

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 447 371**

51 Int. Cl.:

C08C 1/02 (2006.01)

C08C 1/04 (2006.01)

C08L 7/02 (2006.01)

C08C 1/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.04.2009 E 09733501 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.11.2013 EP 2268675**

54 Título: **Proceso para recuperar caucho a partir de látex de caucho natural**

30 Prioridad:

14.04.2008 US 44649 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

11.03.2014

73 Titular/es:

**BRIDGESTONE CORPORATION (100.0%)
10-1, Kyobashi 1-chome Chuo-ku
Tokyo 104-8340, JP**

72 Inventor/es:

**COLE, WILLIAM, M.;
HUANG, YINGYI;
BOHM, GEORG, G.A. y
TOMASZEWSKI, WALTER**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 447 371 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procesos para recuperar caucho a partir de látex de caucho natural

Campo

5 La presente solicitud se refiere a procesos para la recuperación de caucho natural a partir de látex de caucho natural, y particularmente a partir de látex de caucho natural que contiene agua, extraíbles, y uno o más aditivos, y que está esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico.

Antecedentes

10 El caucho natural se puede obtener a partir de un número de plantas, que incluyen árboles de Hevea (*Hevea brasiliensis*) y arbustos de Guayule (*Parthenium argentatum*), entre otros. En la técnica son conocidos los procesos para recuperar o recolectar caucho natural a partir de estas fuentes. Por ejemplo, a los árboles de Hevea generalmente se les hace una incisión de manera que se recolecta la savia del Hevea (que contiene el caucho natural) y se pone en contacto con un ácido orgánico para coagular el caucho natural, y a partir de entonces se concentra por evaporación o centrifugación. Alternativamente, los arbustos de Guayule generalmente se muelen o de lo contrario se trituran para liberar la savia (que contiene el caucho natural) de las paredes celulares del arbusto, 15 y posteriormente la pulpa se pone en contacto con disolventes o ácidos acuosos con el fin de coagular el caucho natural, y posteriormente concentrarlo. Se conocen otros procesos para recuperar o recolectar el caucho natural a partir de fuentes naturales.

20 El documento de Patente de Japón de número JP 2003-040902 describe un proceso para la fabricación de caucho natural que implica coagular caucho añadiendo ácido al látex de caucho natural, y secar y limpiar con álcalis el producto coagulado.

Resumen

25 En la presente memoria se describen procesos para recuperar caucho a partir de un látex de caucho natural acuoso que contiene caucho natural, agua, extraíbles, y uno o más aditivos, y que está esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico. La presente invención proporciona un proceso para recuperar caucho a partir de un látex de caucho natural acuoso como se reivindica en la reivindicación 1.

Descripción detallada

En la presente memoria se describen procesos para recuperar caucho a partir de un látex de caucho natural acuoso que contiene caucho natural, agua, extraíbles, y uno o más aditivos, y que está esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico.

30 En una realización, el proceso comprende las etapas de: poner en contacto el látex con una composición de disolventes de separación que comprende al menos un disolvente de hidrocarburo y al menos un disolvente orgánico polar con lo cual se separa al menos el 75% del caucho natural del agua y se forma una disolución con una fase caucho viscoso que contiene caucho natural y una cantidad reducida de extraíbles; aislar la fase de caucho viscoso; aislar la fase de caucho viscoso poniendo en contacto opcionalmente la fase de caucho viscoso con una 35 disolución de tratamiento que comprende al menos un disolvente orgánico polar con el fin de solvatar de manera preferente los extraíbles; y con lo cual se separa al menos el 75% del caucho natural del agua y se forma una disolución con una fase de caucho viscoso que contiene caucho natural y una cantidad reducida de extraíbles; aislar la fase de caucho viscoso; y secar la fase de caucho viscoso para crear un caucho natural resultante en donde la cantidad de extraíbles es 5% en peso o menos.

40 Otra realización incluye un proceso que comprende las etapas de: poner en contacto el látex de caucho natural acuoso con una primera disolución de tratamiento con lo cual coagula al menos el 75% del caucho natural y se forma una mezcla que contiene caucho natural coagulado, agua, y extraíbles; recoger el caucho natural coagulado; poner en contacto el caucho natural coagulado con una segunda disolución de tratamiento que comprende al menos un disolvente orgánico polar con el fin de solvatar de manera preferente los extraíbles; y secar el caucho natural coagulado para crear un caucho natural resultante en donde la cantidad de extraíbles es 5% en peso o menos. 45

Otra realización adicional incluye un proceso que comprende las etapas de: congelar el látex de caucho natural acuoso, con lo cual coagula al menos el 75% del caucho natural y se forma una mezcla que contiene caucho natural coagulado, agua, y extraíbles; descongelar la mezcla; recoger el caucho natural coagulado; poner en contacto el caucho natural coagulado con una disolución de tratamiento que comprende al menos un disolvente orgánico polar con el fin de solvatar de manera preferente los extraíbles; y secar el caucho natural coagulado para crear un caucho natural resultante en donde la cantidad de extraíbles es 5% en peso o menos. 50

Descripción detallada

En la presente memoria se describen procesos para recuperar caucho a partir de un látex de caucho natural acuoso que contiene caucho natural, agua, extraíbles, y uno o más aditivos, y que está esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico.

5 En una realización, el proceso comprende las etapas de: poner en contacto el látex con una composición de disolventes de separación que comprende al menos un disolvente de hidrocarburo y al menos un disolvente orgánico polar con lo cual se separa al menos el 75% del caucho natural del agua y se forma una disolución con una fase de caucho viscoso que contiene caucho natural y una cantidad reducida de extraíbles; aislar la fase de caucho viscoso; y secar la fase de caucho viscoso para crear un caucho natural resultante en donde la cantidad de extraíbles es 5% en peso o menos. Cuando se separa el caucho natural del agua del látex de caucho natural acuoso se contempla que el caucho natural coagula para formar una fase de caucho viscoso. El uso del término fase de caucho viscoso en la presente memoria se entiende que incluye un gel hinchado y un líquido viscoso que contiene caucho.

15 Generalmente, en la composición del disolvente de separación se puede usar cualquier disolvente de hidrocarburos siempre que solvate de manera preferente al caucho natural en un látex de caucho natural. Por ejemplo, disolventes de hidrocarburos adecuados para su uso incluyen, pero no se limitan a los siguientes: alcanos que tienen de 4 a 9 átomos de carbono, tales como heptano, nonano, pentano, y preferiblemente hexano; cicloalcanos que tienen de 5 a 10 átomos de carbono, tales como ciclohexano, ciclopentano, y similares; compuestos aromáticos o aromáticos sustituidos con alquilo que tienen de 6 a 12 átomos de carbono, tales como benceno, xileno, tolueno, y similares. También se pueden usar mezclas de dos o más hidrocarburos. Además, en la composición del disolvente de separación se puede usar cualquier disolvente orgánico polar siempre que solvate de manera preferente una parte de los extraíbles que no sean caucho en un látex de caucho natural y que actúe para coagular el caucho natural. En términos generales se establece que los extraíbles son cualquier entidad química que no sea caucho de origen natural distinta del caucho y presente en el caucho, que incluye pero no se limita a resinas (tales como terpenos), ácidos grasos, proteínas, y materiales inorgánicos. Por ejemplo, disolventes orgánicos polares adecuados para su uso incluyen, pero no se limitan a los siguientes: alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, tales como etanol, isopropanol, metanol, y similares; y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono, tales como acetona, metil etil cetona, y similares. También se pueden usar mezclas de dos o más disolventes orgánicos polares.

20 Normalmente, los disolventes orgánicos polares actúan para coagular el caucho natural en el látex, mientras que los hidrocarburos actúan para solvatar el caucho natural. De esta manera, la relación de disolvente orgánico polar a disolvente de hidrocarburos en la composición del disolvente de separación influye en el estado o fase del caucho natural después del contacto del látex con la composición del disolvente de separación. Generalmente, a medida que se aumenta la fracción relativa de disolvente orgánico polar a disolvente de hidrocarburos, se coagula cada vez más el caucho natural para formar una masa semisólida o sólida. Por el contrario, a medida que se aumenta la fracción del disolvente de hidrocarburos, el caucho natural forma cada vez más un gel hinchado o líquido viscoso, a medida que el caucho natural se solvata cada vez más por el hidrocarburo. Generalmente, se prefiere ajustar la relación de tal modo que se obtenga un gel hinchado o fase líquida viscosa del caucho natural en el látex después de que se ha puesto en contacto con la composición de disolventes de separación. Preferiblemente, el al menos único disolvente de hidrocarburos está presente en una cantidad entre 5% y 60% en peso y el al menos único disolvente orgánico polar está presente en una cantidad entre 95% y 40% en peso, basado en el peso total de la composición de disolventes de separación. Opcionalmente, el al menos único disolvente de hidrocarburos está presente en una cantidad entre 5% y 25% en peso y el al menos único disolvente orgánico polar está presente en una cantidad entre 75% y 95% en peso, basado en el peso total de la composición del disolvente de separación.

25 La cantidad de composición de disolventes de separación usada para poner en contacto el látex de caucho natural acuoso puede variar y es generalmente una cantidad suficiente para separar al menos el 75% del caucho natural del agua, y preferiblemente para reducir el contenido de extraíbles del caucho natural que se recupera del látex de caucho natural acuoso. Por ejemplo, en una realización, la relación en peso de composición de disolventes de separación a látex es 100 a 1, respectivamente. En otra realización, la relación es 20 a 1. Y en otra realización, la relación es 10 a 1. Además, en ciertas realizaciones, se pueden usar múltiples etapas de poner en contacto el látex de caucho natural acuoso con una composición de disolventes de separación con el fin de reducir aún más el contenido de extraíbles del caucho natural que se recupera del látex de caucho natural acuoso.

30 Generalmente, se puede usar cualquier método de poner en contacto el látex de caucho natural acuoso con la composición de disolventes de separación conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a cualquier sistema de contacto líquido-líquido a contracorriente en continuo (tales como disposiciones mezclador-sedimentador y columna) y cualquier sistema de tipo discontinuo.

35 Después de que se haya puesto en contacto el látex de caucho natural acuoso con la disolución de disolventes de separación y se haya formado una disolución que tiene una fase de caucho viscoso que contiene caucho natural y una cantidad reducida de extraíbles, se aísla la fase de caucho viscoso a partir de una o más fases que se pueden haber formado usando cualquier método adecuado conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a decantar la única o más fases de la fase de caucho viscoso. Una vez aislada, la fase de caucho viscoso se seca para crear un caucho natural resultante que contiene una cantidad de extraíbles del 5% en peso o menos. En ciertas realizaciones, la cantidad de extraíbles en el caucho natural seco resultante es 1% en peso o menos.

Generalmente, se puede usar cualquier método de secado de la fase de caucho viscoso conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a la aplicación de calor y vacío. Generalmente, el caucho natural resultante se seca hasta que contiene menos de 1% en peso de disolvente. En ciertas realizaciones, la cantidad de cualquier disolvente en el caucho natural seco resultante es menor que 0,1% en peso.

- 5 Tras el secado de la fase viscosa se obtiene un caucho natural resultante que es sólido y que puede estar listo para su posterior procesamiento, tal como vulcanización.

Opcionalmente, antes de secar la fase de caucho viscoso, ésta se pone en contacto con al menos una composición de disolventes de extracción que comprende al menos un disolvente orgánico polar. Generalmente, se puede usar cualquier disolvente orgánico polar siempre y cuando éste solvate de manera preferente a los extraíbles que no son caucho en el caucho natural. Como se discutió previamente, los extraíbles son cualquier entidad química que no es caucho y de origen natural que está presente en el caucho, que incluye pero no se limita a resinas (tales como terpenos), ácidos grasos, proteínas, y materiales inorgánicos. Disolventes orgánicos polares adecuados para su uso incluyen, pero no se limitan a los siguientes: alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, tales como etanol, isopropanol, metanol, y similares; y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono, tales como acetona, metil-etil-cetona, y similares. También se pueden usar mezclas de dos o más disolventes orgánicos polares. En una realización particular, la composición de disolventes de extracción comprende acetona.

Dado que los disolventes orgánicos polares tienden a solvatar de manera preferente a los extraíbles que no son caucho y que están presentes en el caucho natural, una composición de disolventes de extracción que se pone en contacto con el caucho natural solvata, o extrae, una parte de los extraíbles que no son de caucho. Existen y se conocen por los expertos en la técnica un número de métodos para poner en contacto la fase de caucho viscoso con la composición de disolventes de extracción, en la presente memoria se puede usar cualquiera de ellos, que incluyen, pero no se limitan a cualquier sistema de extracción a contracorriente en continuo (tal como disposiciones de mezclador-sedimentador y columna) y cualquier sistema de tipo discontinuo.

El caucho natural ("caucho") comprende cis-poliisopreno y, tal como se usa en la presente memoria, también incluye trans-poliisopreno y las mezclas de los dos. Un número de diferentes plantas producen caucho natural en la forma de savia que contiene el caucho natural en suspensión acuosa. En ciertas plantas, tales como *Hevea brasiliensis* (árboles de Hevea), *Ficus elastica* (árbol del caucho de la India), y *Cryptostegia grandiflora* (lianas de Madagascar), la savia que contiene el caucho fluye libremente y se recupera simplemente mediante incisión en la planta. En otras plantas ("plantas que no son Hevea") la savia que contiene el caucho no es tan accesible, ya que la savia está almacenada en las células individuales contenidas dentro de las raíces o tallos, y cuyas células se deben romper por medios físicos o de otro tipo. Tales plantas incluyen, pero no se limitan a *Parthenium argentatum* (arbuto de Guayule), *Taraxacum Kok-saghyz* (diente de león ruso), *Euphorbia lathyris* (tártago), *Parthenium incanum* (mariola), *Chrysothamnus nauseosus* (chamisa), *Pedilanthus macrocarpus* (candiilla), *Asclepias syriaca*, *speciosa*, *subulata*, et al (asclepias), *Solidago altissima*, *graminifolia rigida*, et al (vara de oro), *Cacalia atriplicifolia* (llantén indio), *Pycnanthemum incanum* (menta de la montaña), *Teucreum canadense* (germandina americana) y *Campanula Americana* (campánula). Se conocen muchas otras plantas que producen caucho e hidrocarburos similares al caucho, sobre todo entre las familias de *Compositae*, *Euphorbiaceae*, *Campanulaceae*, *Labiatae* y *Moracea*. Se pueden usar mezclas.

En ciertas realizaciones, los procesos que se describen en la presente memoria para recuperar el caucho a partir de un látex de caucho natural acuoso se llevan a cabo usando una savia que contiene el caucho que se ha cosechado o recogido de una planta que no es Hevea. En otras palabras, en aquellas realizaciones en donde la savia que contiene el caucho no se ha cosechado o recogido de un árbol Hevea, de un árbol de caucho de la India o de una liana de Madagascar. Preferiblemente, la savia que contiene el caucho se ha cosechado o recogido de un arbusto de Guayule.

El látex de caucho natural acuoso que se usa en los procesos descritos en esta memoria puede haber resultado de poner en contacto la savia que contiene el caucho con diversos disolventes y otros aditivos y/o procesar de otra manera la savia que contiene el caucho que se ha cosechado o recogido a partir de una fuente natural. Aditivos que se usan a menudo incluyen, pero no se limitan a, diversos disolventes, agentes surfactantes, y agentes tensoactivos. La savia que contiene el caucho contiene típicamente extraíbles que no son caucho, que varían en tipo y cantidad dependiendo de la fuente. El material vegetal lignocelulósico (material que comprende las células estructurales de las plantas leñosas) también se ha eliminado típicamente por métodos físicos, tales como filtración de modo que el látex de caucho natural acuoso usado en los procesos descritos en esta memoria está esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico. Por esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico se entiende que se ha eliminado la mayoría de este tipo de material, preferiblemente se ha eliminado al menos 95% de dicho material, y aún más preferiblemente se ha eliminado al menos 99% de dicho material.

El caucho típicamente se reticula, o vulcaniza, con el fin de hacer productos útiles. Sin ánimo de apoyarse en teoría alguna, se cree que los extraíbles pueden afectar de forma adversa al proceso de vulcanización y/o a las propiedades físicas de los productos vulcanizados. En los procesos descritos en la presente memoria, el caucho natural (ya sea coagulado o en una fase viscosa) se puede poner en contacto cualquier número de veces usando una composición de disolventes de extracción con el fin de reducir la cantidad de extraíbles contenidos en el caucho,

y a partir de entonces secarlo para crear un caucho natural resultante con una cantidad reducida de extraíbles. En una realización, el contenido de extraíbles del caucho natural resultante se reduce a una cantidad de 5% en peso o menos (basado en el peso del caucho natural resultante). Y en otra realización, el contenido de extraíbles en el caucho natural resultante es 2% en peso o menos. Y en otra realización, el contenido de extraíbles en el caucho natural resultante es 1% en peso o menos.

Otra realización del proceso para recuperar caucho a partir de un látex de caucho natural acuoso que contiene caucho natural, agua, extraíbles, y uno o más aditivos, y que está esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico comprende las etapas de: poner en contacto el látex con una primera disolución de tratamiento con lo cual coagula al menos el 75% del caucho natural y se forma una mezcla que contiene caucho natural coagulado, agua, y extraíbles; recoger el caucho natural coagulado; poner en contacto el caucho natural coagulado con una segunda disolución de tratamiento que comprende al menos un disolvente orgánico polar con el fin de solvatar de manera preferente los extraíbles; y secar el caucho natural coagulado para crear un caucho natural resultante en donde la cantidad de extraíbles es 5% en peso o menos.

Para la primera disolución de tratamiento se pueden usar varios disolventes y productos químicos, en diversas combinaciones. Más específicamente, la primera disolución de tratamiento puede comprender cualquier disolución capaz de coagular al menos el 75% del caucho natural en el látex de caucho natural acuoso. En una realización, la primera disolución de tratamiento comprende un ácido orgánico, un ácido mineral, una sal de cualquiera de los dos y combinaciones de los mismos. Un ácido orgánico es generalmente cualquier ácido con una cadena principal de átomos de carbono, que a menudo contiene un grupo carboxilo, que incluye pero no se limita a cualquier ácido carboxílico. Un ácido mineral es generalmente un ácido derivado de uno o más compuestos inorgánicos que no contienen ningún átomo de carbono, que incluye pero no se limita a ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y ácido nítrico. Preferiblemente, la primera disolución de tratamiento comprende ácido acético, ácido fórmico, ácido sulfúrico, sulfato de aluminio acuoso, cloruro de calcio acuoso, y mezclas de los mismos. En una realización, la primera disolución de tratamiento comprende un ácido orgánico, un ácido mineral, una sal de cualquiera de los dos, y combinaciones de los mismos, y la cantidad de extraíbles en el caucho natural resultante es 5% en peso o menos, preferiblemente 2% en peso o menos y aún más preferiblemente 1% en peso o menos.

En otra realización, la primera disolución de tratamiento comprende al menos un disolvente orgánico polar. Disolventes orgánicos polares adecuados para su uso incluyen, pero no se limitan a los siguientes: alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, tales como etanol, isopropanol, metanol, y similares; y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono, tales como acetona, metil-etil- cetona, y similares. También se pueden usar mezclas de dos o más disolventes orgánicos polares. En una realización, la primera disolución de tratamiento comprende al menos un disolvente orgánico polar y la cantidad de extraíbles en el caucho natural resultante es 5% en peso o menos, preferiblemente 2% en peso o menos y aún más preferiblemente 1% en peso o menos.

Generalmente, se puede usar cualquier método de poner en contacto el látex de caucho natural acuoso con la primera disolución de tratamiento, conocido para los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a cualquier sistema de contacto líquido-líquido a contracorriente en continuo (tal como disposiciones mezclador-sedimentador y columna) y cualquier sistema de tipo discontinuo.

Después de que el látex de caucho natural acuoso se pone en contacto con una primera disolución de tratamiento y se forma una mezcla que contiene caucho natural coagulado, agua y extraíbles, se recoge el caucho natural coagulado. El caucho natural coagulado se recoge por cualquier método adecuado, que incluye pero no se limita a, centrifugación, filtración, y separación de fases. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, puede dar como resultado una fase de tipo viscoso que contiene el caucho natural, junto con una o más fases líquidas. La fase de caucho viscoso se puede separar por varios métodos dentro del conocimiento de un experto en la técnica, que incluye, pero no se limita a, decantar la fase o fases líquidas de la fase de caucho viscoso. Opcionalmente, el caucho natural coagulado recogido se puede enjuagar con una o más porciones de agua.

Después de que se ha recogido el caucho natural coagulado, éste se pone en contacto con una segunda disolución de tratamiento que comprende al menos un disolvente orgánico polar. La segunda disolución de tratamiento puede comprender generalmente cualquier disolvente polar orgánico a condición de que solvate de manera preferente los extraíbles que no son caucho en el caucho natural. Disolventes orgánicos polares adecuados para su uso incluyen, pero no se limitan a los siguientes: alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, tales como etanol, isopropanol, metanol, y similares; y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono, tales como acetona, metil-etil- cetona, y similares. También se pueden usar mezclas de dos o más disolventes orgánicos polares. La segunda disolución de tratamiento puede ser la misma o diferente de la primera disolución de tratamiento. La segunda disolución de tratamiento también puede comprender, además del al menos único disolvente orgánico polar, al menos un disolvente de hidrocarburos.

Antes de poner en contacto el caucho natural coagulado con la segunda disolución de tratamiento, puede ser ventajoso en algunas realizaciones reducir el tamaño del caucho coagulado mediante, por ejemplo, trituración o corte del caucho en piezas. Generalmente, se puede usar cualquier método de poner en contacto el caucho natural coagulado con la segunda disolución de tratamiento conocido para los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a cualquier sistema de contacto líquido-líquido a contracorriente en continuo (tales como disposiciones

mezclador-sedimentador y columna) y cualquier sistema de tipo discontinuo. Adicionalmente, se contempla explícitamente que en ciertas realizaciones el caucho natural coagulado se pueda poner en contacto con la segunda disolución de tratamiento antes de recoger el caucho natural coagulado.

5 Después de que el caucho natural coagulado se pone en contacto con una segunda disolución de tratamiento, éste se seca para crear un caucho natural resultante con una cantidad de extraíbles de 5% en peso o menos (basado en el peso del caucho natural resultante seco). Generalmente, se puede usar cualquier método de secado del caucho natural coagulado conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a la aplicación de calor y vacío. Generalmente, el caucho natural resultante se seca hasta que contiene menos de 1% en peso de disolvente. En ciertas realizaciones, la cantidad de cualquier disolvente en el caucho natural seco resultante es menor que 0,1% en peso.

El caucho natural resultante que se crea cuando se seca el caucho natural coagulado contiene una cantidad de extraíbles de 5% en peso o menos, basado en el peso del caucho natural seco. En ciertas realizaciones, la cantidad de extraíbles en el caucho natural seco resultante es 2% en peso o menos, o 1% en peso o menos.

15 Opcionalmente, antes de que se seque el caucho natural coagulado, en ciertas realizaciones la mezcla que resulta de poner en contacto el látex natural coagulado con un segundo tratamiento se puede separar en una o más fases. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, puede dar como resultado una fase de tipo viscoso que contiene el caucho natural junto con una o más fases líquidas. La fase de caucho viscoso se puede separar por varios métodos dentro del conocimiento de un experto en la técnica, que incluye, pero no se limita a, decantar la fase o fases líquidas de la fase de caucho viscoso.

20 La presencia de una cantidad de negro de carbón en el caucho natural coagulado puede aumentar la cantidad de extraíbles que se solvatan, o se extraen, del caucho natural por un disolvente de extracción (por ejemplo, una composición de disolventes de separación, una primera disolución de tratamiento, o una segunda disolución de tratamiento), tal como un disolvente orgánico polar. Sin ánimo de apoyarse en una teoría en particular, se cree que la presencia del negro de carbón aumenta la porosidad en el caucho natural coagulado, y de ese modo permite que un disolvente de extracción penetre en el caucho natural coagulado y se ponga en contacto con un área superficial relativamente grande del caucho.

25 En una realización de los procesos descritos en la presente memoria, el negro de carbón se añade opcionalmente al látex de caucho natural acuoso antes de poner en contacto el látex con una primera disolución de tratamiento. El negro de carbón se añade en una cantidad entre 0,5% y 6% en peso basado en el peso del caucho natural seco resultante. Generalmente, el negro de carbón se puede añadir al látex de caucho natural acuoso por cualquier método conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a crear una dispersión o suspensión acuosa de negro de carbón y posteriormente combinar la dispersión o suspensión acuosa con el látex de caucho natural.

35 En otra realización, el negro de carbón se añade opcionalmente al látex natural coagulado antes de poner en contacto el caucho natural coagulado con una segunda disolución de tratamiento. El negro de carbón se añade en una cantidad entre 0,5% y 6% en peso basado en el peso del caucho natural seco resultante. Generalmente, el negro de carbón se puede añadir al caucho natural coagulado por cualquier método conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a crear una dispersión o suspensión acuosa de negro de carbón y posteriormente combinar la dispersión o suspensión con el caucho natural coagulado acompañado de amasado, mezcla, u otro mecanismo físico para forzar la dispersión o suspensión dentro del caucho natural coagulado.

40 En una realización particular, el negro de carbón se añade ya sea al látex acuoso de caucho natural o al caucho natural coagulado (o a ambos), y las primera y segunda disoluciones de tratamiento consisten esencialmente en acetona.

45 Y en otra realización del proceso para recuperar caucho a partir de un látex de caucho natural acuoso que contiene caucho natural, agua, extraíbles, y uno o más aditivos, y que está esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico comprende las etapas de: congelar el látex, con lo cual coagula al menos el 75% del caucho natural y se forma una mezcla que contiene caucho natural coagulado, agua, y extraíbles; descongelar la mezcla; recoger el caucho natural coagulado; poner en contacto el caucho natural coagulado con una disolución de extracción que comprende al menos un disolvente polar orgánico con el fin de solvatar de manera preferente los extraíbles; y secar el caucho natural coagulado para crear un caucho natural resultante en donde la cantidad de extraíbles es 5% en peso o menos.

55 En una primera etapa, se congela el látex de caucho natural acuoso para crear una mezcla que contiene caucho natural, agua y extraíbles. Generalmente, al congelar un látex de caucho natural acuoso se efectúa la coagulación de la suspensión del caucho natural, y típicamente es adecuado cualquier método para congelar una disolución acuosa para los procesos descritos en la presente memoria. Tales métodos de congelación incluyen, pero no se limitan a: proporcionar una atmósfera de sub-congelación al látex y/o proporcionar elementos de enfriamiento (tales como aletas, placas, tubos o rodillos de paredes ralladas) al látex. La congelación del caucho natural acuosos procede hasta que éste está completamente congelado o hasta que se ha coagulado al menos el 75% del caucho

natural, con lo que se obtiene una mezcla que contiene caucho natural coagulado, agua (completamente o parcialmente congelada), y extraíbles. En este punto del proceso se observa que los materiales extraíbles pueden estar presentes tanto en el caucho natural coagulado como en el agua.

5 Después de que se ha congelado el látex de caucho natural acuoso, total o parcialmente, se descongela la mezcla congelada. Generalmente, la descongelación se puede realizar por cualquier método adecuado conocido por un experto normal en la técnica, que incluye, pero no se limita a exponer la mezcla congelada a la atmósfera ambiente, poner en contacto la mezcla congelada con un elemento o elementos de calentamiento, y colocar la mezcla congelada en un horno (con o sin vacío).

10 Después de que se descongela la mezcla congelada, se recoge el caucho natural coagulado. Generalmente, se puede usar cualquier método adecuado para recoger el caucho natural coagulado en un medio acuoso conocido por un experto habituado en la técnica, que incluye, pero no se limita a, centrifugación, flotación, y filtración.

15 Después de que se ha recogido el caucho natural coagulado, éste se pone en contacto con una disolución de extracción que comprende al menos un disolvente orgánico polar. La disolución de extracción puede comprender generalmente cualquier disolvente polar orgánico a condición de que solvate de manera preferente extraíbles que no son caucho en el caucho natural. Disolventes orgánicos polares adecuados para su uso incluyen, pero no se limitan a los siguientes: alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, tales como etanol, isopropanol, metanol, y similares; y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono, tales como acetona, metil-etil- cetona, y similares. También se pueden usar mezclas de dos o más disolventes orgánicos polares. La disolución de extracción también puede comprender, además del al menos único disolvente orgánico polar, al menos un disolvente de hidrocarburos.

20 Antes de poner en contacto el caucho natural coagulado con la disolución de extracción, puede ser ventajoso en algunas realizaciones reducir el tamaño del caucho coagulado mediante, por ejemplo, trituración o corte del caucho en piezas. Generalmente, se puede usar cualquier método para poner en contacto el caucho natural coagulado con la disolución de extracción conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a cualquier sistema de contacto líquido-líquido a contracorriente en continuo (tales como disposiciones mezclador-sedimentador y columna) y cualquier sistema de tipo discontinuo. Adicionalmente, se contempla explícitamente que en ciertas realizaciones el caucho natural coagulado se pueda poner en contacto con la disolución de extracción antes de recoger el caucho natural coagulado.

30 Después de que se pone en contacto el caucho natural coagulado con la disolución de extracción, éste se seca para crear un caucho natural resultante con una cantidad de extraíbles de 5% en peso o menos (basado en el peso del caucho natural seco resultante). Generalmente, se puede usar cualquier método para secar el caucho natural coagulado conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a la aplicación de calor y vacío. Generalmente, el caucho natural resultante se seca hasta que contiene menos de 1% de disolvente en peso. En ciertas realizaciones, la cantidad de cualquier disolvente en el caucho natural seco resultante es menor que 0,1% en peso.

35 El caucho natural resultante que se crea cuando se seca el caucho natural coagulado contiene una cantidad de extraíbles de 5% en peso o menos, basado en el peso del caucho natural seco. En ciertas realizaciones, la cantidad de extraíbles en el caucho natural seco resultante es 2% en peso o menos, o 1% en peso o menos.

40 Opcionalmente, antes de que se seque el caucho natural coagulado, en ciertas realizaciones la mezcla que resulta de poner en contacto el látex natural coagulado con la disolución de extracción se puede separar en una o más fases. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, puede resultar una fase de tipo viscoso que contiene el caucho natural, junto con una o más fases líquidas. La fase de caucho viscoso se puede separar por varios métodos dentro del conocimiento de un experto en la técnica, que incluye, pero no se limita a, decantar la fase o fases líquidas procedentes de la fase de caucho viscoso.

45 La presencia de una cantidad de negro de carbón en el caucho natural coagulado puede aumentar la cantidad de extraíbles que se solvatan, o extraen, del caucho natural por un disolvente de extracción, tal como un disolvente orgánico polar. En una realización de los procesos descritos en la presente memoria, el negro de carbón se añade opcionalmente al látex de caucho natural acuoso antes de congelar el látex. El negro de carbón se añade en una cantidad entre 0,5% y 6% en peso basado en el peso del caucho natural seco resultante. Generalmente, el negro de carbón se puede añadir al látex de caucho natural acuoso por cualquier método conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a crear una dispersión o suspensión acuosa de negro de carbón y posteriormente combinar la dispersión o suspensión con el látex de caucho natural acuoso.

50 En otra realización, se añade opcionalmente el negro de carbón al látex natural coagulado antes de poner en contacto el caucho natural coagulado con la disolución de extracción. El negro de carbón se añade en una cantidad entre 0,5% y 6% en peso basado en el peso del caucho natural seco resultante. Generalmente, el negro de carbón se puede añadir al caucho natural coagulado por cualquier método conocido por los expertos en la técnica, que incluye pero no se limita a, crear una dispersión o suspensión acuosa de negro de carbón y posteriormente combinar la dispersión o suspensión con el caucho natural coagulado acompañado por amasado, mezcla, u otro mecanismo físico para forzar la dispersión o suspensión dentro del caucho natural coagulado. En una realización particular, se

añade el negro de carbón ya sea al látex de caucho natural acuoso o al caucho natural coagulado (o a ambos), y la disolución de extracción consiste esencialmente en acetona.

La invención se entenderá más fácilmente con referencia a los siguientes ejemplos. Por supuesto, existes otras muchas realizaciones o ilustraciones que se harán evidentes para un experto en la técnica, y que en consecuencia se reconocerá que estos ejemplos se dan con el único propósito de ilustración, y no deberán interpretarse como limitantes del alcance de esta invención en modo alguno.

5

Ejemplos

Se usaron los siguientes procedimientos de prueba para realizar varios de los ejemplos, como se indica a continuación.

- 10 (a) Determinación de la cantidad de extraíbles – norma ASTM D297, Sección 18, modificada para permitir el uso de un aparato de extracción Soxhlet estándar, con acetona.
- (b) Prueba con micro probetas - ASTM D412.
- (c) Formulación de prueba de caucho natural estándar - véase la Tabla 1

Tabla 1	
Ingrediente	Partes por 100 de caucho
Caucho	100
Negro de carbón N339	50
Ácido Esteárico	2
Antioxidante (&PPD) ¹	1
Óxido de Cinc	3
Acelerante ²	0,8
<u>Azufre</u>	<u>1,3</u>
Total	158,1

¹ El antioxidante es SANTOFLEX 6PPD que es N-(1,3-dimetilbutil)-N'-fenil-p-fenilendiamina, producida y vendida por FLEXSYS, Akron, Ohio

² El acelerante es N-terc-butil-2-benzotiazol sulfenamida (TBBS)

- 15 La preparación de las formulaciones de caucho natural (NR, del inglés natural rubber) conlleva mezclar los componentes mostrados en la tabla mediante el uso de un mezclador Brabender, y luego moldear las hojas con un espesor de aproximadamente 2 mm, seguido por curado bajo presión a 145 °C durante 30 minutos.

Ejemplo 1

- 20 Una muestra de 149,03 gramos de un látex de caucho natural acuoso comercializado por Yulex Corp. y con aproximadamente 48,9% de sólidos totales procedente de arbusto de Guayule (aproximadamente 40,7% de caucho purificado) se diluyó con 3 litros de una composición 50/50 (en volumen) de acetona e isómeros de hexano mezclados durante aproximadamente 30 minutos. Esto dio lugar a la formación de una fase de caucho viscoso y dos fases líquidas.

- 25 Se decantaron las fases líquidas. La fase sólida se apretó para eliminar las bolsas de líquido atrapadas en el caucho mojado. El caucho apretado se cortó en trozos pequeños, y se mezcló con otros 3 litros de una composición fresca que comprendía 50/50 (en volumen) de acetona e isómeros de hexano mezclados, durante otros 30 minutos. Se decantó el líquido resultante, y se apretó el caucho sólido resultante. El caucho sólido apretado se secó a vacío para eliminar todo el disolvente presente. El peso del caucho seco fue de 60,06 gramos. Mediante cálculo, se determina que la coagulación del látex de caucho con la composición 50/50 (en volumen) de acetona/hexano, produjo 60,06 gramos de caucho, lo que indica que se eliminaron 12,82 gramos de extraíbles. El cálculo se realiza como sigue:

- 30 $0,489 \times 149,03 = 72,88$ gramos de sólidos en la muestra de látex;

$$72,88 \text{ gramos de sólidos} - 60,06 \text{ gramos de caucho} = 12,82 \text{ gramos de extraíbles eliminados.}$$

- 35 Con el fin de determinar la cantidad de extraíbles restantes en el caucho seco, se sometió a una pequeña muestra del caucho seco a una extracción Soxhlet, con acetona. Como resultado, se obtuvo un 0,90% en peso adicional de extraíbles, basado en el peso del caucho seco, lo que indicaba que el caucho seco contenía 0,90% en peso de extraíbles.

El caucho seco se disolvió en hexano para formar una disolución uniforme. Se añadió una parte por 100 partes de caucho (en peso) del antioxidante Santoflex 134, producido y vendido por Flexsys Rubber Chemicals, Akron, Ohio, y se amasó en la disolución de caucho. Después se eliminó el disolvente mediante secado al vacío.

- 5 El caucho estabilizado y seco resultante, identificado como Muestra 1, luego se colocó en un horno de aire forzado a 60 °C para la evaluación de la estabilidad en almacenamiento. Se midieron las viscosidades Mooney antes y después del envejecimiento en el horno como se muestra en la Tabla 2A mostrada a continuación.

Tabla 2A		
Muestra 1	Antes de Envejecimiento	Después de 7 Días
ML (1+4)	95,1	94,7

- 10 El producto de caucho estabilizado y seco resultante se evaluó adicionalmente formulando el producto de caucho seco según la receta de prueba del caucho natural estándar descrita en la presente memoria. Los datos de la prueba para el producto de caucho seco formulado del Ejemplo 1, identificado como Muestra 1A, se enumeran con los datos del caucho natural de Hevea disponible comercialmente, identificado como Hevea #1, en la siguiente Tabla 2B para propósitos de comparación.

Tabla 2B		
Tracción de micro-probeta a 23 C	Muestra 1A	Hevea #1
Tensión Máxima (MPa)	32,5	31,5
100% (MPa)	3,0	3,3
200% (MPa)	9,8	10,2
300% (MPa)	18,0	19,6
Alargamiento a la rotura (%)	497	448,9
Tenacidad	71,7	61,6
Tracción de micro-probeta a 100 C	Muestra 1A	Hevea #1
Tensión Máxima (MPa)	21,5	21,8
100% (MPa)	2,5	2,6
200% (MPa)	6,3	6,5
300% (MPa)	11,0	11,7
Alargamiento a la rotura (%)	662	513,6
Tenacidad	76,5	51,4

También, para propósitos comparativos, se realizó la Cromatografía de Permeación en Gel (GPC, del inglés gel permeation chromatography) sobre la Muestra 1, con los siguientes resultados: Mn = 464.141; Mw = 1.288.439; Mw/Mn = 2,78.

- 15 A partir de los datos de la Tabla 2B, se observa que el producto de caucho obtenido en el Ejemplo 1 se compara muy favorablemente en comportamiento con el caucho natural de Hevea disponible comercialmente (Hevea #1).

Ejemplo 2

El Ejemplo 2 usa ácido fórmico en la coagulación del látex de caucho natural, en lugar de la composición de disolvente de hidrocarburos y disolvente orgánico polar, como en el Ejemplo 1.

- 20 Una muestra de 200 gramos de un látex de caucho natural acuoso comercializado por Yulex Corp. y con aproximadamente 50% de sólidos totales (aproximadamente 41% de caucho purificado) se diluyó añadiendo 90 gramos de agua destilada, lo que resultó en una mezcla con un pH de 8,0. Al látex de caucho natural se añadieron 25 gramos de una disolución de ácido fórmico al 5% en agua, y se agitó la mezcla resultante durante aproximadamente 1 hora, para completar la coagulación del caucho. En este punto, el pH era entre 5 y 6. La muestra de caucho luego se secó al vacío, para eliminar el agua residual.
- 25

- Con el fin de determinar la cantidad de extraíbles restantes en el caucho seco, una pequeña muestra del producto de caucho secó preparado en este ejemplo se sometió luego a una extracción Soxhlet usando acetona. La extracción Soxhlet reveló que el caucho seco contenía 11% de extraíbles por acetona, lo que indicaba que el polímero seco contenía 11% en peso de extraíbles. Esto demuestra que el proceso del Ejemplo 2 no es tan eficaz como el proceso del Ejemplo 1 en eliminar o reducir las impurezas extraíbles con acetona procedentes del producto de caucho seco.
- 30

Cuando se evaluó según la receta de prueba del caucho estándar, indicada anteriormente, se hace evidente que el grado al que se extraen los extraíbles con acetona a partir del producto de caucho seco obtenido a partir del látex de

caucho natural es un factor importante en la producción un producto con propiedades comparables al caucho natural Hevea. En la Tabla 3 mostrada a continuación, el producto de caucho seco del Ejemplo 2 se identifica como Muestra 2A, y el caucho natural de Hevea se identifica como Hevea #1.

Tabla 3		
Tracción de micro-probeta a 23 C	Muestra 2A	Hevea #1
Tensión Máxima (MPa)	17,1	31,5
100% (MPa)	1,3	3,3
200% (MPa)	2,8	10,2
300% (MPa)	5,3	19,6
Alargamiento a la rotura (%)	679	448,9
Tenacidad	49,3	61,6
Tracción de micro-probeta a 100 C	Muestra 2A	Hevea #1
Tensión Máxima (MPa)	13,4	21,8
100% (MPa)	1,1	2,6
200% (MPa)	2,1	6,5
300% (MPa)	3,4	11,7
Alargamiento a la rotura (%)	929	513,6
Tenacidad	56,9	51,4

5 También, para propósitos comparativos, se realizó la GPC sobre la Muestra 2A, antes de formular la composición según la receta de la prueba estándar, con los siguientes resultados: Mn = 372.718; Mw = 876.516; Mw/Mn = 2,35.

A partir de los datos anteriores, es evidente que los valores obtenidos para el producto de caucho natural de este ejemplo son, generalmente, inferiores a los valores obtenidos para el caucho natural de Hevea, y sería difícil concluir que las dos muestras, Muestra 2 y Hevea #1, son comparables.

Ejemplo 3

10 Una muestra de 67,6 gramos de un látex de caucho natural acuoso comercializado por Yulex Corp. y con aproximadamente 48,9% de sólidos totales procedente de arbusto de Guayule se diluyó mediante la adición de agua destilada a un peso total de 338 gramos, para un contenido de sólidos total aproximado de 10%.

15 Con fuerte agitación, el látex diluido se añadió lentamente a una mezcla de 203,2 gramos de hexano y 812,8 gramos de acetona. Cuando se detuvo la agitación, la mezcla se separó en 10 minutos para formar tres fases distintas. Después de decantar las fases líquidas superior e inferior muy fluidas, se recuperó la fase intermedia (una fase viscosa).

La fase viscosa luego se mezcló con fuerte agitación con 457 gramos de hexano y 457 gramos de acetona. Después de la agitación, la mezcla se separó rápidamente en dos fases. Se decantó la fase superior, muy fluida y la fase viscosa inferior se secó a vacío hasta peso constante.

20 El peso final del producto seco, identificado como Muestra 3, pesó 23,66 gramos. Después de dejar en reposo para el pesaje de las diversas muestras retiradas durante el proceso, se encontró que el peso total de caucho en el látex original era 28,80 gramos, indicando un contenido en caucho purificado en el látex original, no diluido de 42,6%.

25 Con el fin de determinar la cantidad de extraíbles en el producto final seco, se extrajo una muestra del caucho final mediante el procedimiento Soxhlet con acetona, y se encontró que contenía 2,31% en peso de extraíbles con acetona, indicando que el caucho final contenía 2,31% en peso de extraíbles.

Se estabilizó una segunda pequeña muestra del caucho final con aproximadamente 1 parte de Santoflex 134 por 100 partes de caucho, se analizó por GPC y se encontró que tenía los siguientes parámetros: Mn = 482.888; Mw = 1211.165; Mw/Mn = 2,51.

30 Por comparación con los resultados de GPC y de % de extraíbles con acetona para el caucho preparado en el Ejemplo 1, es razonable predecir resultados favorables de la resistencia a la tracción combinada en comparación con el control Hevea #1.

Ejemplo 4

Una muestra de 12,5 gramos del mismo látex de caucho natural acuoso como el usado en el Ejemplo 3 se diluyó con agua destilada hasta un peso total de 625 gramos, para un contenido total de sólidos aproximado de 1%.

Con fuerte agitación, el látex diluido se añadió lentamente a una mezcla de 165,25 gramos de hexano y 1652,65 gramos de acetona. Cuando se detuvo la agitación, la mezcla se separó en 10 minutos para formar tres fases distintas. Después de decantar las fases superior e inferior muy fluidas, se recuperó la fase intermedia (un líquido viscoso).

- 5 La fase viscosa luego se mezcló con fuerte agitación con 90,63 gramos de hexano y 90,63 gramos de acetona. Después de la agitación, la mezcla se separó rápidamente en dos fases. Se decantó la fase superior, muy fluida y la fase viscosa inferior se secó a vacío hasta peso constante.

El peso final del producto seco pesó 4,93 gramos, indicando un contenido en caucho purificado en el látex original, no diluido de 39,4%.

- 10 Con el fin de determinar la cantidad de extraíbles en el producto final seco, se extrajo una muestra del caucho final mediante el procedimiento de extracción Soxhlet con acetona, y se encontró que contenía 1,52% en peso de extraíbles con acetona, indicando que el polímero seco contenía 1,52% en peso de extraíbles.

- 15 Se estabilizó una segunda muestra del caucho final con aproximadamente 1 parte de Santoflex 134 por 100 partes de caucho, y se analizó por GPC y se encontró que tenía los siguientes parámetros: $M_n = 445.776$; $M_w = 1.258.677$; $M_w/M_n = 2,82$.

Por comparación con los resultados de GPC y del % de extraíbles con acetona para el caucho preparado en el Ejemplo 1, es razonable predecir resultados favorables de la resistencia a la tracción combinada en comparación con el control Hevea #1.

Ejemplo 5

- 20 Se formó una suspensión de negro de carbón N339P, comercializado por Columbian Chemicals de Proctor, VW, al mezclar 10,5 gramos de negro de carbón con un volumen aproximadamente igual de agua destilada, varios gramos de pasta de oleato de potasio al 40%, y varios centímetros cúbicos de disolución acuosa de KOH 5% para elevar el pH a aproximadamente 8. Se agitó la mezcla hasta que se formó una suspensión espesa, libre de grumos.

- 25 La suspensión espesa se añadió a 166,67 gramos de un látex de caucho natural acuoso comercializado por Yulex Corp. y con aproximadamente 48,9% de sólidos totales procedente del arbusto de Guayule (aproximadamente 40,7% de caucho purificado) y se agitó para mezclar. No se observó sedimentación del negro de carbón, ni coagulación del caucho.

- 30 A continuación, se añadieron 3,9 ml de una emulsión de antioxidante al 40% en peso. La emulsión se preparó mezclando 50 gramos de cada uno de Santoflex 134 y de TNPP (fosfito de trisnionilfenilo) con 150 gramos de agua y 10 gramos de pasta de oleato del K al 40% en agua, añadiendo NaOH acuoso a pH = 10, seguido de mezcla en un mezclador Waring para formar una emulsión estable. Al usar esta formulación, la adición de 0,052 gramos de la emulsión por gramo de caucho proporciona 1 parte por cien de cada estabilizador.

A continuación, se colocaron 2.500 ml de una disolución acuosa de $Al_2(SO_4)_3$ al 5% ("la disolución de coagulante") en un mezclador Waring de 1-galón.

- 35 La mezcla de [látex de caucho natural acuoso + negro de carbón + emulsión de antioxidante] se vertió lentamente en la disolución del coagulante, con el mezclador ajustado a velocidad "baja", durante 10 segundos. Luego, se colocó una tapa en el mezclador y se elevó la velocidad a "media" durante 15 segundos adicionales.

La mezcla de coagulante resultante se vertió en una bandeja tamiz US estándar N° 70 y se enjuagó con agua del grifo. Algo de negro de humo no incorporado estaba presente en el agua de enjuague.

- 40 El caucho coagulado se colocó en una jarra de vidrio de 1 galón y se mezcló con aproximadamente 3 cuartos de agua del grifo, seguido por decantación del agua, y se repitió dos veces. Se observó poco o nada de negro de carbón libre en el último enjuague. El caucho coagulante no se apretó con el fin de mantener la máxima porosidad.

- 45 A continuación, el caucho coagulado húmedo se cortó en piezas de aproximadamente 2,54 cm (1 pulgada) y se colocó en un aparato de extracción Soxhlet con un filtro de extracción de celulosa Whatman 90x200 mm, un condensador, y un matraz de 3,000 ml. Luego, se añadieron al matraz 1.000 ml de acetona y se calentó a través de una manta de calefacción eléctrica a reflujo. Se dejó que la extracción continuara durante 21 horas. El polímero se mantuvo bastante poroso y se rompía fácilmente en pedazos discretos.

- 50 A continuación, se añadió una disolución de acetona que contenía 1 parte por cien de cada uno de Santoflex 134 y TNPP (suficiente para humedecer el caucho coagulado), y se amasó para forzar la disolución dentro de los poros del caucho coagulado.

El caucho coagulado luego se colocó en un horno de vacío a 50 °C durante 4,25 horas para eliminar la acetona restante. Luego, el caucho coagulado libre de acetona se colocó en un horno de aire forzado a 83 °C durante la

noche. La muestra se indica como Muestra 5. El peso total del caucho seco resultante y del negro de carbón fue 69,28 gramos.

El análisis termogravimétrico mostró que el caucho contenía 11,03 partes por cien partes de caucho de negro de carbón, y la extracción de acetona indicó la presencia de 3,5% en peso de extraíbles con acetona (basado en el peso del producto total [caucho + negro de carbón + extraíbles]). Al corregir por los antioxidantes añadidos, la mezcla contenía 1,54% en peso (3,5 - 1,96% en peso) de extraíbles con acetona.

A continuación se compuso el caucho usando la receta de prueba estándar referenciada anteriormente, pero con la adición de negro de carbón corregida para compensar el contenido de negro de carbón de la Muestra 5. En la Tabla 4 mostrada a continuación, el caucho compuesto se indica como Muestra 5A y caucho natural de Hevea se identifica como Hevea #1.

Tabla 4		
Tracción de micro probeta a 23 C	Muestra 5A	Hevea #1
Tensión Máxima (MPa)	29,9	31,5
100% (MPa)	2,9	3,3
200% (MPa)	8,8	10,2
300% (MPa)	16,8	19,6
Alargamiento a la rotura (%)	472	448,9
Tenacidad	60,3	61,6
Tracción de micro probeta a 100 C	Muestra 5A	Hevea #1
Tensión Máxima (MPa)	22,1	21,8
100% (MPa)	2,2	2,6
200% (MPa)	5,3	6,5
300% (MPa)	9,4	11,7
Alargamiento a la rotura (%)	714	513,6
Tenacidad	83,2	51,4

A partir de los datos de la Tabla 4, se observa que el producto de caucho obtenido en el Ejemplo 5 se compara favorablemente en comportamiento con el caucho natural de Hevea disponible comercialmente (Hevea #1).

Ejemplo 6

Este ejemplo demuestra que la acetona, por sí misma, coagulará un látex de caucho natural acuoso.

Una muestra de 77,6 gramos de un látex de caucho natural acuoso comercializado por Yulex Corp. y con aproximadamente 50% de sólidos totales se añadió lentamente, con buena mezcla, a 250 gramos de acetona. El caucho natural en el látex coaguló para formar una masa sólida.

Se espera que se necesario una extracción de la masa de caucho para reducir el contenido de extraíbles a un nivel suficiente, seguido por una etapa de secado para eliminar el disolvente de extracción residual del caucho. Se espera que la eficiencia de la extracción se pueda mejorar mediante la adición de negro de carbón.

Ejemplo 7

Una muestra de 88,4 gramos de un látex de caucho natural acuoso comercializado por Yulex Corp. y con 55% de sólidos se colocó en recipientes de aluminio a una altura de 1 cm, y se congeló a -30 °C en un congelador durante 30 minutos para crear un látex congelado. Se retiró el látex congelado del congelador y luego se sacó de los recipientes.

Después se fundió el látex congelado a temperatura ambiente, y se separó la masa coagulada del agua por filtración. El exceso de agua se eliminó aplicando una presión de 40 toneladas sobre el material coagulado durante varios segundos. La caucho resultante tenía una masa de 57,6 gramos. Se eliminaron otros 9,4 gramos de agua del caucho coagulado por el secador de tambor de vapor, lo que produjo 48,2 gramos de caucho coagulado libre de agua.

Una muestra de 31,2 gramos del caucho coagulado libre de agua se extrajo mediante el procedimiento Soxhlet con acetona durante 6 horas y se encontró que contenía 12,7% de extraíbles con acetona.

Se encontró que el peso final del caucho resultante seco era 27,17 gramos. Aunque no se midió la cantidad de extraíbles restantes en la muestra de 27,17 gramos del propio caucho seco, se cree que la cantidad de extraíbles restantes en la muestra era menor de 2%. En este ejemplo, la acetona usada en el procedimiento Soxhlet sirvió como la disolución de extracción.

El caucho seco resultante (es decir, los 27,17 gramos) se disolvió en hexano para formar una disolución uniforme. Se añadió una parte por cien de caucho (en peso) de antioxidante Santoflex 134 y se amasó en la disolución. Luego se eliminó el hexano mediante secado al vacío.

- 5 El caucho seco y estabilizado resultante luego se colocó en un horno de aire forzado a 60 °C para la evaluación de la estabilidad en almacenamiento. Se midieron las viscosidades Mooney antes y después del envejecimiento en el horno como se muestra en la Tabla 5 mostrada a continuación.

Tabla 5		
	Antes de Envejecimiento	Después de 7 Días
ML (1+4)	88,3	83,4
T x 80	26,48	25,84

A partir de los datos de la Tabla 5, se observa que el producto de caucho obtenido en el Ejemplo 7 se compara favorablemente en propiedades con el producto de caucho obtenido por otros procesos descritos en esta memoria.

Ejemplo 8

- 10 Una muestra de 2,2 gramos de negro de carbón N339P, comercializado por Columbian Chemicals de Proctor, WV, se añadió a 100,73 gramos de un látex de caucho natural acuoso comercializado por Yulex Corp. y con aproximadamente 51,1% de sólidos totales procedente del arbusto de Guayule. La mezcla se colocó en un rodillo durante 4 horas para conseguir una mezcla uniforme. La mezcla luego se colocó en recipientes de aluminio a una altura de 0,5 cm, y se congeló a -30 °C en un congelador durante 30 minutos para crear una mezcla congelada. Se retiró la mezcla congelada del congelador y luego se sacó del recipiente.

Después de la descongelación a temperatura ambiente, se separó la masa coagulada del agua por filtración. Se eliminó agua extra al aplicar una presión de 40 toneladas sobre el material coagulado durante varios segundos, seguido por secado al vacío.

- 20 Se extrajo el material coagulado seco cortándolo en trozos pequeños y empapándolo en 1,5 litros de acetona con agitación fuerte durante 2 horas. Después de decantar la acetona, el caucho resultante se secó al vacío. El peso final del caucho seco resultante (con negro de carbón), indicado aquí como Muestra 8, se encontró que era 53,66 gramos.

Una muestra de 1,32 gramos del caucho resultante seco se extrajo mediante el procedimiento Soxhlet con acetona y se encontró que contenía 1,52% de extraíbles con acetona.

- 25 Una parte de 50 gramos del caucho seco resultante se disolvió en hexano para formar una disolución uniforme. Se añadió una parte por cien de caucho (en peso) de antioxidante Santoflex 134 y se amasó en la disolución. Luego se eliminó el disolvente mediante secado al vacío.

- 30 La caucho estabilizado y seco resultante se evaluó adicionalmente al combinarlo con base en la receta de caucho natural estándar, como se describió anteriormente, con la excepción de que sólo se añadieron 48 partes de negro de carbón N339 por 100 partes de caucho para tener en cuenta para las 2 partes de negro carbono añadidas anteriormente. El producto de caucho seco se identifica en la Tabla 6, mostrada a continuación, como Muestra 8A, y se compara con un caucho de Hevea disponible comercialmente, identificado como Hevea #1.

Tabla 6		
Tracción de micro probeta a 23 C	Muestra 8A	Hevea #1
Tensión Máxima (MPa)	29,8	31,5
100% (MPa)	3,4	3,3
200% (MPa)	10,0	10,2
300% (MPa)	17,8	19,6
Alargamiento a la rotura (%)	472	448,9
Tenacidad	63,2	61,6
Tracción de micro probeta a 100 C	Muestra 8A	Hevea #1
Tensión Máxima (MPa)	15,3	21,8
100% (MPa)	2,4	2,6
200% (MPa)	5,9	6,5
300% (MPa)	10,1	11,7
Alargamiento a la rotura (%)	565	513,6
Tenacidad	50,3	51,4

A partir de los datos de la Tabla 6, se observa que el producto de caucho obtenido en el Ejemplo 8 se compara muy favorablemente en comportamiento con el caucho natural de Hevea disponible comercialmente.

5 Al nivel en que se usa el término "incluye" o "que incluye" en la especificación o las reivindicaciones, se pretende que éste sea inclusivo de una manera similar al término "que comprende" ya que este término se interpreta cuando se emplea como un palabra de transición en una reivindicación. Además, en el grado en que se emplea el término "o" (por ejemplo, A o B) se pretende significar que "A o B o ambos". Cuando los solicitantes tienen la intención de indicar "sólo A o B, pero no ambos", entonces se empleará el término "sólo A o B, pero no ambos". Por lo tanto, el uso del término "o" en la presente memoria es el uso inclusivo, y no el exclusivo. Véase Bryan A. Garner, A Dictionary of Modern Legal Usage 624 (2ª Edición 1995). También, al nivel en que se usan los términos "en" o "dentro" en la memoria descriptiva o en las reivindicaciones, se pretende significar además, "en" o "sobre". Además, al nivel en que se usa el término "conecta" en la memoria descriptiva o en las reivindicaciones, se pretende significar no sólo "directamente conectado a", sino también "indirectamente conectado a" tal como conectado a través de otro componente o componentes.

15 Aunque la presente solicitud se ha ilustrado mediante la descripción de las realizaciones de la misma, y aunque las realizaciones se han descrito en un considerable detalle, no es la intención de los solicitantes restringir o limitar en modo alguno el alcance de las reivindicaciones adjuntas a dicho detalle. Para los expertos en la técnica serán fácilmente apreciables ventajas y modificaciones adicionales. Por lo tanto, la solicitud, en sus aspectos más amplios, no se limita a los detalles específicos, al aparato representativo, y a los ejemplos ilustrativos mostrados y descritos.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para recuperar caucho a partir de un látex de caucho natural acuoso que contiene caucho natural, agua, extraíbles, y uno o más aditivos, y que está esencialmente libre de material vegetal lignocelulósico, que comprende las etapas de:
- 5 a. Una de las siguientes (i)-(iii):
- i. poner en contacto el látex con una composición de disolventes de separación que comprende al menos un disolvente de hidrocarburos y al menos un disolvente orgánico polar con lo cual se separa al menos el 75% del caucho natural del agua y se forma una disolución con una fase de caucho viscoso que contiene caucho natural y una cantidad reducida de extraíbles; o
- 10 ii. congelar el látex, con lo cual coagula al menos el 75% del caucho natural y se forma una mezcla que contiene caucho natural coagulado, agua, y extraíbles; descongelar la mezcla;
- iii. poner en contacto el látex con una disolución de tratamiento con lo cual coagula al menos el 75% del caucho natural y se forma una mezcla que contiene caucho natural coagulado, agua, y extraíbles;
- b. aislar la fase de caucho viscoso o recoger el caucho natural coagulado;
- 15 c. opcionalmente poner en contacto la fase de caucho viscoso o el caucho natural coagulado con una disolución de tratamiento que comprende al menos un disolvente polar con el fin de solvatar de manera preferente los extraíbles, a condición de que se debe seleccionar la etapa (c) si se selecciona la etapa (a) (ii) o la etapa (a) (iii); y
- d. secar la fase de caucho viscoso o el caucho natural coagulado para crear un caucho natural resultante en donde la cantidad de extraíbles es 5% en peso o menos (medido según la norma ASTM D297).
- 20 2. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la etapa (a) es (i) y se selecciona la etapa (c).
3. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde dicho al menos único disolvente de la etapa (a)(i) está presente en una cantidad entre 5% y 60% en peso y dicho al menos único disolvente polar orgánico está presente en una cantidad entre 95% y 40% en peso, basado en el peso total de dicha composición de disolventes de separación.
- 25 4. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 2, en donde la cantidad de extraíbles en el caucho natural resultante es 1% en peso o menos.
5. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 2, en donde dicha disolución de tratamiento de la etapa (c) comprende acetona.
- 30 6. Un proceso como se reivindica en la reivindicación 2, en donde, en dicha composición de disolventes de separación de la etapa (a)(i), dicho al menos único disolvente de hidrocarburo está presente en una cantidad entre 5% y 25% en peso y dicho al menos único disolvente orgánico polar está presente en una cantidad entre 75% y 95% en peso, dicha disolución de tratamiento de la etapa (c) comprende acetona, y la cantidad de extraíbles en el caucho natural resultante es 1% en peso o menos.
- 35 7. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la etapa (a) es (iii) y se selecciona la etapa (c).
8. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 7, en donde la disolución de tratamiento de la etapa (a)(iii) comprende un ácido orgánico, un ácido mineral, o una sal del mismo.
- 40 9. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 7, en donde la disolución de tratamiento de la etapa (a)(iii) comprende al menos un disolvente orgánico polar, siendo dichas primera y segunda disoluciones de tratamiento las mismas o diferentes.
10. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 8, en donde la disolución de tratamiento de la etapa (a)(iii) comprende un ácido seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, ácido fórmico, ácido sulfúrico, sulfato de aluminio acuoso, cloruro de calcio acuoso, y mezclas de los mismos.
- 45 11. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 9, en donde dicho al menos único disolvente polar orgánico en la disolución de tratamiento de la etapa (a)(iii) se selecciona del grupo que consiste en alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono, y en donde dicho al menos único disolvente polar orgánico en la segunda disolución de tratamiento se selecciona del grupo que consiste en alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono.

12. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 7 que además comprende, antes de poner en contacto el látex con la primera disolución de tratamiento en la etapa (a)(iii), la etapa de añadir negro de carbón al látex en una cantidad entre 0,5% y 6% en peso del caucho natural seco resultante.
- 5 13. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 7 que además comprende, antes de poner en contacto el caucho natural coagulado con una disolución de tratamiento en la etapa (c), la etapa de añadir negro de carbón al caucho natural coagulado en una cantidad entre 0,5% y 6% en peso del caucho natural seco resultante.
14. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 12, en donde las disoluciones de tratamiento de las etapas (a)(iii) y (c) consisten esencialmente en acetona.
- 10 15. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 13, en donde las disoluciones de tratamiento de las etapas (a)(iii) y (c) consisten esencialmente en acetona.
16. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 8, en donde la cantidad de extraíbles en el caucho natural resultante es 2% en peso o menos.
17. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 9, en donde la cantidad de extraíbles en el caucho natural resultante es 2% en peso o menos.
- 15 18. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la etapa (a) es (ii) y se selecciona la etapa (c).
19. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 18 que además comprende, antes de congelar el látex en la etapa (a)(ii), la etapa de añadir negro de carbón al látex en una cantidad entre 0,5% y 6% en peso del caucho natural seco.
- 20 20. Un proceso como el reivindicado en la reivindicación 18 que además comprende, antes de poner en contacto el caucho natural coagulado con una disolución de tratamiento en la etapa (c), la etapa de añadir negro de carbón al caucho natural coagulado en una cantidad entre 0,5% y 6% en peso del caucho natural seco resultante.