

404692

25 AGO. 1972



Int. Cl.: C08c	P - 51.473
	PJ/PW/
	Case No 14558

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE	_____
SUBCLASE	_____

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de REVERTEX LIMITED

entidad británica

con domicilio en Temple Fields, Harlow, Essex,
Inglaterra.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION Y/O LA
CONCENTRACION DE UN LATEX DE CAUCHO NATURAL"
(Clase Internacional C08c)

404692

25 AG



Este invento se refiere a un procedimiento para concentrar y purificar látex de caucho natural, y a látices concentrados producidos de este modo.

5 El látex de caucho natural se obtiene a partir de árboles de Hevea Brasiliensis en forma de una dispersión aproximadamente al 30 % en peso de caucho en un medio acuoso o suero que contiene aproximadamente 3 % en peso de solutos. Los solutos acuosos comunican color a la película de látex seco y también conducen a una indeseable sensibilidad
10 frente al agua.

Además, en el tratamiento inicial de látex de caucho natural se acostumbra añadir agentes de conservación al látex en el espacio de una a seis horas a partir de la salida del látex del árbol. Agentes de conservación comúnmente utilizados son amoníaco, hidróxido de potasio e hidróxido de sodio, que tienen también el efecto de hidrolizar el material proteínico natural presente en el suero, siendo el grado de hidrólisis dependiente de la cantidad de álcali que se añade y del tiempo y de la temperatura de
15 almacenamiento o maduración. Otros agentes de conservación comúnmente utilizados incluyen bactericidas y jabones que actúan como estabilizadores durante el tratamiento y el almacenamiento subsiguientes. Frecuentemente es deseable que
20 estos agentes sean eliminados, al menos parcialmente, antes de la utilización definitiva del látex en procesos de
25

23 AGO. 1972

404692



fabricación.

Correspondientemente, la práctica ha consistido desde hace largo tiempo en concentrar y purificar látex de caucho por diversos medios, siendo los métodos corrientes
5 utilizados comercialmente los de centrifugar y cremar. Ambos métodos antedichos tienen desventajas; el primero de ellos muestra una elevada pérdida de caucho y el último proporciona películas que pueden mostrar imperfecciones de
bido al agente residual de cremado.

10 Desde hace largo tiempo se ha admitido que sería ventajoso que el suero acuoso pudiera ser separado de las partículas de caucho por filtración, ya que las pérdidas serían menores que las de la centrifugación y el producto sería superior al obtenido del cremado en términos de for-
15 mación de película.

Correspondientemente, hace alrededor de cuarenta años se realizaron un cierto número de intentos de desarro-
llar procedimientos de filtración comercialmente viables. No obstante, ninguno de estos intentos de concentrar látex
20 de caucho resultó comercialmente satisfactorio. Así, en uno de los métodos anteriormente propuestos se producía una obstrucción gradual de los poros de un medio de filtración y el procedimiento tenía demasiadas desventajas para poder
permitir su utilización comercial.

25 Se ha descubierto ahora que el látex de caucho na



tural puede ser concentrado y purificado de modo rápido y económico por filtración a través de una membrana anisótropa.

Correspondientemente, el presente invento crea un procedimiento para la purificación y/o concentración de un látex de caucho natural, en que el suero o flúido sobrenadante es separado de las partículas de caucho del látex por filtración del látex a través de una membrana anisótropa, que consiste en una película microporosa que tiene un espesor de 0,1 a 1,0 micras, estando formada la película por poros que tienen radios de poros de desde 0,001 a 0,2 micras y estando superpuesta sobre un soporte poroso que tiene un espesor mayor de 50 micras y está formado por poros que tienen radios de poros mayores de 0,05 micras.

Los poros de la película microporosa son permeables a solutos del suero pero impermeables a las partículas de caucho, mientras que el soporte poroso proporciona resistencia mecánica y permite que pasen libremente agua y moléculas de soluto sin bloquear a la membrana.

Preferiblemente el espesor de la película microporosa es hasta de 10 micrómetros, mientras que el espesor del soporte poroso es preferiblemente de 50 a 250 micrómetros.

Dichas membranas anisótropas muestran una permeabilidad mucho mayor y una tendencia muy reducida a bloquear

404692

25 A



se, comparadas con las membranas utilizadas en los intentos originales e insatisfactorios de concentrar látex de caucho por filtración.

Las membranas anisótropas comercialmente disponibles están basadas generalmente en celulosa o en ésteres de celulosa, o en coacervados de polielectrolitos coloidales formados por interacción de polianiones con policationes. Se ha encontrado que el último tipo, preparado de acuerdo con las memorias descriptivas de las patentes británicas números 1.187.122; 1.187.123 y 1.187.124 proporcionan grados de filtración superiores y una tendencia reducida al bloqueo con látex de caucho.

Se ha encontrado que los más elevados grados de filtración se logran utilizando membranas anisótropas dispuestas de tal manera que el látex de caucho es hecho pasar en flujo laminar rápido sobre la membrana, siendo mantenido preferiblemente el látex de caucho natural contenido por la membrana a una presión mayor que la presión existente fuera de la membrana, la cual última presión será normalmente la atmosférica. Se prefiere utilizar una presión tan elevada que proporcionará el máximo grado de filtración compatible con la tendencia de la membrana a consolidarse o compactarse bajo presión. Además de ello, es preferible mantener el látex a una temperatura de 20°C a 80°C durante el proceso de filtración.

25 Agosto 1972



404692

El látex concentrado obtenido por filtración de acuerdo con el presente procedimiento contiene todas las partículas de caucho del látex de alimentación, en contraste con el producto de la concentración por centrifugación, en el cual se pierde la fracción de partículas finas. El concentrado filtrado no solo es más barato de producir que el producido por centrifugación, sino que muestra propiedades superiores en virtud de su contenido de partículas finas, especialmente para la impregnación de géneros textiles, de papel, y de otros substratos porosos, y también para la formación de películas.

Al mismo tiempo, es superior a concentrados de látex evaporados en virtud de su mayor grado de pureza, que conduce a películas de mejor color y de sensibilidad reducida al agua.

Además de ello, el presente procedimiento de filtración puede ser ajustado para proporcionar el grado de pureza deseado en el concentrado de látex. Así, látices con un contenido de sólidos de 30 % en peso pueden ser concentrados por filtración hasta una concentración de 60 % para dar una proporción de materiales no cauchoides a caucho que es aproximadamente igual a la del concentrado centrifugado. Si el látex de alimentación es diluido a 20 % antes de la filtración, entonces una concentración hasta 45 % de sólidos proporcionaría un concentrado de látex con



404692

pureza igual a la del látex centrifugado, y además una filtración adicional hasta una concentración de 60 % proporcionará un látex con una pureza igual a la del látex doblemente centrifugado.

5 Alternativamente, el látex de alimentación puede ser concentrado por filtración y luego concentrado adicionalmente por otro tipo de operación tal como evaporación, o centrifugación, o cremado.

10 El látex de alimentación puede ser purificado también añadiéndole agua durante la filtración y luego puede ser concentrado adicionalmente tal como arriba se indica.

15 El látex de alimentación puede ser purificado también añadiendo un diluyente acuoso, tal como agua, de modo continuo o periódico, al látex durante la filtración, siendo añadido el diluyente preferiblemente a una velocidad que es aproximadamente igual a la velocidad de retirada de suero. Alternativamente, el látex puede ser purificado descomponiendo el material hidrolizable o proteínico natural del látex antes de la filtración del látex por maduración del látex con un álcali, tal como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o amoníaco. Alternativamente, el material proteínico del látex puede ser descompuesto añadiendo al látex una enzima proteolítica.

20 El presente procedimiento es aplicable igualmente a la purificación y/o concentración de látices de caucho



404692

natural muy diluidos tales como un látex diluido por agua de lluvia durante el sangrado y la recogida desde el árbol, o a la fracción de látex empobrecida con caucho, diluida, que se obtiene por centrifugación. En el último caso, puede obtenerse un látex útil a partir de un subproducto por lo demás de baja calidad hidrolizando el material proteínico por maduración con un álcali o una enzima proteolítica y filtrando y concentrando subsiguientemente el producto de la manera arriba descrita.

El invento será ilustrado ahora por los siguientes Ejemplos, en los cuales el término "flujo" se utiliza para designar la velocidad de retirada de suero a partir de un látex, expresada en litros de producto filtrado por metro cuadrado de área de membrana por día (l.m.d.), el término "C.S.T." es utilizado para designar el contenido total de productos no volátiles de un látex de caucho natural, y el término "C.C.C." se utiliza para designar el contenido de caucho coagulable. Así, la pureza del látex puede ser expresada como la proporción $\frac{C.C.C.}{C.S.T.}$.

Ejemplo 1

Este Ejemplo muestra la alta velocidad de filtración que se puede obtener utilizando una membrana anisótropa del tipo de coacervado de polielectrolito.

2,27 litros de látex de caucho natural con un con

404692

25



tenido de sólidos de 35 % en peso conservado con 350 mili-
equivalentes de amoníaco por kilogramo de látex fueron he-
chos circular durante 3 horas y 15 minutos a una velocidad
de 1 litro/minuto y a una presión de 3,85 kg/cm² a través
5 de un aparato que tiene un canal de 0,75 mm de espesor deli-
mitado por un lado por 0,0137 m² de una membrana anisótropa
conocida por la marca comercial "Amicon Diaflo PM30" con un
radio de poros aparente de 30 Ångstroms. El producto filtra-
do, que ascendía a una cantidad de 0,88 litros, era un sue-
10 ro exento de caucho, transparente y oscuro; el látex con-
centrado resultante, que ascendía a una cantidad de 1,39
litros, tenía un contenido de sólidos de 60,8 % en peso.

El látex concentrado proporcionó películas de me-
jor color y de menor absorción de agua que las de pelícu-
15 las de un concentrado de látex de caucho evaporado, comer-
cialmente asequible. El presente concentrado mostró tam-
bién mayor estabilidad, mejores propiedades reológicas y me-
jores características de impregnación que un concentrado de
látex centrifugado comercial.

20 Ejemplo 2

Látex de caucho con un contenido de sólidos de
30 % en peso, estabilizado como en el Ejemplo 1, fue dilui-
do a una concentración de 20%, y 2 litros de este látex di-
luido fueron tratados como en el Ejemplo 1. Después de 2
25 horas y 45 minutos, se recogieron 1,09 litros de producto.



404692

filtrado, dejando 0,91 litros de látex con una concentración de 44 % de sólidos. La alcalinidad de este concentrado fue ajustada a 350 miliequivalentes/kilógramo de amoníaco antes de evaporación en un evaporador en vacío rotatorio, para formar un látex concentrado fluido con una concentración de 66% de sólidos.

Ejemplo 3

En este Ejemplo, 3 litros de látex de campo recientemente recogido con un contenido total de sólidos de 33 % y un contenido de caucho seco de 30 % (proporción CCC/CST 0,91) y conservados con 100 miliequivalentes de potasa cáustica por kilogramo de látex fueron hechos circular durante 7 1/2 horas a través del aparato descrito en el Ejemplo 1, añadiéndose periódicamente agua alcalina a una velocidad aproximadamente igual a la velocidad de retirada de suero, siendo mantenido de este modo constante en 30 % el contenido de caucho seco. El látex purificado tenía un contenido total de sólidos de 30,5 % y un contenido de caucho seco de 30,0 %, (proporción CCC/CST 0,984) y subsiguientemente fue concentrado por evaporación para dar un látex cremoso y fluido con un contenido de sólidos de 61 %. El flujo medio alcanzado durante la purificación era de 714 l.m.d.

Ejemplo 4

6 litros de látex de campo recientemente recogido



404692

do con un contenido total de sólidos de 33 % y un contenido de caucho seco de 30 % y conservado con 100 miliequivalentes de KOH por kilogramo de látex fueron divididos en dos partes alícuotas, a una de las cuales se añadieron 0,5
5 partes de laurato de amonio por 100 partes de caucho seco.

Ambas partes alícuotas fueron concentradas por filtración hasta un contenido de caucho seco de 60 % utilizando el método del Ejemplo 1. La muestra sin laurato de amonio requirió 9 horas y 35 minutos para alcanzar un
10 C.C.C. de 60% (flujo 265 l.m.d.) mientras que la muestra que contenía laurato de amonio requirió solo 7 horas para alcanzar la misma concentración (flujo 340,5 l.m.d.).

Ambos concentrados tenían un contenido total de sólidos de 62,18% y un contenido de caucho seco de 60,0 %, es decir ambos tenían una proporción de C.C.C./C.S.T. de
15 0,965.

Esto indica que el jabón de laurato de amonio añadido, al tiempo que mejora el grado de filtración, es eliminado sustancialmente durante el proceso de filtración
20 y por lo tanto no afecta de modo perceptible al grado de pureza del concentrado de látex final.

Ejemplo 5

A 3 litros de látex de campo recientemente recogido con una C.S.T. de 33 % y una C.C.C. de 30 % se añadió
25 suficiente cantidad de amoníaco para llevar el pH a un va-

404692

25 AGO



lor de 8,0, y 0,1 g. de tripsina pancreática. El látex fue
dejado reposar durante 24 horas a la temperatura ambiente
(28°C) y luego fue hecho circular a través del aparato des-
crito en el Ejemplo 1, añadiéndose agua periódicamente con
5 una velocidad que se aproximaba a la velocidad de retirada
de suero. Después de circulación durante 8 horas, el látex
purificado fue estabilizado aún más por la adición de amo-
niaco hasta un valor de 450 miliequivalentes, y fue concen-
trado por centrifugación a una C.S.T. de 60,4 % (C.C.C.
10 59,5 %).

Al secar, el látex produjo una película incolora
y transparente de caucho que no mostró opacidad cuando fue
sumergida en agua.

Una película del mismo látex centrifugado sin pu-
rificación, produjo una película amarillenta que se volvió
15 semioopaca al ser sumergida en agua.

Ejemplo 6

Látex de campo recientemente sangrado con 33 % de
C.S.T. fue conservado mediante la adición de hidróxido de
20 potasio, ajustándose la alcalinidad a 70 miliequivalentes
de hidróxido de potasio por kilogramo de látex dando un va-
lor de pH ligeramente por debajo de 12,0. El látex fue al-
macenado a la temperatura ambiente y se tomaron muestras de
3 litros para purificación y concentración después de 1
25 día, 4 días, 8 días, 14 días y 28 días. La concentración se

404692



realizó mediante el método del Ejemplo 1 y el tiempo que se necesitó para llegar a una concentración de 60 % de C.S.T. fue anotado, y se calculó el caudal. Los caudales para cada una de las muestras están tabulados seguidamente:

5

	<u>Tiempo de almacenamiento (días)</u>	<u>Flujo (l.m.d.)</u>
	1	270
	4	350
10	8	326
	14	322
	28	322

15 Puede observarse que el flujo óptimo se logra después de maduración del látex con hidróxido de potasio durante 4 días a la temperatura ambiente.

20 En otro experimento con un látex de campo dife-
rente, se encontró que la maduración de látex con una alcalinidad de 70 miliequivalentes de hidróxido de potasio por kilogramo de látex durante 2 horas a 60°C. mejoró el caudal desde 364 l.m.d. para el látex no madurado hasta 515,5 l.m.d. después de maduración.

Ejemplo 7

25 Látex de campo de 33 % de C.S.T., conservado con

404692



hidróxido de potasio y que tenía una alcalinidad de 70 miliequivalentes de hidróxido de potasio por kilogramo de látex fue dividido en cargas de 3 litros cada una, las cuales fueron concentradas separadamente por el método del
5 Ejemplo 1, pero manteniéndose controlada la temperatura durante la filtración en 30°C, 40°C, 45°C y 50°C respectivamente. Los resultados tabulados seguidamente muestran que la temperatura óptima para la filtración de látex recientemente recogido, conservado con hidróxido de potasio, es de
10 aproximadamente de 45°C.

	Temperatura de filtración °C.	Flujo l.m.d.
	30	265
15	40	298
	45	350
	50	336

20 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, el 9 de Julio de 1.971, bajo el Nº 32423/71, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

404692



REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de
Invención, en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 1.- Un procedimiento para la purificación y/o la
concentración de un látex de caucho natural, en el que sue-
ro o fluido sobrenadante es separado de las partículas de
caucho del látex por filtración del látex a través de una
membrana anisótropa, que consiste en una película micropo-
rosa que tiene un espesor de desde 0,1 a 1,0 micras, estan-
do formada la película por poros que tienen radios de po-
ros de 0,001 a 0,2 micras y estando superpuesta sobre un
15 soporte poroso que tiene un espesor mayor de 50 micras y
que está formado por poros que tienen radios de poros mayo-
res de 0,05 micras.

20 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
en el que la película microporosa de la membrana está com-
puesta por un coacervado de un polielectrolito aniónico con
un polielectrolito catiónico.

25 3.- Un procedimiento según las reivindicaciones
1 ó 2, en el que el látex de caucho natural es hecho pasar
en flujo laminar rápido por la superficie de dicha membra-
na.

Rg

404692



4.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en el que el látex de caucho natural contenido en la membrana es mantenido a una presión mayor que la presión existente fuera de la membrana.

5 5.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones en el que un diluyente acuoso es añadido de modo continuo o periódico al látex durante la filtración.

10 6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que el diluyente es añadido a una velocidad que es aproximadamente igual a la velocidad de retirada de suero, dando como resultado de este modo la purificación del látex.

15 7.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones para la purificación de látex, en el que el material hidrolizable o proteínico natural del látex es descompuesto antes de filtración del látex por ma duración de dicho látex con álcali.

8.- Un procedimiento según la reivindicación 7, en el que el álcali es hidróxido de sodio.

20 9.- Un procedimiento según la reivindicación 7, en el que el álcali es hidróxido de potasio.

10.- Un procedimiento según la reivindicación 7, en el que el álcali es amoníaco.

25 11.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 para la purificación de látex, en el

16.8.72

404692

25



que el material proteínico natural del látex es descompues-
to antes de filtración del látex por adición a dicho látex
de una enzima proteolítica.

5 12.- Un procedimiento según una cualquiera de las
precedentes reivindicaciones, en el que el látex es manteni
do a una temperatura de desde 20°C. a 80°C durante el pro-
ceso de filtración.

10 13.- Un procedimiento según las reivindicaciones
5 ó 6 en el que, después de filtración, el látex es concen-
trado subsiguientemente por cremado.

14.- Un procedimiento según las reivindicaciones
5 ó 6 en el que, después de filtración, el látex es subsi-
guientemente concentrado por centrifugación.

15 15.- Un procedimiento según las reivindicaciones
5 ó 6, en el que después de filtración, el látex es concen-
trado subsiguientemente por evaporación.

20 16.- Un procedimiento para la purificación y/o
concentración de la fracción empobrecida en caucho obteni-
da por centrifugación de látex de caucho natural, en el que
el material proteínico en la fracción empobrecida en cau-
cho es hidrolizado por maduración con álcali o una enzima
proteolítica y el látex empobrecido en caucho es luego fil-
trado a través de una membrana anisótropa según la reivin-
dicación 1.

25 17.- Un procedimiento para la purificación y/o la

Dej

404692

25 A



concentración de un látex de caucho natural.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez y ocho hojas escritas
5 a máquina por una sola cara.

Madrid,

25 AGO. 1972

P.A.

pey

Alberto de Eizaburu
Por Poderes