

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 710 791**

51 Int. Cl.:

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.03.2013 E 17168837 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.11.2018 EP 3216809**

54 Título: **Procesos para recuperar caucho de briquetas envejecidas y briquetas envejecidas que contienen materia vegetal procedente 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:  
**26.04.2019**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 710 791 T3**

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

## DESCRIPCIÓN

Procesos para recuperar caucho de briquetas envejecidas y briquetas envejecidas que contienen materia vegetal procedente de plantas que no son *Hevea*

## Referencia cruzada con solicitudes relacionadas

- 5 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” (Procesos para la retirada de caucho de plantas no *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” (Procesos 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” (Procesos para la retirada de bagazo de una solución 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” (Procesos para la recuperación de caucho de plantas no *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 no *Hevea* y procesos 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 no *Hevea* y procesos relacionados con las mismas), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria; La solicitud de patente provisional US. 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” (Procesos para la retirada de caucho de plantas no *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” (Procesos para la retirada de caucho de plantas no *Hevea*), cuya descripción completa se ha incorporado como referencia en la presente memoria.

## Antecedentes

- 35 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 tal como *Hevea brasiliensis*, *Ficus elastica* (árbol del caucho de la India) y *Cryptostegia grandiflora* (enredadera del caucho de Madagascar) producen caucho natural en forma de una savia donde el caucho se suspende en una solución acuosa que fluye libremente y que se puede recuperar 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 se puede acceder al mismo golpeándolas, sino que solo se puede acceder rompiendo las paredes celulares a través de medios físicos u otros medios. De esta manera, los procesos para la extracción del caucho de plantas que no son *Hevea* resultan generalmente más complicados y laboriosos que los procesos para recoger caucho a partir de árboles de *Hevea*. Adicionalmente, debido al porcentaje de caucho relativamente bajo presente en las plantas que no son *Hevea*, se puede atribuir un gasto considerable a la recogida y transporte de las plantas recolectadas hasta una instalación donde se pueda recuperar el caucho natural presente en las células vegetales.

El documento US-2006/106183A1 describe un proceso para la separación de resina y caucho de guayule utilizando extracción con disolvente supercrítico o subcrítico.

El documento US-4591631A describe un proceso para utilizar agua para separar bagazo de guayule de una mezcla guayule-disolvente.

- 50 El documento US-4591631A describe un proceso para extraer por separado caucho y resina de guayule triturado.

El documento EP-0164137A2 describe un proceso para extraer conjuntamente caucho y resina de arbusto guayule utilizando solamente hexano como disolvente.

El documento WO2009/129249A2 describe procesos para recuperar caucho natural de un látex que contiene agua.

## Sumario

- 55 En la presente memoria se proporciona un método para recuperar caucho de briquetas que contienen caucho que comprende:

- a. utilizar briquetas envejecidas que comprenden al menos un antioxidante y materia vegetal picada que contiene bagazo, caucho, resina, y menos de 5% en peso de hojas de una planta guayule, en donde las briquetas se han envejecido durante aproximadamente 21-200 días tras la formación;
- 5 b. mezclar las briquetas con (i) al menos un disolvente orgánico apolar y (ii) al menos un disolvente orgánico polar para producir una suspensión acuosa donde la cantidad total de (i) y (ii) es 50-90% en peso de la suspensión acuosa, las briquetas comprenden 10-50% en peso de la suspensión acuosa, y la suspensión acuosa contiene 0,5-10% en peso de agua;
- c. retirar una mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa para producir una micela y una primera parte de bagazo;
- 10 d. opcionalmente, añadir más cantidad de disolvente orgánico polar, disolvente apolar o una combinación de los mismos a la micela para formar una micela de viscosidad reducida, en donde cualquier disolvente orgánico polar y disolvente orgánico apolar adicional que se añade es igual o diferente de los utilizados en (a) y la cantidad añadida de cualquier disolvente orgánico polar adicional es inferior a la cantidad que produce la coagulación del caucho contenido con la micela de viscosidad reducida;
- 15 e. retirar un 80-95% en peso de bagazo (con respecto al peso total del bagazo presente en la micela de viscosidad reducida) de la micela producida en (c) o (d) formando de este modo una micela purificada y una segunda fracción de bagazo, en donde una mayor parte del bagazo que se retira tiene un tamaño de partículas inferior a 105 micrómetros;
- 20 f. tratar opcionalmente la micela purificada para retirar bagazo adicional produciendo de este modo una solución de caucho clarificada que contiene 0,01-1% en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa) produciendo de este modo una solución de caucho clarificada;
- g. aumentar la cantidad relativa de disolvente polar con respecto al disolvente apolar en la micela purificada o en la solución de caucho clarificada de modo que el caucho coagule; y
- 25 h. producir caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado de modo que, si dicho caucho sólido purificado contiene 0,8% de materia volátil, también contiene 0,05-0,5% en peso de polvo, 0,2-1,5% en peso de cenizas y 0,1-4% en peso de resina,
- en donde al menos (b)-(f) se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-80°C y una presión de 35 a 1000 kPa.

### Descripción detallada

30 En la presente memoria se proporcionan métodos para la recuperación de caucho de formas de briketa envejecidas de materia vegetal comprimida, especialmente de plantas de guayule. Para facilitar la descripción de determinadas secciones, los métodos y las briquetas envejecidas se describen como realizaciones; el uso de esta terminología es solo para facilitar la descripción y no debe interpretarse como una limitación.

#### Definiciones

35 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.

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.

40 En la presente memoria, el término “bagazo” se usa para referirse a aquella parte de la materia vegetal molida o troceada 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 polvo y ceniza, a no ser que se especifique otra cosa.

En la presente memoria, la expresión “materia vegetal” significa material obtenido de una planta que no es *Hevea*. Salvo que se indique lo contrario, la materia vegetal puede incluir raíces, tallos, corteza, material leñoso, médula y hojas.

45 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 “médula” es la región más interna del material leñoso de una planta que no es *Hevea*.

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

En la presente memoria, el término “resina” significa las entidades químicas que no son caucho de origen natural presentes en una materia vegetal que no es *Hevea*, incluyendo, pero no de forma limitativa resinas (tales como terpenos), ácidos grasos, proteínas y materiales inorgánicos.

5 En la presente memoria, el término “polvo” (tal como se usa junto con el caucho sólido purificado producido mediante los procesos divulgados en la presente memoria) significa material no vegetal que puede estar asociado a plantas que no son *Hevea*, particularmente tras la recolección, tal como suelo, arena, arcilla y piedrecitas. Se puede determinar el contenido de polvo del caucho sólido purificado volviendo a disolver por completo el caucho sólido y vertiendo la solución 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 “polvo” del caucho sólido purificado.

10 En la presente memoria, el término “ceniza” (tal como se usa junto con el caucho sólido purificado producido por los procesos divulgados en la presente memoria) significa el material inorgánico (es decir, exento de carbono) que permanece tras incinerar el caucho a  $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ .

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

15 En la presente memoria, la frase “materia volátil” se refiere a materia que no es caucho que puede estar presente en una muestra de caucho sólido purificado, pero que se volatiliza a  $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$  (o  $160 \pm 5^{\circ}\text{C}$  si se sospecha que la muestra de caucho contiene aceites de hidrocarburos volátiles). Un ensayo normalizado para determinar la materia volátil que está presente en una muestra de caucho es el ASTM D1278-91 (1997).

#### Detalles

20 Se proporcionan métodos para recuperar caucho de briquetas que contienen caucho. Los métodos comprenden:

a. utilizar briquetas envejecidas que comprenden al menos un antioxidante y materia vegetal picada que contiene bagazo, caucho, resina, y menos de 5% en peso de hojas de una planta guayule, en donde las briquetas se han envejecido durante aproximadamente 21-200 días tras la formación;

25 b. mezclar las briquetas con (i) al menos un disolvente orgánico apolar y (ii) al menos un disolvente orgánico polar para producir una suspensión acuosa donde la cantidad total de (i) y (ii) es de 50-90% en peso de la suspensión acuosa, las briquetas comprenden 10-50% en peso de la suspensión acuosa, y la suspensión acuosa contiene 0,5-10% en peso de agua;

c. retirar una mayor parte del bagazo de la suspensión acuosa para producir una micela y una primera parte de bagazo;

30 d. opcionalmente, añadir más cantidad de disolvente orgánico polar, disolvente apolar o una combinación de los mismos a la micela para formar una micela de viscosidad reducida, en donde cualquier disolvente orgánico polar y disolvente orgánico apolar adicional que se añade es igual o diferente de los utilizados en (a) y la cantidad añadida de cualquier disolvente orgánico polar adicional es inferior a la cantidad que produce la coagulación del caucho contenido con la micela de viscosidad reducida;

35 e. retirar un 80-95% en peso de bagazo (con respecto al peso total del bagazo presente en la micela de viscosidad reducida) de la micela producida en (c) o (d) formando de este modo una micela purificada y una segunda fracción de bagazo, en donde una mayor parte del bagazo que se retira tiene un tamaño de partículas inferior a 105 micrómetros;

40 f. tratar opcionalmente la micela purificada para retirar bagazo adicional produciendo de este modo una solución de caucho clarificada que contiene 0,01-1% en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión acuosa) produciendo de este modo una solución de caucho clarificada;

g. aumentar la cantidad relativa de disolvente polar en comparación con el disolvente apolar en la micela purificada o en la solución de caucho clarificada de modo que el caucho coagule; y

45 h. producir caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado de modo que, si dicho caucho sólido purificado contiene 0,8% de materia volátil, también contiene 0,05-0,5% en peso de polvo, 0,2-1,5% en peso de cenizas y 0,1-4% en peso de resina,

en donde al menos (b)-(f) se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de  $10-80^{\circ}\text{C}$  y una presión de 35 a 1000 kPa.

#### Almacenamiento de las briquetas

50 La siguiente descripción de almacenamiento de las briquetas se debe entender como aplicable a los métodos descritos en la presente memoria en términos de almacenamiento de briquetas que se utilizarán en última instancia en dichos métodos. En determinadas realizaciones descritas en la presente memoria, puede ser útil almacenar las briquetas en un entorno controlado donde la temperatura de las briquetas se mantenga a una temperatura inferior a  $70^{\circ}\text{C}$ ,

preferiblemente menos de 50°C. En determinadas realizaciones, la temperatura de las briquetas se puede mantener a una temperatura de 20-75°C, 20-50°C o 20-25°C. En general, la temperatura de las briquetas se mantiene controlando la temperatura del aire que rodea las briquetas.

5 En determinadas realizaciones, puede ser de utilidad almacenar las briquetas en un ambiente controlado donde la humedad relativa del aire que rodea las briquetas se mantiene en un 50 de humedad o superior. En determinadas realizaciones, la humedad relativa del aire se puede mantener en 40-60%. En general, un aumento en la humedad puede ayudar a mantener el peso molecular del caucho presente en el interior de las briquetas. Pueden utilizarse otros métodos para mantener las briquetas en un entorno de mayor humedad, tal como la pulverización o nebulización periódica de las briquetas con agua. En determinadas realizaciones, la pulverización o nebulización se utiliza  
10 semanalmente o en semanas alternas y se aplica una cantidad suficiente de agua para mantener el contenido de agua promedio de las briquetas en un 10% en peso o superior (p. ej., 10-20% en peso), preferiblemente 15% en peso o superior (p. ej., 15-20% en peso). En determinadas realizaciones, puede ser de utilidad almacenar las briquetas bajo un gas inerte (p. ej., nitrógeno) para evitar la oxidación del caucho. En determinadas realizaciones, las briquetas se almacenan en un ambiente controlado, donde tanto la temperatura como la humedad relativa del aire que rodea las  
15 briquetas se mantiene según se describe con anterioridad. En otras realizaciones, las briquetas se almacenan en un entorno controlado, donde tanto la temperatura como la atmósfera (es decir, el gas inerte) del aire que rodea las briquetas se mantiene según se describe con anterioridad. En otras realizaciones adicionales, las briquetas se almacenan en un entorno controlado, donde tanto la atmósfera (es decir, el gas inerte) como la humedad relativa del aire que rodea las briquetas se mantiene según se describe con anterioridad. En otras realizaciones adicionales, las  
20 briquetas se almacenan en un entorno controlado donde la temperatura, la atmósfera y la humedad relativa se mantienen según se describe con anterioridad.

En determinadas realizaciones según los métodos descritos en la presente memoria, las briquetas se han envejecido durante 18-24 días tras la formación y antes de la preparación de una suspensión acuosa que utiliza las briquetas. En determinadas realizaciones adicionales de los métodos descritos en la presente memoria, las briquetas se envejecen durante otros períodos de tiempo tales como 30 días o menos, 60 días o menos, o 90 días o menos; en dichas determinadas realizaciones, el periodo de envejecimiento es de 10-30 días, 10-60 días, 10-90 días, o 18-30 días, 18-  
25 60 días o 18-90 días.

En determinadas realizaciones, las briquetas tienen una densidad que es 150-325% mayor que la densidad de la materia vegetal picada no comprimida. Densidades relativamente más altas de las briquetas pueden llevar a una  
30 disminución en los costes de envío y transporte, ya que relativamente más briquetas (y, por tanto, más caucho) se pueden transportar o almacenar dentro del mismo volumen del contenedor de envío o almacenamiento. En otras realizaciones adicionales, las briquetas tienen una densidad que es 40-100% superior a la densidad de la materia vegetal picada no comprimida. Las briquetas con este tipo de densidades pueden proporcionar ventajas en términos de ser más fáciles de producir y más fáciles de triturar y de disolver en un disolvente orgánico. En determinadas realizaciones descritas en la presente memoria, las briquetas tienen una densidad de 400 a 1000 kg/metro cúbico (0,4 a 1 kg/litro (de 3 a 8,5 libras/galón)). Esta densidad es la densidad verdadera de las briquetas (excluyendo el volumen de poros) y no la densidad aparente. Existen varios métodos (p. ej., ópticos, expansión de gas y empapamiento de líquido) para determinar la densidad verdadera de un sólido poroso y son conocidos por el experto en la técnica, pero por lo general, todos conllevan la medición del volumen de poros existente en el interior del sólido poroso, de tal forma que este volumen se puede excluir del volumen que se utiliza para calcular la densidad verdadera.  
35 40

#### Materia vegetal para las briquetas

Como se ha mencionado anteriormente, las briquetas utilizadas en los métodos descritos en la presente memoria comprenden materia vegetal picada de *Parthenium argentatum* (arbusto guayule) que se ha comprimido.

#### Preparación de la materia vegetal

45 En determinadas realizaciones de los métodos descritos en la presente memoria, las briquetas se preparan a partir de materia vegetal de guayule que se ha picado o troceado en piezas con un tamaño medio de 25,4 mm (1 pulg) o menos. Generalmente, el troceado o picado de la materia vegetal hasta un tamaño de 38,1 mm (1,5 pulg) o inferior, o 25,4 mm (1 pulg) o inferior puede tener lugar en una o en más etapas. Por ejemplo, la planta guayule que se utiliza se puede picar en grueso en la ubicación de cosechado formando piezas con una longitud media inferior a 50,8 mm (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 piezas con un tamaño medio de 38,1 mm (1,5 pulg) o inferior o 25,4 mm (1 pulg) o inferior puede lograrse utilizando diversos medios físicos. Un modo ilustrativo de obtención de materia vegetal picada con un tamaño medio de 38,1 mm (1,5 pulg) o inferior o 25,4 mm (1 pulg) o inferior es alimentar material vegetal bruto (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 una o más cribas (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 9,53  
50 55 60

- mm, 6,4 mm y 3,18 mm (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 9,53 mm, 6,4 mm y 3,18 mm (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 9,53 mm, 6,4 mm y 3,18 mm (3/8 pulg, ¼ pulg y 1/8 pulg). En determinadas realizaciones según los métodos 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 para producir materia vegetal picada que tiene un tamaño medio de 25,4 mm (1 pulg) o inferior. En otras realizaciones según los métodos descritos en la presente memoria, la materia vegetal se somete al menos a dos de una desfibradora, un granulador, un molino de martillos, un molino de rodillos y un molino escamador para producir materia vegetal picada que tiene un tamaño medio de 25,4 mm (1 pulg) o inferior.
- En determinadas realizaciones según los procesos descritos en la presente memoria, la materia vegetal de guayule utilizada 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 un granulador) sino que se ha sometido también 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 del briqueteado pero antes del mezclado 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 métodos descritos en la presente memoria, la materia vegetal del arbusto guayule (materia vegetal picada) se somete tanto a molienda con rodillos como a molienda de escamación. En otras realizaciones de los métodos descritos en la presente memoria, la materia vegetal troceada del arbusto guayule se usa para las briquetas, y la materia vegetal picada se somete al menos a uno de molienda con rodillos, una desfibradora, un granulador y una molienda con martillos antes de comprimirla a modo de briqueta y la molienda de escamación después del briqueteado (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 trituración 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 métodos descritos en la presente memoria, puede ser útil tratar la materia vegetal picada con un tamaño medio de 38,1 mm (1,5 pulg) o inferior o 25,4 mm (1 pulg) o inferior (tal como sale de un granulador) para retirar el material de tamaño inferior antes del briqueteado. La cantidad de material de tamaño inferior que se genera puede variar dependiendo de diversos factores, incluyendo 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 sobre una criba 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 “demasiado pequeño”. En determinadas realizaciones, se utiliza un tamiz de 595 micrómetros, 707 micrómetros, 841 micrómetros, 1000 micrómetros o 1.190 micrómetros (30mesh, 25mesh, 20mesh, 18mesh o 16mesh). La puntuación mesh del tamiz corresponde al número de aberturas por centímetro cuadrado (aberturas por pulgada cuadrada). Así, un tamiz de 841 micrómetros (20 mesh) tendrá 20 aberturas en un centímetro cuadrado (una pulgada cuadrada). Los tamaños de las aberturas en los tamices de malla mostrados son los siguientes: 595 micrómetros (aberturas de 0,0232 pulg o aberturas de 30 mesh); 707 micrómetros (aberturas de 0,0280 pulg o aberturas de 25 mesh); 841 micrómetros (aberturas de 0,0331 pulg o aberturas de 20 mesh); 1000 micrómetros (aberturas de 0,0394 pulg o aberturas de 18 mesh); y 1190 micrómetros (aberturas de 0,0469 pulg o aberturas de malla 16). Otra manera ilustrativa de eliminar el material demasiado pequeño es utilizando un separador de aire que funciona soplando para alejar o expeler las partículas demasiadas pequeñas (y, por tanto, más ligeras). Preferiblemente, cuando se elimina el material demasiado 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 demasiado pequeño. En determinadas realizaciones, el material vegetal al que se ha dado forma de briquetas tiene un tamaño de 1,59 mm a 38,1 mm (de 1/16 pulg a 1,5 pulg), preferiblemente de 1,59 mm a 25,4 mm (de 1/16 a 1 pulg), incluso más preferiblemente de 3,18 mm a 12,7 mm (de 1/8 pulg a ½ pulg); en algunas de esas realizaciones, el material vegetal se ha sometido a un proceso tal como granulación en el que se utiliza un tamiz que tiene una abertura de 1,59 mm, 3,18 mm, 6,4 mm o 12,7 mm (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 según los métodos descritos en la presente memoria, la materia vegetal de guayule que se comprime a modo 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 martillos 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 de los métodos descritos en la presente memoria, se utiliza materia vegetal troceada de arbusto guayule para las briquetas y la materia vegetal troceada se somete a al menos un proceso de molienda con rodillos, molienda escamadora y molienda con martillos antes de comprimirla a modo de 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 utilizan en los métodos descritos en la presente memoria pueden contener una determinada cantidad de agua. En determinadas realizaciones de los métodos descritos en la presente memoria, 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 de los métodos descritos en la presente memoria, la materia vegetal troceada se seca para reducir su contenido de humedad en al menos un 2% en peso, en al menos un 4% en peso o incluso en al menos un 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 soluciones acuosas de los ingredientes activos.

Según los métodos descritos en la presente memoria que hacen uso de briquetas de materia vegetal de un arbusto guayule, la materia vegetal que se utiliza puede adoptar diversas formas como se describe más detalladamente 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 porciones exteriores como porciones 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 porciones 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 procesos descritos en la presente memoria.

En determinadas realizaciones según los métodos descritos en la presente memoria, la materia vegetal de guayule utilizada en las briquetas contiene bagazo, caucho y resina. En determinadas realizaciones según los métodos descritos en la presente memoria, la materia vegetal de guayule utilizada en las briquetas incluye corteza, material amaderado, caucho y resina. En determinadas realizaciones según los métodos descritos en la presente memoria, el material amaderado comprende al menos 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 según los métodos descritos en 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 las briquetas y la cantidad restante de las briquetas comprende material amaderado 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 de los métodos descritos en la presente memoria, las briquetas comprenden al menos 80% en peso de corteza, menos de 20% en peso de material amaderado y menos de 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 adicionales de los métodos descritos en la presente memoria, las briquetas contienen menos de 5% en peso o inferior de material amaderado, comprendiendo la cantidad restante de las briquetas hasta 95% en peso de corteza y preferiblemente menos de 2% en peso de hojas, aún más preferiblemente menos de 1% en peso de hojas. Cada porción 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, los métodos descritos en la presente memoria hacen uso de materia vegetal comprimida en forma de briquetas. El término briqueta engloba diversas formas o geometrías incluidas, aunque no de forma limitativa: gránulos, cubos, sólidos rectangulares, sólidos esféricos, sólidos ovalados, formas de ladrillo y de tarta. 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 son 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 distintas de *Hevea* y los pueden utilizar dentro del ámbito de los procesos descritos en la presente memoria.

En determinadas realizaciones según los métodos descritos en la presente memoria, las briquetas se obtienen de materia vegetal troceada que se ha tratado con uno o más aglutinantes antes de comprimirla a modo de 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 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 según los métodos descritos en la presente memoria, las briquetas se obtienen de materia vegetal troceada que se ha tratado con uno o más aglutinantes antes de comprimirla a modo de briquetas. Los compuestos adecuados para usar como el o los antioxidantes son bien conocidas 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'-butilideno-bis(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 fosfitos alquilados-arilados tales como tris(nonilfenil)fosfito, triazinatrionas tales como hidroxicinnamato 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-fenilendiamina y N-fenil-N'-ciclohexil-p-fenilendiamina. La cantidad total del antioxidante empleado en estas realizaciones 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 al final del proceso (con respecto al peso del caucho sólido purificado que contiene 0,8% en peso de materia volátil).

En determinadas realizaciones según los métodos descritos en la presente memoria, las briquetas se almacenan durante al menos 90 días después de compactarlas, manteniendo el caucho aún contenido dentro de las briquetas 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, manteniendo el caucho aún contenido en las briquetas 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 desmenuzada 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.

## Recuperación de caucho de la materia vegetal en forma de briquetas

La siguiente descripción de métodos de recuperación de caucho de briquetas debe entenderse como aplicable de modo general a los métodos descritos en la presente memoria, en donde se prepara una suspensión acuosa a partir



de materia vegetal de guayule briquetada. Debe entenderse que todas las descripciones de la materia vegetal (o briquetas) realizadas en la presente sección abarcan el uso de materia vegetal de guayule (es decir, de arbustos de guayule), incluso aunque la explicación concreta no defina explícitamente que se está haciendo referencia a materia vegetal de guayule.

#### 5 Retirada de bagazo de la suspensión

Según los procesos divulgados en la presente memoria, se retira inicialmente la mayor parte del bagazo de la suspensión para producir una micela (la suspensión que se ha producido a partir de las briquetas, según se describe anteriormente). (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 a continuación 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 en la suspensión 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 se puede determinar tomando una muestra representativa de la suspensión (con cuidado de que no se produzca sedimentación del bagazo dentro de la suspensión antes de tomar la muestra) y extrayendo los materiales insolubles mediante aclarado y centrifugado 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 centrifugado. 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. La micela contiene una determinada cantidad de bagazo (es decir, la parte no retirada de la suspensión), caucho solubilizado, resina solubilizada, al menos un disolvente orgánico polar y al menos un disolvente orgánico no polar. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, se retira de la suspensión 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 micela. En determinadas realizaciones preferidas de los procesos divulgados en la presente memoria, se retira al menos un 70% en peso o al menos un 75% en peso del bagazo de la suspensión para formar la micela.

La retirada del bagazo de la suspensión se puede llevar a cabo utilizando equipos y/o procesos diversos y/o sustancias químicas diversas. La parte de bagazo que se retira de la suspensión se denomina en la presente memoria primera parte de bagazo. En determinadas realizaciones preferidas de los procesos divulgados en la presente memoria, la retirada del bagazo de la suspensión para producir una micela se logra utilizando una centrífuga, de forma opcional, una centrífuga decantadora. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la retirada del bagazo de la suspensión para producir una micela se logra utilizando un decantador de extracción o una prensa de tornillo. En otras realizaciones adicionales de los procesos divulgados en la presente memoria, la retirada del bagazo de la suspensión para producir una micela se logra utilizando un extractor en contra-corriente. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, una parte de la primera parte de bagazo se envía de nuevo a la suspensión para permitir la transferencia de la resina o el caucho solubilizado adicional que se asocia con el bagazo húmedo de disolvente en la parte líquida de la suspensión (es decir, la micela). En otras realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, no se envía nada de la primera parte de bagazo de nuevo a la suspensión. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, al menos una parte de la micela (que contiene disolventes, caucho, resina y bagazo) que se produce a partir de la suspensión se envía de nuevo a la suspensión. En otras realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, no se envía de nuevo nada de la micela a la suspensión.

En determinadas realizaciones, cuando se utiliza una centrífuga decantadora para retirar bagazo de la suspensión, se trabaja a una velocidad suficiente para generar una fuerza g de 500 a 3.500, 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 el radio de rotación). También está comprendido en el ámbito de los procesos divulgados en la presente memoria el uso de más de una centrífuga para retirar la mayor parte del bagazo de la suspensión. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, el contenido en sólidos de la micela que se obtiene retirando bagazo de la suspensión es del 5-20% en peso, preferiblemente del 7-18% en peso (con respecto al peso total de la micela), considerándose los sólidos bagazo, caucho y resina. En determinadas realizaciones según los procesos divulgados en la presente memoria, la micela contiene del 1-10% en peso de caucho y del 1-10% en peso de resina; en otras realizaciones, la micela 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 procesos divulgados en la presente memoria, la suspensión se somete a un proceso de centrifugación para retirar el 70-95% en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo en la suspensión) para producir una micela. La micela 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 se somete a un proceso de centrifugación para retirar el 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 dichas determinadas realizaciones, funciona 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 procesos divulgados 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 75% en peso (p. ej., 75-95% en peso) de bagazo de la suspensión. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, el contenido en sólidos de la micela que se produce retirando bagazo de la suspensión es del 5-20% en peso, preferiblemente del 7-18% en peso (con respecto al peso total de la micela), considerándose los sólidos bagazo, resina y caucho. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la micela contiene del 1-10% en peso de caucho y del 1-10% en peso de resina o; en otras realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la micela 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 procesos divulgados en la presente memoria, la suspensión se somete a un proceso de extracción para retirar del 60-95% en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión), produciendo así una micela. El proceso 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 recipiente de pared sólida cónica cilíndrica. Dentro del recipiente se coloca una espiral que está adaptada a la pared del recipiente y que gira dentro del mismo. La suspensión o pasta acuosa a extraer se alimenta a la máquina (a menudo a través de ranuras distribuidoras en la espiral del recipiente). La pasta acuosa o suspensión entra entonces en la zona de extracción en contra-corriente del recipiente y fluye hasta el extremo cónico del recipiente mediante un disco separador en sentido contrario al flujo de un agente de extracción que se añade (es decir, efecto de contra-corriente). El uso de determinados decantadores de extracción puede permitir la adición de disolvente adicional durante el proceso de extracción, y se puede hacer funcionar de modo continuo o semicontinuo. Existen diferentes tipos de decantadores de extracción, incluidos los que utilizan extracciones en contracorriente, decantadores de tipo espiral, y de tipo de recipiente sólido. Preferiblemente, el decantador de extracción utilizado es un extractor en contra-corriente. En la presente memoria, debe entenderse que la expresión decantador de extracción incluye diferentes tipos de decantadores de extracción, incluidos los decantadores en contracorriente, los decantadores de tipo espiral, los de tipo de recipiente con criba y los de tipo de recipiente sólido. En determinadas realizaciones, la suspensión se somete a un proceso de extracción suficiente para retirar el menos un 70% en peso de bagazo. En determinadas realizaciones, el proceso de extracción consiste en un decantador de extracción. Un decantador de extracción se puede operar con diversos ajustes, dependiendo del tamaño y parámetros de la máquina específica y de la cantidad de bagazo a retirar. También está comprendido en el ámbito de los procesos divulgados en la presente memoria el uso de más de un decantador de extracción para retirar al menos un 70% en peso o al menos un 75% en peso de bagazo de la suspensión. En determinadas realizaciones, el contenido en sólidos de la micela que sale del decantador de extracción es del 5-20% en peso, preferiblemente del 7-18% en peso (con respecto al peso total de la micela), considerándose los sólidos bagazo, resina y caucho. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la micela que sale del decantador de extracción contiene del 1-10% en peso de caucho y del 1-10% en peso de resina. En otras realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la micela contiene del 3-7% en peso de caucho y del 3-9% en peso de resina. Se contempla también de forma específica que la etapa del proceso de extracción (p. ej., que utiliza un decantador de extracción) con su retirada de una parte del bagazo presente en la suspensión 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 los mismos) para proporcionar una micela 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 más pequeña.

Según se describe previamente, en determinadas realizaciones específicas de los procesos divulgados en la presente memoria, la suspensión se somete a un proceso de prensado para retirar al menos un 60% en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión), produciendo así una micela. 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 criba. 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 la criba. El eje del tornillo puede tener un diámetro mayor hacia el extremo del eje de modo que el diámetro creciente comprime el material sólido contrala criba, de manera que el líquido es expulsado a través de la criba. Generalmente el material sólido es empujado a lo largo del tornillo y puede comprimirse contra la criba pero no pasa a través de la misma. 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 prensado. En el extremo de la cámara se encuentra situado un tapón o puerta (el tapón o puerta se llama a menudo cono). Normalmente 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 prensado. La mayoría de las prensas de tornillo pueden funcionar en continuo. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la suspensión se somete a un proceso de prensado suficiente para retirar el menos un 70% en peso de bagazo. En determinadas realizaciones, el proceso de prensado se logra mediante una prensa de tornillo. En realizaciones en las que se utiliza una prensa de tornillo, se puede trabajar en diferentes condiciones, dependiendo del tamaño y 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 procesos divulgados en la presente memoria en las que se utiliza una prensa de tornillo, se trabaja con un ajuste de 20-100 rpm y a una contrapresión de 0,03-0,10 MPa (5-15 psi) (preferiblemente de 0,03-0,07 MPa (5-10 psi)). También está comprendido en el ámbito de los procesos divulgados 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 más de una vez (añadiendo co-disolvente adicional a la torta de compresión de bagazo antes de llevar a cabo el segundo prensado) para retirar al menos un 70% en peso o al menos un 75% en peso de bagazo de la suspensión. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, el contenido en sólidos de la micela que sale de la prensa es del 5-20% en peso, preferiblemente del 5-10% en peso (con respecto al peso total de la micela), considerándose los sólidos bagazo, resina y caucho. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la micela (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 micela contiene del 3-7% en peso de caucho y del 3-9% en peso de resina.

En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la retirada del bagazo de la suspensión para producir una micela se logra utilizando un extractor en contra-corriente. En determinadas realizaciones, el bagazo retirado por el extractor en contra-corriente comprende de 60-95% en peso del bagazo que está presente en la suspensión; en otras realizaciones del 70-95% o incluso del 75-95%. En determinadas realizaciones que utilizan el extractor en contra-corriente, la mezcla de bagazo y disolventes (es decir, la suspensión) se homogeneiza en un extractor aparte durante un período de tiempo previo al uso del extractor en contra-corriente, con un tiempo adicional para permitir que el disolvente entre en contacto con la materia vegetal y solubilice el caucho y las resinas contenidas en las células rotas de la materia vegetal. En otras realizaciones, la mezcla de bagazo y disolventes (es decir, la suspensión) no se mezcla previamente antes de añadirla al extractor en contra-corriente o solo se mezcla previamente antes de añadirla al extractor en contra-corriente. El extractor en contra-corriente 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 su uso en los procesos divulgados en la presente memoria diversas configuraciones específicas de extractores en contra-corriente.

En determinadas realizaciones en las que se utiliza un extractor en contra-corriente, la materia vegetal que se mezcla con los disolventes para formar la suspensión 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 en contra-corriente. 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 en contra-corriente; 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 en contra-corriente. Los períodos de tiempo de contacto indicados incluyen el tiempo (promedio) en que la materia está en contacto con los disolventes en el extractor en contra-corriente, así como el tiempo en que la materia vegetal esté en contacto con los disolventes en el extractor por separado, si se utiliza dicho extractor por separado.

En determinadas realizaciones en las que se utiliza un extractor en contra-corriente, el extractor en contra-corriente 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. En estas etapas, el bagazo se desplaza a través del extractor en contra-corriente 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 en contra-corriente (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 en contra-corriente se somete a aclarado con disolvente nuevo(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 al bagazo húmedo de disolvente.

En determinadas realizaciones en las que se utiliza un extractor en contra-corriente, el bagazo que se retira del extractor en contra-corriente 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 en contra-corriente, el bagazo que se retira del extractor en contra-corriente se comprime o aprieta para retirar disolvente adicional. Esta acción de apretado o compresión se pueden realizar mediante uno o más métodos que incluyen, aunque no de forma limitativa, una prensa de tornillo, un secador de bandejas, extrusión, desvolatilización, etc.

#### Adición de disolventes orgánicos adicionales

Como se ha descrito anteriormente, en determinadas realizaciones de los procesos descritos en la presente memoria, se añade a la mezcla 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) para formar una mezcla de viscosidad reducida. La mezcla 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 contenidos en la suspensión para simplificar el proceso. La cantidad de disolvente orgánico polar adicional que se añade es inferior a la cantidad que hace que el caucho contenido

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 contenidos en la miscela, así como del procesamiento posterior específico al que se someta la miscela para retirar bagazo adicional. En determinadas realizaciones de los procesos descritos en la presente memoria, la cantidad de disolvente o disolventes adicionales añadidos es una cantidad suficiente para producir una micela de viscosidad reducida con una viscosidad inferior a 300 milipascal segundo (inferior a 300 centipoise) (p. ej., 10-300 milipascal segundo (10-300 centipoise)) y en otras realizaciones inferior a 200 milipascal segundo (inferior a 200 centipoise) (p. ej., 10-200 milipascal segundo (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 proceso. 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 proceso, 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 este.

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

Como se ha descrito anteriormente, en determinadas realizaciones de los procesos descritos en la presente memoria, se añade a la micela disolvente orgánico polar adicional, disolvente orgánico apolar 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 micela de viscosidad reducida con una viscosidad inferior a 200 milipascal segundo (inferior a 200 centipoise) (p. ej., 10-200 milipascal segundo (10-200 centipoise)). En otras realizaciones, se añade más disolvente orgánico polar, disolvente orgánico apolar u otra combinación de los mismos a la micela para formar una micela de viscosidad reducida con una viscosidad inferior a 300 milipascal segundo (inferior a 300 centipoise) (p. ej., 10-300 milipascal segundo (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 micela 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 micela para formar la micela de viscosidad reducida. En determinadas realizaciones preferidas, cualquier disolvente orgánico adicional que se añade es el mismo que al menos un disolvente orgánico polar presente en la suspensión para simplificar el proceso. La cantidad de disolvente orgánico polar adicional que se añade es inferior a la cantidad que hace que el caucho presente en la micela de viscosidad reducida se coagule ya que el caucho debería permanecer solubilizado en la micela de viscosidad reducida. Como podrán apreciar los expertos en la técnica, la cantidad específica de disolvente(s) orgánico(s) adicional(es) añadido(s) dependerá del volumen de la micela y las cantidades relativas de disolventes orgánicos polares y no polares presentes en la micela. El propósito general de la reducción de la viscosidad de la micela 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 proceso. Como entenderán los expertos en la técnica, la cantidad a la que se reduce la viscosidad de la micela de viscosidad reducida (y, por lo tanto, la cantidad de disolvente(s) orgánico(s) adicional(es) añadido(s)) estará regida en gran medida por los parámetros del resto de etapas del proceso, incluyendo 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 este. En determinadas realizaciones según los procesos divulgados en la presente memoria, el contenido en sólidos de la micela de viscosidad reducida o del material líquido que entra en el siguiente proceso de retirada de bagazo es del 2-18% en peso, preferiblemente del 5-15% en peso (con respecto al peso total de la micela de viscosidad reducida), incluyendo los sólidos bagazo, caucho y resina. En determinadas realizaciones según los procesos divulgados en la presente memoria, la micela de viscosidad reducida contiene 0,5-7% en peso de caucho y 0,5-8% en peso de resina (con respecto al peso total de la micela de viscosidad reducida).

#### Segunda retirada de bagazo

Como debería resultar evidente a partir de la discusión previa de los procesos divulgados en la presente memoria, una vez obtenida la micela retirando la mayor parte del bagazo de la suspensión, queda bagazo adicional en la micela, una parte del cual se debe retirar para obtener un producto de caucho final comercialmente aceptable. Según se describe previamente, en determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, se retira de la micela de viscosidad reducida o de la micela un 80-95% en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la micela de viscosidad reducida o la micela de la que se ha retirado la mayor parte del bagazo) para formar una micela purificada. La mayor parte del bagazo que se retira para formar la micela 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 partícula 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 tamaño de partícula del bagazo que se retira se puede determinar secando el bagazo para retirar disolventes orgánicos y, a continuación, sometiendo 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 micela purificada contiene caucho solubilizado y resina, así como disolventes orgánicos. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados 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 la para formar una micela purificada. En determinadas realizaciones preferidas según los procesos divulgados en la presente memoria, la retirada de bagazo adicional para producir la micela 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 procesos divulgados 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 micela purificada. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, el contenido en sólidos de la micela purificada es de 2-16% en peso, preferiblemente de 3-12% en peso (con respecto al peso total de la micela purificada), incluyendo los sólidos caucho, resina y bagazo. En determinadas realizaciones según los procesos divulgados en la presente memoria, la micela 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 micela purificada).

#### Purificación adicional de la miscela purificada

Según se describe previamente, en determinadas realizaciones adicionales de los procesos divulgados en la presente memoria se trata la micela purificada para retirar bagazo adicional, obteniéndose así una solución de caucho clarificada que contiene 0,01-1% de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión). 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) permanece en la solución de caucho clarificado. Un 90-99% (en peso) del bagazo adicional que se retira (de la micela purificada) tiene un tamaño de partícula superior a 45 micrómetros y, en otras realizaciones, un 95-99% en peso del bagazo adicional que se retira tiene un tamaño de partícula superior a 45 micrómetros. La solución 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 micela purificada se logra filtrando, de forma opcional utilizando un filtro de tipo elemento barra-criba que contiene aberturas de 45 micrómetros o menos, continuamente rascado por una hoja rotatoria. Los filtros de tipo elemento de criba-barras se caracterizan por un filtro de criba 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 criba y retirados del filtro de criba 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 de forma periódica. Se pueden utilizar otros procesos, incluyendo, aunque no de forma limitativa, otros métodos de filtración, para retirar bagazo adicional de la micela purificada para obtener una solución de caucho clarificado que contiene 0,01-1% de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión). También está comprendido en el ámbito de los procesos divulgados 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 solución de caucho clarificada que contiene un 0,01-1% de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión).

#### Disolventes orgánicos

En cualquiera de las realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, los disolventes orgánicos presentes en la suspensión y los disolventes orgánicos adicionales (disolvente orgánico polar, disolvente orgánico no polar, o una combinación de los mismos) añadidos a la micela para formar una micela de viscosidad reducida o en cualquier otra etapa del proceso 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 proceso es el mismo y todo el disolvente orgánico polar utilizado en el proceso es el mismo.

En cualquiera de las realizaciones anteriores de los procesos divulgados en la presente memoria, el al menos un disolvente orgánico polar de la suspensión y el disolvente orgánico polar adicional que se hayan añadido a la micela para formar una micela de viscosidad reducida o se hayan añadido en cualquier otra etapa del proceso se puede seleccionar entre el 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 procesos divulgados en la presente memoria, el al menos un disolvente orgánico no polar y cualquier 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 procesos divulgados en la presente memoria se pueden usar otros disolventes orgánicos polares (de forma individual o combinada) siempre y cuando el disolvente orgánico polar disuelva preferiblemente una parte de los 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 procesos divulgados en la presente memoria, se pueden utilizar mezclas de dos o más disolventes orgánicos polares.

5 En cualquiera de las realizaciones anteriores de los procesos divulgados en la presente memoria, el al menos un disolvente orgánico no polar que está contenido en la suspensión y cualquier disolvente orgánico no polar adicional  
añadido a la micela para formar una micela de viscosidad reducida o en otra parte en el proceso, se puede seleccionar  
entre el 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,  
10 ciclopropano 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 según los procesos divulgados en la presente memoria, el al menos un disolvente orgánico  
polar de la suspensión y cualquier disolvente orgánico polar adicional son cada uno acetona, y el al menos un  
disolvente orgánico no polar de la suspensión y cualquier disolvente orgánico no polar adicional son opcionalmente  
hexano o ciclohexano. Se pueden utilizar otros disolventes orgánicos no polares (individualmente o en combinación)  
15 en las realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria siempre que el disolvente orgánico no polar  
preferiblemente forme un solvato con el caucho natural. En cualquiera de las realizaciones de los procesos divulgados  
en la presente memoria, se pueden utilizar las mezclas de dos o más disolventes orgánicos no polares.

Según se describe previamente, en determinadas realizaciones de los procesos descritos en la presente memoria, la  
cantidad relativa de al menos un disolvente orgánico no polar y al menos un disolvente orgánico polar contenidos en  
la suspensión es de 50-90% en peso y de 10-50% en peso, respectivamente, con respecto a la cantidad total de  
20 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 procesos 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 apolar y el al  
menos un disolvente orgánico polar) a 10-1000 milipascal segundo (10-1000 centipoise), especialmente para  
25 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 milipascal segundo (35-800 centipoise). Serán útiles viscosidades  
relativamente mayores en los intervalos anteriores para una parte del proceso 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  
30 sedimentación de las partículas de bagazo. Por el contrario, una viscosidad relativamente menor en los anteriores  
intervalos será útil para la parte del proceso 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

35 En diversas realizaciones según los procesos divulgados en la presente memoria, se pueden usar opcionalmente uno  
o más antioxidantes junto con la materia vegetal, la suspensión o en otra parte en el proceso de retirada el caucho de  
la materia vegetal. En realizaciones preferidas de los procesos divulgados en la presente memoria, se añaden uno o  
más antioxidantes a la solución 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 procesos  
40 divulgados en la presente memoria, se pueden añadir uno o más antioxidantes en uno o más puntos diferentes durante  
el proceso. Preferiblemente, cuando se añaden uno o más antioxidantes, se añaden después de retirar al menos 80%,  
al menos 85% o al menos 90% del bagazo de la micela con viscosidad reducida. Alternativamente, en determinadas  
realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, se pueden añadir uno o más antioxidantes a la  
materia vegetal antes de su incorporación a la suspensión. Los compuestos adecuados para su uso como el uno o  
45 más antioxidantes en los procesos divulgados 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 monohidratados con impedimento estérico tales como 6-t-butil-  
2,4-xilenol, fenoles estirenados, octilfenoles butilados; bisfenoles, por ejemplo 4,4'-butilidenedis(6-t-butil-m-cresol),  
50 bisfenol A polibutilado, hidroquinonas con impedimento estérico, 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 fosfitos alquilados-arilados tales como tris(nonilfenil)fosfito, triazintrionas tales como hidroxicinnamato  
triéster alquilado de tris(2-hidroxietil)-triazintriona, tris(alquilhdroxibencil)-triazintriona; ésteres de pentaeritrol tales  
como tetrakis(metilen-3,5-di-t-butil-4-hidroxihidrocinnamato)-metano; difenilaminas sustituidas tales como  
55 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  
60 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 empleada en aquellas realizaciones de los procesos divulgados 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 proceso (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 solución de caucho clarificada se aumenta con el fin de coagular el caucho que se solubiliza en la solución 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 medida que da lugar a que el caucho presente en la solución 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 retira dependerá del volumen de la micela y las cantidades relativas de disolventes orgánicos polares y no polares presentes en la micela y la cantidad deseada de coagulación del caucho. El caucho de mayor peso molecular (que es generalmente más deseable en términos de un producto final) coagulará en primer lugar. En determinadas realizaciones, se controla la coagulación de tal manera 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)) coagula y el caucho de menor peso molecular permanece en solución. 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 procesos divulgados en la presente memoria, puede ser útil permitir cierta duración 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 procesos divulgados en la presente memoria, se puede utilizar un separador (opcionalmente con forma de cono) para contribuir a la separación, por medio de la cual la fracción de caucho de mayor peso molecular más pesada sedimenta en la parte inferior de los separadores y se puede retirar (tal como mediante bombeo) de la parte inferior. En determinadas realizaciones de los procesos divulgados en la presente memoria, la retirada de la fracción de caucho de mayor peso molecular es continua para mantener una interfase de fase constante o relativamente constante en el separador. 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 retirando el disolvente orgánico no polar. En determinadas realizaciones, se puede añadir uno o más de un disolvente orgánico polar adicional a la solución de caucho clarificada en una cantidad total a fin de coagular el caucho solubilizado en el interior. En realizaciones preferidas, cuando se añade disolvente orgánico polar adicional, es el mismo disolvente orgánico polar que está presente en la suspensión. En otras realizaciones, cuando se añade disolvente orgánico polar adicional, puede ser un disolvente orgánico polar diferente del incluido en la suspensión.

Según se describe previamente, según los procesos divulgados en la presente memoria, se puede producir caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado que coagula en la solución de caucho clarificada. Se pueden utilizar diversos procesos para aislar el caucho sólido purificado. Estos procesos comprenden normalmente la retirada del disolvente (principalmente el disolvente orgánico no polar, pero también algo del disolvente orgánico polar) asociado con el caucho coagulado. Se puede retirar 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 procesos divulgados en la presente memoria, el disolvente residual se retira 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 retirada del disolvente. En determinadas realizaciones, la presión se reduce a 10-100 kPa (3-30 pulgadas de Hg) para facilitar la retirada del disolvente. El disolvente que se retira 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 retira 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 de que se haya sometido a una o más etapas de eliminación del disolvente. Según se describe previamente, según determinadas realizaciones de los procesos divulgados 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 polvo, 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 procesos divulgados 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 retirada suficiente del polvo, 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 procesos divulgados en la presente memoria, la cantidad de caucho que se extrae de la suspensión representa al menos un 95% en peso (p. ej., 95-99% o 95-98% en peso) del caucho que está

presente en la suspensión que contiene materia vegetal. Preferiblemente, en dichas realizaciones, la materia vegetal es de arbustos guayule. En determinadas realizaciones más preferidas de los procesos divulgados en la presente memoria, la cantidad de caucho que se extrae de la suspensión representa al menos un 96% en peso (p. ej., 96-99% en peso o 96-98% en peso) del caucho que está presente en la suspensión que contiene la materia vegetal.

5 Preferiblemente, en dichas realizaciones, la materia vegetal es de arbustos guayule. En realizaciones preferidas de los procesos divulgados en la presente memoria, la cantidad de caucho que se retira de la suspensión representa al menos un 98% en peso del caucho que está presente en la suspensión que contiene la materia vegetal. Preferiblemente, en dichas realizaciones, la materia vegetal es de arbustos guayule. Se puede determinar el caucho total presente en la suspensión que contiene la materia vegetal siguiendo un método similar al utilizado para determinar el bagazo total presente en la suspensión, como se ha comentado anteriormente, excepto que centrándose en los sobrenadantes obtenidos a partir de centrifugaciones y enjuagues repetidos. Una vez que todo el bagazo se ha retirado de la muestra de la suspensión (usando el procedimiento repetido de centrifugación y aclarado anteriormente descrito), las partes del sobrenadante se recogieron juntas 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 se inicia la coagulación 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, se puede enjuagar con varias fracciones adicionales de disolvente polar puro (añadiéndose la fracción de enjuague 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 original que contiene materia vegetal. La resina total presente en la suspensión que contiene materia vegetal se puede determinar secando el disolvente que queda una vez que el caucho coagula (añadiendo todas las fracciones de enjuague de disolvente polar adicional usadas para enjuagar el caucho coagulado).

#### Temperatura

Según se describe previamente, múltiples aspectos de los procesos de acuerdo con la invención se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-80°C, y diferentes aspectos del proceso se pueden llevar a cabo a la misma temperatura o a diferentes temperaturas) y una presión de 35 a 1000 kPa. En determinadas realizaciones según los procesos divulgados en la presente memoria, múltiples aspectos del proceso se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-50°C (preferiblemente aquellos aspectos del proceso indicados 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 retira 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 procesos 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 procesos divulgados en la presente memoria que se dirigen a la retirada del bagazo de la suspensión para producir una micela; adición de disolvente orgánico polar adicional para producir una micela de viscosidad reducida; retirada de 80-95% en peso de bagazo de la micela de viscosidad reducida (o la micela) para formar una micela purificada; y opcionalmente tratamiento de la micela purificada para retirar bagazo adicional, produciendo de esta forma una solución de caucho clarificada que contiene un 0,01-1% en peso de bagazo, se llevarán 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 los procesos (es decir, aumentar la cantidad relativa de disolvente orgánico polar en comparación con el disolvente orgánico no polar en la solución de caucho clarificada de manera que 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 superiores al 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 no polar.

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

#### Ejemplos

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

Salvo que se defina lo contrario, 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 adjuntas 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 abandonar el espíritu o el ámbito del concepto inventivo general del solicitante.

60



Ejemplo 1: Preparación de las briquetas

Se recogieron aproximadamente 68 kilogramos (150 libras) de arbustos de guayule de 6 años de edad. El arbusto era una variedad premium (designada AZ-2) obtenida de la U.S.D.A. en Maricopa, Arizona. La cosecha se realizó recogiendo la porción del arbusto de guayule que crecía por encima del suelo (es decir, las raíces se dejaron). A continuación, se dejó secar los arbustos en el campo durante 15 días tras el corte (las condiciones ambientales fueron una temperatura máxima diaria media de aproximadamente 24°C (aproximadamente 75°F) y una mínima diaria media de aproximadamente 9°C (aproximadamente 49°F) con muy poca o ninguna precipitación (menos de 25,4 mm (menos de 1 pulg)). Tras secado en el campo, se realizó la eliminación de hojas y tierra en el campo sacudiendo manualmente los arbustos. Posteriormente, el arbusto se troceó en grueso en piezas de menos de 50,8 mm (menos de 2 pulg) de longitud (los trozos tenían un diámetro aproximado de 6,35 cm a 3,18 mm (de 0,25 pulg a 0,125 pulg)). Cierta cantidad de “partículas finas” de tamaño inferior también estaban presentes en la mezcla troceada grosera.

Una semana después de la preparación del troceado basto, se introdujeron en un granulador (B&J Modelo BPV68-2) con una criba que tenía aberturas de 6,4 mm (1/4 pulgadas). Los trozos más pequeños a la salida del granulador se hicieron pasar a través de una criba vibratoria de 841 micrómetros (malla metálica de 20) para retirar el material de tamaño inferior. Los trozos que permanecieron sobre la criba de 841 micrómetros (malla de 20) se utilizaron para la formación de briquetas (que se describe a continuación). La preparación de las briquetas se realizó el mismo día que el cribado de los trozos en malla metálica.

El análisis del material troceado basto mostró un contenido de humedad de 15,5% en peso, un contenido en caucho extraíble de 1,6% en peso y un contenido en resina extraíble de 5,8% en peso. El análisis de los trozos más pequeños (antes del cribado de 841 micrómetros (malla metálica de 20)) mostró un contenido de humedad de 15,5% en peso, un contenido de caucho extraíble de 2,1% en peso y un contenido de resina extraíble de 7,6% en peso con una densidad de 199 kilogramos/metro cúbico (2 libras/galón). El análisis de los trozos más pequeños después del cribado de 841 micrómetros (malla metálica de 20) mostró un contenido de humedad de 15,8%, un contenido en caucho extraíble de 2,1% en peso de un contenido en resina extraíble de 6,3% en peso. El análisis del nivel de humedad de los trozos más pequeños (tanto antes como después del cribado de 841 micrómetros (malla metálica de 20)) se realizó directamente una vez que los trozos más gruesos habían pasado a través del granulador. El análisis del contenido de caucho y resina del material troceado basto, del material granulado y del material cribado se realizó 2 semanas antes del troceado basto/1 semana después de la granulación (donde el material troceado basto se reservó para el análisis). El contenido de humedad de las muestras se determinó secando el material en un horno de aire formado a 110°C durante 5 horas. La determinación del % de caucho y resina en las muestras se realizó usando muestras de 9-10 gramos de material de guayule, extracción Soxhlet durante 6 horas con co-disolvente (31 ml de acetona, 170 ml de pentano) para solubilizar el caucho y la resina. El caucho solubilizado (presente en la fase de pentano) se aisló usando coagulación con metanol, centrifugado y secado. De forma más específica, se transfirieron 20 ml del extracto de la extracción Soxhlet a un tubo de centrifuga y se añadieron 20 ml de metanol para coagular el caucho. El tubo y su contenido se centrifugaron a 1500 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 fuera 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 a 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 (presente en la fase de acetona) se 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.

Para la operación de formación de briquetas, se prepararon 7 lotes diferentes de material. Cada lote contenía el material de guayule en trozos pequeños (después del cribado de 841 micrómetros (malla metálica de 20)), y algunos lotes contenían ingredientes adicionales (como se muestra en la Tabla 1 siguiente). Como se indica en la Tabla 1, se utilizaron dos tipos diferentes de máquinas de formación de briquetas comerciales. Cada una está fabricada por K.R. Komarek, Inc. (Wood Dale, IL) y es una máquina de formación de briquetas de tipo rodillo. La máquina B100R tiene un diámetro de rodillo de 130 mm y una anchura de 51 mm con 18 orificios(corrugaciones) sobre la superficie del rodillo. La máquina se configuró para una distancia de separación inicial entre rodillos de 0,6 mm. La máquina BR200QC tiene un diámetro de rodillo de 305 mm y una anchura de 51 mm con 36 orificios(corrugaciones) sobre la superficie del rodillo. La máquina se configuró para una distancia de separación inicial entre rodillos de 0,4 mm.

El análisis de los porcentajes de humedad, resina y caucho en las briquetas se realizó 7 días antes del formación de briquetas, y los resultados para el lote número 2 de briquetas fueron: 14,3% en peso de humedad y 4,0% en peso de caucho y 10,5% en peso de resina. Las muestras de briquetas de los lotes números 2, 3 y 5 también se sometieron a un proceso de molienda manual con un mortero y mano de mortero y a continuación se analizaron. Las briquetas del lote número 2 con molienda manual proporcionaron 13,9% en peso de humedad, 4,2% en peso de caucho y 10,2% en peso de resina y una densidad de 698 kilogramo/metro cúbico (7 libras/galón). Las briquetas del lote número 3 con molienda manual proporcionaron 11,7% en peso de humedad, 4,2% en peso de caucho y 10,9% en peso de resina. Las briquetas del lote número 5 con molienda manual proporcionaron 5,5% en peso de humedad, 4,3% en peso de caucho y 11,2% en peso de resina.

Tabla 1

Número de lote	Máquina utilizada	Ingredientes y condiciones
1	Modelo B100R	Material troceado pequeño cribado
2	Modelo B100R (con par de torsión y velocidad ajustados de los rodillos)	Material troceado pequeño cribado
3	Modelo B100R (con par de torsión y velocidad aumentados de los rodillos)	Material troceado pequeño cribado
4	Modelo B100R (misma configuración que para el lote 3)	Material troceado pequeño cribado con 9 gramos de Santoflex® 134PD <sup>1</sup> pulverizado sobre 4,5 kilogramos (10 libras) de material troceado
5	Modelo B220QC	Material troceado pequeño cribado, secado al sol durante 2 horas
6	Modelo B220QC	Material troceado pequeño cribado con 9 gramos de Santoflex® 134PD <sup>1</sup> pulverizado sobre 4,5 kilogramos (10 libras) de material troceado, seguido por secado al sol durante 2 horas
7	Modelo B220QC	Material troceado pequeño cribado con 9 gramos de Santoflex® 134PD <sup>1</sup> pulverizado sobre 4,5 kilogramos (10 libras) de material troceado, seguido por secado al sol durante 2 horas
<sup>1</sup> un líquido que contiene una mezcla de alquil-aril-p-fenilendiaminas, comercializado por Solutia (anteriormente Flexsys).		

## Ejemplo 2: Procesado de las briquetas (para recuperar el caucho)

El material triturado de las briquetas se sumergió en co-disolvente (20% en volumen de acetona y 80% en volumen de hexano) con agitación suave. A continuación, el material (con el disolvente) se sometió a varias rondas de centrifugación (usando una centrífuga de sobremesa con canchilones basculantes) para obtener una micela transparente. El caucho contenido en la micela se precipitó por adición de acetona (la acetona se añadió gradualmente hasta el momento de comenzar la coagulación y, a continuación, se añadió un 10% más de acetona en volumen). El caucho precipitado (coagulado) se secó a 40-100°C y a vacío (10-100 kPa) y se midió mediante GPC el peso molecular del caucho seco. Para la determinación por GPC, el caucho se disolvió en THF y se usaron 2 columnas Tosoh TSK Gel GMHx1. La calibración se realizó con patrones de poliestireno y los valores de poliisopreno se calcularon usando los coeficientes de Mark-Houwink.

## Ejemplo 3: Envejecimiento de las briquetas

Las briquetas fabricadas usando el material de guayule tratado según los diferentes procedimientos de los números de lote (los procedimientos de tratamiento son los descritos en la Tabla 1 anterior). Las briquetas resultantes, como se indica en la Tabla 2 siguiente (con n.º BB correspondiente al procedimiento del número de lote de la Tabla 1) se envejecieron durante varios periodos de tiempo comprendidos entre 7-91 días como se indica en la Tabla 2 y se sometieron a ensayo según el procedimiento anterior (molienda manual, extracción con hexano/acetona, coagulación y determinación de PM mediante GPC) para determinar el PM del caucho coagulado obtenido en cada formación de briquetas tras varios días de envejecimiento. El envejecimiento de las briquetas se realizó almacenando las briquetas en bolsas de plástico poco cerradas. Las bolsas de plástico se almacenaron a continuación en un tambor de plástico a temperatura ambiente. No se proporcionó ningún tipo de luz directa al contenido del tambor ni circulación de aire. Como se puede apreciar a partir de los datos de evaluación de la Tabla 2, el tratamiento del material de guayule con antioxidante antes de la formación de briquetas (BB4, BB6 y BB7) proporcionó ventajas significativas en términos de retención del peso molecular tras el envejecimiento. Solamente aquellas briquetas que contienen material de guayule que se ha tratado con antioxidante antes de la formación de briquetas pudieron mantener un PM superior a  $1 \times 10^6$  durante la totalidad de los 91 días. Las briquetas BB7 retuvieron un PM superior a  $1 \times 10^6$  durante 200 días y las briquetas BB6 retuvieron un PM superior a 800.000 durante 200 días. (Los aumentos aparentes del peso molecular con el envejecimiento se pueden atribuir al pequeño tamaño de la muestra (solamente 2 briquetas se trituraron para cada medición, y los valores promediados se notifican en la Tabla 2), y las variaciones en la cantidad de acetona usada para coagular el caucho pueden variar la cantidad relativa de caucho de alto peso molecular que coagula en comparación con la cantidad de caucho de bajo peso molecular que coagula).

Tabla 2

Días después de la formación de briquetas	Peso molecular (x10 <sup>6</sup> )						
	Alimentación <sup>1</sup>	BB2	BB3	BB4	BB5	BB6	BB7
7	1,040	0,931					
11		1,029			0,245	1,353	1,284
21	1,058		0,906		0,272	1,761	1,597
28	0,966		0,960	1,524	0,203	1,373	1,411
42	1,123		1,007	1,180	0,111	1,266	1,171
56	1,039		0,494	1,046	0,122	1,152	1,022
70	1,083		0,459	1,311		1,378	1,769
91	0,911		0,480	1,300		1,230	1,265
200						0,873	1,004

<sup>1</sup> El material de alimentación fue el material troceado cribado pequeño, y el caucho se extrajo usando el método de coagulación de caucho con acetona/hexano anteriormente descrito y medición de PM mediante GPC.

Ejemplo 4 (Uso de una centrifuga de decantación para eliminar el bagazo/partículas finas de una suspensión acuosa)

- 5 Para estimular la retirada de caucho de una fuente guayule o no *Hevea*, se prepararon suspensiones acuosas de concentración variable. Cada suspensión 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 polvo/tierra, procedentes de caucho anteriormente cosechado de arbusto guayule), caucho (obtenido a partir de la coagulación de un látex de caucho natural procedente de arbustos guayule), y resina (resina soluble mezclada más caucho degradado de un cosechado anterior de arbustos guayule) en cantidades suficientes para proporcionar las composiciones de suspensión acuosa resumidas en la Tabla 3.

Tabla 3 (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

- 15 Cada suspensión 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 varios caudales para cada suspensión, comprendidos entre 0,2 metros cúbicos/hora hasta 1,2 metros cúbicos/hora (1,0 galones/minuto a 5.5 galones/minuto), como se muestra en la Tabla 4. La centrifuga con decantación utilizada se denomina normalmente centrifuga de tipo cuenco porque tiene aspecto de cuenco, donde el cuenco permite que los sólidos se separen del líquido. La suspensión 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 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 fue de 4750 rpm, que es igual a una fuerza g de 2500. 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 alojamiento, y se expulsan por un conducto de sólidos.

- 20 Se tomaron muestras de la fracción central (micela) y la descarga de sólidos para cada suspensión alimentada y caudal. La fracción central y los sólidos se analizaron para determinar el % de partículas finas y % de disolvente, respectivamente. Una parte de la fracción central 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 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 eliminó el disolvente del caucho húmedo restante por medio de secado en un horno de vacío a 70°C. Las concentraciones de cenizas y polvo en las muestras de caucho seco se analizaron según la norma ASTM D1278-91. Los resultados se resumen en la Tabla 4. La centrifuga

5 con decantación pudo eliminar más del 90% del bagazo contenido en cada mezcla de suspensión original, independientemente del caudal, y también fue posible producir un contenido de sólidos (indicado como % de partículas finas en la Tabla 4) de menos del 1% para cada mezcla de suspensión original, independientemente del caudal. En muchos casos, especialmente, el contenido en sólidos de la micela fue inferior a 0,5% en peso o incluso inferior a 0,3% en peso. Los cambios en los caudales no produjeron ningún impacto coherente sobre el contenido de disolvente en la descarga de sólidos.

Tabla 4

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

<sup>1</sup> Los porcentajes se pueden considerar como un promedio de los tres caudales.

Ejemplo 5 – Molienda con molino de martillos, molino de rodillos/agrietamiento y escamación (molienda de escamación)

10 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 25,4 mm (1 pulg). Los palitos 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 (25,4 mm, 12,7 mm, 3,18 mm y 1,59 mm (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.

Todos los arbustos se procesaron a través de una criba Sweco con una criba de 841 micrómetros (malla metálica 20). La criba se usó 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 usando un alimentador de criba vibratoria, y el material rallado se recogió en contenedores.

25 El material rallado se transfirió a un triturador. El triturador tiene su propio alimentador de rodillo, una diferencia de velocidad de los rodillos de 1:1,25 y la separación de los rodillos se configuró a 0,305 mm (0,012 pulgadas). 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.

5 La determinación del % de caucho y resina en las muestras se realizó usando muestras de 9-10 gramos de material de guayule, extracción Soxhlet durante 6 horas con co-disolvente (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 usando 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 centrifugaron a 1500 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 a 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 (presente en la fase de acetona) se 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 proporcionan en la Tabla 5 siguiente.

Tabla 5

Condiciones	Prom. % de humedad	Prom. % de caucho (base seca en peso)	Prom. % de resina (base seca en peso)
Desfibrado y molido con martillos a 12,7 mm (1/2 pulg)	26,79	2,34	6,70
Desfibrado y molido con martillos a 3,18 mm (1/8 pulg)	22,29	3,12	6,78
Desfibrado y molido con martillos a 3,18 mm (1/8 pulg) y tamizado y escamado a 841 micrómetros (20 mesh)	19,67	4,98	6,96
Desfibrado y molido con martillos a 3,18 mm (1/8 pulg) y tamizado y escamado a 841 micrómetros (20 mesh)	19,52	5,61	7,33

20 En la medida en la que se utiliza el término “incluye” o “incluir” en la memoria descriptiva o en las reivindicaciones, está destinado a que sea inclusivo, de manera similar al término “comprender” 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 la expresión “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 (2.<sup>a</sup> Ed. 1995). Además, cuando los términos “en” o la expresión “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.

25

30 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 adjuntas 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

35 tanto, se pueden realizar variaciones de dichos detalles sin desviarse del espíritu o alcance del concepto inventivo general del solicitante.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para recuperar caucho de briquetas que contienen caucho que comprende:
  - a. utilizar briquetas envejecidas que comprenden al menos un antioxidante y materia vegetal troceada que contiene bagazo, caucho, resina, y menos de 5% en peso de hojas de una planta de guayule, en donde las briquetas se han envejecido durante aproximadamente 21-200 días tras la formación;
  - b. mezclar las briquetas con (i) al menos un disolvente orgánico no polar y (ii) al menos un disolvente orgánico polar para producir una suspensión donde la cantidad total de (i) y (ii) es 50-90% en peso de la suspensión, las briquetas comprenden 10-50% en peso de la suspensión, y la suspensión contiene 0,5-10% en peso de agua;
  - c. retirar una mayoría del bagazo de la suspensión para producir una micela y una primera parte de bagazo;
  - d. opcionalmente, añadir más cantidad de disolvente orgánico polar, disolvente no polar o una combinación de los mismos a la micela para formar una micela de viscosidad reducida, en donde cualquier disolvente orgánico polar y disolvente orgánico no polar adicional que se añade es igual o diferente de los utilizados en (a) y la cantidad de cualquier disolvente orgánico polar adicional añadida es inferior a la cantidad que produce la coagulación del caucho presente en la micela de viscosidad reducida;
  - e. retirar un 80-95% en peso de bagazo (con respecto al peso total del bagazo presente en la micela de viscosidad reducida) de la micela producida en (c) o (d) formando así una micela purificada y una segunda fracción de bagazo, en donde una mayoría del bagazo que se retira tiene un tamaño de partícula inferior a 105 micrómetros;
  - f. tratar opcionalmente la micela purificada para retirar bagazo adicional produciendo de este modo una solución de caucho clarificada que contiene 0,01-1% en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo presente en la suspensión) produciendo de esta manera una solución de caucho clarificada;
  - g. aumentar la cantidad relativa de disolvente polar en comparación con el disolvente no polar en la micela purificada o en la solución de caucho clarificada de tal forma que el caucho coagule; y
  - h. producir caucho sólido purificado a partir del caucho coagulado donde, cuando dicho caucho sólido purificado contiene 0,8% de materia volátil, también contiene 0,05-0,5% en peso de polvo, 0,2-1,5% en peso de ceniza y 0,1-4% en peso de resina,

en donde al menos (b)-(f) se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-80°C y una presión de 35 a 1000 kPa.
2. El método de la reivindicación 1, en donde:
  - el al menos un disolvente orgánico polar y el disolvente orgánico polar adicional se seleccionan entre el 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; cetonas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono; y combinaciones de los mismos; y
  - el al menos un disolvente orgánico no polar se selecciona entre el 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; aromáticos y aromáticos con sustitución de alquilo que tienen de 6 a 12 átomos de carbono; y combinaciones de los mismos.
3. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la suspensión acuosa en la etapa (a) contiene 25-50% en peso de material de las briquetas y 50-75% en peso de disolvente orgánico apolar y de disolvente orgánico polar.
4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde el (i) al menos un disolvente orgánico apolar de (b); y el (ii) al menos un disolvente orgánico polar de (b) están presentes en cantidades en peso relativas de 50-90% y 10-50%, respectivamente.
5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde el al menos un disolvente orgánico polar y disolvente orgánico polar adicional comprenden cetonas que tienen 3 átomos de carbono, y el al menos un disolvente orgánico apolar comprende alcanos que tienen 6 átomos de carbono, cicloalcanos que tienen 6 átomos de carbono, y combinaciones de los mismos.
6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde al menos 90% en peso del material de tamaño inferior a 595 micrómetros (30 mesh) se ha retirado de la materia vegetal picada antes de conformar la briketa.
7. Un método según se proporciona en una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde la cantidad de bagazo que se retira de la suspensión acuosa en (c) es de 60-95% en peso del bagazo contenido dentro de la suspensión acuosa.

8. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde al menos (b)-(f) se llevan a cabo a una temperatura o temperaturas de 10-50°C.
9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde al menos uno de (c) o (e) comprende el uso de una centrífuga.
- 5 10. El método de la reivindicación 9, en donde la centrífuga comprende una centrífuga de decantación.
11. El método de la reivindicación 9, en donde (e) comprende una centrífuga de disco.
12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde la suspensión acuosa de (c) se somete a un proceso de centrifugación para retirar 70-95% en peso de bagazo (con respecto al peso total de bagazo en la suspensión acuosa) para producir una micela.
- 10 13. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde (b) comprende el uso de un extractor de flujo a contracorriente.
14. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde la coagulación de (g) se controla de modo que se coagula el caucho de alto peso molecular que tiene un peso molecular de al menos 1.000.000 y el caucho de bajo peso molecular permanece en solución.