongèle, immédiatement après sa sortie de l'appareil, on observe une coagulation complète du polymère. Dans les conditions opératoires décrites 30 ci-dessus, l'agent réfrigérant sort des arbres de vis et du logement à haut débit, à une température de -29°C.

Exemple 2

On prépare un latex de caoutchouc de chloroprène à partir de 100 kg de chloroprène remplaçant les 94,6 kg de chloroprène et 5,4 kg de 2,3-dichloro-1,3-butadiène mentionnés dans le paragraphe 1 de l'exemple 1. Le latex (à 31% en poids de caoutchouc), réglé à pH 6, est soumis à coagulation par congélation dans l'extrudeuse à vis de l'exemple 1, mais le profilé de vis, comme décrit dans la demande de brevet de la R.F.A. DOS 3.038.973, présente des interruptions répétées par la formation de cannelures sur une longueur de 560 mm. Les cannelures sont découpées dans les filets de vis sous forme de cannelures rectangulaires de 5 mm de largeur aux mêmes pas, profondeur de filet et nombre de filets que la vis, mais avec torsion dans le sens opposé.

Le logement et les arbres de vis sont refroidis à l'aide de méthanol à -28°C. L'agent réfrigérant quitte l'appareil à -26°C. L'extrudeuse à vis tourne à la vitesse de 230 tr/min et est alimentée par 12 kg de latex à l'heure, à 20°C : elle évacue le mélange solidifié à une température de -8°C sous la forme de fines particules de dimension allant jusqu'à 5 mm. On constate que l'opération de décongélation s'accompagne d'une coagulation complète du polymère.

Exemple 3

On soumet le latex de polychloroprène de l'exemple 1, traité au préalable comme décrit dans cet exemple, à coagulation par congélation dans une extrudeuse à vis semblable à celle de l'exemple 2, mais plus grande. La technique de refroidissement est différente car on utilise du "Frigen" qui s'évapore directement dans les zones de la vis qui doivent être refroidies. Cette vis de refroidissement plus grande a un diamètre extérieur de 51 mm, un diamètre d'axe de 28 mm, et un pas de vis à deux filets de 48 mm. En aval de l'ouverturé d'admission se trouve un logement fermé, pouvant être refroidi, de 1.060 mm de longueur. Le logement et les arbres de vis sont refroidis de la même manière, par évaporation du "Frigen". Cette grande vis double est également équipée, comme décrit en détail

dans l'exemple 2, d'une cannelure fileté de 7 mm de largeur sur une longueur totale de 900 mm.

Le "Frigen" pénètre dans le logement des vis à -24°C et le quitte à -23°C ; il pénètre dans les arbres de vis à -26°C et les quitte à -7°C . L'extrudeuse à vis opère à une vitesse de 150 tr/min et est alimentée en latex à 20°C au débit de 66 kg/h et elle évacue le mélange solidifié à une température de -1°C sous forme de grains à une dimension de particule allant jusqu'à 10 mm. Après décongélation, le polymère est complètement coagulé.

10

Exemple 4

On prépare un latex de caoutchouc nitrile par polymérisation en émulsion à 17°C dans des conditions classiques (par exemple Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, 4e édition, 1969, volume 14/1, page 703 et suivantes) à partir de 25,7 kg d'acrylonitrile, 74,3 kg de butadiène, 195 kg d'eau, 2,0 kg du sel de potassium des acides gras de coco, 2,0 kg du sel de sodium de l'acide butylnaphtalène sulfonique et 2,0 kg du sel de sodium d'un produit de condensation acide naphtalène sulfonique/formaldéhyde. La polymérisation est arrêtée au taux de conversion de 75% et le latex est débarrassé des monomères résiduels par distillation à la vapeur.

20

Le latex de caoutchouc nitrile (à 19% de substances solides) est soumis à coagulation par congélation dans l'extrudeuse à double vis de l'exemple 2. Le pH du latex est réglé à 6 à l'aide d'acide acétique.

25

Le méthanol utilisé comme agent réfrigérant pénètre dans le logement et les axes à -30°C et les quitte à -27°C . Lorsqu'on introduit le latex au débit de 21 kg/h à une température de 20°C , en faisant tourner les vis à 230 tr/min, le mélange solidifié quitte l'appareil à -4°C sous la forme de particules mesurant jusqu'à

30

3 mm et avec coagulation complète du polymère après décongélation.

Exemple 5

On utilise un séchoir à contact en disposition horizontale pour produits pâteux consistant en un logement chauffable en "forme de 8" en section transversale avec deux axes chauffables équipés d'éléments de cisaillement et de transport, à savoir l'axe principal et un axe de nettoyage engrené avec l'axe principal (appareil AP 12 Conti de la firme List). L'appareil est refroidi dans le logement et dans les axes par un mélange glycol-eau préalablement refroidi à -30°C . Le mélange quitte l'appareil à -28°C dans les conditions opératoires indiquées ci-dessus.

On envoie dans l'appareil un courant de 24 kg/h du latex de l'exemple 2. Ce latex, qui a été soumis à traitement préalable comme décrit dans cet exemple, est envoyé à une température d'entrée de 20°C à l'aide d'une pompe doseuse. L'appareil fonctionne à la vitesse de 18 tr/min pour l'axe principal et de 72 tr/min pour l'axe de nettoyage; il provoque la solidification continue du latex sous forme d'une couche mobile de produit soumise à des contraintes de cisaillement; à la sortie, l'appareil évacue un mélange de cristaux de glace et de caoutchouc coagulé par congélation, à une température de -3°C , les particules mesurant de 5 à 40 mm. Lorsque ce mélange est soumis ensuite à décongélation, on constate que le polymère a entièrement coagulé.

Exemple 6

On prépare un latex de caoutchouc nitrile comme décrit dans l'exemple 4, paragraphe 1, à partir de 34,9 kg d'acrylonitrile et 65,1 kg de butadiène.

Ce latex (à 19% de caoutchouc) réglé à pH 6 comme dans l'exemple 4 est coagulé dans l'appareil décrit dans l'exemple 5. A cet effet, le logement et les axes sont refroidis par un mélange glycol-eau pénétrant à -30°C et quittant l'appareil à -28°C . L'appareil "AP 12 Conti" opérant à une vitesse de rotation de 7:28 tr/min (axe principal/axe de nettoyage) est alimenté en continu par le latex à 20°C au débit de 16 kg/h et il évacue le mélange solidifié sous la forme de particules mesurant jusqu'à 10 mm et à une température de -2°C . Après décongélation, le polymère est entièrement coagulé.

Exemple 7

Le méthanol refroidi à -29°C dans une machine frigorifique s'écoule en tant qu'agent réfrigérant dans le logement d'une extrudeuse à deux vis engrenées, auto-nettoyantes, tournant en sens opposé. Le diamètre extérieur des vis est de 32 mm, le diamètre de leur arbre de 24 mm, et le pas de chacune des vis à quatre filets est de 60 mm. Les deux axes de vis sont disposés dans le logement fermé de 400 mm de longueur placé en aval de la trémie d'alimentation. Le méthanol quitte le logement dans les conditions opératoires à -27°C .

Le latex de caoutchouc de chloroprène de l'exemple 2 a été soumis à traitement préalable comme décrit dans cet exemple et il est introduit au débit de 5 kg/h à l'aide d'une pompe doseuse dans l'extrudeuse. La température d'entrée du latex est de 20°C .

L'appareil fonctionnant à une vitesse de rotation de 35 tr/min des axes solidifie en continue le latex dans une couche mobile de produit soumise à des contraintes de cisaillement, et, à la sortie, il évacue un mélange de cristaux de glace et de caoutchouc coagulé par congélation à une température de -1°C sous forme de bandes de 60 mm de longueur. Lorsque ce mélange est ensuite soumis à décongélation, on constate que le polymère a entièrement coagulé.

Exemple 8

On soumet le latex de caoutchouc nitrile de l'exemple 6 à traitement préalable comme décrit dans cet exemple et on l'envoie au débit de 4 kg/h à 20°C dans l'appareil de l'exemple 7. Le méthanol utilisé comme agent réfrigérant pénètre dans le logement à -29°C et le quitte à -28°C . Les vis tournent à 15 tr/min, le mélange de glace et de caoutchouc coagulé quitte l'appareil à -9°C sous forme de bandes de 30 mm de longueur. Après décongélation, on constate que le polymère a entièrement coagulé.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour séparer des polymères de leurs dispersions par congélation de la phase cohérente, décongélation de la phase cohérente et séparation des phases, caractérisé en ce que
5 la congélation de la phase cohérente est effectuée dans une couche mobile de produit soumise à des forces de cisaillement.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la congélation de la phase cohérente est effectuée dans un appareil à couche mince pouvant être refroidi.
- 10 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la congélation de la phase cohérente est effectuée dans des séchoirs à contact horizontaux pouvant être refroidis ayant des éléments de cisaillement et de transport qui peuvent être refroidis sur un axe pratiquement auto-nettoyant par des racleurs fixés au
15 logement et s'étendant dans la région de l'axe ou au moyen d'un axe de nettoyage engrené avec l'axe principal.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la congélation de la phase cohérente est réalisée dans une extrudeuse à vis refroidissable.
- 20 5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la congélation de la phase cohérente est effectuée dans une extrudeuse à vis unique refroidissable équipée de tiges de cisaillement fixées au logement et s'engageant dans le filet de vis qui est interrompu localement.
- 25 6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la congélation de la phase cohérente est effectuée dans une extrudeuse à double vis refroidissable dont les vis sont engrenées.
7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la congélation de la phase cohérente est effectuée dans une
30 extrudeuse à double vis refroidissable dont les vis engrenées tournent dans le même sens.
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le profil de vis est interrompu par introduction de cannelures sur une partie au moins de sa longueur totale.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la congélation est réalisée à l'aide d'agents réfrigérants qui sont à une température de -50 à -10°C , le produit ayant une température de -10 à 0°C après la congélation.
- 5 10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le gradient de vitesse dans la couche mobile de produit soumise à des forces de cisaillement est de 30 à 3 000 l/s.