

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 701 353**

51 Int. Cl.:

C08C 1/04	(2006.01)
C08C 2/06	(2006.01)
B01D 11/04	(2006.01)
C08G 83/00	(2006.01)
C08C 2/02	(2006.01)
C08C 3/02	(2006.01)
C08L 97/02	(2006.01)
C08J 11/08	(2006.01)
C08L 7/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.03.2013 E 16205645 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.09.2018 EP 3176186**

54 Título: **Procedimientos para la retirada de caucho de plantas que no son Hevea**

30 Prioridad:

06.03.2012 US 201261607448 P
 06.03.2012 US 201261607460 P
 06.03.2012 US 201261607469 P
 06.03.2012 US 201261607475 P
 06.03.2012 US 201261607483 P
 18.06.2012 US 201261660991 P
 18.06.2012 US 201261661064 P
 18.06.2012 US 201261661052 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.02.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

HUANG, YINGYI;
SMALE, MARK;
WHITE, ROBERT;
MOURI, HIROSHI y
COLE, WILLIAM

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 701 353 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

Procedimientos para la retirada de caucho de plantas que no son Hevea

5 **REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUD RELACIONADA**

Esta solicitud reivindica prioridad con respecto a cualquier otra ventaja de la solicitud de patente provisional de EE.UU. con número de serie 61/607.448, presentada el 6 de marzo de 2012 y titulada "PROCESSES FOR THE REMOVAL OF RUBBER FROM NON-HEVEA PLANTS" (Procedimientos para la retirada de caucho de plantas que no son Hevea), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria; la solicitud de patente provisional de EE.UU. con número de serie 61/607.460, presentada el 6 de marzo de 2012, y titulada "PROCESSES FOR THE PURIFICATION OF GUAYULE-CONTAINING SOLUTIONS" (Procedimientos para la purificación de soluciones que contienen guayule), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria; la solicitud de patente provisional de EE.UU. con número de serie 61/607.469, presentada el 6 de marzo de 2012, y titulada "PROCESSES FOR THE REMOVAL OF BAGASSE FROM A GUAYULE-RUBBER CONTAINING SOLUTION" (Procedimientos para la retirada de bagazo de una disolución que contiene goma de guayule), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria; la solicitud de patente provisional de EE.UU. con número de serie 61/607.475, presentada el 6 de marzo de 2012, y titulada "PROCESSES FOR RECOVERING RUBBER FROM NON-HEVEA PLANTS USING BRIQUETTES" (Procedimientos para la recuperación de caucho de plantas que no son Hevea utilizando briquetas), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria; la solicitud de patente provisional de EE.UU. con número de serie 61/607.483, presentada el 6 de marzo de 2012, y titulada "AGED BRIQUETTES CONTAINING PLANT MATTER FROM NON-HEVEA PLANTS AND PROCESSES RELATING THERETO" (Briquetas envejecidas que contienen materia vegetal de plantas que no son Hevea y procedimientos relacionados con las mismas), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria; la solicitud de patente provisional de EE.UU. con número de serie 61/660.991, presentada el 18 de junio de 2012, y titulada "AGED BRIQUETTES CONTAINING PLANT MATTER FROM NON-HEVEA PLANTS AND PROCESSES RELATING THERETO" (Briquetas envejecidas que contienen materia vegetal de plantas que no son Hevea y procedimientos relacionados con las mismas), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria; la solicitud de patente provisional de EE.UU. con número de serie 61/661.064, presentada el 18 de junio de 2012, y titulada "PROCESSES FOR THE REMOVAL OF RUBBER FROM NON-HEVEA PLANTS" (Procedimientos para la retirada de caucho de plantas que no son Hevea), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria; la solicitud de patente provisional de EE.UU. con número de serie 61/661.052, y titulada "PROCESSES FOR THE REMOVAL OF RUBBER FROM NON-HEVEA PLANTS" (Procedimientos para la retirada de caucho de plantas que no son Hevea), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria. En el documento de patente US-2006/106183A1 se describe un proceso para la separación de resina y caucho de guayule utilizando extracción con disolvente supercrítico o subcrítico. En el documento de patente US-4591631A se describe un proceso para utilizar agua para separar bagazo de guayule de una mezcla de guayule-disolvente. En el documento de patente US4526959A se describe un proceso para extraer por separado caucho y resina de guayule triturado. En EP-0164137A2 se describe un proceso para extraer conjuntamente caucho y resina de arbusto guayule utilizando solamente hexano como disolvente. El documento de patente WO2009/129249A2 describe procedimientos para recuperar caucho natural de un látex que contiene agua.

45 **ANTECEDENTES**

La planta o árbol Hevea (denominada también Hevea brasiliensis o árbol del caucho) es una fuente bien conocida de caucho natural (denominado también poliisopreno). Las fuentes de caucho tales como Hevea brasiliensis, Ficus eslástica (árbol del caucho de la India) y Cryptostegia grandiflora (enredadera del caucho de Madagascar) producen caucho natural en forma de una savia, en donde el caucho se suspende en una disolución acuosa que fluye libremente y que puede recuperarse golpeando la planta. Se conocen también varias plantas que no son Hevea que contienen caucho natural, pero su caucho se almacena en el interior de células individuales de la planta (p. ej., tallos, raíces u hojas) y no puede accederse al mismo golpeándolas, sino que solo puede accederse rompiendo las paredes celulares mediante medios físicos u otros medios. De esta manera, los procedimientos para la extracción del caucho de plantas que no son Hevea son generalmente más complicados y laboriosos que los procedimientos para cosechar caucho de árboles de Hevea.

55 **SUMARIO**

En la presente memoria se proporciona un método para aumentar la recuperación de caucho de arbustos de guayule que comprende:

60 A. utilizar briquetas que comprenden (i) materia vegetal de guayule picada comprimida que tiene un tamaño medio de 3,8 cm (1,5 pulg.) o inferior, comprendiendo bagazo, caucho, resina, agua residual y (ii) no más de 5 % en peso de hojas de arbustos de guayule, en donde las briquetas tienen una densidad que es 40 - 325 % mayor que la densidad de la materia vegetal de guayule no comprimida y al menos 90 % en peso de material de tamaño pequeño que tiene un tamaño inferior a malla 30 se ha retirado antes de conformar la briqueta;

B.-someter las briquetas a un proceso de extracción con un disolvente orgánico por el cual las briquetas se mezclan con al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar para formar una suspensión acuosa que contiene materia vegetal, disolventes orgánicos y 0,5-10 % en peso de agua; y C.-procesar la suspensión acuosa para retirar el bagazo y la resina y recuperar 95-99 % en peso del caucho presente en las briquetas,

en donde (B) y (C) comprenden:

a.-preparar una suspensión acuosa de (i) las briquetas en donde las briquetas contienen materia vegetal de guayule que comprende bagazo, caucho y resina, (ii) el al menos un disolvente orgánico no polar y (iii) el al menos un disolvente orgánico polar, en donde la suspensión acuosa contiene 10-50 % en peso de materia vegetal de las briquetas, 50-90 % en peso de (ii) y (iii) combinados, y 0,5 - 10 % en peso de agua de la materia vegetal;

b. eliminar una mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela y una primera parte de bagazo;

c.-opcionalmente, añadir más cantidad de disolvente orgánico polar, disolvente orgánico no polar, o una combinación de los mismos, a la miscela para formar una miscela de viscosidad reducida donde cualquier disolvente orgánico polar y disolvente orgánico no polar pueden ser iguales o diferentes de los utilizados en (a) y donde la cantidad de cualquier disolvente orgánico polar adicional que se añade es menor que la cantidad que produce la coagulación del caucho presente en la miscela de viscosidad reducida;

d.-utilizar una centrifuga para retirar 80-95 % en peso de bagazo de la miscela resultante de (b) o (c) (basado en el peso total del bagazo presente en la miscela) para formar una miscela purificada y una segunda fracción de bagazo en donde la mayor parte del bagazo que se ha eliminado tiene un tamaño de partículas inferior a 105 micrómetros;

e.-opcionalmente tratar la miscela purificada para retirar bagazo adicional produciendo de esta forma una disolución de caucho clarificada que contiene 0,01-1 % en peso de bagazo (basado en el peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa) en donde 90-99 % del bagazo adicional que se ha retirado tiene un tamaño de partículas superior a 45 micrómetros;

f.-aumentar la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en comparación con el disolvente orgánico no polar en la disolución de caucho clarificada para coagular el caucho; y

g.-producir caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado donde, cuando dicho caucho sólido purificado contiene 0,8 % en peso de materia volátil, también contiene 0,05-0,5 % en peso de suciedad, 0,2-1,5 % en peso de ceniza y 0,1-4 % en peso de resina;

en donde al menos (a)-(e) se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-80 °C y a una presión de 35 a 1.000 kPa.

Los procedimientos son adecuados para usar en un laboratorio o planta piloto y son escalables a una planta de tamaño comercial que se diseña para recoger grandes cantidades de caucho de plantas que no son Hevea, en particular plantas de guayule.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

Se proporcionan en la presente memoria procedimientos para la extracción del caucho de plantas que no son Hevea, en particular plantas de guayule. Para facilitar la descripción, los procedimientos se describen como realizaciones; el uso de esta terminología es solo para facilitar la descripción y no debe interpretarse como limitante de los procedimientos divulgados.

Definiciones

La terminología que se define en la presente memoria es solo para la descripción de las realizaciones y no debe considerarse como limitante de la invención en su totalidad.

Como se utiliza en la presente memoria, se pretende que la expresión planta que no es Hevea abarque plantas que contienen caucho natural en las células individuales de la planta.

Como se utiliza la presente memoria, "bagazo" se utiliza para referirse a la parte de la materia vegetal triturada o picada de una planta que no es Hevea que es insoluble y, por tanto, se suspende en lugar de disolverse en disolventes orgánicos. En la presente memoria, debe entenderse que bagazo incluye suciedad y ceniza, a no ser que se especifique otra cosa.

Como se utiliza en la presente memoria, la expresión "materia vegetal" significa material obtenido de una planta que no es Hevea. A no ser que se especifique otra cosa, la materia vegetal puede incluir raíces, tallos, corteza, material leñoso, médula, hojas y suciedad.

Como se utiliza en la presente memoria, la expresión "material leñoso" significa el tejido vascular y el material meristemático obtenido de una planta que no es Hevea. A no ser que se especifique otra cosa, el material leñoso no incluye corteza.

En la presente memoria, el término “corteza” se refiere a la fuerte cubierta exterior presente sobre los tallos y las raíces de determinadas plantas que no son Hevea (particularmente de tipos leñoso o arbustivo) y debe entenderse que incluye todos los tejidos en el exterior del cambium vascular. No todas las plantas que no son Hevea tendrán corteza.

5 Como se utiliza en la presente memoria, el término “resina” significa las entidades químicas que no son caucho que se producen naturalmente, presentes en una materia vegetal distinta de Hevea, incluidos, aunque no de forma limitativa resinas (tales como terpenos), ácidos grasos, proteínas, y materiales inorgánicos.

10 Como se utiliza en la presente memoria, el término “suciedad” (tal como se usa junto con el caucho sólido purificado producido mediante los procedimientos descritos en la presente memoria) significa material no vegetal que puede estar asociado con plantas que no son Hevea, especialmente después de la recogida, tal como tierra, arena, arcilla, y pequeñas piedras. Se puede determinar el contenido de suciedad del caucho sólido purificado volviendo a disolver completamente el caucho sólido y pasando la disolución a través de un tamiz de 45 micrómetros. A continuación, se enjuaga el tamiz con disolvente adicional y se seca. El peso del material retenido en el tamiz representa el contenido de “suciedad” del caucho sólido purificado.

20 Como se utiliza en la presente memoria, el término “ceniza” (tal como se usa junto con el caucho sólido purificado producido por los procedimientos descritos en la presente memoria) significa el material inorgánico (es decir, exento de carbono) que permanece tras incinerar el caucho a $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

En la presente memoria, la expresión “mayor parte” significa más del 50 % pero menos del 100 %. En determinadas realizaciones, el término significa 51-60 %, y en otras realizaciones 60-95 %.

25 Como se utiliza en la presente memoria, la expresión “materia volátil” se refiere a materia no de caucho que puede estar presente en una muestra de caucho sólido purificado, pero que se volatizará a $100 \pm 5\text{ °C}$ (o $160 \pm 5\text{ °C}$ si se sospecha que la muestra de caucho contiene aceites de hidrocarburos volátiles). Un ensayo estándar para determinar la materia volátil que está presente en una muestra de caucho es el ASTM D1278-91 (1997).

30 *Los procedimientos*

En una primera realización, se proporciona un método para aumentar la recuperación del caucho de plantas que no son Hevea, en particular de plantas de guayule. El método comprende (A) utilizar briquetas que comprenden (i) materia vegetal de guayule picada comprimida que tiene un tamaño medio de 3,8 cm (1,5 pulg.) o inferior (p. ej., de 0,3 cm (1/8 pulg.) a 3,8 cm (1,5 pulg.) o inferior, como se indica más detalladamente más adelante), comprendidos bagazo, caucho, resina, agua residual y (ii) no más de 5 % en peso de hojas de arbustos de guayule, en donde las briquetas tienen una densidad que es 40 - 325 % mayor que la densidad de la materia vegetal de guayule no comprimida y al menos 90 % en peso de material de tamaño pequeño que tiene un tamaño inferior a malla 30 se ha retirado antes de conformar la briketa; (B) someter las briquetas a un procedimiento de extracción con un disolvente orgánico por el cual las briquetas se mezclan con al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar para formar una suspensión acuosa que contiene 0,5-10 % en peso de agua; y (C) procesar la suspensión acuosa para eliminar el bagazo y la resina y recuperar al menos el 95-99 % en peso del caucho presente en las briquetas.

en donde (B) y (C) comprenden:

- 45 a. preparar una suspensión acuosa de (i) las briquetas en donde las briquetas contienen materia vegetal de guayule que comprende bagazo, caucho y resina, (ii) el al menos un disolvente orgánico no polar y (iii) el al menos un disolvente orgánico polar, en donde la suspensión acuosa contiene 10-50 % en peso de materia vegetal de las briquetas, 50-90 % en peso de (ii) y (iii) combinados, y 0,5-10 % en peso de agua de la materia vegetal;
- 50 b. eliminar una mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela y una primera parte de bagazo;
- c. opcionalmente, añadir más cantidad de disolvente orgánico polar, disolvente orgánico no polar, o una combinación de los mismos, a la miscela para formar una miscela de viscosidad reducida donde cualquier disolvente orgánico polar y disolvente orgánico no polar pueden ser iguales o diferentes de los utilizados en
- 55 (a) y donde la cantidad de cualquier disolvente orgánico polar adicional que se añade es menor que la cantidad que produce la coagulación del caucho presente en la miscela de viscosidad reducida;
- d. utilizar una centrifuga para retirar 80-95 % en peso de bagazo de la miscela resultante de (b) o (c) (basado en el peso total del bagazo presente en la miscela) para formar una miscela purificada y una segunda fracción de bagazo en donde la mayor parte del bagazo que se ha eliminado tiene un tamaño de partículas inferior a
- 60 105 micrómetros;
- e. opcionalmente tratar la miscela purificada para retirar bagazo adicional produciendo de esta forma una disolución de caucho clarificada que contiene 0,01-1 % en peso de bagazo (basado en el peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa) en donde 90-99 % del bagazo adicional que se ha retirado tiene un tamaño de partículas superior a 45 micrómetros;
- 65 f. aumentar la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en comparación con el disolvente orgánico no polar en la disolución de caucho clarificada para coagular el caucho; y

g.-producir caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado donde, cuando dicho caucho sólido purificado contiene 0,8 % en peso de materia volátil, también contiene 0,05-0,5 % en peso de suciedad, 0,2-1,5 % en peso de ceniza y 0,1-4 % en peso de resina;

5 en donde al menos (a)-(e) se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-80 °C y a una presión de 35 a 1.000 kPa.

Tipos de materia vegetal/fuentes de bagazo

10 Como se ha mencionado anteriormente, los procedimientos según la primera realización descritos en la presente memoria se utilizan con materia vegetal de plantas que no son Hevea, en particular de plantas de guayule. Debe entenderse que todas las descripciones proporcionadas en el presente documento con respecto a la preparación de materia vegetal, suspensiones que contienen materia vegetal, y materia vegetal que contiene bagazo que se separa del caucho y la resina de la materia vegetal abarcan el uso de materia vegetal de guayule (es decir, de arbustos de guayule), incluso si la explicación concreta no indica explícitamente que se está tratando materia vegetal de guayule.

15 Preferentemente, los procedimientos divulgados en el presente documento se utilizan con materia vegetal procedente de arbustos de guayule. Las plantas que no son Hevea ilustrativas descritas en la presente memoria, incluyen, aunque no de forma limitativa: *Parthenium argentatum* (Arbusto guayule), *Taraxcum de Kok Saghyz* (Diente de león ruso), *Euforbia lathyris* (planta de Gopher), *Parthenium incanum* (mariola), *Chrysothamnus nauseosus* (cepillo de conejo), *Pedilanthus macrocarpus* (candililla), *Asclepias syriaca*, *speciosa*, *subulata*, y otros (algodoncillo), *Solidago altissima*, *graminifolia rigida*, y otros (vara de oro), *Cacalia atriplicifolia* (plátano indio pálido), *Pycnanthemum incanum* (menta de montaña), *Teucreum canadense* (camedrio americana) y *Campanula Americana* (campanula alta). Se conocen otras plantas que producen caucho e hidrocarburos similares al caucho, particularmente entre las familias *Compositae*, *Euphorbiaceae*, *Campanulaceae*, *Labiatae*, y *Moraceae*. Cuando se extrae el caucho de la materia vegetal en determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se contempla que se puedan utilizar un tipo de planta o mezclas de más de un tipo de planta. Preferiblemente, la materia vegetal utilizada es de arbustos de guayule.

25 En los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal que es distinta de Hevea se obtiene del arbusto de guayule (*Parthenium argentatum*).

30 *Preparación de la materia vegetal*

En determinadas realizaciones de los procedimientos divulgados en el presente documento, la materia vegetal comprende arbusto guayule picado que incluye la corteza y el tejido leñoso procedente de la corteza pero con no más del 5 % en peso, preferentemente no más del 4 % en peso o no más del 3 % en peso, e incluso más preferentemente no más del 1 % en peso de materia vegetal que comprende hojas del arbusto guayule; en determinadas realizaciones, la cantidad de materia vegetal que comprende hojas es el 1-5 % y en otras realizaciones el 0,5-5 % en peso o 0,5-1 % en peso. En algunas de las anteriores realizaciones, el arbusto guayule usado para la materia vegetal comprende inicialmente tanto partes exteriores como partes subterráneas del arbusto (es decir, los tallos (con la corteza, tejido leñoso y médula) y las raíces). En otras de las realizaciones anteriores, el arbusto guayule usado para la materia vegetal comprende inicialmente solo las partes exteriores del arbusto (en otras palabras, las raíces no están incluidas en la materia vegetal). Las hojas del arbusto guayule pueden retirarse utilizando diversos métodos tales como secado de campo seguido de agitación. Los expertos en la materia pueden idear otros métodos para eliminar las hojas del arbusto guayule y se pueden utilizar como método para eliminar las hojas si no se considera que es una limitación significativa de los procedimientos divulgados en el presente documento. En determinadas realizaciones, los arbustos de guayule se cosechan tomando la planta completa (con las raíces intactas) y dejándola secar en el campo hasta un contenido de agua de no más de 20 % en peso, preferentemente no más de 15 % en peso o incluso no más de 10 % en peso de agua; en determinadas realizaciones, la materia vegetal comprende 5-20 % de agua, preferentemente 5-15 % de agua.

50 En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal utilizada en la suspensión acuosa se ha picado en trozos con un tamaño medio de 2,5 cm (1 pulg.) o inferior. El troceado o picado puede tener lugar en una o más de una etapa. Por ejemplo, la planta de guayule que se utiliza puede picarse en grueso en la localización del cosechado (o en otra parte) en trozos con una longitud promedio inferior a 5,1 cm (2 pulg.). De forma alternativa, la planta de guayule que se utiliza puede picarse en grueso en trozos de aproximadamente 7,6 cm (3 pulg.) de longitud. El picado en grueso puede tener lugar antes o después de la eliminación opcional de las hojas y tierra (tal como agitando la planta o sometiéndola a corrientes de aire fuertes), pero es preferentemente después de la eliminación de una gran mayoría de hojas y tierra de la materia vegetal cosechada. El troceado o el picado en trozos con un tamaño medio de 3,8 cm o inferior o 2,5 cm o inferior (1,5 pulg. o inferior o 1 pulg. o inferior) puede lograrse utilizando diversos medios físicos. Un modo ilustrativo de obtener materia vegetal picada con un tamaño medio de 3,8 cm o inferior o 2,5 cm o inferior (1,5 pulg. o inferior o 1 pulg. o inferior) es alimentar materia vegetal bruta (u opcionalmente materia vegetal picada en grueso) a una desfibradora, un granulador, un molino de martillos o un molino de rodillos.

65 Una granuladora es una máquina bien conocida diseñada para picar o moler el material en diversos tamaños. La mayoría de granuladoras contienen múltiples cuchillas (típicamente cuchillas de acero) y uno o más tamices (algunas veces de forma indistinta) con orificios de diversos diámetros para determinar el tamaño del producto

final. Existen granuladores de diversos tamaños y pueden ser útiles para picar la materia vegetal, tales como los que tienen aberturas de 0,95 cm, 0,64 cm y 0,32 cm (3/8 pulg., ¼ pulg. y 1/8 pulg.).

Un molino de martillos puede describirse generalmente como un tambor de acero que contiene un eje o tambor de giro vertical u horizontal sobre el cual se montan los martillos con un material de tipo tamiz circundante sobre la superficie externa; los martillos “golpean” el material que se hace pasar a través del molino. Los martillos son generalmente barras de metal planas típicamente con algún tipo de tratamiento endurecedor sobre los extremos de trabajo. Los martillos pueden ser fijos o basculantes. Existen molinos de martillo de diversos tamaños y pueden ser útiles para picar la materia vegetal, tales como los que tienen aberturas de tamiz de 0,95 cm, 0,64 cm, 0,48 cm y 0,32 cm (3/8 pulg., ¼ pulg., 3/16 pulg. y 1/8 pulg.). A medida que el material picado pasa a través de las aberturas de tamiz, el tamaño de las aberturas de tamiz determina directamente el tamaño final de partículas del material molido con martillos.

Un molino de rodillos/molino de rallado puede describirse generalmente como un dispositivo con dos o más rodillos conteniendo cada uno ranuras longitudinales que ayudan en la reducción de tamaño adicional del material alimentado a través del molino. Existen molinos de rodillos de diversos tamaños y pueden ser útiles para picar la materia vegetal, tales como los que tienen aberturas de 1,9 cm, 1,3 cm, 0,95 cm, 0,64 cm y 0,32 cm (¾ pulg., ½ pulg., 3/8 pulg., ¼ pulg. y 1/8 pulg.). En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal se somete al menos a uno de una desfibradora, una granuladora, un molino de martillos, un molino de rodillos y un molino de escamación o escamadora para producir materia vegetal picada que tiene un tamaño medio de 2,5 cm o inferior (p. ej., de 0,32 cm a 2,5 cm o de 0,32 cm a 1,3 cm) (1 pulg. o inferior (p. ej., 1/8 pulg. a 1 pulg. o 1/8 pulg. a ½ pulg.)). En otras realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal se somete al menos a dos de una desfibradora, una granuladora, un molino de martillos, un molino de rodillos y un molino de escamación o escamadora para producir materia vegetal picada que tiene un tamaño medio de 2,5 cm o inferior (p. ej., de 0,32 cm a 2,5 cm o de 0,32 cm a 1,3 cm) (1 pulg. o inferior (p. ej., 1/8 pulg. a 1 pulg. o 1/8 pulg. a ½ pulg.)). En otras realizaciones adicionales de los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal se somete a desfibrado/picado, molienda con martillos, molienda con rodillos y un molino de escamación o escamadora.

En determinadas realizaciones de los procedimientos divulgados en el presente documento, la materia vegetal utilizada en la suspensión acuosa (o la fuente del bagazo en la suspensión acuosa) no solo se ha picado o desfibrado (tal como mediante tratamiento en una desfibradora, un molino de rodillos, un molino de martillos y/o una granuladora) sino que también se ha sometido a un molino de escamación/escamadora y/u otro tratamiento mecánico capaz de romper las paredes celulares de las células que contienen el caucho natural antes de mezclarlo con disolventes orgánicos para formar una suspensión acuosa. Un molino escamador o escamadora generalmente puede describirse como un dispositivo con dos o más rodillos que tienen, cada uno de ellos, una superficie lisa, que generalmente funciona a diferentes velocidades, con una separación definida y ajustable entre rodillos que ayuda principalmente a proporcionar una ruptura adicional de paredes celulares de plantas. Dichos tipos de tratamiento mecánico tienden a aumentar la cantidad de caucho natural que puede recuperarse en última instancia de la materia vegetal. En determinadas realizaciones preferidas de los procedimientos divulgados en el presente documento que utilizan materia vegetal procedente del arbusto guayule, la materia vegetal picada se somete a molienda con rodillo y a molienda de escamación. En aquellas realizaciones donde se usan al menos una molienda con rodillos, o una molienda con martillos, una desfibradora, una granuladora y una molienda de escamación de la materia vegetal picada, la materia vegetal picada se trata preferentemente con al menos un antioxidante si el material se va a almacenar antes de preparar la suspensión acuosa (estando la cantidad del antioxidante de acuerdo con la descripción de antioxidante del presente documento).

En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, puede ser útil tratar la materia vegetal picada con un tamaño medio de 3,8 cm o inferior o 2,5 cm o inferior (1,5 pulg. o inferior o 1 pulg. o inferior) (tal como sale de una granuladora) para eliminar el material de tamaño pequeño. La cantidad de material de tamaño pequeño que se genera puede variar dependiendo de diversos factores, que incluyen el método utilizado para picar o trocear el material vegetal y la velocidad a la cual tiene lugar el picado o la molienda. Un modo ilustrativo de retirada de material de tamaño pequeño es hacer pasar la materia vegetal picada por un tamiz de malla que se somete a vibración para permitir que el material de tamaño pequeño caiga a través de la malla. Pueden utilizarse diversos tipos de tamiz de malla dependiendo del tamaño del material que se clasifica como “tamaño pequeño”. En determinadas realizaciones, se utiliza un tamiz de malla 30, malla 25, malla 20, malla 18 o malla 16. La clasificación de la malla del tamiz corresponde al número de aberturas por pulgada cuadrada. Así, un tamiz de malla 20 tendrá 20 aberturas por cada pulgada cuadrada. Los tamaños de las aberturas en los tamices de malla mostrados son los siguientes: aberturas de malla 30 (0,05893 cm (0,0232 pulg.) o aberturas de 595 micrómetros); aberturas de malla 25 (0,07112 cm (0,0280 pulg.) o aberturas de 707 micrómetros); aberturas de malla 20 (0,08407 cm (0,0331 pulg.) o aberturas de 841 micrómetros); aberturas de malla 18 (0,1001 cm (0,0394 pulg.) o aberturas de 1.000 micrómetros); y aberturas de malla 16 (0,1191 cm (0,0469 pulg.) o aberturas de 1.190 micrómetros). Otra manera ilustrativa de eliminar el material de tamaño pequeño es utilizando un separador de aire que funciona soplando para alejar o expeler las partículas de tamaño pequeño (y, por tanto, más ligeras). Preferiblemente, cuando se elimina el material de tamaño pequeño (tal como mediante un tamiz de malla), se elimina al menos 90 % en peso, incluso aún más preferiblemente al menos 95 % en peso del material de tamaño pequeño. En determinadas realizaciones, la materia vegetal que se usa para la suspensión acuosa tiene un tamaño de 0,16 cm a 3,8 cm, preferiblemente de 0,16 cm a 2,5 cm, aún más preferiblemente de 0,32 cm a 1,3 cm (1/16 pulg. a 1,5 pulg., preferiblemente de 1/16 a 1 pulg., aún más preferiblemente

de 1/8 pulg. a 1/2 pulg.); en determinadas de las mencionadas realizaciones, la materia vegetal se ha sometido a un procedimiento tal como granulación en el que se utiliza un tamiz que tiene una abertura de 0,16 cm, 0,32 cm, 0,64 cm o 1,3 cm (1/16 pulg., 1/8 pulg., 1/4 pulg. o 1/2 pulg.), produciendo de este modo material que tiene un tamaño máximo no superior al de las aberturas.

5 En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa que se utiliza contiene 10-50 % en peso de materia vegetal (basado en el peso total de la suspensión acuosa) comprendiendo la cantidad restante de la suspensión acuosa disolventes orgánicos. Además del 10-50 % en peso de materia vegetal, la suspensión acuosa contiene también 0,5-10 % en peso de agua, contribuyendo el agua a la
10 suspensión acuosa de la materia vegetal e incluyéndose en el 10-50 % en peso asignado de materia vegetal en la suspensión acuosa. En otras palabras, el 10-50 % en peso de materia vegetal de la suspensión acuosa abarca el agua presente en la suspensión acuosa. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa que se utiliza contiene 25-50 % en peso de materia vegetal (basado en el
15 peso total de la suspensión acuosa) comprendiendo la cantidad restante de la suspensión acuosa disolventes orgánicos.

Como se ha descrito anteriormente, según los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal utilizada en la suspensión acuosa proporciona bagazo, caucho y resina. El caucho y la resina que están presentes en la suspensión acuosa se solubilizan por el al menos un disolvente orgánico no polar y al menos un disolvente orgánico polar, respectivamente. En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal utilizada en la suspensión acuosa incluye corteza, material leñoso, caucho y resina. En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos la presente memoria, el material leñoso comprende al menos 80 % en peso, al menos 85 % en peso o incluso al menos 90 % en peso de la materia vegetal y la materia vegetal restante comprende corteza y hojas; en determinadas de las realizaciones mencionadas, el material leñoso comprende 80-100 %, 80-95 % o 90-100 % o 90-99 % de la materia vegetal. A fin de conseguir la anterior recuperación de la materia vegetal, puede ser necesario eliminar o limitar la cantidad de corteza y hojas que se utiliza en la materia vegetal. En otras realizaciones adicionales según los procedimientos descritos la presente memoria, la corteza comprende al menos 50 % en peso, al menos 60 % en peso, al menos 70 % en peso o incluso al menos 80 % en peso de la materia vegetal y la materia vegetal restante comprende material leñoso y hojas; en determinadas de las realizaciones mencionadas, la corteza comprende 50-100 %, 50-95 % o 70-100 % o 70-99 % de la materia vegetal. Estas limitaciones en cuanto a la cantidad de materia vegetal utilizada dentro de la suspensión acuosa se aplican a aquellas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria donde la materia vegetal es de un arbusto de guayule. A fin de conseguir la anterior recuperación de la materia vegetal, será probablemente necesario eliminar o limitar la cantidad de material leñoso y hojas que se utilizan en la materia vegetal que forma parte de la suspensión acuosa. Cada parte de la materia vegetal (es decir, corteza, material leñoso y hojas) contendrá cantidades variables de caucho, resina y agua.

En determinadas realizaciones, la suspensión acuosa utilizada en los procedimientos descritos en la presente memoria contiene 0,5-10 % en peso de agua. Aunque los procedimientos descritos en el presente documento están basados en disolventes orgánicos, puede quedar presente alguna cantidad residual pequeña de agua (es decir, un 0,5-10 % en peso) (procedente principalmente del agua residual presente en la materia vegetal, aunque una pequeña cantidad puede incorporarse por el agua residual en los disolventes orgánicos). En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa contiene 0,5-7 % en peso de agua, 0,5-5 % en peso de agua o incluso 0,5-2 % en peso de agua. En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa contiene no más de 4 % en peso de agua, no más de 3 % en peso de agua o incluso no más de 2 % en peso de agua. En realizaciones preferidas de los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa preferiblemente no contiene agente blanqueante, agente desespumante o un compuesto orgánico desnaturizador de proteínas.

50 *Utilización de materia vegetal dispuesta en briquetas*

Preparación de la materia vegetal para briquetas

En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, las briquetas se preparan a partir de materia vegetal que se ha picado o picado en trozos con un tamaño medio de 2,5 cm (1 pulg.) o inferior. Generalmente, el troceado o picado de la materia vegetal hasta un tamaño de 3,8 cm o inferior, o 2,5 cm o inferior (1,5 pulg. o inferior o 1 pulg. o inferior) puede tener lugar en una o en más etapas. Por ejemplo, la planta de guayule que se utiliza se puede picar en grueso en la ubicación de cosechado formando trozos con una longitud media inferior a 2 pulg. de longitud. El picado en grueso puede tener lugar antes o después de la eliminación opcional de las hojas y tierra (tal como agitando la planta o sometiéndola a corrientes de aire fuertes), pero es preferiblemente después de la eliminación de una gran mayoría de hojas y tierra de la materia vegetal cosechada. El troceado o el picado en trozos con un tamaño medio de 3,8 cm o inferior o 2,5 cm o inferior (1,5 pulg. o inferior o 1 pulg. o inferior) puede lograrse utilizando diversos medios físicos. Un modo ilustrativo de obtener materia vegetal picada con un tamaño medio de 3,8 cm o inferior o 2,5 cm o inferior (1,5 pulg. o inferior o 1 pulg. o inferior) es alimentar materia vegetal bruta (u opcionalmente materia vegetal picada en grueso) a una desfibradora, un granulador, un molino de martillos o un molino de rodillos. Una granuladora es una máquina bien conocida diseñada para picar o moler el

material en diversos tamaños. La mayoría de granuladoras contienen múltiples cuchillas (típicamente cuchillas de acero) y uno o más tamices (algunas veces de forma indistinta) con orificios de diversos diámetros para determinar el tamaño del producto final. Existen granuladores de diversos tamaños y pueden ser útiles para picar la materia vegetal, tales como los que tienen aberturas de 0,95 cm, 0,64 cm y 0,32 cm (3/8 pulg., ¼ pulg. y 1/8 pulg.). Un molino de martillos se puede describir generalmente como un tambor de acero que contiene un eje o tambor de giro vertical u horizontal sobre el cual se montan los martillos; los martillos “golpean” el material que se hace pasar a través del molino. Existen molinos de martillo de diversos tamaños y pueden ser útiles para picar la materia vegetal, tales como los que tienen aberturas de 0,95 cm, 0,64 cm y 0,32 cm (3/8 pulg., ¼ pulg. y 1/8 pulg.). Un molino de rodillos/molino de rallado puede describirse generalmente como un dispositivo con dos o más rodillos conteniendo cada uno ranuras longitudinales que ayudan en la reducción de tamaño adicional del material alimentado a través del molino. Existen molinos de rodillos de diversos tamaños y pueden ser útiles para picar la materia vegetal, tales como los que tienen aberturas de 0,95 cm, 0,64 cm y 0,32 cm (3/8 pulg., ¼ pulg. y 1/8 pulg.). En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal se somete al menos a uno de un granulador, una desfibradora, un molino de martillos, un molino de rodillos y un molino de escamación o escamadora para producir materia vegetal picada que tiene un tamaño medio de 2,5 cm (1 pulg.) o inferior. En otras realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal se somete al menos a dos de una desfibradora, una granuladora, un molino de martillos, un molino de rodillos y un molino de escamación o escamadora, para producir materia vegetal picada que tiene un tamaño medio de 2,5 cm (1 pulg.) o inferior.

En determinadas realizaciones de los procedimientos divulgados en el presente documento, la materia vegetal utilizada en las briquetas no solo se ha picado o desfibrado (tal como mediante tratamiento en una desfibradora, un molino de rodillos, un molino de martillos y/o una granuladora) sino que también se ha sometido a un molino de escamación/escamadora y/u otro tratamiento mecánico capaz de romper las paredes celulares de las células que contienen el caucho natural después de distribuir en briquetas pero antes de mezclarlo en la suspensión acuosa. Un molino escamador o escamadora generalmente puede describirse como un dispositivo con dos o más rodillos que tienen, cada uno de ellos, una superficie lisa, que generalmente funciona a diferentes velocidades, con una separación definida y ajustable entre rodillos que ayuda principalmente a proporcionar una ruptura adicional de paredes celulares de plantas. Dichos tipos de tratamiento mecánico tienden a aumentar la cantidad de caucho natural que puede recuperarse en última instancia de la materia vegetal. En determinadas realizaciones preferidas de los procedimientos divulgados en el presente documento que utilizan materia vegetal procedente del arbusto guayule, la materia vegetal picada se somete a molienda con rodillo y a molienda de escamación. En otras realizaciones, la materia vegetal troceada procedente del arbusto guayule se usa para las briquetas, y la materia vegetal picada se somete a al menos uno de molienda con rodillos, una desfibradora, una granuladora y una molienda con martillos antes de la compresión en una briqueta y de la molienda de escamación después de la distribución en briquetas (durante pero antes de la preparación de la suspensión acuosa). En aquellas realizaciones donde se usan al menos una molienda con rodillos, o una molienda con martillos, una desfibradora, una granuladora y una molienda de escamación de la materia vegetal picada, la materia vegetal picada se trata preferiblemente con al menos un antioxidante antes de comprimirse en una briqueta (estando la cantidad del antioxidante de acuerdo con la descripción previa del antioxidante).

En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, puede ser útil tratar la materia vegetal picada con un tamaño medio de 3,8 cm o inferior o 2,5 cm o inferior (1,5 pulg. o inferior o 1 pulg. o inferior) (tal como sale de un granulador) para retirar el material de tamaño pequeño antes del briqueteado. La cantidad de material de tamaño pequeño que se genera puede variar dependiendo de diversos factores, que incluye el método utilizado para picar o trocear el material vegetal y la velocidad a la cual tiene lugar el picado o la molienda. Un modo ilustrativo de retirada de material de tamaño pequeño es hacer pasar la materia vegetal picada por un tamiz de malla que se somete a vibración para permitir que el material de tamaño pequeño caiga a través de la malla. Pueden utilizarse diversos tipos de tamiz de malla, dependiendo del tamaño del material que se clasifica como “tamaño pequeño”. En determinadas realizaciones, se utiliza un tamiz de malla 30, malla 25, malla 20, malla 18 o malla 16. La clasificación de la malla del tamiz corresponde al número de aberturas por pulgada cuadrada. Así, un tamiz de malla 20 tendrá 20 aberturas por cada pulgada cuadrada. Los tamaños de las aberturas en los tamices de malla mostrados son los siguientes: aberturas de malla 30 (0,05893 cm (0,0232 pulg.) o aberturas de 595 micrómetros); aberturas de malla 25 (0,07112 cm (0,0280 pulg.) o aberturas de 707 micrómetros); aberturas de malla 20 (0,08407 cm (0,0331 pulg.) o aberturas de 841 micrómetros); aberturas de malla 18 (0,0991 cm (0,039 pulg.) o aberturas de 1.000 micrómetros); y aberturas de malla 16 (0,1191 cm (0,0469 pulg.) o aberturas de 1.190 micrómetros). Otra manera ilustrativa de eliminar el material de tamaño pequeño es utilizando un separador de aire que funciona soplando para alejar o expeler las partículas de tamaño pequeño (y, por tanto, más ligeras). Preferiblemente, cuando se elimina el material de tamaño pequeño (tal como mediante un tamiz de malla), se elimina al menos 90 % en peso, incluso aún más preferiblemente al menos 95 % en peso del material de tamaño pequeño. En determinadas realizaciones, la materia vegetal a la que se ha dado forma de briquetas tiene un tamaño de 0,16 cm a 3,8 cm, preferiblemente de 0,16 cm a 2,5 cm, aún más preferiblemente de 0,32 cm a 1,3 cm (1/16 pulg. a 1,5 pulg., preferiblemente de 1/16 a 1 pulg., aún más preferiblemente de 1/8 pulg. a ½ pulg.); en determinadas de las realizaciones mencionadas, la materia vegetal se ha sometido a un procedimiento tal como granulación en el que se utiliza un tamiz que tiene una abertura de 0,16 cm, 0,32 cm, 0,64 cm o 1,3 cm (1/16 pulg. 1/8 pulg., ¼ pulg. o ½ pulg.), produciendo de este modo material que tiene un tamaño máximo no superior al de las aberturas.

En determinadas realizaciones, la materia vegetal que se comprime en forma de briquetas no solamente se ha troceado, sino que se ha sometido también a un molino de rodillos/molino desintegrador, molino escamador/escamadora, molino de martillo y/u otro tratamiento mecánico capaz de romper las paredes celulares de las células que contienen el caucho natural. Un molino de rodillos/molino de rallado puede describirse generalmente como un dispositivo con dos o más rodillos conteniendo cada uno ranuras longitudinales que ayudan en la reducción de tamaño adicional del material alimentado a través del molino. Un molino escamador o escamadora generalmente puede describirse como un dispositivo con dos o más rodillos que tienen, cada uno de ellos, una superficie lisa, que generalmente funciona a diferentes velocidades, con una separación definida y ajustable entre rodillos que ayuda principalmente a proporcionar una ruptura adicional de paredes celulares de plantas. Un molino de martillos se puede describir generalmente como un tambor de acero que contiene un eje o tambor de giro vertical u horizontal sobre el cual se montan los martillos; los martillos “golpean” el material que se hace pasar a través del molino. Dichos tipos de tratamiento mecánico tienden a aumentar la cantidad de caucho natural que puede recuperarse en última instancia de la materia vegetal. En determinadas realizaciones, se usa materia vegetal troceada de arbusto guayule para las briquetas y la materia vegetal troceada se somete al menos a un procedimiento de molienda con rodillo, molienda escamadora y molienda con martillo antes de comprimirla para formar una briketa. En las realizaciones en las que la materia vegetal troceada se somete al menos a uno de los molinos de rodillo, molinos escamadores o molinos de martillo, la materia vegetal troceada se trata preferiblemente con al menos un antioxidante antes de comprimirla en una briketa (siendo la cantidad del antioxidante conforme a la descripción del antioxidante de la presente memoria).

Las briquetas que se usan en las realizaciones descritas en la presente memoria pueden contener una cierta cantidad de agua. En determinadas realizaciones, las briquetas contienen 2-20 % en peso de agua (con respecto al peso total de la briketa). En otras realizaciones, las briquetas contienen 5-15 % en peso de agua. El agua que está dentro de las briquetas tiene como fuente principal agua residual de la materia vegetal. La cantidad de agua presente en las briquetas se puede ajustar, por ejemplo, secando la materia vegetal troceada antes de compactarla para formar briquetas. En determinadas realizaciones descritas en la presente memoria, la materia vegetal troceada se seca para reducir su contenido de humedad en al menos 2 % en peso, en al menos 4 % en peso o incluso en al menos 6 % en peso antes de compactar la materia vegetal a modo de briquetas. Se pueden utilizar diversos métodos para lograr el secado de la materia vegetal picada incluidos, aunque no de forma limitativa, secado al sol, secado con aire forzado (aire seco y/o calentado). En determinadas realizaciones, la materia vegetal se puede secar antes de trocearla. Otra fuente potencial de agua que puede estar presente en las briquetas son aditivos añadidos a la planta después de la cosecha. Como se indica más detalladamente más adelante en la presente memoria, estos aditivos pueden incluir antioxidantes y/o aglutinantes que se pueden aplicar de forma opcional mediante disoluciones acuosas de los ingredientes activos.

La materia vegetal que se utiliza puede adoptar diversas formas como se describe con más detalle en la presente memoria. En determinadas realizaciones, la materia vegetal comprende arbusto guayule picado, incluida la corteza y el tejido leñoso del arbusto, pero no más de 5 % en peso, preferiblemente no más de 4 % en peso o no más de 3 % en peso, o incluso preferiblemente no más de 1 % en peso de la materia vegetal que comprende hojas del arbusto guayule. En algunas de las anteriores realizaciones, el arbusto guayule usado para la materia vegetal comprende inicialmente tanto partes exteriores como partes subterráneas del arbusto (es decir, los tallos (con la corteza, tejido leñoso y médula) y las raíces). En otras de las realizaciones anteriores, el arbusto guayule usado para la materia vegetal comprende inicialmente solo las partes exteriores del arbusto (en otras palabras, las raíces no están incluidas en la materia vegetal). Las hojas del arbusto guayule pueden retirarse utilizando diversos métodos tales como secado de campo seguido de agitación. A los expertos en la técnica se les pueden ocurrir otros métodos de retirada de las hojas de la materia vegetal del arbusto guayule antes de incorporar la materia vegetal a las briquetas y se pueden utilizar dichos métodos, ya que el método específico de retirada de las hojas no se considera una limitación significativa de los procedimientos descritos en la presente memoria.

En determinadas realizaciones, la materia vegetal utilizada en las briquetas contiene bagazo, caucho y resina. En determinadas realizaciones, la materia vegetal utilizada en las briquetas incluye corteza, material leñoso, caucho y resina. En determinadas realizaciones, el material leñoso comprende al menos un 70 % en peso, 80 % en peso, al menos 85 % en peso, o incluso al menos 90 % en peso de la briketa y la cantidad restante de la briketa comprende corteza y hojas. Para lograr la composición anterior de materia vegetal dentro de la briketa puede ser necesario retirar o limitar la cantidad de corteza y hojas que se utiliza dentro de la materia vegetal y compactarla formando briquetas. En otras realizaciones adicionales, la corteza comprende al menos un 50 % en peso, al menos un 60 % en peso, al menos un 70 % en peso, o incluso al menos un 80 % en peso de las briquetas y la cantidad restante de las briquetas comprende material leñoso y hojas. Para lograr la composición anterior de materia vegetal dentro de las briquetas, será probablemente necesario retirar o limitar la cantidad de material leñoso y hojas que se utiliza dentro de la materia vegetal y compactarla formando briquetas. En determinadas realizaciones, las briquetas comprenden al menos un 80 % en peso de corteza, menos de un 20 % en peso de material leñoso y menos de un 1 % en peso de hojas. Para lograr la composición anterior de materia vegetal dentro de las briquetas, será probablemente necesario retirar o limitar la cantidad de material leñoso y hojas que se utiliza dentro de la materia vegetal y compactarla formando briquetas. En otras realizaciones, las briquetas contienen menos del 5 % en peso o menos de material leñoso, comprendiendo la cantidad restante de las briquetas hasta un 95 % en peso de corteza y preferiblemente menos de un 2 % en peso de hojas, aún más preferiblemente menos de un 1 % en peso de hojas. Cada parte de la materia vegetal (es decir, corteza, material leñoso y hojas) utilizada dentro de las briquetas contendrá cantidades variables de bagazo, caucho, resina y agua.

Briqueteado

Como se ha descrito anteriormente, determinadas realizaciones descritas en la presente memoria hacen uso de materia vegetal comprimida en forma de briquetas. El término briqueta engloba diversas formas que incluyen, aunque no de forma limitativa: pellets, cubos, sólidos rectangulares, sólidos esféricos, sólidos ovalados, formas de ladrillo y de torta. Existen diversos métodos para la compactación de la materia vegetal para formar briquetas. Un método de preparación de briquetas a partir de la materia vegetal es utilizando una máquina de briqueteado comercial para preparar las briquetas. Estas máquinas son fabricadas por diversas empresas y son comercializadas con diversas formas y características técnicas. Máquinas de briqueteado ilustrativas incluyen las fabricadas por K.R. Komarek, Inc. (Wood Dale, IL), incluidas las máquinas de briqueteado de tipo rodillo con núm. de modelo B100R y BR200QC. Generalmente, una máquina de briqueteado utiliza un sistema de tipo rodillo para compactar material, con o sin la adición de un aglutinante al material que se está comprimiendo. La máquina puede aplicar presión en cantidades diversas, dependiendo de la máquina utilizada, las propiedades de la materia vegetal troceada y las propiedades deseadas en las briquetas. En determinadas realizaciones, se obtienen briquetas de materia vegetal a partir de un arbusto de guayule utilizando una máquina de briquetado. En algunas de las realizaciones anteriores, se aplica un aglutinante a la materia vegetal troceada antes de comprimirla para formar briquetas. A los expertos en la técnica se les pueden ocurrir otros métodos de preparación de briquetas de materia vegetal troceada de plantas de guayule y los pueden utilizar dentro del ámbito de los procedimientos descritos en la presente memoria.

En determinadas realizaciones, las briquetas se obtienen de materia vegetal troceada que se ha tratado con uno o más aglutinantes antes de comprimirla para formar briquetas. Se pueden utilizar diversos tipos de aglutinantes incluidos, aunque no de forma limitativa, aglutinantes orgánicos (tales como productos de madera, arcilla, almidones y ceniza), aglutinantes basados en productos químicos (tales como sulfonato, cal y bentonita de sodio) y líquidos tal como agua. La cantidad de aglutinante utilizado con la materia vegetal troceada puede variar dependiendo del tipo de briqueta formada. En determinadas realizaciones, la cantidad de aglutinante utilizado con la briqueta es del 0,1-5 % en peso (con respecto al peso total de la briqueta).

En determinadas realizaciones, las briquetas se obtienen de materia vegetal troceada que se ha tratado con uno o más antioxidantes antes de comprimirla para formar briquetas. Los compuestos adecuados para usar como el o los antioxidantes en determinadas realizaciones descritas en la presente memoria son bien conocidos por los expertos en la técnica e incluyen, aunque no de forma limitativa, 2,6-di-t-butil-4-metilfenol (también conocido como 2,6-di-t-butil-p-cresol); N-(1,3-dimetilbutil)-N'-fenil-1,4-bencenodiamina; octadecil-3-(3,5-di-terc.butil-4-hidroxifenil)-propionato (comercializado como Irganox® 1076); 4,6-bis(octiltiometil)-o-cresol (comercializado como Irganox® 1520), fenoles impedidos monohidratados tales como 6-t-butil-2,4-xilenol, fenoles estirenados, octilfenoles butilados; bisfenoles, por ejemplo, 4,4'-butilidenedis(6-t-butil-m-cresol), bisfenol A polibutilado, hidroquinonas impedidas, tales como 2,4-di-t-amilhidroquinona; polifenoles, tales como copolímero de p-cresol-diciclopentadieno butilado; sulfuros fenólicos tales como 4,4'-tiobis(6-t-butil-3-metil-fenol), bisfenol fosfito alquilados-arilados tales como tris(nonilfenil)fosfito, triazinatrionas tales como hidroxicinamato triéster alquilado de tris(2-hidroxietil)-triazinatriona, tris(alquilhidroxibencil)-triazinatriona; ésteres de pentaeritritol tales como tetrakis(metilen-3,5-di-t-butil-4-hidroxihidrocinnamato)-metano; difenilaminas sustituidas tales como difenilaminas octiladas, p-(p-toluensulfonamido)-di-fenilamina, difenilamina nonilada, productos de reacción de diisobutilen-difenilamina; dihidroquinolinas, tales como 6-dodecil-1,2-dihidro-2,2,4-trimetilquinolina; polímeros de dihidroquinolina, tales como polímero de 1,2-dihidro-2,2,4-trimetilquinolina; mercaptobencimidazoles tales como 2-mercaptobencimidazol; ditiocarbamatos de metal, tales como dibutilditiocarbamato de níquel, diisobutilditiocarbamato de níquel, dimetilditiocarbamato de níquel; productos de reacción de cetona/aldehído-arilamina tales como productos de condensación de anilina-butiraldehído, productos de reacción de diarilamina-cetona-aldehído; y p-fenilendiaminas sustituidas tales como di-b-naftil-p-fenilfenilendiamina y N-fenil-N'-ciclohexil-p-fenilendiamina. La cantidad total del antioxidante empleado en las realizaciones descritas en la presente memoria en las que se utiliza al menos un antioxidante puede estar en el intervalo de 0,2 % a 2 % en peso del caucho sólido purificado producido en última instancia mediante el procedimiento (con respecto al peso del caucho sólido purificado que contiene 0,8 % en peso de materia volátil).

En determinadas realizaciones, las briquetas se pueden almacenar durante al menos 90 días tras compactarlas, con el caucho aún contenido en las briquetas, reteniendo un peso molecular de al menos 800.000, preferiblemente al menos 1.000.000. En determinadas realizaciones preferidas, las briquetas se obtienen de materia vegetal troceada de un arbusto guayule y las briquetas se pueden almacenar durante al menos 90 días tras compactarlas, con el caucho aún contenido en las briquetas, reteniendo un peso molecular de al menos 800.000, preferiblemente al menos 1.000.000. En otras realizaciones, las briquetas se pueden almacenar durante al menos 7 meses (210 días) tras compactarlas, con el caucho aún contenido en las briquetas, reteniendo un peso molecular de al menos 800.000, preferiblemente al menos 1.000.000. En determinadas realizaciones, las briquetas están hechas de materia vegetal troceada de un arbusto de guayule y las briquetas se pueden almacenar durante al menos 7 meses (210 días) tras compactarlas, con el caucho aún contenido en las briquetas, reteniendo un peso molecular de al menos 800.000, preferiblemente al menos 1.000.000.

Preparación de la suspensión acuosa

Dependiendo de cómo se ha preparado o procesado la suspensión acuosa inicial (que contiene materia vegetal de una planta de guayule, al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar), en algunas de las realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la extracción total de caucho de la planta de guayule se puede mejorar asegurando que la materia vegetal de la planta de guayule no solamente se pone en contacto intenso con los disolventes, sino también agitando o mezclando la combinación

de materia vegetal y disolventes. Se pueden utilizar diversos métodos de mezclado y/o aplicación de agitación a la combinación de materia vegetal y disolventes, aunque sin limitarse al mezclado en un tanque agitado, homogeneización, dispersión y molienda en húmedo. En alguna de dichas realizaciones, se pueden utilizar uno o más tanques o reactores para aplicar mezclado y/o agitación a la suspensión acuosa o a la combinación de materia vegetal y disolventes antes de utilizar la suspensión acuosa o al menos antes de retirar la mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela. Como apreciarán los expertos en la técnica, la cantidad de mezclado y/o agitación variará dependiendo de factores tales como el tamaño y concentración de la suspensión acuosa o combinación de materia vegetal y disolventes, el tamaño y la potencia del equipo utilizado para el mezclado y/o agitación. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la materia vegetal y los disolventes orgánicos (es decir, el al menos un disolvente orgánico polar y el al menos un disolvente orgánico no polar) se dejan en contacto durante un período de tiempo determinado antes de retirar la parte de bagazo de la materia vegetal de la parte de disolvente orgánico que contiene caucho solubilizado y resina. En determinadas realizaciones, este período de tiempo es de 0,3-3 horas y en otras realizaciones de 0,5-1,5 horas. En otras realizaciones, se permite un período de contacto mayor de, por ejemplo, 1-8 horas, o más.

Retirada de bagazo de la suspensión acuosa

Las descripciones siguientes de la retirada de bagazo de la suspensión acuosa deberían entenderse como generalmente aplicables a los procedimientos descritos en la presente memoria, cada uno de los cuales especifica la retirada de bagazo de una suspensión acuosa para formar una miscela. Como se ha descrito anteriormente en la presente memoria, según los procedimientos descritos en la presente memoria, se retira inicialmente la mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela. (Los porcentajes en peso de bagazo a los que se hace referencia en la presente memoria se refieren a pesos en seco de bagazo (es decir, sin disolventes orgánicos ni agua). Como se indica más detalladamente más adelante en la presente memoria, la mayor parte del bagazo que se retira inicialmente en algunas realizaciones es del 60-95 % en peso del bagazo presente dentro de la suspensión acuosa y, en otras realizaciones, del 51-60 % en peso, 60-80 % en peso, 70-95 % en peso, o del 75-95 % en peso. La cantidad total de bagazo presente en la suspensión acuosa se puede determinar tomando una muestra representativa de la suspensión acuosa (con cuidado de que no se produzca sedimentación del bagazo dentro de la suspensión acuosa antes de tomar la muestra) y extrayendo los materiales insolubles mediante aclarado y centrifugación repetidos. En otras palabras, aclarado y centrifugado repetidos de sedimentos seguido de centrifugado repetido de cada sobrenadante resultante para garantizar una retirada completa de los materiales de bagazo insolubles. Pueden ser necesarias tres o más tandas de aclarado y centrifugación. Después de condensar y secar los materiales insolubles para retirar disolventes orgánicos, se puede determinar el peso total de los materiales insolubles. Se puede calcular la cantidad de bagazo presente en la muestra y por extensión se puede calcular el peso total de bagazo presente en total en la suspensión acuosa. La miscela contiene una determinada cantidad de bagazo (es decir, la parte no retirada de la suspensión acuosa), caucho solubilizado, resina solubilizada, al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se retira de la suspensión acuosa un 60-95 % en peso del bagazo, 60-80 % en peso, 70-95 % en peso o 75-95 % en peso del bagazo para formar la miscela. En determinadas realizaciones preferidas de los procedimientos descritos en la presente memoria, se retira al menos un 70 % en peso o al menos un 75 % en peso del bagazo de la suspensión acuosa para formar la miscela.

La retirada del bagazo de la suspensión acuosa se puede llevar a cabo utilizando equipos y/o procedimientos diversos y/o sustancias químicas diversas. La parte de bagazo que se retira de la suspensión acuosa se denomina en la presente memoria primera parte de bagazo. En determinadas realizaciones preferidas de los procedimientos descritos en la presente memoria, la retirada del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela se logra utilizando una centrífuga, de forma opcional, una centrífuga decantadora. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la retirada del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela se logra utilizando un decantador de extracción o una prensa de tornillo. En otras realizaciones adicionales de los procedimientos descritos en la presente memoria, la retirada del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela se logra utilizando un extractor de corrientes opuestas. Cada tipo de equipo descrito se puede utilizar para retirar el bagazo de la suspensión acuosa en determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria. Además, la descripción detallada de la operación de una centrífuga decantadora se debería considerar aplicable a determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, una parte o toda la primera parte de bagazo se envía de nuevo a la suspensión acuosa para permitir la transferencia de resina o caucho solubilizado adicional que se asocia con el bagazo húmedo de disolvente en la parte líquida de la suspensión acuosa (es decir, la miscela). En otras realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, no se envía nada de la primera parte de bagazo de nuevo a la suspensión acuosa. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, al menos una parte de la miscela (que contiene disolventes, caucho, resina y bagazo) que se produce a partir de la suspensión acuosa se envía de nuevo a la suspensión acuosa. En otras realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, no se envía de nuevo nada de la miscela a la suspensión acuosa.

En determinadas realizaciones, cuando se utiliza una centrífuga decantadora para retirar bagazo de la suspensión acuosa, se trabaja a una velocidad suficiente para generar una fuerza g de 500 a 3500, preferiblemente de 1.000 a 3.000 o de 1.000 a 2.500. (Como entenderán los expertos en la técnica, la fuerza g es una medida de la cantidad de

aceleración aplicada a una muestra y es una función de rotaciones por minuto y radio de rotación). También está comprendido en el ámbito de los procedimientos descritos en la presente memoria el uso de más de una centrífuga para retirar la mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, el contenido en sólidos de la miscela que se obtiene retirando bagazo de la suspensión acuosa es del 5-20 % en peso, preferiblemente del 7-18 % en peso (con respecto al peso total de la miscela), considerándose los sólidos bagazo, caucho y resina. En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, la miscela contiene del 1-10 % en peso de caucho y del 1-10 % en peso de resina; en otras realizaciones, la miscela contiene del 3-7 % en peso de caucho y del 3-9 % en peso de resina.

Según se describe previamente, en determinadas realizaciones específicas de los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa se somete a un procedimiento de centrifugación para retirar el 70-95 % en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo en la suspensión acuosa) para producir una miscela. La miscela contiene bagazo, caucho solubilizado, resina solubilizada, al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar. En determinadas realizaciones, la suspensión acuosa se somete a un procedimiento de centrifugación para retirar al menos un 75 % en peso del bagazo; en dichas determinadas realizaciones, del 75-95 % en peso del bagazo. En determinadas realizaciones, la centrífuga es una centrífuga decantadora y, en algunas de dichas realizaciones, se trabaja a una velocidad suficiente para generar 500-3.500 g, preferiblemente de 1.000 a 3.000 g. También está comprendido en el ámbito de los procedimientos descritos en la presente memoria el uso de más de una centrífuga para retirar al menos un 70 % en peso (p. ej., 70-95 % en peso) o al menos un 75 % en peso (p. ej., 75-95 % en peso) de bagazo de la suspensión acuosa. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, el contenido en sólidos de la miscela que se produce retirando bagazo de la suspensión acuosa es del 5-20 % en peso, preferiblemente del 7-18 % en peso (con respecto al peso total de la miscela), considerándose los sólidos bagazo, resina y caucho. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la miscela contiene del 1-10 % en peso de caucho y del 1-10 % en peso de resina o; en otras realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la miscela contiene del 3-7 % en peso de caucho y del 3-9 % en peso de resina.

Según se describe previamente, en determinadas realizaciones específicas de los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa se somete a un procedimiento de extracción para retirar del 60-95 % en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa), produciendo así una miscela. El procedimiento de extracción puede comprender el uso de un decantador de extracción. Un decantador de extracción puede ser una centrífuga de tipo espiral (a menudo horizontal) con un tazón de pared sólida cónica cilíndrica. Dentro del tazón se coloca una espiral que está adaptada a la pared del tazón y que gira dentro del mismo. La suspensión o suspensión acuosa a extraer se alimenta a la máquina (a menudo a través de ranuras distribuidoras en la espiral del tazón). La suspensión acuosa o suspensión entra entonces en la zona de extracción por corrientes opuestas del tazón y fluye hasta el extremo cónico del tazón mediante un disco separador en sentido contrario al flujo de un agente de extracción que se añade (es decir, efecto de contracorriente o corrientes opuestas). El uso de determinados decantadores de extracción puede permitir la adición de disolvente adicional durante el procedimiento de extracción y pueden funcionar de forma continua o semicontinua. Existen diversos tipos de decantadores de extracción, incluidos los que emplean extracciones mediante corrientes opuestas, decantadores de tipo espiral y de tipo tazón tamiz y de tipo tazón sólido. Preferiblemente, el decantador de extracción utilizado es un extractor de corrientes opuestas. En la presente memoria, debe entenderse que la expresión decantador de extracción incluye diferentes tipos de decantadores de extracción, incluidos los decantadores de corrientes opuestas, los decantadores de tipo espiral, los de tipo de tazón con tamiz y los de tipo tazón sólido. Se contempla también de forma específica que la etapa del procedimiento de extracción (p. ej., utilizando un decantador de extracción) con su retirada de una parte del bagazo contenido en la suspensión acuosa se puede usar en combinación con la adición de un disolvente adicional (es decir, disolvente orgánico polar, disolvente orgánico no polar o una combinación de estos) para proporcionar una miscela modificada que contiene relativamente menos bagazo y, por lo tanto, tiene un contenido en sólidos apropiado para el procesamiento mediante la siguiente etapa de retirada de bagazo (que, en determinadas realizaciones, conlleva el uso de una centrífuga de disco). Se entenderá que cuando el contenido en sólidos del material que entra en la centrífuga de disco es relativamente menor (p. ej., en el intervalo del 5-10 % en peso), se puede utilizar una centrífuga de disco relativamente menor.

Según se describe previamente, en determinadas realizaciones específicas de los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa se somete a un procedimiento de prensado para retirar al menos un 60 % en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa), produciendo así una miscela. El proceso de prensado puede comprender el uso de una prensa de tornillo. Una prensa de tornillo es un tipo de máquina que contiene un tornillo dentro de una cámara cuya longitud está rodeada por un material cilíndrico de tipo tamiz. El tornillo se hace girar, lo que hace que el material dentro de la cámara sea comprimido a través de la cámara y hacia arriba contra el tamiz. El eje del tornillo puede tener un diámetro mayor hacia el extremo del eje de modo que el diámetro en aumento comprime el material sólido hacia el tamiz, de modo que el líquido es expulsado a través del tamiz. Generalmente a lo largo del tornillo se empuja material sólido que puede ser comprimido contra el tamiz, pero sin atravesarla. Conforme continúa girando el tornillo, se va acumulando material sólido en el extremo de la cámara. Este material sólido se denomina a menudo torta de compresión. En el extremo de la cámara se encuentra situado un tapón o puerta (el tapón o puerta se llama a menudo cono). El cono se mantiene cerrado

mediante aire a presión y cuanto mayor es la presión del aire, mayor es la fuerza con la que el tornillo debe comprimir la torta de prensado para abrirlo y mayor es la cantidad de líquido expulsado desde la torta de compresión. La mayoría de las prensas de tornillo pueden funcionar en continuo. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la suspensión acuosa se somete a un procedimiento de compresión suficiente para retirar al menos un 70 % en peso de bagazo. En determinadas realizaciones, el procedimiento de compresión se logra mediante una prensa de tornillo. En realizaciones en las que se utiliza una prensa de tornillo, se puede trabajar en diferentes condiciones de funcionamiento, dependiendo del tamaño y de los parámetros de operación de la prensa de tornillo que se utilice en cada caso. Existen diversas prensas de tornillo comerciales, incluidas, aunque no de forma limitativa, las comercializadas por Vincent Corporation (Tampa, Florida).

En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria en las que se utiliza una prensa de tornillo, se trabaja con un ajuste en rpm de 20-100 rpm y a una contrapresión de 34 kPa - 103 kPa (preferiblemente 34 kPa - 69 kPa) (5-15 psi (preferiblemente 5-10 psi)). También está comprendido en el ámbito de los procedimientos descritos en la presente memoria el uso de más de una prensa de tornillo o el paso del bagazo a través de la prensa de tornillo de forma repetida (añadiendo codisolvente adicional a la torta de compresión de bagazo antes del segundo prensado que se lleve a cabo) para retirar al menos un 70 % en peso o al menos un 75 % en peso de bagazo de la suspensión acuosa. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, el contenido en sólidos de la mezcla que sale de la prensa es del 5-20 % en peso, preferiblemente del 5-10 % en peso (con respecto al peso total de la mezcla), considerándose los sólidos bagazo, resina y caucho. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la mezcla (licor) que sale de la prensa contiene del 1-10 % en peso de caucho y del 1-10 % en peso de resina; en otras realizaciones, la mezcla contiene del 3-7 % en peso de caucho y del 3-9 % en peso de resina.

En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la retirada del bagazo de la suspensión acuosa para producir una mezcla se logra utilizando un extractor de corrientes opuestas. En determinadas realizaciones, el bagazo retirado por el extractor de corrientes opuestas comprende del 60-95 % en peso del bagazo que está contenido en la suspensión acuosa; en otras realizaciones del 70-95 % o incluso del 75-95 %. En determinadas realizaciones que utilizan el extractor de corrientes opuestas, la mezcla de bagazo y disolventes (es decir, la suspensión acuosa) se mezcla en un extractor aparte durante un período de tiempo antes de usar el extractor de corrientes opuestas, con un tiempo adicional para permitir que el disolvente entre en contacto con la materia vegetal y solubilice el caucho y las resinas presentes en las células rotas de la materia vegetal. En otras realizaciones, la mezcla de bagazo y disolventes (es decir, la suspensión acuosa) no se mezcla previamente antes de añadirla al extractor de corrientes opuestas o solo se mezcla previamente antes de añadirla al extractor de corrientes opuestas. El extractor de corrientes opuestas funciona según el principio general de circulación o movimiento de sólidos en un sentido, mientras se produce una circulación o movimiento de líquido (p. ej., disolventes) en sentido opuesto, aumentando así la cantidad de contacto entre sólidos y líquido. Son posibles y adecuadas para usar en los procedimientos descritos en la presente memoria diversas configuraciones específicas de extractores de corrientes opuestas.

En determinadas realizaciones en las que se utiliza un extractor de corrientes opuestas, la materia vegetal que se mezcla con los disolventes para formar la suspensión acuosa se deja en contacto con los disolventes durante un período de tiempo suficiente para permitir la solubilización del caucho y de la resina que está presente en las células vegetales rotas de la materia vegetal, antes de retirar la mayor parte del bagazo del extractor de corrientes opuestas. En algunas de dichas realizaciones, la materia vegetal se deja en contacto con los disolventes durante 0,3-3 horas antes de retirar la mayor parte del bagazo del extractor de corrientes opuestas; en otras realizaciones 0,5 horas-1,5 horas. Debería entenderse que la materia vegetal se puede dejar en contacto con los disolventes durante un período de tiempo mayor como, por ejemplo, 1-8 horas o 3-8 horas antes de retirar la mayor parte del bagazo del extractor de corrientes opuestas. Los períodos de tiempo contacto indicados incluyen el tiempo (promedio) en que la materia está en contacto con los disolventes en el extractor de corrientes opuestas, así como el tiempo en que la materia vegetal está en contacto con los disolventes en el extractor aparte, si se utiliza dicho extractor aparte.

En determinadas realizaciones en las que se utiliza un extractor de corrientes opuestas, el extractor de corrientes opuestas está configurado de modo que contiene múltiples niveles o etapas, conteniendo cada nivel o etapa bagazo que se ha sometido a los disolventes para modificar y aumentar la cantidad de tiempo. Dentro de estas etapas, el bagazo se desplaza a través del extractor de corrientes opuestas con una cinta transportadora, tornillo transportador u otro tipo de sistema transportador. En lo que se puede considerar el nivel o etapa final, que es donde el bagazo ha estado en contacto con el disolvente durante el período de tiempo más largo, se retira el bagazo del extractor de corrientes opuestas (por ejemplo, utilizando una cinta transportadora, tornillo transportador u otro tipo de sistema transportador). En determinadas realizaciones, el bagazo que se está retirando del extractor de corrientes opuestas se somete a aclarado con disolvente fresco (es decir, la mezcla de disolvente orgánico no polar y disolvente orgánico polar) para retirar al menos parte del caucho que se puede solubilizar pero que está asociado con el bagazo húmedo de disolvente.

En determinadas realizaciones en las que se utiliza un extractor de corrientes opuestas, el bagazo que se retira del extractor de corrientes opuestas contiene una mezcla tanto de bagazo como de disolvente en cantidades relativas del 40-80 % en peso de disolvente; en otras realizaciones, el bagazo que se retira contiene un 40-60 % en peso de disolvente o un 40-50 % en peso de disolvente. En determinadas realizaciones en las que se utiliza un extractor de

corrientes opuestas, el bagazo que se retira del extractor de corrientes opuestas se comprime o exprime para retirar disolvente adicional. Este exprimimiento o compresión se pueden realizar mediante uno o más métodos incluidos, aunque no de forma limitativa, una prensa de tornillo, un secador de bandeja, extrusión, desvolatilización, etc.

5 *Adición de disolventes orgánicos adicionales*

Como se ha descrito anteriormente, en determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se añade a la miscela disolvente orgánico polar adicional, disolvente orgánico no polar o una combinación de estos (pudiendo ser cada uno de estos idénticos o diferentes con respecto a los disolventes presentes en la suspensión acuosa) para formar una miscela de viscosidad reducida. La miscela de viscosidad reducida contiene bagazo, caucho solubilizado y resina, así como disolventes orgánicos. En determinadas realizaciones preferidas, los disolventes orgánicos adicionales añadidos son los mismos que los presentes en la suspensión acuosa para simplificar el procedimiento. La cantidad de disolvente orgánico polar adicional que se añade es inferior a la cantidad que hace que el caucho presente en la miscela de viscosidad reducida se coagule ya que el caucho debería permanecer solubilizado en la miscela de viscosidad reducida. Como podrán apreciar los expertos en la técnica, la cantidad específica del disolvente o disolventes adicionales añadidos dependerá del volumen de la miscela y de las cantidades relativas de disolventes polares y no polares presente en la miscela, así como del procesamiento posterior específico al que se someta la miscela para retirar bagazo adicional. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la cantidad de disolvente o disolventes adicionales añadidos es una cantidad suficiente para producir una miscela de viscosidad reducida con una viscosidad inferior a 300 centipoise (p. ej., 10-300 centipoise) y en otras realizaciones inferior a 200 centipoise (p. ej., 10-200 centipoise). En determinadas realizaciones, la etapa de adición de disolvente orgánico polar adicional, disolvente orgánico no polar adicional o una combinación de los mismos se lleva a cabo dentro de la etapa de retirada de bagazo previa y la viscosidad de la miscela es tal que no requiere una reducción posterior. El propósito general detrás de la reducción de la viscosidad de la miscela es facilitar la retirada de bagazo de menor tamaño (p. ej., bagazo fino de tamaño inferior a 105 micrómetros y bagazo fino de tamaño superior a 45 micrómetros) en las etapas posteriores del procedimiento. Como entenderán los expertos en la técnica, la cantidad a la que se reduce la viscosidad de la miscela de viscosidad reducida (y, por lo tanto, la cantidad del disolvente o disolventes orgánicos añadidos) estará regida en gran medida por los parámetros del resto de etapas del procedimiento, incluida especialmente la velocidad y/o número de etapas de retirada de bagazo de menor tamaño para producir en última instancia el caucho coagulado y el caucho purificado sólido a partir de éste.

En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, el contenido en sólidos de la miscela de viscosidad reducida o de la miscela/material líquido que entra en el siguiente procedimiento de retirada de bagazo es del 2-18 % en peso, preferiblemente del 5-15 % en peso (con respecto al peso total de la miscela de viscosidad reducida o de la miscela/material líquido), incluyendo los sólidos bagazo, caucho y resina. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la miscela de viscosidad reducida (o la miscela) contiene de 0,5-7 % en peso de caucho y de 0,5-8 % en peso de resina (con respecto al peso total de la miscela de viscosidad reducida o de la miscela).

Según se describe previamente, en determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se añade a la miscela disolvente orgánico polar adicional, disolvente orgánico no polar o una combinación de los mismos (pudiendo ser cada uno de estos idénticos o diferentes con respecto a los disolventes orgánicos presentes en la suspensión acuosa) para formar una miscela de viscosidad reducida con una viscosidad inferior a 200 centipoise (p. ej., 10-200 centipoise). En otras realizaciones, se añade el disolvente orgánico polar adicional, el disolvente orgánico no polar u otra combinación de los mismos a la miscela para formar una miscela de viscosidad reducida con una viscosidad inferior a 300 centipoise (p. ej., 10-300 centipoise). Se puede añadir un disolvente orgánico o más de uno. Se puede añadir un disolvente orgánico polar o más de uno. Se puede añadir un disolvente orgánico no polar o más de uno. La miscela de viscosidad reducida contiene bagazo, caucho solubilizado y resina, así como disolventes orgánicos. En determinadas realizaciones preferidas, se añade disolvente orgánico polar adicional a la miscela para formar la miscela de viscosidad reducida. En determinadas realizaciones preferidas, el disolvente orgánico adicional que se añade es el mismo que al menos un disolvente orgánico polar presente en la suspensión acuosa para simplificar el procedimiento. La cantidad de disolvente orgánico polar adicional que se añade es inferior a la cantidad que hace que el caucho presente en la miscela de viscosidad reducida se coagule ya que el caucho debería permanecer solubilizado en la miscela de viscosidad reducida. Como podrán apreciar los expertos en la técnica, la cantidad específica del disolvente o disolventes orgánicos adicionales añadidos dependerá del volumen de la miscela y de las cantidades relativas de disolventes orgánicos polares y no polares presentes en la miscela. El propósito general detrás de la reducción de la viscosidad de la miscela es facilitar la retirada de bagazo de menor tamaño (p. ej., bagazo fino de tamaño inferior a 105 micrómetros y bagazo fino de tamaño superior a 45 micrómetros) en las etapas posteriores del procedimiento. Como entenderán los expertos en la técnica, la cantidad a la que se reduce la viscosidad de la miscela de viscosidad reducida (y, por lo tanto, la cantidad del disolvente o disolventes orgánicos adicionales añadidos) estará regida en gran medida por los parámetros del resto de etapas del procedimiento, incluidas especialmente la velocidad y/o número de etapas de retirada de bagazo de menor tamaño para producir en última instancia el caucho coagulado y el caucho purificado sólido a partir de éste. En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, el contenido en sólidos de la miscela de viscosidad reducida o del material líquido que entra en el siguiente procedimiento de retirada de bagazo es del 2-18 % en peso, preferiblemente del 5-15 % en peso (con

respecto al peso total de la miscela de viscosidad reducida), incluyendo los sólidos bagazo, caucho y resina. En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, la miscela de viscosidad reducida contiene de 0,5-7 % en peso de caucho y de 0,5-8 % en peso de resina (con respecto al peso total de la miscela de viscosidad reducida).

5 *Segunda retirada de bagazo*
 Como debería resultar claro a partir de la descripción previa de los procedimientos descritos en la presente memoria, una vez obtenida la miscela retirando la mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa, queda bagazo adicional en la miscela, una parte del cual se debe retirar para obtener un producto de caucho final comercialmente aceptable. Según se describe previamente, en realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se retira de la miscela de viscosidad reducida o de la miscela 80-95 % en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la miscela de viscosidad reducida o la miscela de la que se ha retirado la mayor parte del bagazo) para formar una miscela purificada. La mayor parte del bagazo que se retira para formar la miscela purificada tiene un tamaño de partículas inferior a 105 micrómetros. (En otras palabras, al menos un 50 % en peso del bagazo que se retira tiene un tamaño de partículas inferior a 105 micrómetros y, en determinadas realizaciones, al menos el 90 % o el 95 % en peso del bagazo que se retira tiene un tamaño de partículas inferior a 105 micrómetros. El intervalo de tamaños de partícula del bagazo que se retira se puede determinar secando el bagazo para retirar disolventes orgánicos y, a continuación, someter la masa seca a análisis de tamaño de partículas, por ejemplo, mediante análisis con tamiz. Diversos métodos de análisis del tamaño de partículas son bien conocidos por el experto en la técnica. La miscela purificada contiene caucho solubilizado y resina, así como disolventes orgánicos. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se retira al menos un 85 % en peso (p. ej., 85-95 % en peso) o al menos un 90 % en peso (p. ej., un 90-95 % en peso) del bagazo para formar una miscela purificada. En determinadas realizaciones preferidas de los procedimientos descritos en la presente memoria, la retirada de bagazo adicional para producir la miscela adicionalmente purificada se logra utilizando una centrifuga, de forma opcional, una centrifuga de disco. En determinadas realizaciones, cuando se utiliza una centrifuga de disco, se opera a una velocidad suficiente para generar una fuerza g de 4.000 a 12.000, preferiblemente de 7.000 a 10.000. También está comprendido en el ámbito de determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria el uso de más de una centrifuga o más de un método de tratamiento para retirar el bagazo adicional para obtener la miscela purificada. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, el contenido en sólidos de la miscela purificada es del 2-16 % en peso, preferiblemente del 3-12 % en peso (con respecto al peso total de la miscela purificada), incluyendo los sólidos caucho, resina y bagazo. En determinadas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, la miscela purificada contiene un 0,5-7 % en peso de caucho y un 0,5-8 % en peso de resina (con respecto al peso total de la miscela purificada).

Purificación adicional de la miscela purificada

Según se describe previamente, en determinadas realizaciones adicionales de los procedimientos descritos en la presente memoria se trata la miscela purificada para retirar bagazo adicional, obteniéndose así una disolución de caucho clarificada que contiene del 0,01-1 % de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa). En dichas determinadas realizaciones, un 0,01-0,5 % de bagazo o incluso un 0,01-0,1 % de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa) permanece en la disolución de caucho clarificado. Un 90-99 % (en peso) del bagazo adicional que se retira (de la miscela purificada) tiene un tamaño de partículas superior a 45 micrómetros y, en otras realizaciones, un 95-99 % en peso del bagazo adicional que se retira tiene un tamaño de partículas superior a 45 micrómetros. La disolución de caucho clarificado contiene caucho solubilizado y resina solubilizada (procedente de la materia vegetal) así como disolvente orgánico polar y no polar. En determinadas realizaciones preferidas, la retirada de bagazo adicional de la miscela purificada se logra filtrando, de forma opcional utilizando un filtro de tipo elemento barra-tamiz que contiene aberturas de 45 micrómetros o menos, continuamente rascado por una hoja rotatoria. Los filtros de tipo elemento de tamiz-barra se caracterizan por un filtro de tamiz con abertura de un tamaño específico a través del cual se hace pasar fluido. Los sólidos de mayor tamaño que las aberturas son atrapados por el filtro de tamiz y retirados del filtro de tamiz mediante rascado, por ejemplo, mediante una hoja rotatoria. Los sólidos pueden caer entonces al fondo del equipo de filtración, de donde se pueden recoger y/o descargar periódicamente. Se pueden utilizar otros procedimientos, incluidos, aunque no de forma limitativa, otros métodos de filtración, para retirar bagazo adicional de la miscela purificada para obtener una disolución de caucho clarificado que contiene del 0,01-1 % de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa). También está comprendido en el ámbito de los procedimientos descritos en la presente memoria el uso de más de un filtro o más de un método de tratamiento para retirar el bagazo adicional obteniéndose así una disolución de caucho clarificada que contiene un 0,01-1 % de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa).

Disolventes orgánicos

En cualquiera de las realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, los disolventes orgánicos presentes en la suspensión acuosa y los disolventes orgánicos adicionales (disolvente orgánico polar, disolvente orgánico no polar, o una combinación de los mismos) añadidos a la miscela para formar una miscela de viscosidad reducida o en cualquier otra etapa del procedimiento pueden ser idénticos o diferentes (es decir, en general se puede utilizar un disolvente orgánico no polar y en general un disolvente orgánico polar o, de forma

alternativa, se puede utilizar más de uno de cada tipo). Preferiblemente, todo el disolvente orgánico no polar utilizado en el procedimiento es el mismo y todo el disolvente orgánico polar utilizado en el proceso es el mismo.

5 En cualquiera de las realizaciones anteriores de los procedimientos descritos en la presente memoria, el al menos un disolvente orgánico polar de la suspensión acuosa y el disolvente orgánico polar adicional que se haya añadido a la miscela para formar una miscela de viscosidad reducida o se haya añadido en cualquier otra etapa del procedimiento se puede seleccionar del grupo que consiste en alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono (p. ej., etanol, isopropanol, etanol y similares); éteres y ésteres que tienen de 2 a 8 átomos de carbono; éteres cíclicos que tienen de 4 a 8 átomos de carbono; y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono (p. ej., acetona, metiletilcetona y similares); y combinaciones de los mismos. En determinadas realizaciones preferidas de los procedimientos descritos en la presente memoria, el al menos un disolvente orgánico no polar y el disolvente orgánico no polar adicional son, cada uno, hexano o ciclohexano, siendo el al menos un disolvente orgánico polar y el disolvente orgánico polar adicional de forma opcional acetona. En realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria se pueden usar otros disolventes orgánicos polares (de forma individual o combinada) siempre y cuando el disolvente orgánico polar solvata preferiblemente una parte de materiales extraíbles de tipo no caucho (p. ej., resinas) y actúe (a una concentración determinada) coagulando el caucho natural. En cualquiera de las realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se pueden utilizar mezclas de dos o más disolventes orgánicos polares.

20 En cualquiera de las realizaciones anteriores de los procedimientos descritos en la presente memoria, el al menos un disolvente orgánico no polar que está presente en la suspensión acuosa y cualquier disolvente orgánico no polar adicional añadido a la miscela para formar una miscela de viscosidad reducida o en otra parte en el procedimiento se puede seleccionar del grupo que consiste en alcanos que tienen de 4 a 9 átomos de carbono (p. ej., pentano, hexano, heptanos, nonano y similares); cicloalcanos y alquil cicloalcanos que tienen entre 5 y 10 átomos de carbono (p. ej., ciclohexano, ciclopentano y similares); compuestos aromáticos y compuestos aromáticos sustituidos con alquilo que tienen de 6 a 12 átomos de carbono (p. ej., benceno, tolueno, xileno y similares); y combinaciones de los mismos. En determinadas realizaciones preferidas de los procedimientos descritos en la presente memoria, el al menos un disolvente orgánico polar de la suspensión acuosa y cualquier disolvente orgánico polar adicional son cada uno acetona, y el al menos un disolvente orgánico no polar de la suspensión acuosa y cualquier disolvente orgánico no polar adicional son opcionalmente hexano o ciclohexano. Se pueden utilizar otros disolventes orgánicos no polares (individualmente o en combinación) en las realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria siempre que el disolvente orgánico no polar solvata preferiblemente el caucho natural. En cualquiera de las realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se pueden utilizar las mezclas de dos o más disolventes orgánicos no polares.

35 Según se describe previamente, en determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la cantidad relativa de al menos un disolvente orgánico no polar y al menos un disolvente orgánico polar presentes en la suspensión acuosa es de 50-90 % en peso y de 10-50 % en peso, respectivamente, con respecto a la cantidad total de disolvente orgánico. En determinadas realizaciones preferidas, la cantidad del al menos un disolvente orgánico no polar es de 60-85 % en peso y la cantidad del al menos un disolvente orgánico polar es de 15-40 % en peso. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, es ventajoso controlar o ajustar la viscosidad de la mezcla disolvente orgánica combinada (es decir, el al menos un disolvente orgánico no polar y el al menos un disolvente orgánico polar) a 10-1000 centipoise, especialmente para determinadas partes del proceso, tales como la parte de suspensión acuosa donde el caucho y la resina se disuelven a partir de las células rotas de la planta. En algunas de esas realizaciones, la viscosidad de la mezcla disolvente orgánica combinada se controla o ajusta a 35-800 centipoise. Serán útiles viscosidades relativamente mayores en los intervalos anteriores para una parte del procedimiento donde la solubilización del caucho y la resina procedente de las células rotas de la planta se produce a fin de maximizar la solubilización y minimizar la sedimentación de las partículas de bagazo. Por el contrario, una viscosidad relativamente menor en los anteriores intervalos será útil para la parte del procedimiento donde el caucho y la resina ya se hayan solubilizado, pero el bagazo se está lavando para asegurar que el caucho y la resina solubilizados se retienen con el líquido/disolvente en vez de con el disolvente-bagazo húmedo.

Aspectos generales

55 En diversas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, se pueden usar opcionalmente uno o más antioxidantes junto con la materia vegetal, la suspensión acuosa o en otra parte en el procedimiento de extraer el caucho de la materia vegetal. En realizaciones preferidas de los procedimientos descritos en la presente memoria, se añaden uno o más antioxidantes a la disolución de caucho clarificada antes de aumentar la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en comparación con el disolvente orgánico no polar. Sin embargo, en otras realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se pueden añadir uno o más antioxidantes en uno o más puntos diferentes durante el procedimiento. Preferiblemente, cuando se añaden uno o más antioxidantes, se añaden después de retirar al menos el 80 %, al menos el 85 % o al menos el 90 % del bagazo de la miscela con viscosidad reducida. Alternativamente, en determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se pueden añadir uno o más antioxidantes a la materia vegetal antes de su incorporación a la suspensión acuosa. Los compuestos adecuados para su uso como el uno o más antioxidantes en los procedimientos descritos en la presente memoria incluyen, aunque no de forma limitativa, 2,6-

di-t-butil-4-metilfenol (conocido también como 2,6-di-t-butil-p-cresol); N-(1,3-dimetilbutil)-N'-fenil-1,4-bencenodiamina; octadecil-3-(3,5-di-terc.butil-4-hidroxifenil)-propionato (comercializado como Irganox® 1076); 4,6-bis(octiltiometil)-o-cresol (comercializado como Irganox® 1520), fenoles impedidos monohidratados tales como 6-t-butil-2,4-xilenol, fenoles estirenados, octilfenoles butilados; bisfenoles, por ejemplo 4,4'-butilidobis(6-t-butil-m-cresol), bisfenol A polibutilado, hidroquinonas impedidas, tales como 2,4-di-t-amilhidroquinona; polifenoles, tales como copolímero de p-cresol-diciclopentadieno butilado; sulfuros fenólicos tales como 4,4'-tiobis(6-t-butil-3-metil-fenol), bisfenol fosfito alquilados-arilados tales como tris(nonilfenil)fosfito, triazinatriona tales como hidroxycinnamato triéster alquilado de tris(2-hidroxietil)-triazinatriona, tris(alquilhidroxibencil)-triazinatriona; ésteres de pentaeritrol tales como tetrakis(metilen-3,5-di-t-butil-4-hidroxihidrocinnamato)-metano; difenilaminas sustituidas tales como difenilaminas octiladas, p-(p-toluensulfonamido)-di-fenilamina, difenilamina nonilada, productos de reacción de diisobutilen-difenilamina; dihidroquinolinas, tales como 6-dodecil-1,2-dihidro-2,2,4-trimetilquinolina; polímeros de dihidroquinolina, tales como polímero de 1,2-dihidro-2,2,4-trimetilquinolina; mercaptobencimidazoles tales como 2-mercaptobencimidazol; ditiocarbamatos de metal, tales como dibutilditiocarbamato de níquel, diisobutilditiocarbamato de níquel, dimetilditiocarbamato de níquel; productos de reacción de cetona/aldehído-arilamina tales como productos de condensación de anilina-butiraldehído, productos de reacción de diarilamina-cetona-aldehído; y p-fenilendiaminas sustituidas tales como di-b-naftil-p-fenilendiamina y N-fenil-N'-ciclohexil-p-fenilendiamina. La cantidad total del antioxidante empleada en aquellas realizaciones de los procedimientos descritos que utilizan al menos un antioxidante en la presente memoria puede estar en el intervalo de 0,2 % a 2 % en peso del caucho sólido purificado producido en última instancia mediante el procedimiento (con respecto al peso del caucho sólido purificado que contiene menos de 0,5 % en peso de disolvente).

Según se describe previamente, la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en comparación con el disolvente orgánico no polar en la disolución de caucho clarificada se aumenta con el fin de coagular el caucho que se solubiliza en la disolución de caucho clarificada. En determinadas realizaciones, se aumenta la cantidad de disolvente orgánico polar añadiendo disolvente orgánico polar adicional. En otras realizaciones, se aumenta la cantidad relativa de disolvente orgánico polar eliminando el disolvente orgánico no polar. Se aumenta la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en una extensión que da lugar a que el caucho presente en la disolución de caucho clarificada comience a coagularse. La cantidad concreta de disolvente orgánico polar adicional que se añade y/o la cantidad concreta de disolvente orgánico no polar que se elimina dependerá del volumen de la mezcla y de las cantidades relativas de disolventes orgánicos polares y no polares presentes en la mezcla y de la cantidad deseada de coagulación del caucho. El caucho de mayor peso molecular (que es generalmente más deseable en términos de un producto final) se coagulará en primer lugar. En determinadas realizaciones, se controla la coagulación de modo que el caucho de mayor peso molecular (preferiblemente el caucho con un peso molecular de al menos 800.000 (p. ej., 800.000-1.500.000), aún más preferiblemente al menos 1.000.000 (p. ej., 1.000.000-1.500.000)) se coagula y el caucho de menor peso molecular permanece en disolución. Los pesos moleculares del caucho a los que se hace referencia en la presente memoria se determinan mediante GPC, utilizando un patrón de poliestireno.

En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, puede ser útil permitir alguna cantidad de tiempo de sedimentación de tal manera que la fracción que contiene el caucho de mayor peso molecular pueda separarse de la fracción más ligera que contiene el caucho de menor peso molecular y también la resina. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, se puede utilizar un fraccionador (opcionalmente con forma de cono) para ayudar en la separación por lo cual, la fracción de caucho de mayor peso molecular más pesada se sedimenta en la parte inferior de los fraccionadores y se puede extraer (tal como mediante bombeo) de la parte inferior. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, la extracción de la fracción de caucho de mayor peso molecular es continua para mantener una interfase de fase constante o relativamente constante en el fraccionador. La fase superior (que contiene caucho y resina de menor peso molecular) puede separarse y recircularse o reutilizarse de diversas maneras. En determinadas realizaciones, la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en comparación con el disolvente orgánico no polar puede aumentarse añadiendo disolvente orgánico polar adicional y eliminando el disolvente orgánico no polar. En determinadas realizaciones, se puede añadir uno o más de un disolvente orgánico polar adicional a la disolución de caucho clarificada en una cantidad total a fin de coagular el caucho anteriormente solubilizado. En realizaciones preferidas, cuando se añade disolvente orgánico polar adicional, es el mismo disolvente orgánico polar que está presente en la suspensión acuosa. En otras realizaciones, cuando se añade disolvente orgánico polar adicional, puede ser un disolvente orgánico polar diferente del incluido en la suspensión acuosa.

Según se describe previamente, según los procedimientos descritos en la presente memoria, se puede producir caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado que se coagula en la disolución de caucho clarificada. Se pueden utilizar diversos procedimientos para aislar el caucho sólido purificado. Estos procedimientos comprenden normalmente la eliminación del disolvente (principalmente el disolvente orgánico no polar, pero también algo del disolvente orgánico polar) asociado con el caucho coagulado. Se puede eliminar el disolvente residual procedente del caucho coagulado evaporando el disolvente tal como con la aplicación de calor y/o vacío. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, el disolvente residual se elimina en una o en múltiples fases (dos, tres, cuatro, cinco o más) que incluyen el uso de calor y vacío. En determinadas realizaciones, el calor que se aplica preferiblemente aumenta la temperatura del caucho coagulado por encima

del punto de ebullición de los disolventes orgánicos residuales asociados con el caucho coagulado. En determinadas realizaciones, esta temperatura es de 40 °C a 100 °C para facilitar la eliminación del disolvente. En determinadas realizaciones, la presión se reduce a 10-100 kPa (3-30 pulgadas de Hg) para facilitar la eliminación del disolvente. El disolvente que se elimina puede condensarse y recuperarse para uso adicional. En realizaciones preferidas, el caucho sólido purificado que se produce tiene un peso molecular de al menos 800.000 (p. ej., 800.000-1.500.000), aún más preferiblemente al menos 1.000.000 (p. ej., 800.000-1.500.000), basándose el peso molecular en un patrón de poliestireno. La cantidad de disolvente que se elimina del caucho coagulado variará de acuerdo con el uso deseado y el método de envío. En determinadas realizaciones, el caucho sólido purificado puede recogerse en fardos. En realizaciones preferidas, no más de un 2 % en peso, preferiblemente no más de un 1 % en peso y aún más preferiblemente no más de un 0,8 % en peso de materia volátil (con respecto al peso total del caucho sólido purificado) permanece en el caucho sólido purificado después que se ha sometido a una o más etapas de eliminación del disolvente. Como se analiza previamente, según determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, cuando el caucho sólido purificado contiene un 0,8 % en peso de materia volátil, contendrá también un 0,05-0,5 % en peso de suciedad, un 0,2-1,5 % en peso de cenizas, y un 0,1-4 % en peso de resina. (Debe entenderse que el caucho sólido purificado producido según los procedimientos descritos en la presente memoria puede contener relativamente más o menos disolvente orgánico, y que se proporciona el 0,8 % en peso de materia volátil como un contenido ilustrativo para determinar si se ha conseguido una eliminación suficiente de la suciedad, la ceniza y la resina. En determinadas realizaciones preferidas, el caucho sólido purificado contiene 0,8 % en peso o menos de materia volátil.

En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en el presente documento, la cantidad de caucho que se extrae de la suspensión acuosa representa al menos un 95 % en peso (p. ej., 95-99 % en peso o 95-98 % en peso) del caucho que está presente en la suspensión acuosa que contiene materia vegetal. Preferiblemente, en dichas realizaciones, la materia vegetal es de arbustos guayule. En determinadas realizaciones más preferidas de los procedimientos descritos en el presente documento, la cantidad de caucho que se extrae de la suspensión acuosa representa al menos un 96 % en peso (p. ej., 96-99 % en peso o 96-99 % en peso) del caucho que está presente en la suspensión acuosa que contiene la materia vegetal. En determinadas realizaciones, la materia vegetal es de arbustos guayule. En realizaciones preferidas de los procedimientos descritos en la presente memoria, la cantidad de caucho que se extrae de la suspensión acuosa representa al menos un 98 % en peso del caucho que está presente en la suspensión acuosa que contiene la materia vegetal. Se puede determinar el caucho total presente en la suspensión acuosa que contiene la materia vegetal siguiendo un método similar al utilizado para determinar el bagazo total presente en la suspensión acuosa, como se ha analizado anteriormente, excepto que se centra en los sobrenadantes obtenidos de centrifugaciones y enjuagues repetidos. Una vez que todo el bagazo se ha eliminado de la muestra de la suspensión acuosa (usando el procedimiento repetido de centrifugación y aclarado anteriormente descrito), las partes del sobrenadante se reunieron y el caucho presente en las mismas se coagula mediante adición de más disolvente polar (la resina permanecerá solubilizada). El disolvente polar se debería agregar hasta más allá del punto en el que la coagulación se inicia para garantizar la coagulación del caucho de peso molecular más bajo, así como la del caucho de peso molecular más alto. El caucho coagulado se puede separar por filtración de los disolventes, enjuagarse con varias fracciones adicionales de disolvente polar puro (añadiéndose el enjuagado a la parte del disolvente que contiene la resina). Tras secar (para eliminar cualquier disolvente residual), el caucho se pesa, y se puede calcular la cantidad total de caucho en la suspensión acuosa original que contiene materia vegetal. La resina total presente en la suspensión acuosa que contiene materia vegetal se puede determinar secando el disolvente que queda una vez que el caucho se coagula (añadiendo todos los enjuagues de disolvente polar adicional usados para enjuagar el caucho coagulado).

Temperatura

Según se describe previamente, múltiples aspectos de los procedimientos de acuerdo con la invención se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-80 °C, y diferentes aspectos del procedimiento se pueden llevar a cabo a la misma temperatura o a diferentes temperaturas) y una presión de 35 a -1000 kPa. En algunas realizaciones según los procedimientos descritos en la presente memoria, múltiples aspectos del procedimiento se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-50 °C (preferiblemente aquellos aspectos del procedimiento notados como (a)-(e) en varias realizaciones de la presente memoria y/o que cumplen la descripción de estar antes de la etapa en la que el disolvente orgánico se elimina del caucho coagulado). Como entenderán los expertos en la técnica, la temperatura o temperaturas particulares a las que se llevan a cabo los aspectos individuales de los procedimientos pueden variar dependiendo de la identidad del al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar utilizados. Sin embargo, se pretende que dichos aspectos de los procedimientos descritos en la presente memoria que se dirigen a la retirada del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela; adición de disolvente orgánico polar adicional para producir una miscela de viscosidad reducida; eliminar el 80-95 % en peso de bagazo de la miscela de viscosidad reducida (o la miscela) para formar una miscela purificada; y opcionalmente tratar la miscela purificada para eliminar bagazo adicional, produciendo de esta forma una disolución de caucho clarificada que contiene un 0,01-1 % en peso de bagazo, lo cual se llevará a cabo a una temperatura o temperaturas por debajo del punto de ebullición de la mezcla de al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar utilizados. Aspectos siguientes o posteriores de la procedimientos (es decir, aumento de la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en comparación con el disolvente orgánico apolar en la disolución de caucho clarificada de manera que se coagule el caucho y se produzca un caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado) se llevan a cabo preferiblemente a una temperatura o temperaturas por encima del punto de ebullición del al menos un disolvente orgánico polar y/o por

encima del punto de ebullición de la mezcla del al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico apolar.

5 Múltiples etapas en cada uno de los procedimientos descritos en la presente memoria se llevan a cabo preferiblemente de modo continuo. En determinadas realizaciones de los procedimientos descritos en la presente memoria, (a)-(g) se llevan a cabo de modo continuo.

EJEMPLOS

10 Los siguientes ejemplos tienen solamente fines ilustrativos, y no están destinados a limitar el alcance de las reivindicaciones que se anexan a la presente memoria.

15 Salvo que se defina de otra forma, todos los términos técnicos y científicos usados en la presente memoria tienen el mismo significado que entiende normalmente el experto en la técnica a la que pertenece la tecnología de la presente solicitud. Aunque la presente solicitud se ha ilustrado mediante la descripción de realizaciones de la misma, y aunque las realizaciones se han descrito con bastante detalle, no es intención de los solicitantes restringir o limitar de ninguna manera el alcance de las reivindicaciones anexas a dicho detalle. Los expertos en la técnica podrán apreciar fácilmente ventajas y modificaciones adicionales. Por consiguiente, la solicitud, en sus aspectos más amplios, no se limita a los detalles especificados, las realizaciones representativas y los ejemplos ilustrativos mostrados y descritos. Por tanto, se pueden realizar variaciones de dichos detalles sin desviarse del espíritu o alcance del concepto inventivo general del solicitante.

Ejemplo 1

25 Se preparó una muestra para simular la retirada de caucho a partir de una fuente de caucho distinta de Hevea. Se usó un frasco principal para preparar una muestra que tenía 500 ml de volumen compuesta de un 12,4 % (p/p) partículas finas insolubles (las partículas finas insolubles eran el bagazo y la suciedad/tierra de la cosecha de aglomerados de arbustos de guayule), 4,8 % (p/p) de caucho soluble (obtenidos de la coagulación de un látex de caucho natural procedente de arbustos de guayule) y 1,6 % (p/p) de resina mixta soluble con caucho degradado. La resina mixta soluble con caucho degradado y las partículas finas insolubles se obtuvieron de aglomerados de arbustos de guayule usando una mezcla de codisolvente con el 80 % en peso de hexano y 20 % en peso de acetona. Los aglomerados se habían preparado alrededor de 1,5 años antes, a partir de arbustos de guayule troceados y almacenados. En el momento del uso, los aglomerados contenían una humedad poco importante, de contener alguna. Las partículas finas insolubles, el caucho soluble y la resina mixta soluble con caucho degradado se disolvieron usando un codisolvente de acetona y hexano (el codisolvente contenía un 80 % en peso de hexano y un 20 % en peso de acetona). La muestra se agitó manualmente y después se vertió rápidamente en tubos de centrifuga de 15 ml (con agitación manual entre los vertidos).

35 Para simular la etapa de retirada de bagazo, se realizaron pruebas de centrifugado al colocar los tubos de centrifuga de 15 ml en una centrifuga de botella Flottweg con el uso de configuraciones de 1.000 x g (Muestra 1-A) y 3.000 x g. (Muestra 1-B) para los tiempos indicados a continuación en la Tabla 1. Se llevó a cabo un tercer tratamiento mediante, primero el uso de una configuración de 1.000 x g durante 5 minutos y después, someter el líquido de esta prueba a un segundo tratamiento de centrifugado a 3.000 x g (Muestra 1-C). Tras completar la centrifugación, las muestras de ensayo se extrajeron y se analizaron para determinar la cantidad de compactación de los sólidos y el % en volumen de material sedimentado (los resultados se encuentran en la Tabla 1). A continuación, el líquido se separó de los sólidos por decantación. El líquido decantado se analizó tras eliminación del disolvente (para eliminar todo o prácticamente todo el disolvente y dejar atrás tanto los sólidos solubles como los insolubles). El porcentaje en peso de sólidos insolubles remanentes puede entonces calcularse y compararse con el objetivo de no más del 6 % de sólidos insolubles (los resultados aparecen en la Tabla 2). Posteriormente, los sólidos de la parte inferior del tubo se analizaron para determinar las cantidades relativas de sólidos solubles e insolubles presentes en el mismo (los resultados aparecen en la Tabla 2).

		TABLA 1		
	Configuración de centrifuga	Tiempo (minutos)	Volumen de sedimento (%)	Envasado
Muestra 1-A	1000 X g	1	30	compacto medio
		2	30	compacto medio
		5	30	compacto medio
Muestra 1-B	3000 x g	1	30	compacto medio
		2	30	compacto medio
		5	30	compacto medio

TABLA 2	
Análisis de la sustancia seca	
Etapa de ensayo	% de sólidos disueltos
Muestra alimentada (antes de la centrifugación)	23,8
Muestra alimentada (antes de la centrifugación)	22,5
Líquido de 1.000 x g, 5 minutos	11,6 (7,0 % soluble y 4,6 % insoluble)
Líquido de 3.000 x g, 5 minutos	10,5 (7,1 % soluble y 3,4 % insoluble)

Ejemplo 2

5 Para simular la extracción de caucho de una fuente distinta de Hevea, se prepararon varios lotes de disolución de caucho con diferentes % de partículas finas como material alimentado (las disoluciones eran de aglomerados de arbustos de guayule y un codisolvente de 80/20 hexano/acetona que se había sometido a diferentes tratamientos, entre los que se incluyen el tratamiento con prensa de tornillo). Se llevaron a cabo conjuntos de experimentos con diferentes caudales para una fuerza G de 7.000 x g (configuración baja) y 12.000 x g (configuración alta). Se recogieron muestras del líquido de diferentes conjuntos experimentales tras la centrifugación usando una centrífuga de disco Westfalia Modelo CTC1. Esta centrífuga de disco contiene un cuenco con una capacidad de volumen de 1 litro, y puede contener hasta 0,5 litros de sólidos. Tras la centrifugación, las muestras de caucho sólido se coagularon a partir del líquido añadiendo acetona adicional al líquido hasta que coaguló el caucho (por lo general, la coagulación del caucho se produce para una relación en peso de hexano/acetona 1,2:1). El disolvente se decantó del caucho coagulado y se retiró el disolvente del caucho húmedo restante mediante secado en un horno de vacío a 70 °C. Las concentraciones de cenizas y suciedad dentro de las muestras de caucho secas se analizaron utilizando el método de ASTM D1278-91. Los resultados se resumen en la Tabla 3.

TABLA 3							
% de partículas finas en la alimentación		ID de muestra	Fuerza G	Caudal (l/min)	% de ceniza en caucho	% de suciedad en caucho	Mayor TSR alcanzada
% p/p	% v/v						
0,06	0,15	2688-131	7000	0,25	0,22	0,07	TSR-10
			12000	0,25	0,17	0,15	TSR-20
0,42	1	2688-139	7000	0,5	0,53	0,16	TSR-20
				1	0,67	0,16	TSR-20
				1,5	0,69	0,09	TSR-20
			12000	0,5	0,34	0,09	TSR-10
				1	0,31	0,05	TSR-CV
				1,5	0,47	0,16	TSR-20
0,58	1,4	2688-129	7000	1,25	0,73		
			12000	0,5	0,15		
1,6	3,8	2688-137	7000	0,5	0,44		
				1	0,54	0,14	TSR-20
				1,5	0,61	0,06	TSR-10
			12000	0,5	0,24	0,04	TSR-CV
				1	0,56	0,07	TSR-10
				1,5	0,60	0,13	TSR-20
5,31	12,6	2688-141	7000	0,5	0,61	0,16	TSR-20
				1	0,86	0,22	TSR-50
				1,5	1,34	0,26	TSR-50
			12000	0,5	0,27	0,12	TSR-50
				1	0,45	0,07	TSR-10
				1,5	0,53	0,17	TSR-20
6,83	16,2	2688-143	7000	0,5	1,17	0,32	TSR-50
				1	1,64	0,38	
				1,5	1,81		
			12000	0,5	0,72	0,08	TSR-10
				1	1,32	0,14	TSR-50
				1,5	1,20	0,05	TSR-50

De estos experimentos, se mostró que una elevada fuerza centrífuga G puede separar los materiales de alimentación con partículas finas por debajo de aproximadamente 13 % (v/v) para caudales de hasta 1,5 l/minuto para producir un caucho sólido final que cumple por lo general lo estipulado en la norma ISO TSR-50. (ISO ha especificado seis calidades diferentes para el caucho natural, por lo que el caucho está técnicamente especificado. Las calidades se denominan TSR (Technically Specified Rubber [caucho técnicamente especificado]). TSR L (caucho de alta calidad y color claro preparado a partir de látex), TSR CV (látex de caucho de alta calidad de viscosidad estabilizada), TSR 5 (látex de caucho de alta calidad, más oscuro que TSR L), TSR 10 y 20 (buenas calidades derivadas de coagulación en campo, adecuados para fines generales), TSR 50 (contenido de suciedad de hasta el 0,50 % en peso. Las especificaciones y características de las calidades TSR se resumen en la Tabla 4.) Con un menor caudal de 0,5 l/minuto, la centrífuga de laboratorio concreta seguía pudiendo gestionar el material de alimentación con una cantidad de partículas finas de 16,2 % (v/v) funcionando en la configuración de fuerza G más alta. Para materiales de alimentación con 12,6 % (v/v) de partículas finas, el caudal se tuvo que limitar a 1 l/minuto para que el caucho sólido final cumpliera la norma TSR-50 y no tuviera más de 0,5 % en peso de suciedad y no más de 1,5 % en peso de ceniza.

TABLA 4						
Parámetros	Calidades					
	TSR DE CV	TSR DE L	TSR 5	TSR 10	TSR 20	TSR 50
Suciedad (máx.) % en peso	0,05	0,05	0,05	0,10	0,20	0,50
Ceniza (máx.) % en peso	0,60	0,60	0,50	0,75	1,00	1,50
Nitrógeno (máx.) % en peso	0,60	0,60	0,50	0,60	0,60	0,60
Materia volátil (máx.) % en peso	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80
Plasticidad de Wallace Po (Mín.) inicial		30	30	30	30	30
Índice de retención de plasticidad PRI (Mín.)	60	60	60	50	40	30
Escala de color Lovibond (valor individual, máx.)		6				
Viscosidad Mooney (ML, 1+4, 100 °C)	60±5					

Ejemplo 3 (Preparación de aglomerados de arbustos de guayule)
 Arbustos de guayule que tenían aproximadamente 7 años de edad se cortaron por encima de la raíz durante el invierno. Los arbustos cortados se dejaron en el campo para su secado. Sin embargo, durante la cosecha, se produjeron precipitaciones intensas que ralentizaron la velocidad de secado. Debido a la lluvia, no se llevó a cabo la operación de eliminación de hojas, pero basándose en el hecho de que no se había producido el recrecimiento primaveral de hojas, el porcentaje de peso de las hojas se estimó en menos del 20 % (sobre una base seca). Aproximadamente 3 semanas después de comenzar la cosecha, los arbustos cortados se sometieron a un picado grueso hasta un diámetro máximo de aproximadamente 0,95 cm (3/8 pulg.) usando una desfibradora/picadora. Los trozos de arbusto triturados se introdujeron en recipientes cubiertos y se transportaron hasta una localización de aglomeración. Tras su recepción en la localización de aglomeración, los recipientes se abrieron inmediatamente. Cuatro días después de la recepción del material picado se inició el procesamiento (el procesamiento comenzó aproximadamente 4 semanas después de la cosecha). Todo el cargamento del material de guayule picado se molió en primer lugar en un molino de martillos usando un tamiz de 1,27 cm (½ pulg.). El material resultante se hizo pasar a continuación sobre un tamiz vibrante de malla 20 para eliminar partículas finas. El material sobredimensionado que quedó sobre el tamiz se aglomeró usando una matriz de 0,64 cm (1/4 pulg.). Se encontró que el contenido de humedad final de los aglomerados era un 16 % en peso y, tras su análisis (usando extracción soxhlet con acetona/pentano en azeótropo), se encontró que los aglomerados contenían un 9 % de resina y un 4,4 % de caucho. Los aglomerados se enviaron en un recipiente sellado de 208 litros (55 galones) en forma de tambor que se abrió tras su recepción, se purgó con nitrógeno y se volvió a sellar.

Ejemplo 4 (Uso de una prensa de tornillo para eliminar el bagazo)
 Se usó una muestra de suspensión acuosa de 15,9 kilogramos (35 libras). La suspensión acuosa se preparó combinando aglomerados hechos de materia vegetal de guayule (como se describe en el Ejemplo 3, más arriba), hexano y acetona. Los aglomerados se analizaron mediante prensa de tornillo aproximadamente 2 meses después de la aglomeración. (Tras su recepción desde la localización de aglomeración, los aglomerados se almacenaron en un tambor de plástico de 208 litros (55 galones) que se había cerrado, purgado con nitrógeno y sellado). La composición diana de la suspensión acuosa fue 18 % en peso de bagazo, 57 % en peso de hexano, 14 % en peso de acetona, 5 % en peso de caucho y 6 % en peso de resina (el bagazo, caucho y resina procedían todos de los aglomerados). Se usó una prensa de tornillo de Vincent Corporation (modelo número CP-4) para separar una cantidad del bagazo de la suspensión acuosa, y se evaluaron varias combinaciones en presión de descarga y velocidad del tornillo. También se evaluaron tres tamices diferentes con tamaños de malla y forma diferentes. Dos tamices contenían aberturas en forma de ranura (uno con aberturas de 0,043 cm (0,017 pulg.) de ancho y el otro con aberturas de 0,028 cm (0,011 pulg.) de ancho). El tercer tamiz tenía aberturas circulares con un diámetro de 0,058 cm (0,023 pulg.). Como se proporciona en la Tabla 5 siguiente, se procesaron varios lotes de la suspensión acuosa a través de la prensa de tornillo, usando las combinaciones de velocidad de la prensa de tamiz y

contrapresión indicados. Los lotes 1-3 usaron el tamiz con aberturas en forma de ranura de 0,043 cm (0,017 pulg.), los lotes 4-12 usaron el tamiz con aberturas en forma de ranura de 0,028 cm (0,011 pulg.) y los lotes 13-17 usaron el tamiz con aberturas circulares de 0,058 cm (0,023 pulg.). El líquido (licor) que contiene los disolventes solubilizados, el caucho solubilizado, las resinas solubilizadas, y algo de bagazo se recogieron a la salida de la prensa de tornillo. El bagazo que se había acumulado en la torta de compresión se recogió por separado.

Para la mayoría de los lotes, se tomaron muestras de la suspensión acuosa de alimentación (también denominada suspensión original), el licor de la prensa y la torta de compresión de bagazo. Los porcentajes en peso de partículas finas y caucho en las muestras del licor de la prensa se determinaron sometiendo las muestras del licor de la prensa a centrifugación y, a continuación, el sobrenadante de la centrifugación se coaguló (por adición de acetona). El porcentaje en peso de disolvente en las muestras de torta de compresión de bagazo se determinó pesando la muestra de torta antes y después de secar durante la noche en un horno de vacío a 70 °C. La eficacia de separación de sólidos se determinó según la siguiente ecuación: $\text{eficacia de separación de sólidos} = ((\% \text{ de biomasa en la suspensión acuosa original}) - (\% \text{ de partículas finas del licor de la prensa})) / (\% \text{ de biomasa} + \text{agua en la suspensión acuosa original})$. La eficacia de separación de líquido se determinó según la siguiente ecuación: $\text{eficacia de separación de líquido} = ((\% \text{ de líquido en la suspensión acuosa original}) - (\% \text{ de líquido en la torta de compresión})) / (\% \text{ de fase líquida en la suspensión acuosa original})$. (La fase líquida incluye acetona, hexano y resina y caucho disueltos). Aunque se sabe que el porcentaje de sólidos en la suspensión acuosa de alimentación afecta la eficacia de separación de la prensa de tornillo, dicho factor se minimizó en los lotes analizados por que el % de biomasa + agua en la suspensión acuosa original (suspensión acuosa de alimentación) se mantuvo en aproximadamente 22 %.

Lote n.º	Velocidad de la prensa (rpm)	Presión posterior (Pa/psi)	Análisis del licor				Análisis de la torta de bagazo		
			% de partículas finas	% de partículas finas ajustado*	% de caucho	Eficacia de separación de sólidos	Disolvente en la torta	Disolvente en la torta (adj)*	Eficacia de separación de líquidos
1	100	68947/10	8,1	8,1	—	0,58	—	—	—
2	60	68947/10	15,2	14,0	5,5	0,37	—	—	—
3	45	68947/10	16,8	16,8	6,2	0,16	—	—	—
4	45	68947/10	8,7	11,2	4,1	0,50	48	52,5	0,32
5	100	103421/15	—	—	4,4	—	28,5	31,2	0,60
6	100	34473/5	6,7	8,3	4,7	0,61	40	41,7	0,47
7	60	34473/5	11,5	12,9	4,1	0,39	48,8	49,9	0,37
8	150	34473/5	11,5	14,6	3,8	0,31	35,8	49,6	0,37
9	150	68947/10	8,5	11,2	4,0	0,55	39,3	48,5	0,36
10	150	68947/10	—	—	—	—	—	50,2	—
11	140	68947/10	11,1	13,9	5,5	0,34	38,6	44,2	0,44
12	160	68947/10	6,8	8,2	2,5	0,53	43,2	51,2	0,38
13	100	68947/10	11,2	16,2	5,1	0,48	43,2	50,1	0,27
14	60	68947/10	9,6	13,5	4,6	0,52	41,2	49,0	0,32
15	40	68947/10	8,9	12,3	4,3	0,55	42,0	50,2	0,31
16	25	68947/10	7,5	9,5	4,4	0,55	43,8	46,2	0,41
17	25	34473/5	6,8	8,7	4,6	0,60	43,6	50,8	0,35

* Los números ajustados tienen en cuenta la pérdida de disolvente que se produce por evaporación debido a que la maquinaria no estaba sellada (por compensación del disolvente perdido). La pérdida de disolvente se calculó como el peso de la suspensión acuosa menos el peso de la torta húmeda menos el peso de líquido clarificado.

Como se puede observar tras una revisión de los datos de la Tabla 5, la prensa de tornillo puede conseguir una eficacia de separación de sólidos mayor del 50 % para cada tipo de tamiz funcionando bajo al menos un conjunto de condiciones.

Ejemplo 5 (Uso de una prensa de tornillo para retirar el bagazo)

Se prepararon cantidades de quince litros (cuatro galones) de suspensión acuosa combinando aglomerados de guayule húmedos con acetona, hexano y caucho seco. Antes de preparar la suspensión acuosa, se encontró que los aglomerados de guayule húmedos contenían un 11,74 % en peso de humedad, un 6,67 % en peso de caucho (base seca) y un 8,44 % en peso de resina (base seca). El caucho seco se obtuvo coagulando una muestra de látex de guayule Yulex, al que se había añadido 1 phr del antioxidante Santoflex 134 antes de la coagulación). Se mezclaron 2,52 kilogramos (5,56 libras) de aglomerados húmedos con 381,47 gramos de caucho seco en 6,76 kilogramos (14,9 libras) de hexano y 1,69 kilogramos (3,72 libras) de acetona para producir la suspensión acuosa. La suspensión acuosa de alimentación contenía aproximadamente un 19 % de biomasa y la fase líquida de la suspensión (aproximadamente un 81 % en peso) contenía aproximadamente un 6 % en peso de caucho, un 2 % en peso de resina y un 92 % en peso de disolvente orgánico. Las muestras de la suspensión acuosa se sometieron a

dos tipos de evaluación en prensas de tornillos. La primera utilizó una prensa de tornillo/molino de aceite francés fabricado por la French Oil Mill Machinery Company y la segunda utilizó una prensa de tornillo fabricada por Vincent Corporation. Esta prensa de tornillo era una extrusora de tornillo de Vincent Corporation (modelo n.º CP-4).

- 5 El líquido (licor) que contiene los disolventes solubilizados, el caucho solubilizado, las resinas solubilizadas, y algo de bagazo (partículas finas) se recogieron a la salida de la prensa de tornillo. El bagazo que se había acumulado en la torta de compresión se recogió por separado. El licor y el bagazo se analizaron mediante los mismos procedimientos descritos anteriormente en el Ejemplo 4. Se encontró que el licor contenía un 4,23 % en peso de partículas finas (biomasa sólida), basándose en el peso total del licor. El porcentaje de fase líquida de la suspensión acuosa (es decir, acetona + hexano) que se recuperó como licor era un 97,88 % en peso. El porcentaje de biomasa sólida procedente de la suspensión acuosa que se recuperó como torta de compresión era un 82,56 % en peso.

Ejemplo 6 (Uso de una centrifuga de decantación para retirar el bagazo/partículas finas de una suspensión acuosa)

- 15 Para estimular la retirada de caucho de una fuente guayule o no Hevea, se prepararon suspensiones acuosas de concentración variable. Cada suspensión acuosa utilizó una mezcla de codisolvente del 80 % en peso de hexano y un 20 % en peso de acetona. Se añadieron sólidos a cada suspensión acuosa (que consistían principalmente en partículas finas insolubles, principalmente bagazo y suciedad/tierra, procedentes de caucho anteriormente cosechado de arbusto de guayule), caucho (obtenido a partir de la coagulación de un látex de caucho natural procedente de arbustos de guayule), y resina (resina soluble mezclada más caucho degradado de un cosechado anterior de arbustos de guayule) en cantidades suficientes para proporcionar las composiciones de suspensión acuosa resumidas en la Tabla 6.

Tabla 6 (Composición de la suspensión acuosa de guayule)

	% de sólidos	% de caucho	% de resina
Suspensión acuosa 1	20,8	3,4	1,6
Suspensión acuosa 2	10,2	3,6	1,6
Suspensión acuosa 3	7,2	3,8	1,6
Suspensión acuosa 4	5,2	3,7	1,6

- 25 Cada suspensión acuosa se alimentó individualmente a una centrifuga de tipo decantador (separador Westfalia Modelo CA-225-21-000, disponible de GEA Westfalia Separator Group, Elgin, Illinois). Se utilizaron diversos caudales para cada suspensión acuosa, que variaban de 4 litros/minuto hasta 21 litros/minuto (de 1,0 galón/minuto a 5,5 galones/minuto), como se muestra en la Tabla 6. La centrifuga con decantación utilizada se denomina normalmente como centrifuga de tipo cuenco porque tiene aspecto de cuenco, donde el cuenco permite que los sólidos se separen del líquido. La suspensión acuosa entra en el decantador a través de un tubo de alimentación central y fluye hacia la cámara del distribuidor. Desde la cámara del distribuidor, la suspensión acuosa se mueve a través de los puertos hacia el espacio de centrifugación del cuenco, donde se acelera hasta la velocidad de funcionamiento. La centrifuga se configuró con una velocidad diferencial ajustada a 24 rpm y la presa anular se ajustó a 130 milímetros; la velocidad de funcionamiento del cuenco era de 4.750 rpm, que es igual a una fuerza g de 2.500. Durante el funcionamiento, los materiales sólidos se adhieren a la pared del cuenco mediante fuerza centrífuga. Dentro del cuenco hay un rodillo que funciona ligeramente más rápido que el propio cuenco, transportando de esta forma de manera continua los sólidos separados hacia el extremo del cuenco. Los sólidos se descargan de la centrifuga a través de puertos en la propia pared del cuenco, hacia la cámara de captación del bastidor, y se expulsan por un conducto de sólidos.

- 40 Se tomaron muestras del líquido (miscela) y la descarga de sólidos para cada suspensión acuosa alimentada y caudal. El líquido y los sólidos se analizaron para determinar el % de partículas finas y el % de disolvente, respectivamente. Una parte del líquido de cada una de las suspensiones a cada caudal indicado en la Tabla 6 se trató adicionalmente para aislar el contenido de caucho del mismo añadiendo más cantidad de acetona hasta que el caucho se coaguló (por lo general, la coagulación del caucho se produce a una relación en peso de aproximadamente 1,2:1 hexano/acetona). El disolvente se decantó del caucho coagulado y se retiró el disolvente del caucho húmedo restante mediante secado en un horno de vacío a 70 °C. Las concentraciones de cenizas y suciedad dentro de las muestras de caucho secas se analizaron utilizando el método de ASTM D1278-91. Los resultados se resumen en la Tabla 7. La centrifuga con decantación pudo eliminar más de 90 % del bagazo presente en cada mezcla de suspensión acuosa original, independientemente del caudal, y también pudo producir un contenido de sólidos (indicado como % de partículas finas en la Tabla 6) inferior a 1 % para cada mezcla de suspensión acuosa original, independientemente del caudal. En muchos casos, especialmente, el contenido en sólidos de la miscela fue inferior al 0,5 % en peso o incluso inferior al 0,3 % en peso. Los cambios en los caudales no produjeron ningún impacto consistente sobre el contenido de disolvente en la salida de sólidos.

Tabla 7

% de partículas finas en la suspensión acuosa	Caudal	% de partículas finas en la mezcla	% de disolvente en la descarga de sólido	% de eliminación de bagazo	% de cenizas en caucho seco
%p/p	(galones/minuto) y (litros/minuto)	%p/p	%p/p	%p/p	% p/p
5,2	1,0 3,79	0,18	69,3	96 ¹	1,05
	2,0 7,57	0,24	65,3		1,14
	3,0 11,36	0,26	62,7		1,14
7,2	5,5 20,82	0,27	54,9	—	1,20
	4,5 17,03	0,40	56,3		1,22
10,2	1,0 3,79	0,31	56	97 ¹	—
	2,0 7,57	0,29	54,4		2,19
	3,0 11,36	0,37	60,2		1,37
20,8	3,0 11,36	0,56	53,8	—	1,56

¹ Los porcentajes se pueden considerar como un promedio de los tres caudales.

Ejemplo 7 - Molienda con molino de martillos, molienda con molino de rodillos/rallado y escamación (molienda escamadora)

5 Arbustos de guayule aproximadamente de 8-36 meses de edad se cosecharon y se ataron en fardos. Se midió el contenido de humedad de los fardos, que fue de aproximadamente 20-25 %. Los bultos se alimentaron a una troceadora de madera convencional para reducir el material de guayule obteniéndose palotes de aproximadamente 2,5 cm (1 pulg.). Los palotes desfibrados de guayule se alimentaron a un molino de martillos a mano para una reducción de tamaño adicional. El molino de martillos a continuación transportó por aire el arbusto molido mediante una soplante hasta un separador ciclónico. Se utilizaron diversos tamaños de tamiz para el molino de martillos (2,5 cm, 1,3 cm, 0,32 cm y 0,16 cm) (1 pulg., ½ pulg., 1/8 pulg. y 1/16 pulg.). El arbusto molido se recogió en contenedores y se pesó a medida que se producía.

15 Todo el arbusto se procesó a través de un tamizador Sweco con un tamiz de malla 20. El tamiz se utilizó para eliminar partículas finas del arbusto. Se probó antes y/o después de la molienda.

20 El arbusto molido se procesó en un molino de rallado (también conocido como molino de rodillos) configurado para tener una diferencia de velocidad de los rodillos de 1:1,1. La separación entre los rodillos del molino de rallado era ajustable. El molino de rallado se alimentó utilizando un alimentador de tamiz vibratorio, y el material rallado se recogió en contenedores.

25 El material rallado se transfirió a un triturador. La escamadora tenía su propio alimentador de rodillo, una diferencia de velocidad de los rodillos de 1:1,25 y la separación de los rodillos se fijó a 0,031 cm (0,012 pulg.). Se tomaron muestras del material triturado, que se conservaron para el análisis de ruptura celular y para determinar el contenido de caucho inicial del arbusto. Parte del material triturado quedó retenido para pasar por el triturador una segunda y una tercera vez. El material triturado se recogió en contenedores y se pesó. El material triturado final se refrigeró hasta que estuvo listo para su extracción.

30 La determinación del % de caucho y resina en las muestras se realizó utilizando muestras de 9-10 gramos de material de guayule, extracción Soxhlet durante 6 horas con codisolvente (31 ml de acetona, 170 ml de pentano) para solubilizar el caucho y la resina. El caucho solubilizado (contenido en la fase de pentano) se aisló utilizando coagulación con metanol, centrifugado y secado. De forma más específica, 20 ml del extracto de la extracción Soxhlet se transfirieron a un tubo de centrifuga y se añadieron 20 ml de metanol para coagular el caucho. El tubo y su contenido se centrifugó a 35 1.500 rpm durante 20 minutos para separar el caucho coagulado del disolvente. El sobrenadante del tubo se decantó a un matraz y se reservó para determinar el % de resina. El tubo y sus contenidos de caucho coagulado se enjuagaron con una alícuota de acetona (10 ml) y la acetona se vertió del tubo en el matraz que contenía el sobrenadante decantado. El caucho coagulado remanente en el interior del tubo se introdujo a continuación en un horno de vacío que se había precalentado a 60 °C y se secó al vacío durante 30 minutos. Tras enfriar a temperatura ambiente, el tubo se pesó, y se calculó la cantidad de caucho de su interior. El contenido de resina (contenida en la fase de acetona) se 40

determinó mediante el uso del matraz que contenía el sobrenadante y la acetona decantada. El disolvente se evaporó del matraz en una campana extractora hasta casi sequedad. Los contenidos restantes se secaron adicionalmente introduciendo el matraz en un horno a 110 °C durante 30 minutos. Tras enfriar, el matraz se pesó, y se calculó la cantidad de resina que quedaba en el matraz. Los resultados se resumen en la Tabla 8.

5

Tabla 8

Condiciones	Prom. % de humedad	Prom. % de caucho (base seca en peso)	Prom. % de resina (base seca en peso)
Desfibrado y molido en molino de martillos a 1,3 cm (1/2 pulg.)	26,79	2,34	6,70
Desfibrado y molido en molino de martillos a 0,32 cm (1/8 pulg.)	22,29	3,12	6,78
Desfibrado y molido en molino de martillos a 0,32 cm (1/8 pulg.) y tamizado a malla 20 y escamado	19,67	4,98	6,96
Desfibrado y molido en molino de martillos a 0,32 cm (1/8 pulg.) y tamizado a malla 20 y escamado en tres pasadas	19,52	5,61	7,33

En la medida en la que se utiliza el término “incluye” o “que incluye” en la memoria descriptiva o en las reivindicaciones, está destinado a que sea inclusivo, de manera similar al término “que comprende” como se interpreta cuando se utiliza como término introductorio en una reivindicación. Asimismo, cuando se utiliza el término “o” (p. ej., A o B) tiene el significado de “A o B o ambos”. Cuando los solicitantes pretenden indicar “solo A o B, pero no ambos”, se utiliza el término “solo A o B, pero no ambos”. Por consiguiente, el uso del término “o” en la presente memoria es inclusivo, y no exclusivo. Véase Bryan A. Garner, *A Dictionary of Modern Legal Usage* 624 (2ª Ed. 1995). Además, cuando los términos “en” o “en el interior de” se utilizan en la memoria descriptiva o en las reivindicaciones, tienen además el significado de “en” o “sobre”. Asimismo, cuando se utiliza el término “conectar” en la memoria descriptiva o en las reivindicaciones, significa no solo “directamente conectado a”, sino también “indirectamente conectado a”, por ejemplo, conectado a través de otro u otros componentes.

Aunque la presente solicitud se ha ilustrado mediante la descripción de realizaciones de la misma, y aunque las realizaciones se han descrito con bastante detalle, no es intención de los solicitantes restringir o limitar de ninguna manera el alcance de las reivindicaciones anexas a dicho detalle. Los expertos en la técnica podrán apreciar fácilmente ventajas y modificaciones adicionales. Por consiguiente, la solicitud, en sus aspectos más amplios, no se limita a los detalles especificados, el sistema representativo y los ejemplos ilustrativos mostrados y descritos. Por tanto, se pueden realizar variaciones de dichos detalles sin desviarse del espíritu o alcance del concepto inventivo general del solicitante.

20

REIVINDICACIONES

1. Un método para aumentar la recuperación del caucho de arbustos de guayule que comprende:

- 5 A.utilizar briquetas que comprenden (i) materia vegetal de guayule picada comprimida que tiene un tamaño medio de 3,8 cm (1,5 pulg.) o inferior, comprendiendo bagazo, caucho, resina, agua residual y (ii) no más de 5 % en peso de hojas de arbustos de guayule, en donde las briquetas tienen una densidad que es 40 - 325 % mayor que la densidad de la materia vegetal de guayule no comprimida y al menos 90 % en peso de material de tamaño pequeño que tiene un tamaño inferior a malla 30 se ha retirado antes de conformar la briketa;
- 10 B.someter las briquetas a un procedimiento de extracción con un disolvente orgánico por el cual las briquetas se mezclan con al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar para formar una suspensión acuosa que contiene materia vegetal, disolventes orgánicos y 0,5-10 % en peso de agua; y
- 15 C.procesar la suspensión acuosa para retirar el bagazo y la resina y recuperar 95-99 % en peso del caucho presente en las briquetas,

en donde (B) y (C) comprenden:

- 20 a. preparar una suspensión acuosa de (i) las briquetas en donde las briquetas contienen materia vegetal de guayule que comprende bagazo, caucho y resina, (ii) el al menos un disolvente orgánico no polar y (iii) el al menos un disolvente orgánico polar, en donde la suspensión acuosa contiene 10-50 % en peso de materia vegetal de las briquetas, 50-90 % en peso de (ii) y (iii) combinados, y 0,5-10 % en peso de agua de la materia vegetal;
- 25 b.retirar una mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa para producir una miscela y una primera parte de bagazo;
- 30 c. opcionalmente, añadir más cantidad de disolvente orgánico polar, disolvente orgánico no polar, o una combinación de los mismos, a la miscela para formar una miscela de viscosidad reducida donde cualquier disolvente orgánico polar y disolvente orgánico no polar pueden ser iguales o diferentes de los utilizados en (a) y donde la cantidad de cualquier disolvente orgánico polar adicional que se añade es inferior a la cantidad que produce la coagulación del caucho presente en la miscela de viscosidad reducida;
- 35 d.utilizar una centrífuga para retirar 80-95 % en peso de bagazo de la miscela resultante de (b) o (c) (basado en el peso total del bagazo presente en la miscela) para formar una miscela purificada y una segunda fracción de bagazo en donde la mayor parte del bagazo que se ha retirado tiene un tamaño de partículas inferior a 105 micrómetros;
- 40 e. opcionalmente tratar la miscela purificada para retirar bagazo adicional produciendo de esta forma una disolución de caucho clarificada que contiene 0,01-1 % en peso de bagazo (basado en el peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa) en donde 90-99 % del bagazo adicional que se ha retirado tiene un tamaño de partículas superior a 45 micrómetros;
- 45 f. aumentar la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en comparación con el disolvente orgánico no polar en la disolución de caucho clarificada para coagular el caucho; y
- 50 g.producir caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado donde, cuando dicho caucho sólido purificado contiene 0,8 % en peso de materia volátil, también contiene 0,05-0,5 % en peso de suciedad, 0,2-1,5 % en peso de ceniza y 0,1-4 % en peso de resina;

45 en donde al menos (a)-(e) se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-80 °C y a una presión de 35 a 1000 kPa.

2. El procedimiento según la reivindicación 1, en donde las briquetas contienen al menos un antioxidante.

50 3. El procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la centrífuga en (d) es una centrífuga de disco, opcionalmente, en donde la centrífuga se opera a una velocidad suficiente para generar una fuerza g de 4.000 – 12.000.

55 4. El procedimiento según la reivindicación 3, en donde la miscela purificada de (d) tiene un contenido de sólidos de 2 - 16 % en peso.

5. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1- 4, en donde la retirada de la mayor parte del bagazo en (b) es mediante el uso de un extractor de corrientes opuestas;

60 en donde la retirada de la mayor parte del bagazo en (b) es mediante el uso de una centrífuga decantadora y la mayor parte del bagazo es de 70 - 95 % en peso (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa); o

en donde la retirada de la mayor parte del bagazo en (b) es mediante el uso de una prensa de tornillo y la mayor parte del bagazo es al menos 60 % en peso (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa).

65

- 5 6. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde el disolvente orgánico no polar de la suspensión acuosa y cualquier disolvente orgánico no polar adicional añadido a la mezcla se selecciona del grupo que consiste en alcanos que tienen de 4 a 9 átomos de carbono; cicloalcanos y alquilcicloalcanos que tienen de 5 a 10 átomos de carbono; compuestos aromáticos y aromáticos alquil sustituidos que tienen de 6 a 12 átomos de carbono; y combinaciones de los mismos.
- 10 7. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1- 6, en donde el disolvente orgánico polar de la suspensión acuosa y cualquier disolvente orgánico polar adicional añadido a la mezcla para formar una mezcla de viscosidad reducida se selecciona del grupo que consiste en alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono; éteres y ésteres que tienen de 2 a 8 átomos de carbono; éteres cíclicos que tienen de 4 a 8 átomos de carbono; y cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono; y combinaciones de los mismos.
- 15 8. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en donde el disolvente no polar y cualquier disolvente no polar adicional es hexano o ciclohexano y el disolvente orgánico polar y cualquier disolvente orgánico polar adicional es acetona.
- 20 9. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en donde la materia vegetal en la suspensión acuosa ha estado en contacto con los disolventes (ii) y (iii) durante 0,3 a 3 horas antes de (b).
- 25 10. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en donde al menos (a)-(e) se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-50 °C.
- 30 11. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en donde la cantidad relativa del al menos un disolvente orgánico no polar (ii) en la suspensión acuosa de (B) es 50-90 % en peso y la cantidad relativa del al menos un disolvente orgánico polar (iii) en la suspensión acuosa de (B) es 10-50 % en peso, preferiblemente, en donde la cantidad relativa del al menos un disolvente orgánico no polar (ii) en la suspensión acuosa de (B) es 60-85 % en peso y la cantidad relativa del al menos un disolvente orgánico polar (iii) en la suspensión acuosa de (B) es 15 - 40 % en peso.
- 35 12. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en donde el caucho sólido purificado de (g) tiene un peso molecular de al menos 800.000, determinado utilizando GPC con un patrón de poliestireno, preferiblemente, en donde el caucho sólido purificado de (g) tiene un peso molecular de 1.000.000 a 1.500.000 determinado utilizando GPC con un patrón de poliestireno.
- 40 13. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-12, en donde las briquetas de (A) comprenden 2-20 % en peso de agua, con respecto al peso total de la briqueta.
14. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en donde las briquetas de (A) comprenden 5-15 % en peso de agua, con respecto al peso total de la briqueta.
15. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-14, en donde la mezcla purificada de (d) contiene 0,5-7 % en peso de caucho y 0,5-8 % en peso de resina, con respecto al peso total de la mezcla purificada.