

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 744 313**

51 Int. Cl.:

C08C 4/00 (2006.01)

B01D 11/00 (2006.01)

C08L 1/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.04.2016 PCT/EP2016/058285**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.10.2016 WO16166251**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.04.2016 E 16719300 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2019 EP 3283531**

54 Título: **Extracción de polisopreno de masa molar elevada**

30 Prioridad:

15.04.2015 FR 1553343

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

24.02.2020

73 Titular/es:

**ASSOCIATION POUR LES TRANSFERTS DE
TECHNOLOGIES DU MANS (50.0%)
20, rue Thalès de Milet, Technopole Université
72000 Le Mans, FR y
CENTRE DE COOPÉRATION INTERNATIONALE
EN RECHERCHE AGRONOMIQUE POUR LE
DEVELOPPEMENT (CIRAD) (50.0%)**

72 Inventor/es:

**AMOR, ALI;
PALU, SERGE;
PIOCH, DANIEL, AUGUSTE, MARIE, PAUL y
DORGET, MICHEL**

74 Agente/Representante:

SALVÀ FERRER, Joan

ES 2 744 313 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

Extracción de polisopreno de masa molar elevada

- 5 **[0001]** La invención se refiere a un procedimiento de extracción de polisopreno de alta calidad por triturado por cizallamiento rotativo mediante un dispositivo que comprende al menos un rotor y al menos un estátor, de plantas en partículas de tamaño inferior a 1 mm o el triturado con un pH superior a 3 e inferior a 8. Este procedimiento se utiliza en fase acuosa y permite preparar una dispersión de polisopreno en agua cuya una masa molar media en peso (M_w) sea superior a 800 000 g/mol. El polisopreno se extrae de plantas y en particular de guayule (*Parthenium argentatum*).
- 10 Se trata de un procedimiento especialmente respetuoso con el medio ambiente.

[0002] El polisopreno de origen natural es un material útil para la fabricación de objetos para los cuales se buscan sus propiedades mecánicas.

- 15 En particular, cada vez se busca más el polisopreno proveniente de plantas diferentes del árbol del caucho, en particular para remediar los problemas de alergias que sufren los usuarios de objetos fabricados a partir de polisopreno derivado del árbol del caucho.

El polisopreno extraído de plantas diferentes del árbol del caucho, en particular de guayule, es particularmente ventajoso para preparar guantes, por ejemplos guantes médicos o quirúrgicos, o para preparar preservativos. Tras la coagulación del látex de guayule, el polisopreno obtenido puede utilizarse asimismo para producir objetos de caucho, en concreto para producir neumáticos.

20

[0003] Se conocen procedimientos de extracción de polisopreno a partir de plantas. De manera general, estos procedimientos utilizan solventes orgánicos.

- 25 Por razones de salud y por razones medioambientales, la utilización de solventes orgánicos debe limitarse o evitarse. La producción de polisopreno por extracción en fase acuosa es asimismo particularmente ventajosa desde un punto de vista económico.

Se conocen procedimientos de extracción de polisopreno en fase acuosa. Sin embargo, estos procedimientos conocidos no permiten obtener un polisopreno de alta calidad, en particular un polisopreno cuya masa molar media en peso (M_w) pueda alcanzar 2 500 000 g/mol. La solicitud de patente US-2012/0063969 describe un procedimiento durante el cual se trituran plantas de guayule por compresión intensa. Entonces la calidad del polisopreno extraído puede degradarse entonces. La cantidad de polisopreno extraído a partir de una cantidad particular de plantas, y cuya calidad y masa molar (M_w) sean satisfactorias se reduce en ese caso.

30

Además, los procedimientos de extracción de polisopreno conocidos siguen sin permitir obtener un polisopreno en forma de una dispersión en agua o en forma de látex.

- 35 Los procedimientos de extracción en fase acuosa conocidos generalmente se utilizan en rangos de pH particulares y reducidos, generalmente estrictamente superiores a 7 y en particular superiores a 9, 10 u 11. Tales pH requieren generalmente la presencia de una sustancia básica que puede conducir a problemas de seguridad o puede conllevar el deterioro del material utilizado. También puede aparecer contaminación ambiental.

- 40 **[0004]** Así, existe una necesidad de disponer de procedimientos eficaces de extracción de polisopreno de alta calidad. En particular, existe una necesidad de disponer de procedimientos de extracción de polisopreno de plantas durante los cuales la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído sea cercana o idéntica a la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno de la planta antes de la extracción o en estado natural. Son particularmente interesantes los rendimientos del 50 o el 70 %, del 80 % al 90 % o del 100 % durante la extracción de polisopreno
- 45 cuya masa molar media en peso (M_w) se mantiene cercana o idéntica a la masa molar media en peso (M_w) en la planta o en estado natural. La invención proporciona un procedimiento de extracción de polisopreno que permite aportar una solución a parte o a la totalidad de los problemas de los procedimientos de extracción de polisopreno del estado de la técnica.

- 50 **[0005]** Así, la invención proporciona un procedimiento de extracción de polisopreno de masa molar media en peso (M_w) superior a 800 000 g/mol, en forma de una dispersión en agua que comprende

- el triturado por cizallamiento rotativo mediante un dispositivo que comprende al menos un rotor y al menos un estátor o el triturado con un pH superior a 3 e inferior a 8, de al menos una planta, una parte de planta o un derivado de planta,
- 55 elegidos entre guayule (*Parthenium argentatum*), tártago (*Euphorbia lathyris*), argán (*Argania spinosa*), mariola (*Parthenium incanum*), *Chrysothamnus pinifolius*, *Asclepias speciosa*, llantén indio (*Cacalia atripikifolia*), vid de caucho (*Cryptostegia grandiflora*), diente de león ruso (*Taraxacum koksa-ghyz*), escorzonera (*Scorzonera sp.*), albahaca salvaje (*Pycnanthemum incanum*), germandrina canadiense (*Teucrium canadense*) y *Campanula americana*, en un volumen de agua o de una solución acuosa que va de 1 a 15 l/kg de planta, en partículas de tamaño inferior a 1 mm;
- 60 ■ la separación de los residuos sólidos.

[0006] El procedimiento según la invención permite la extracción de polisopreno durante el cual el polisopreno extraído tiene una masa molar media en peso (M_w) superior a 800 000 g/mol. La masa molar media en peso (M_w) se mide por la combinación de la cromatografía de exclusión por tamaño (SEC ou *size exclusion chromatography*) y el

65 acoplamiento de varios detectores. De forma preferida, el procedimiento según la invención permite la extracción de

polisopreno durante el cual el polisopreno extraído tiene una masa molar media en peso (M_w) superior a 1 000 000 g/mol o superior a 2 000 000 g/mol o superior a 2 500 000 g/mol.

Según la invención, el polisopreno extraído puede tener una masa molar media en peso (M_w) que va de 800 000 a 3 000 000 g/mol o de 800 000 a 2 500 000 g/mol o de 800 000 a 2 000 000 g/mol.

5 De manera particularmente preferida, el polisopreno extraído tiene una masa molar media en peso (M_w) que va de 1 000 000 a 3 000 000 g/mol o de 1 000 000 a 2 500 000 g/mol o de 1 000 000 a 2 000 000 g/mol.

De manera igualmente preferida particularmente, el polisopreno extraído tiene una masa molar media en peso (M_w) que va de 1 500 000 a 3 000 000 g/mol o de 1 500 000 a 2 500 000 g/mol o de 2 000 000 a 2 500 000 g/mol o de 2 000 000 a 3 000 000 g/mol.

10

[0007] De manera igualmente preferida, gracias al procedimiento según la invención, la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído es del 50 al 100 % del valor de la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno en la planta antes de la extracción. De manera igualmente preferida, la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído es del 55 al 100 % del valor de la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno en la planta antes de la

15 extracción. De manera igualmente preferida, la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído es del 60 al 95 % del valor de la masa molecular del polisopreno en la planta antes de la extracción. De manera igualmente preferida, la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído es del 80 al 90 % del valor de la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno en la planta antes de la extracción.

20 **[0008]** Así, el procedimiento según la invención permite limitar o evitar la degradación del polisopreno y por tanto de limitar la disminución de la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído respecto de la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno en la planta antes de su extracción.

Al seleccionar una fracción particular de masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído según el procedimiento de la invención, es posible obtener polisopreno cuya masa molar media en peso (M_w) de la fracción

25 seleccionada es superior al 100 % de la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno en la planta.

[0009] De manera igualmente preferida, gracias al procedimiento según la invención, el índice de polidispersidad del polisopreno extraído es inferior a 3, de preferencia inferior a 2 o inferior a 1,6. Gracias al procedimiento según la invención, el índice de polidispersidad del polisopreno extraído también puede ir de 1,6 a 3 o

30 de 1,6 a 2 o incluso de 1,8 a 3 o de 1,8 a 3.

[0010] El procedimiento según la invención comprende una etapa esencial de triturado que puede ser un triturado por cizallamiento rotativo mediante un dispositivo que comprende al menos un rotor y al menos un estátor. El triturado utilizado según la invención también puede ser un triturado con un pH superior a 3 e inferior a 8.

35

[0011] Como el procedimiento según la invención se realiza en fase acuosa, se diferencia de los procedimientos de extracción conocidos realizados mediante solventes orgánico. En tales casos, el polisopreno se disuelve en el solvente orgánico en el momento de su extracción de la planta. La fase acuosa, y en particular el agua utilizada durante el procedimiento según la invención, sirve de soporte para la dispersión de polisopreno. No permite disolver el polisopreno.

40

De manera preferida, el triturado se realiza en un volumen de agua o de solución acuosa que va de 3 a 7 l/kg o de 4 a 5 l/kg de planta. De manera igualmente preferida, el triturado se realiza en un volumen de agua que va de 3 a 7 l/kg de planta o de 4 a 5 l/kg de planta en una solución acuosa que comprende un agente antioxidante, por ejemplo el sulfito de sodio o el bisulfito de sodio.

45

[0012] Durante el triturado por cizallamiento rotativo mediante un dispositivo que comprende al menos un rotor y al menos un estátor, el procedimiento según la invención utiliza ventajosamente un triturador que comprende un rotor y un estátor, por ejemplo un triturador de tipo Sylverson, en concreto un triturador Sylverson L4RT, o incluso un triturador de tipo Fryma Koruma, en concreto un triturador Fryma Koruma MZ 50/A o un triturador Fryma Koruma ML.

50

Pueden convenir otros tipos de triturador que comprendan un rotor y un estátor que permita el cizallamiento, y de preferencia el cizallamiento rotativo. Así, el componente mecánico del triturado según la invención necesita un cizallamiento de la planta que se va a tratar. Durante la puesta en marcha del procedimiento según la invención, el componente de cizallamiento debe ser mayoritario. Durante la puesta en marcha de este cizallamiento, la planta se cizalla, corta, recorta o pica sin sufrir una deformación o aplastamiento excesivos. Asimismo puede intervenir un componente de flexión pero no debe inducir tales deformaciones o aplastamientos excesivos.

55

Para el procedimiento según la invención, durante el triturado con un pH superior a 3 e inferior a 8, el triturado puede realizarse por cizallamiento simple o por cizallamiento con flexión.

De manera preferida, durante el triturado por cizallamiento rotativo mediante un dispositivo que comprende al menos un rotor y al menos un estátor, el triturado se realiza y con un pH superior a 3 e inferior a 11. De manera particularmente preferida, el triturado se realiza por cizallamiento rotativo mediante un dispositivo que comprende al menos un rotor y al menos un estátor y con un pH superior a 3 e inferior a 8. Un pH superior a 3 e inferior a 7,8 puede convenir, así como un pH superior a 3 e inferior a 7,5 o un pH superior a 3 e inferior a 7, un pH superior a 4 e inferior a 7,8, un pH superior a 4 e inferior a 7,5 o un pH superior a 4 e inferior a 7.

60

65 **[0013]** El procedimiento según la invención comprende el triturado de al menos una planta, una parte de planta

o un derivado de planta en partículas de tamaño inferior a 1 mm. De manera preferida, el triturado puede conducir a partículas de tamaño inferior a 500 µm. De manera más preferida, las partículas tienen un tamaño inferior a 250 µm, e incluso inferior a 150 µm.

5 **[0014]** De manera igualmente preferida, al menos una etapa del procedimiento según la invención se realiza en presencia de al menos un agente elegido entre un agente de extracción del polisopreno, un agente de estabilización del polisopreno, un agente de concentración del polisopreno.

Como agente de extracción del polisopreno o como agente de estabilización del polisopreno, se prefiere utilizar un agente tensioactivo, un agente antioxidante o un agente de control del pH.

10

[0015] Como agentes de estabilización del polisopreno, en concreto se puede citar el sulfito de sodio, el bisulfito de sodio, derivado fenólico, dodecilsulfato de sodio (SDS), bromuro de trimetil tetradecilamonio (TTAB), aminoácido N-alquilado, alcohol isotridecílico a 15 OE, ácido, base. Como agente de concentración del polisopreno, se prefiere utilizar un agente de cremado, por ejemplo un alginato de amonio o una carboximetilcelulosa. El agente de cremado empleado puede utilizarse en una baja concentración en el medio, por ejemplo una concentración que vaya de 0,05 a 0,1 % en peso.

15

De manera igualmente preferida, el triturado puede realizarse en presencia de al menos un agente tensioactivo. Pueden convenir numerosos tipos de agentes tensioactivos, en concreto un agente tensioactivo no iónico o un agente tensioactivo iónico, por ejemplo un agente tensioactivo catiónico o un agente tensioactivo zwitteriónico. Como ejemplos de agentes tensioactivos, se puede citar el dodecilsulfato de sodio (SDS), el bromuro de trimetil tetradecilamonio (TTAB), éster de sorbitol polietileno, aminoácido N-alquilado.

20

[0016] Para el procedimiento según la invención, las etapas de triturado y de separación pueden repetirse al menos una vez. El procedimiento según la invención comprende entonces al menos estas dos etapas adicionales de triturado y de separación.

25

[0017] El procedimiento según la invención puede comprender igualmente una etapa previa de pretratamiento de la planta cosechada.

30 **[0018]**

De manera preferida, el procedimiento según la invención permite extraer polisopreno de al menos una planta, una parte de planta o un derivado de planta de planta elegida entre guayule (*Parthenium argentatum*), tártago (*Euphorbia lathyris*), argán (*Argania spinosa*), mariola (*Parthenium incanum*), *Chrysothamnus pinifolius*, *Asclepias speciosa*, llantén indio (*Cacalia atripikifolia*), vid de caucho (*Cryptostegia grandiflora*), diente de león ruso (*Taraxacum koksaghyz*), escorzonera (*Scorzonera sp.*), albahaca salvaje (*Pycnanthemum incanum*), germandrina canadiense (*Teucrium canadense*) y *Campanula americana*. De manera particularmente preferida, el procedimiento según la invención se utiliza para extraer polisopreno a partir de guayule (*Parthenium argentatum*).

35

[0019] El procedimiento según la invención puede utilizarse para extraer polisopreno de una planta, de una parte de planta o de un derivado de planta que eventualmente pueden ser pretratados previamente. De manera ventajosa, el procedimiento según la invención puede aplicarse sobre la planta entera, sobre las raíces o sobre las ramas y hojas de la planta. De manera preferida, el procedimiento según la invención se aplica solo sobre las ramas y las hojas de la planta o solo sobre las hojas o incluso solo sobre las raíces de la planta. El procedimiento según la invención puede aplicarse únicamente sobre la biomasa leñosa de la planta o sobre la madera o sobre la corteza de la planta. La biomasa leñosa de la planta generalmente sale de las ramas de la planta de las que se ha eliminado la corteza. El procedimiento según la invención puede aplicarse igualmente únicamente sobre los frutos de la planta.

40

45

[0020] De manera preferida para el procedimiento según la invención, el triturado se realiza a una temperatura inferior a 60 °C y más preferentemente a una temperatura inferior a 50 °C o inferior a 40 °C.

50 **[0021]**

Antes del triturado, el procedimiento según la invención puede comprender el corte previo de la planta, en trozos de tamaño que van de 0,5 a 100 mm o 60 mm, de preferencia que van de 0,5 a 50 mm o de 1 a 30 mm. El corte previo de la planta en trozos se realiza en un medio húmedo, en solución acuosa o en agua. De manera preferida, el corte previo de la planta en trozos se realiza menos de 6 h después de la cosecha de la planta. De manera más preferida el corte previo se realiza en un medio húmedo, en solución acuosa o en agua, y los trozos de planta cortados tienen un tamaño que va de 0,5 a 50 mm, de preferencia de 1 a 30 mm, y se almacenan en medio húmedo, en solución acuosa o en agua.

55

[0022] Para el procedimiento según la invención, el triturado puede realizarse más o menos rápidamente después de la cosecha de la planta, en particular la cosecha del guayule. La planta cosechada puede por ejemplo almacenarse antes de la aplicación del procedimiento según la invención. Las condiciones de almacenamiento pueden adaptarse, en particular según la duración antes del triturado o incluso según la temperatura de almacenamiento. De manera ventajosa, el triturado se realiza menos de 6 meses después de la cosecha o menos de 2 meses después de la cosecha. De manera preferente, el triturado se realiza menos de una semana después de la cosecha, más preferentemente menos de un día después de la cosecha y aún más preferentemente menos de 6 h después de la cosecha. Para el procedimiento según la invención, el triturado puede realizarse asimismo después de inmersión de

60

65

la planta después de la cosecha. De manera ventajosa, la inmersión de la planta cosechada puede realizarse en una solución acuosa que comprende al menos un agente elegido entre un agente de extracción del polisopreno, un agente de estabilización del polisopreno, un agente de concentración del polisopreno.

5 **[0023]** El procedimiento según la invención permite extraer polisopreno de la planta en forma de una dispersión de polisopreno en agua. De manera preferida, la dispersión de polisopreno en agua obtenida comprende del 5 al 65 % en masa de polisopreno seco (DCR o *dry rubber content* o contenido en caucho seco) o del 10 al 65 % en masa de polisopreno seco. De manera más preferida, la dispersión de polisopreno en agua obtenida comprende del 15 al 65 % o del 25 al 65 % en masa de polisopreno seco. De manera aún más preferida, la dispersión de polisopreno en agua
10 obtenida comprende del 30 al 65 % o del 35 al 65 % en masa de polisopreno seco.

[0024] El procedimiento según la invención permite extraer polisopreno de la planta de manera particularmente eficaz. De manera ventajosa para el procedimiento según la invención, el rendimiento de extracción de polisopreno de masa molar media en peso (M_w) superior a 800 000 g/mol es superior al 50 % en masa de polisopreno de la planta
15 después de la cosecha. De manera preferida, el rendimiento de extracción de polisopreno de masa molar media en peso (M_w) superior a 800 000 g/mol es superior al 60 % o superior al 70 % en masa de polisopreno de la planta después de la cosecha.

[0025] El procedimiento según la invención comprende el triturado de la planta y después la separación de los
20 residuos sólidos. La separación de los residuos sólidos puede realizarse por filtrado, por ejemplo realizado mediante al menos un tamiz. Puede convenir un tamiz de 100 μm .

[0026] El procedimiento según la invención comprende el triturado de la planta y después la separación de los
25 residuos sólidos. También puede comprender la concentración de la dispersión de polisopreno en agua. La concentración se realiza por eliminación de agua. Esta eliminación de agua puede ir del 30 al 99,9 % del volumen de agua o ser una eliminación casi total. De manera ventajosa, la concentración puede realizarse por centrifugado mecánico. Puede realizarse asimismo por centrifugado mecánico combinado a un cremado. También puede realizarse por centrifugado mecánico en presencia de al menos un agente de cremado.

Además de la concentración de la dispersión de polisopreno en agua (látex), el procedimiento según la invención
30 puede comprender asimismo la estabilización del polisopreno en forma de una tal dispersión en agua.

[0027] Además del triturado de la planta y después la separación de los residuos sólidos, el procedimiento según la invención puede comprender asimismo la coagulación del polisopreno y la separación del caucho. De manera ventajosa, la coagulación del polisopreno se realiza mediante un tratamiento ácido. De manera preferida, la
35 coagulación del polisopreno se realiza en presencia de al menos un agente antioxidante.

[0028] Los diferentes aspectos y las propiedades de la invención pueden ilustrarse con los ejemplos que siguen. Estos ejemplos no constituyen una limitación del alcance de esta invención.

40 Ejemplo 1^o: extracción de polisopreno de plantones de guayule (*Parthenium araentatum*) mediante diferentes trituradores

[0029] Se cosecharon plantones de guayule para extraer polisopreno según el procedimiento de la invención. La cosecha se realizó mediante segado de los plantones de guayule dos años después de la siembra. Tras la cosecha,
45 las hojas y las inflorescencias de los plantones de guayule se separaron. La biomasa así preparada se trató según el procedimiento de la invención. Se realizaron mediciones de la masa molar media en peso (M_w) y del índice de extracción en el polisopreno extraído. Se efectuaron mediciones comparativas con respecto a estas mismas variables para el polisopreno presente en la planta antes de la extracción según el procedimiento de la invención.

El índice de extracción del polisopreno (% en peso) es la proporción de la masa de polisopreno extraído y después
50 secado y coagulado con un ácido, recuperado después de dos etapas de extracción sucesivas, a la masa de polisopreno presente en la muestra de biomasa utilizada para el ensayo de extracción, multiplicado por 100. Cada ensayo de extracción y cada valor medido son la media de tres ensayos, con una desviación típica inferior al 10 % en valor relativo.

55 **[0030]** Se trataron varias muestras de biomasa. Se prepararon muestras a partir de 100 g de biomasa de guayule mezcladas con 500 ml de una fase acuosa. Se prepararon otras muestras a partir de 10 g de biomasa de guayule mezclados con 40 l de una fase acuosa.

Se trataron las diferentes muestras por triturado y después por separación de los residuos sólidos por filtrado. Se utilizaron un triturador A equipado con un rotor y un estátor (triturador Silverson L4RT) y un triturador B equipado con
60 cuchillos (triturador Fryma Koruma MZ o ML). Las partículas obtenidas después del triturado tienen un tamaño inferior a 150 μm . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 1.

Tabla 1

| ensayo | triturador | masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído (g/mol) | índice de extracción del polisopreno (%) |
|--------|------------|---|--|
| 1 | A | 2 700 000 | 72 |
| 2 | B | 2 600 000 | 70 |
| 3 | B | 2 800 000 | 87 |

[0031] El procedimiento según la invención permite por tanto extraer polisopreno cuya masa molar media en peso (M_w) es muy superior a 1 000 000 g/mol o 1 500 000 g/mol e incluso superior a 2 000 000 g/mol.

Ejemplo 2º: extracción de polisopreno de plántones de guayule (*Parthenium araentatum*) en función del pH

[0032] La biomasa preparada según el ejemplo 1 se utiliza para evaluar la influencia del pH en la extracción del polisopreno mediante el triturador A. La variación de H de a 3 a 10 se obtiene añadiendo ácido clorhídrico o amoníaco a la fase acuosa durante el triturado. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 2. Se obtiene en función del pH inicial de la fase acuosa utilizada para la extracción.

Tabla 2

| pH | masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído (g/mol) | índice de extracción del polisopreno (%) |
|----|---|--|
| 3 | 1 900 000 | 25 |
| 4 | 2 300 000 | 64 |
| 5 | 2 100 000 | 73 |
| 6 | 2 400 000 | 72 |
| 7 | 2 500 000 | 70 |
| 8 | 2 500 000 | 72 |
| 11 | 2 200 000 | 67 |

[0033] El procedimiento según la invención permite extraer polisopreno de masa molar media en peso (M_w) elevada, incluso con pH neutro o ácido, permitiendo así liberarse de la adición de una base.

Ejemplo 3º: extracción de polisopreno de plántones de guayule (*Parthenium araentatum*) en presencia de un agente tensioactivo

[0034] La biomasa preparada según el ejemplo 1 se utiliza para evaluar la influencia de un agente tensioactivo no iónico (éster de polietileno sorbitol - producto Tween 80) presente en baja concentración (0,01 % en peso) en la fase acuosa durante el triturado. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 3.

Tabla 3

| ensayo | masa molar media en peso (M_w) del polisopreno extraído (g/mol) | índice de extracción del polisopreno (%) |
|-------------------------|---|--|
| sin agente tensioactivo | 2 000 000 | 60 |
| con agente tensioactivo | 2 000 000 | 74 |

[0035] Se constata que la masa molar media del polisopreno es idéntica a la medida en ausencia de agente tensioactivo añadido. Sin embargo, el índice de extracción del polisopreno obtenido en presencia del agente tensioactivo no iónico en baja concentración es muy superior. La presencia del agente tensioactivo permite por tanto aumentar los rendimientos del procedimiento de extracción según la invención sin ejercer un efecto negativo sobre la calidad del polisopreno extraído.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de extracción de polisopreno de masa molar media en peso (M_w) superior a 800 000 g/mol, en forma de una dispersión en agua que comprende
- 5
- el triturado por cizallamiento rotativo mediante un dispositivo que comprende al menos un rotor y al menos un estátor o el triturado con un pH superior a 3 e inferior a 8, de al menos una planta, una parte de planta o un derivado de planta, elegidos entre guayule (*Parthenium argentatum*), tártago (*Euphorbia lathyris*), argán (*Argania spinosa*), mariola (*Parthenium incanum*), *Chrysothamnus pinifolius*, *Asclepias speciosa*, llantén indio (*Cacalia atripikifolia*), vid de caucho
- 10 (*Cryptostegia grandiflora*), diente de león ruso (*Taraxacum koksa-ghyz*), escorzonera (*Scorzonera sp.*), albahaca salvaje (*Pycnanthemum incanum*), germandrina canadiense (*Teucrium canadense*) y *Campanula americana*, en un volumen de agua o de una solución acuosa que va de 1 a 15 l/kg de planta, en partículas de tamaño inferior a 1 mm;
- la separación de los residuos sólidos.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1 para el cual el triturado se realiza con un pH superior a 3 e inferior a 8 y por cizallamiento simple o por cizallamiento con flexión.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 para el cual el triturado se realiza con un pH superior a 3 e inferior a 11 o con un pH superior a 3 e inferior a 8 y por cizallamiento rotativo mediante un dispositivo que comprende
- 20 al menos un rotor y al menos un estátor.
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende posteriormente
- la concentración de la dispersión de polisopreno en agua (látex), y la estabilización del polisopreno en forma de una
- 25 tal dispersión en agua; o
- la coagulación del polisopreno y la separación del caucho.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4
- 30 • cuyo triturado conduce a partículas de tamaño inferior a 500 μm , de preferencia inferior a 250 μm , más preferentemente inferior a 150 μm ; o
- en el cual al menos una etapa se realiza en presencia de al menos un agente elegido entre un agente de extracción del polisopreno, un agente de estabilización del polisopreno, un agente de concentración del polisopreno; o
 - que comprende al menos dos etapas adicionales de triturado y de separación; o
- 35 • que comprende una etapa previa de pretratamiento de la planta cosechada.
6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 para el que
- la planta es el guayule (*Parthenium argentatum*); o
- 40 ■ se utiliza la planta entera; o
- la planta se pretrata previamente; o
 - solo se utilizan las raíces, las ramas y las hojas de la planta; o
 - solo se utilizan las ramas y las hojas de la planta; o
 - solo se utilizan las ramas de la planta; o
- 45 ■ solo se utilizan las hojas de la planta; o
- solo se utilizan las raíces de la planta; o
 - solo se utilizan los frutos de la planta; o
 - solo se utiliza la biomasa leñosa de la planta; o
 - solo se utiliza la madera de la planta; o
- 50 ■ solo se utiliza la corteza de la planta.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 para el que el polisopreno extraído tiene una masa molar media en peso (M_w) superior a 1 000 000 g/mol o superior a 2 000 000 g/mol o superior a 2 500 000 g/mol; de preferencia que va de 800 000 a 3 000 000 g/mol o de 800 000 a 2 500 000 g/mol o de 800 000
- 55 a 2 000 000 g/mol o de 1 000 000 a 3 000 000 g/mol o de 1 000 000 a 2 500 000 g/mol o de 1 000 000 a 2 000 000 g/mol o de 1 500 000 a 3 000 000 g/mol o de 1 500 000 a 2 500 000 g/mol o de 2 000 000 a 2 500 000 g/mol o de 2 000 000 a 3 000 000 g/mol.
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 para el que la masa molar media en peso
- 60 (M_w) del polisopreno extraído es del 50 al 100 %, de preferencia del 55 al 100 %, de preferencia del 60 al 95 %, y aún más preferentemente del 80 al 90 % del valor de la masa molar media en peso (M_w) del polisopreno en la planta antes de la extracción.
9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 para el que el índice de polidispersidad
- 65 del polisopreno extraído es inferior a 3, de preferencia inferior a 2 o inferior a 1,6 o el índice de polidispersidad del

polisopreno extraído va de 1,6 a 3 o de 1,6 a 2 o incluso de 1,8 a 3 o de 1,8 a 3.

10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 para el que la dispersión de polisopreno en el agua obtenida comprende del 5 al 65 %, de preferencia del 10 al 65 %, de preferencia del 15 al 65 %, de preferencia del 25 al 65 %, de preferencia del 30 al 65 %, aún más preferentemente del 35 al 65 % en masa de polisopreno seco (DRC o dry rubber content).

11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 para el cual el rendimiento de extracción de polisopreno de masa molar media en peso (M_w) superior a 800 000 g/mol es superior al 50 %, de preferencia superior al 60 %, aún más preferentemente superior al 70 % en masa de polisopreno de la planta tras cosecha.

12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 para el que

• el triturado se realiza menos de 6 meses después de la cosecha, de preferencia menos de 2 meses después de la cosecha, más preferentemente menos de una semana después de la cosecha, y aún más preferentemente menos de un día o menos de 6 h después de la cosecha; o

• el triturado se realiza a un pH superior a 3 e inferior a 7,8 o a un pH superior a 3 e inferior a 7,5 o a un pH superior a 3 e inferior a 7, o a un pH superior a 4 e inferior a 7,8 o a un pH superior a 4 e inferior a 7,5 o a un pH superior a 4 e inferior a 7; o

• el triturado se realiza a una temperatura inferior a 60 °C, de preferencia inferior a 50 °C, más preferentemente a una temperatura inferior a 40 °C; o

• el triturado se realiza después de la inmersión de la planta, tras la cosecha, en una solución acuosa que comprende al menos un agente elegido entre un agente de extracción del polisopreno, un agente de estabilización del polisopreno, un agente de concentración del polisopreno; o

• la separación es un filtrado, por ejemplo realizado mediante un tamiz, por ejemplo un tamiz de 100 µm;

• la concentración se realiza por centrifugado mecánico; o

• la concentración se realiza por cremado; o

• la concentración se realiza por centrifugado mecánico combinado con un cremado o por centrifugado mecánico en presencia de al menos un agente de cremado.

13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 para el cual el triturado se realiza

• en un volumen de agua o de solución acuosa que va de 3 a 7 l/kg o de 4 a 5 l/kg de planta; o

• en un volumen de una solución acuosa que comprende un agente antioxidante, por ejemplo el sulfito de sodio o el bisulfito de sodio, que va de 3 a 7 l/kg o de 4 a 5 l/kg de planta.

14. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 para el cual el triturado se realiza en presencia de al menos un agente tensioactivo elegido entre

■ un agente tensioactivo aniónico, por ejemplo el dodecilsulfato de sodio (SDS);

■ un agente tensioactivo catiónico, por ejemplo, el bromuro de trimetil tetradecilamonio (TTAB);

■ un agente tensioactivo no iónico, por ejemplo un éster de sorbitol polietileno;

■ un agente tensioactivo zwitteriónico, por ejemplo un aminoácido N-alquilado.

15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 que comprende asimismo

■ el corte previo, en un entorno húmedo, en solución acuosa o en agua, de la planta en trozos de tamaño que vaya de 0,5 a 100 mm o 60 mm, de preferencia que vaya de 0,5 a 50 mm o de 1 a 30 mm; o

■ el corte previo, en un entorno húmedo, en solución acuosa o en agua, de la planta en trozos de tamaño que vaya de 0,5 a 50 mm, de preferencia de 1 a 30 mm, después el almacenamiento, en un entorno húmedo, en solución acuosa o en agua, de los trozos de planta.