



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO	102015000082671
Data Deposito	14/12/2015
Data Pubblicazione	14/06/2017

Classifiche IPC

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	08	C	1	02

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	08	C	1	06

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	08	C	1	075

Titolo

Procedimento per l'estrazione di resina e gomma da piante di guayule.
--

DESCRIZIONE

Procedimento per l'estrazione di resina e gomma da piante di guayule.

La presente invenzione si riferisce al settore dell'industria dell'estrazione e lavorazione di gomma naturale, e altri componenti, da materiale vegetale.

In particolare, l'invenzione riguarda un procedimento di estrazione di resina e gomma dalle piante del guayule, che comprende la raccolta, la conservazione, il trattamento meccanico e chimico delle parti della pianta, applicabile sia in laboratorio che su scala industriale, caratterizzato da rese quantitative e dalla qualità dei prodotti estratti significativamente elevate.

Il guayule (*Parthenium argentatum*) è un arbusto perenne originario delle regioni semidesertiche del sud-ovest degli U.S.A. (in particolare del Texas) e del nord del Messico. Questa pianta accumula gomma naturale, costituita in maniera preponderante da cis-1,4 poliisoprene, sotto forma di lattice (una sospensione o dispersione lattescente in acqua) soprattutto nella corteccia dei rami e del fusto. Il contenuto di gomma naturale può dipendere da vari fattori ambientali, di coltivazione e di conservazione e risulta compreso tra il 5 e il 20% del peso totale della pianta secca.

L'estrazione di gomma naturale dalla pianta di guayule, così come altre piante appartenenti ai generi delle Asteraceae, Euphorbiaceae, Campanulaceae, Labiatae e Moraceae come, per esempio, *Euphorbia lathyris*, *Parthenium incanum*, *Chrysothamnus nauseosus*, *Pedilanthus macrocarpus*, *Cryptostegia grandiflora*, *Asclepias syriaca*, *Asclepias speciosa*, *Asclepias subulata*, *Solidago altissima*, *Solidago graminifolia*, *Solidago rigida*, *Sonchus arvensis*, *Silphium spp.*, *Cacalia atriplicifolia*, *Taraxacum kok-saghyz*, *Pycnanthemum incanum*, *Teucreum canadense*, *Campanula americana* (per brevità indicate con il termine "di tipo guayule"), rappresenta un'importante alternativa all'estrazione di gomma naturale dell'*Hevea brasiliensis*, soprattutto in considerazione della maggior resistenza di queste specie agli agenti patogeni che attaccano l'*Hevea*, ai minori costi di importazione della materia prima di origine vegetale e in virtù del minor contenuto, nelle gomme estratte di queste piante rispetto a quella derivata dall'*Hevea*, di numerosi contaminanti proteici responsabili delle allergie al lattice

di tipo I (o IgE mediata).

Per questi motivi negli ultimi anni sono stati condotti numerosi studi volti allo sviluppo di metodi e tecnologie di estrazione della gomma naturale dalle piante non-*Hevea*, come, per esempio, le piante di guayule o di tipo guayule.

E' importante notare che, mentre la gomma naturale dell'*Hevea brasiliensis* si ottiene raccogliendo il lattice presente nei dotti laticiferi lungo la scorza praticando delle incisioni corticali a detti canali, la gomma naturale del guayule si accumula all'interno delle cellule della pianta (fusto, foglie e radici) e può essere ottenuta frantumando il materiale vegetale e raccogliendo i componenti cellulari con metodi fisici e/o chimici.

I processi dell'arte nota prevedono l'estrazione della gomma dalle piante di guayule mediante macinazione delle piante e estrazione della gomma stessa con acqua o con solventi organici.

Per esempio, la domanda internazionale WO 2014/047176 descrive un metodo di estrazione della gomma di guayule che prevede un trattamento "post-raccolto" (ovvero "pre-estrazione") che comprende il parziale essiccamento del materiale vegetale. In WO 2014/047176 è infatti dimostrato che quando viene estratta da materiale vegetale contenente livelli di umidità residua al di sotto di determinati valori, la gomma di guayule è caratterizzata da un peso molecolare significativamente inferiore e conseguentemente è di qualità inferiore. Inoltre anche l'efficienza di estrazione cala in rapporto alla diminuzione del livello di umidità residua. L'estrazione descritta nella suddetta domanda è effettuata con miscele di solventi organici apolari e polari (per esempio pentano/acetone).

Di fatto, la maggioranza dei processi descritti nell'arte nota, nell'ottica del solo recupero della gomma, prevedono l'estrazione in un unico stadio di tutti i principali componenti che sono ottenibili dalla pianta del guayule.

Tuttavia, allo scopo di soddisfare gli standard di qualità (per esempio gli standard definiti da ASTM International), la gomma naturale deve essere sostanzialmente pura, ovvero deprivata degli altri composti estraibili dal materiale vegetale e degli altri contaminanti: per questo motivo sono stati sviluppati metodi che comprendono stadi di rimozione dei suddetti composti estraibili dalla pianta del guayule, in particolare della resina.

La domanda di brevetto internazionale WO 2013/134430 descrive un processo di estrazione della gomma naturale da piante non-*Hevea*, che prevede la raccolta delle piante di guayule, la rimozione di gran parte dell'apparato fogliare e la parziale essiccazione del materiale vegetale.

Dopo frantumazione e macinazione, il materiale vegetale è posto in sospensione in presenza di un solvente organico polare (per esempio acetone) e un solvente organico apolare (per esempio esano). Dopo separazione della bagassa dalla sospensione, si ottiene una sospensione, o miscella, che contiene gomma e resina. A questa miscella viene aggiunto ulteriore solvente organico polare in modo da provocare la coagulazione in particelle della gomma, le quali vengono separate per sedimentazione. WO 2013/134430 non descrive il recupero della resina residua dalla miscella da cui è stata isolata la gomma ad alto peso molecolare, poiché l'interesse principale è rivolto all'eliminazione dei contaminanti dalla sospensione contenente la gomma.

Il brevetto US 4,681,929 descrive un processo di preparazione della gomma di guayule, realizzata in un singolo stadio, in cui il materiale vegetale è sottoposto a estrazione con solventi organici polari (per esempio metanolo) e apolari (per esempio esano), ottenendo quindi una miscella che contiene sia la gomma che la resina. In un aspetto preferito dell'invenzione, il processo prevede una prima estrazione della resina con solvente organico polare e una seconda estrazione della gomma utilizzando solvente organico apolare. Una particolarità del processo descritto in US 4,681,929 consiste nell'utilizzo della miscella stessa come agente di estrazione, aggiunta al solvente fresco in percentuale fino al 90%, riducendo in questo modo la quantità di solvente necessaria per l'estrazione.

Inoltre, la soluzione contenente resina e/o gomma, viene separata dalla bagassa mediante spremitura anziché per sedimentazione o drenaggio per gravità: in questo modo i volumi di bagassa da risciacquare sono particolarmente ridotti, permettendo di limitare ulteriormente l'utilizzo di solvente organico. Anche in questo caso tuttavia la resina è considerata alla stregua di un contaminante della gomma, da rimuovere ed eliminare.

Da tempo tuttavia la resina del guayule, prodotta dalla pianta in quantità comparabili se non superiori alla gomma, ha trovato impiego per diversi scopi tra

i quali, a titolo di esempio, la fabbricazione di adesivi e la produzione di pannelli in legno resistenti all'attacco di parassiti. Per questo motivo in alcuni procedimenti descritti nell'arte nota è data importanza anche all'isolamento di questo componente.

Per esempio, il brevetto US 4,435,337 descrive un processo per estrarre gomma, resina, composti solubili in acqua e bagassa che prende spunto dal processo "storico" di estrazione della gomma di guayule, denominato "processo Saltillo" (descritto nel volume "Guayule: An Alternative Source of Natural Rubber", 1977, National Academy of Sciences). Il processo descritto in US 4,435,337 comprende una fase preliminare di essiccazione parziale del materiale vegetale, quindi l'estrazione della resina con acetone anidro e una fase di recupero della gomma, dei composti solubili in acqua e della bagassa mediante flottazione del materiale gommoso, quest'ultima fase in analogia con il vecchio processo Saltillo. In US 4,435,337 si evidenzia il fatto che l'estrazione della resina è tanto più efficiente quando più il solvente estraente contiene quantità ridotte di acqua; inoltre si osserva che, inaspettatamente, per estrarre la resina stessa dal materiale vegetale, risulta essere più vantaggioso l'uso della miscella contenente resina concentrata, rispetto all'uso di solvente fresco.

La domanda di brevetto US2014/0288255 descrive un processo per separare gomma, resina e bagassa, comprendente una prima fase di omogeneizzazione del materiale vegetale in presenza di un mezzo in grado di solubilizzare la resina, che viene in seguito separata dalla bagassa; una seconda fase di ulteriore omogeneizzazione della bagassa in presenza di un solvente in grado di solubilizzare la gomma che viene in seguito separata dalla bagassa; una fase finale di essiccazione della gomma e della bagassa che può comprendere, per esempio, l'evaporazione del solvente in film sottile ("wiped film evaporators") e l'estrusione della gomma. US2014/0288255 descrive inoltre un processo in cui il materiale vegetale è omogeneizzato in presenza di un "solvente di macinazione" in grado di solubilizzare la gomma e la resina, che vengono separate fra di loro in uno stadio di purificazione successivo utilizzando un solvente di frazionamento.

E' importante notare che US2014/0288255, pur ponendo l'accento sull'importanza del corretto momento di raccolta della pianta, mediante cimatura

o estirpazione, non fornisce insegnamenti sull'utilità di un'eventuale stagionatura delle piante dopo la loro raccolta.

Anche il processo descritto nel brevetto europeo EP 0 164 137 non prevede una fase di stagionatura del materiale vegetale; al contrario, in EP 0 164 137 si sottolinea l'importanza di processare le piante di guayule subito dopo il raccolto. In accordo con il processo di EP 0 164 137, l'intera pianta di guayule viene sottoposta a estrazione mediante percolazione in contro-gravità con solventi organici (per esempio esano, oppure la miscella che si ottiene dall'estrazione suddetta) in grado di solubilizzare sia la resina che la gomma. In una seconda fase, alla miscella ottenuta dall'estrazione si aggiunge un non-solvente della gomma (per esempio acetone), che provoca la precipitazione di quest'ultima. La gomma deresinata viene quindi recuperata in forma relativamente pura mediante lavaggio e riprecipitazione seguiti da filtrazione e/o centrifugazione.

La Richiedente ha individuato nei processi dell'arte nota almeno tre inconvenienti:

1. i processi che prevedono l'estrazione di gomma e resina in singolo stadio non permettono di recuperare quantitativamente la resina, che, come sopra descritto, possiede un intrinseco valore commerciale;

2. i processi che prevedono l'estrazione di gomma e resina in singolo stadio e successiva separazione dalla resina, permettono di ottenere gomma che tuttavia necessita di ulteriori passaggi di purificazione per soddisfare gli standard qualitativi che il mercato impone;

3. la bagassa ottenuta dopo un'estrazione in singolo stadio, sia esso effettuato con solventi organici o con acqua, può contenere ancora quantità rilevanti di gomma e di resina, e per questo motivo può essere considerata non adatta a usi (es. in agricoltura o nell'alimentazione animale) diversi dalla valorizzazione come combustibile.

La Richiedente si è dunque posta il problema di individuare un nuovo procedimento di preparazione di gomma, resina e bagassa a partire da piante di guayule, in modo da ottenere i suddetti componenti con rese, e con caratteristiche qualitative dei prodotti, migliori rispetto ai processi dell'arte nota.

E' pertanto uno scopo della presente invenzione quello di fornire un

processo di estrazione della resina e della gomma da piante di guayule caratterizzato da accorgimenti volti ad ottenere la massima resa di estrazione, che sia sostanzialmente privo degli inconvenienti della tecnica nota sopra evidenziati.

Per gli scopi della presente descrizione e delle rivendicazioni che seguono, le definizioni degli intervalli numerici comprendono sempre gli estremi a meno di diversa specificazione.

Per gli scopi della presente descrizione e delle rivendicazioni che seguono, a meno di diversa specificazione, tutti i rapporti e le percentuali sono in peso.

Nella descrizione delle forme di realizzazione della presente invenzione, l'uso dei termini "comprendente" e "contenente" indica che le opzioni descritte, per esempio riguardanti le fasi di un metodo o di un procedimento o i componenti di un prodotto o di un dispositivo, non sono necessariamente esaustive. E' tuttavia importante notare che sono oggetto della presente domanda anche le forme di realizzazione in cui il termine "comprendente" riferito alle opzioni descritte, per esempio riguardanti le fasi di un metodo o di un procedimento o i componenti di un prodotto o di un dispositivo, debba essere interpretato come "che consiste essenzialmente di" o "che consiste di", anche se non dichiarato esplicitamente.

Nella presente descrizione e nelle rivendicazioni che seguono, per pianta di guayule si intende genericamente sia la specie *Parthenium argentatum* che le piante di tipo guayule delle specie elencate in precedenza.

Ai fini della presente invenzione, con il termine "materiale vegetale" si intende qualsiasi forma (per esempio, la pianta intera, parti di pianta, comprese radici, rami e/o fusto, foglie, l'eventuale corteccia, frammenti di pianta ottenuti mediante triturazione, macinazione, eccetera, briquette e pellet ottenuti per compattazione dei frammenti di pianta) in cui la pianta di guayule viene utilizzata allo scopo di estrarre, per il mezzo di metodi chimici e/o fisici, la gomma, la resina e gli altri componenti presenti nella pianta stessa.

Con il termine "bagassa" si intende la porzione residua di materiale vegetale derivante dai processi di estrazione. La bagassa può includere anche piccole quantità di materiale non vegetale (es. terriccio, sabbia, ecc.) tipicamente associato alle radici delle piante e derivante dai terreni di coltivazione.

Ai fini della presente invenzione, con il termine "miscella" si intende una

soluzione, una sospensione o una emulsione costituita da gomma e/o resina, acqua e/o solventi organici in cui si è realizzato il procedimento di estrazione, ottenuta dopo separazione della bagassa.

Ai fini della presente invenzione, con il termine "materia volatile" si fa riferimento a composti diversi dalla gomma che possono essere contenuti all'interno di un campione di gomma allo stato solido, ma che passano in fase vapore e si possono separare da detto campione a temperature uguali o maggiori di 100°C.

La determinazione della materia volatile presente in un campione di gomma allo stato solido può essere effettuata, per esempio, attraverso il test standard ASTM D1278-91 (1997), noto al tecnico del ramo.

La determinazione dei composti organici volatili, o "VOC" (per esempio, del solvente organico apolare presente in un campione di gomma allo stato solido) e della loro concentrazione residua è inoltre realizzata mediante gascromatografia con rivelatore a ionizzazione di fiamma, utilizzando una soluzione standard dei suddetti VOC a concentrazione nota.

Ulteriori caratteristiche e vantaggi della presente invenzione risulteranno chiari dalla seguente descrizione dettagliata e facendo riferimento alle figure allegate, che intendono illustrare le caratteristiche generali del metodo, della struttura e/o dei materiali utilizzati in alcune forme di realizzazione dell'invenzione e a completare la descrizione scritta sottostante.

In particolare la Figura 1 è uno schema a blocchi completo di una forma di realizzazione del metodo della presente invenzione, a partire da piante intere di guayule.

La Figura 2 è uno schema a blocchi che rappresenta una parte del procedimento secondo una forma di realizzazione alternativa della presente invenzione, in cui gli stadi di defogliazione ("b") e conservazione ("c") sono in ordine invertito. Per maggiore chiarezza non è stata modificata la numerazione degli stadi. In detta figura, gli stadi "b" e "c" sono rappresentati da riquadri grassettati.

La Figura 3 riporta la distribuzione di pesi molecolari (MW) della gomma naturale ottenuta con il processo in accordo con l'invenzione, determinata

attraverso l'analisi cromatografica a permeazione di gel (GPC), convenientemente realizzata in accordo con il metodo standard ISO 11344:2004, IDT ("Rubber, raw, synthetic – Determination of the molecular-mass distribution of solution polymers by gel permeation chromatography"), utilizzando polistirene come standard. Tale metodo è noto al tecnico del ramo.

E' importante notare che le figure sopra citate intendono illustrare le caratteristiche generali del metodo, della struttura e/o dei materiali utilizzati in alcune forme di realizzazione dell'invenzione e a completare la descrizione scritta sottostante.

Queste figure non sono, tuttavia, in scala e possono non riflettere accuratamente le precise caratteristiche strutturali o le prestazioni di una data forma di realizzazione, e come tali non vanno interpretate per definire o limitare un intervallo di valori o una proprietà di detta forma di realizzazione. L'uso dei numeri di riferimento simili o identici nelle figure intendono indicare la presenza di uno o più elementi o una o più funzioni analoghe o identiche.

La presente invenzione riguarda un procedimento per l'estrazione di resina e gomma da piante di guayule, comprendente:

- a. raccogliere le piante di guayule;
- b. defogliare dette piante;
- c. conservare le piante defogliate in un ambiente a temperatura e umidità relativa controllate, per un tempo compreso tra 7 e 21 giorni, in modo che l'umidità residua contenuta nelle piante si mantenga nell'intervallo 30-45%;
- d. macinare dette piante defogliate fino a ottenere un materiale vegetale comprendente frammenti di piante con pezzatura media compresa tra 0,5 e 10 mm;
- e. disperdere detto materiale vegetale in un sistema solvente polare, comprendente almeno un solvente organico polare e un sistema stabilizzante, per ottenere una sospensione;
- f. sottoporre la sospensione ottenuta allo stadio "e" a filtrazione/pressatura per separare una prima miscella comprendente detta resina da una prima bagassa;

- g. rimuovere l'almeno un solvente organico polare da detta prima miscella per ottenere la resina concentrata;
- h. rimuovere l'almeno un solvente organico polare dalla prima bagassa ottenuta allo stadio "f";
- i. disperdere detta prima bagassa desolventizzata ottenuta allo stadio "h" in un sistema solvente apolare, comprendente almeno un solvente organico apolare e un sistema stabilizzante, per ottenere una sospensione;
- j. sottoporre detta sospensione ottenuta allo stadio "i" a filtrazione/pressatura per separare una seconda miscella comprendente detta gomma da una seconda bagassa;
- k. rimuovere l'almeno un solvente organico apolare da detta seconda miscella per ottenere la gomma allo stato solido;
- l. rimuovere l'almeno un solvente organico apolare dalla seconda bagassa ottenuta allo stadio "j".

Preferibilmente, gli stadi del suddetto procedimento possono essere condotti in sequenza da "a" ad "l". Come descritto meglio in seguito, in alcune forme di realizzazione dell'invenzione, alcuni dei suddetti stadi possono essere condotti in ordine invertito rispetto all'elenco sopra riportato, senza modificare il principio generale dell'invenzione.

Rispetto ai processi dell'arte nota, il procedimento in accordo con la presente invenzione prevede l'estrazione separata della resina e della gomma da piante di guayule, evitando il contatto tra i due differenti solventi organici. In questo modo è possibile riciclare e riutilizzare i solventi organici stessi, dopo ciascun processo di estrazione, senza prevedere complessi passaggi di separazione di miscele di solvente.

Inoltre, l'estrazione della gomma mediante l'utilizzo di solventi organici anziché di acqua, presenta il vantaggio di non richiedere l'impiego di grossi quantitativi di acqua, da sottoporre necessariamente a un processo di depurazione prima dello smaltimento. Al contrario, l'impiego di solventi organici consente di riutilizzare detti solventi dopo ogni stadio di estrazione in un sistema a riciclo chiuso.

E' noto che l'accumulo di gomma nelle diverse parti delle piante di guayule dipende da diversi fattori, quali l'età della pianta, l'intensità della luce ambientale, la disponibilità di acqua, la temperatura, la stagione. Per esempio, nei luoghi originari la pianta di guayule accumula gomma nei mesi invernali, mentre d'estate privilegia la produzione di resina (S. Macrae, M.G. Gilliland, J. Van Staden in "Rubber production in guayule: determination of rubber producing potential" (1986) *Plant Physiol.* vol. 81, pag. 1027-1032).

Preferibilmente, la raccolta delle piante di guayule in accordo con l'invenzione viene effettuata alla ripresa del periodo vegetativo di dette piante. Tipicamente questo periodo comprende la primavera e l'inizio dell'estate.

In una forma di realizzazione preferita della presente invenzione, le piante intere di guayule sono raccolte in campo effettuando un taglio al colletto del fusto (nel caso si preveda la ricrescita per ricaccio), o estirpate alla radice (nel caso in cui la pianta non abbia uno sviluppo arbustivo o non si opti per la ricrescita) (Figura 1, riquadro **10**).

In fase di raccolta, le piante possono essere raccolte manualmente o da macchine raccogliatrici, preferibilmente con una pezzatura maggiore o uguale a 8 cm e minore o uguale a 20 cm, per facilitare le operazioni successive di immagazzinamento e conservazione.

Preferibilmente la pezzatura può essere compresa tra gli 8 e i 15 cm e ancora più preferibilmente la pezzatura è compresa tra i 10 e i 12 cm.

Per gli scopi della presente invenzione, negli stadi successivi alla raccolta, e ove non diversamente specificato, per "pianta" si intende sia la pianta intera, sia i frammenti di pianta nella pezzatura di raccolta.

Dopo la raccolta, le piante possono essere defogliate parzialmente o totalmente (**20**).

La defogliazione può essere effettuata manualmente oppure meccanicamente mediante defogliatrici a lame, a rulli o pneumatiche. In questo caso, la separazione delle foglie dai fusti avviene grazie a vibrazioni e flussi d'aria che sfruttano la minor densità delle foglie rispetto ai rami.

Preferibilmente almeno il 50% delle foglie sono rimosse da dette piante durante lo stadio "b" del suddetto procedimento, più preferibilmente almeno il

90% delle foglie sono rimosse dalle piante.

In seguito, le piante defogliate possono essere sottoposte a un trattamento di conservazione.

La Richiedente ha scoperto che, inaspettatamente, sottoponendo le piante di guayule dopo la raccolta e la defogliazione, a un opportuno trattamento di conservazione, ed essiccamento parziale, in un ambiente a temperatura e umidità relativa controllate (30), è possibile estrarre con rese elevate una gomma caratterizzata da un alto valore di massa molecolare media ponderale.

Senza volersi riferire ad alcuna particolare teoria, il metabolismo della pianta può proseguire per un breve periodo di tempo anche dopo il taglio, e in particolari condizioni di temperatura e umidità si osserva che la massa molecolare media ponderale dell'elastomero presente nella pianta continua ad aumentare, fino addirittura a triplicare rispetto al valore di partenza. Inoltre la gomma estratta dopo lo stadio di conservazione in accordo con l'invenzione mostra un indice di polidispersità ridotto e una distribuzione delle masse molecolari medie ponderali di detto elastomero all'interno di un intervallo molto ristretto, caratteristica che contribuisce a definire la qualità complessiva del polimero naturale.

Come è noto, l'indice di polidispersità, o semplicemente "dispersità", è rappresentato dal rapporto tra massa molecolare media ponderale e massa molecolare media numerale (Raccomandazione IUPAC "Dispersivity in polymer science" (2009), *Pure Appl. Chem.* vol. 81 pag. 351-353).

Per gli scopi della presente invenzione, per ambiente a temperatura e umidità relativa controllate si intende un luogo in cui la temperatura e l'umidità relativa dell'aria sono monitorate e modificate in base alle specifiche esigenze.

L'umidità relativa (UR) è rappresentata dal rapporto percentuale tra la quantità di vapore contenuta da un volume d'aria e la quantità massima (cioè a saturazione) che lo stesso volume d'aria può contenere nelle stesse condizioni di temperatura e pressione.

Per umidità residua si intende invece la percentuale di acqua contenuta in un campione di materiale. Essa viene calcolata per differenza sottraendo a 100 il tenore in sostanza secca determinato per pesatura del campione dopo essiccazione a pressione costante e a temperatura di 90°C per almeno 24 ore.

In un aspetto preferito dell'invenzione, lo stadio "c" del suddetto procedimento può essere condotto in un ambiente in cui la temperatura è mantenuta costantemente tra 15 e 40°C.

In un ulteriore aspetto preferito, detto stadio "c" può essere condotto in un ambiente in cui la temperatura è mantenuta tra 20 e 30°C.

In un ulteriore aspetto preferito, detto stadio "c" del procedimento in accordo con l'invenzione può essere condotto in un ambiente in cui l'umidità relativa è mantenuta costantemente tra l'80% e il 95%.

In un ulteriore aspetto preferito, detto stadio "c" può essere condotto in un ambiente in cui l'umidità relativa è mantenuta tra l'80% e il 90%.

In un aspetto preferito dell'invenzione, lo stadio "c" del suddetto procedimento può essere condotto per un tempo compreso tra 10 e 15 giorni. E' alla portata dell'esperto del settore la capacità di determinare, in base all'umidità contenuta nelle piante appena tagliate, e in base alle condizioni di umidità relativa e di temperatura dell'ambiente in cui viene condotta la conservazione delle piante, la durata dello stadio "c" nell'ambito dell'intervallo preferito, in modo che l'umidità residua delle piante stesse rimanga all'interno dell'intervallo 30%-45%.

In un aspetto preferito, al termine dello stadio "c" del suddetto procedimento l'umidità residua nelle piante tagliate può essere compresa tra il 35% e il 40%.

In una forma di realizzazione dell'invenzione, rappresentata in Figura 2, lo stadio "c" di conservazione può precedere lo stadio "b" di defogliazione. In questo caso la conservazione può essere effettuata sulle piante di guayule non defogliate.

La macinazione delle piante (o delle parti della piante) dello stadio "d" può essere effettuata con qualsiasi metodo e apparecchiatura utile allo scopo (40). Per esempio si possono utilizzare macchine trituratrici quali cippatori, frantumatori, granulatori, mulini a lame, mulini a martelli, mulini a rulli lisci o corrugati, mulini a pietre, mulini a palle. Preferibilmente, detto stadio "d" può essere realizzato utilizzando uno o più mulini a martelli. In un aspetto preferito dell'invenzione, detto stadio "d" può essere realizzato utilizzando in sequenza uno o più mulini a martelli e uno o più mulini a rulli corrugati.

In un aspetto preferito, detto stadio "d" può essere realizzato utilizzando in sequenza uno o più mulini a martelli e uno o più mulini a rulli lisci.

In un aspetto preferito, i frammenti di materiale vegetale ottenuti attraverso lo stadio "d" di macinazione possono avere pezzatura media compresa tra 0,5 e 7,5 mm. In un ulteriore aspetto preferito, detti frammenti hanno pezzatura media compresa tra 1 e 2 mm.

Il materiale vegetale ottenuto attraverso lo stadio di macinatura può essere quindi rapidamente immerso in un sistema solvente polare (50) comprendente almeno un solvente organico polare e un sistema stabilizzante.

In questo stadio "e" avviene l'estrazione della resina ad opera del sistema solvente polare.

Il volume di solvente organico polare da utilizzare è calcolato in base al peso della prima bagassa. In un aspetto preferito, il rapporto tra volume di sistema solvente polare e peso della bagassa può essere compreso tra 1 e 7, e preferibilmente è compreso tra 2 e 5.

Preferibilmente il sistema solvente polare utilizzato nello stadio "e" può comprendere almeno un solvente organico polare scelto tra un alcol avente da 1 a 8 atomi di carbonio (per esempio, etanolo, isopropanolo), eteri o esteri aventi da 2 a 8 atomi di carbonio (per esempio, acetato d'etile), eteri ciclici aventi da 4 a 8 atomi di carbonio, chetoni aventi da 3 a 8 atomi di carbonio (per esempio, acetone, metiletilchetone), o loro miscele.

In un aspetto preferito, il solvente organico polare può essere scelto tra etanolo e acetone.

In un aspetto preferito, detto solvente organico polare è etanolo.

Il sistema stabilizzante presente nel sistema solvente polare può comprendere almeno un antiossidante. Come antiossidanti si possono vantaggiosamente utilizzare derivati idrochinonici, composti derivati del fenolo sostituiti con gruppi stericamente ingombrati oppure p-fenilenediammine con gruppi amminici stericamente impediti o loro miscele. In un aspetto preferito, il sistema solvente polare può comprendere un antiossidante scelto tra miscele acquose comprendenti 2,5-di[tert-amil]idrochinone (numero CAS 79-74-3) e sale sodico dell'acido alchilnaftalenesolfonico polimerizzato (numeri CAS 9084-06-

4/36290-04-7), miscele acquose con prodotti di reazione di p-cresolo, dicitlopentadiene e isobutilene (numero CAS 68610-51-5) e sale sodico dell'acido alchilnaftalensolfonico polimerizzato (numeri CAS 9084-06-4/36290-04-7), 4-[[4,6-Bis(octiltio)-1,3,5-triazin-2-il]-amino]-2,6-di-tert-butilfenolo (numero CAS 991-84-4), N-1,3-dimetilbutil-N'-fenil-p-fenilenediammina (numero CAS 793-24-8), o miscele di N-1,3-dimetilbutil-N'-fenil-p-fenilenediammina (numero CAS 793-24-8) e N-1,4-dimetilpentil-N'-fenil-p-fenilenediammina (numero CAS 3081-01-4), o loro miscele. Preferibilmente il sistema solvente polare comprende l'antiossidante 4-[[4,6-Bis(octiltio)-1,3,5-triazin-2-il]-amino]-2,6-di-tert-butilfenolo.

In un aspetto preferito, il sistema solvente polare può essere posto a contatto con il materiale vegetale in uno o più stadi in controcorrente, con o senza agitazione, per un tempo compreso tra 0,1 e 5 ore, a una temperatura compresa tra 25°C e la temperatura di ebollizione del solvente organico polare utilizzato.

In un aspetto preferito, detto stadio "e" è condotto per un tempo compreso tra 0,5 e 2,5 ore.

In un ulteriore aspetto preferito, detto stadio "e" è condotto a una temperatura compresa tra 35°C e 50°C.

In un aspetto preferito il sistema solvente polare e il materiale vegetale possono essere posti a contatto tra loro per un tempo compreso tra 0,5 e 2,5 ore, a una temperatura compresa tra 35 e 50°C.

Al termine, la sospensione di detto materiale vegetale nel sistema solvente polare viene sottoposto a filtrazione/pressatura (stadio "f", **60**), allo scopo di separare fra loro una sospensione/emulsione liquida (cosiddetta "miscella") arricchita in resina e una porzione solida definita "prima bagassa".

Lo stadio "f" del procedimento in accordo con l'invenzione può essere realizzato con filtri pressa, filtri sotto vuoto, presse a vite, presse rotative, presse a trivella, presse a membrana o con qualsiasi altro sistema meccanico atto a separare una fase liquida da una fase solida.

In un aspetto preferito, la filtrazione/pressatura può essere effettuata a temperature comprese tra 25°C e 50°C per favorire la separazione della miscella arricchita in resina dalla bagassa che contiene la gomma.

E' importante notare che parte della gomma presente nel materiale vegetale (in particolar modo la gomma cosiddetta "a basso peso molecolare", ovvero caratterizzata da una massa molecolare media ponderale inferiore a $2 \cdot 10^4$ g/mol) tende ad essere solubilizzata dallo stesso sistema solvente polare utilizzato per estrarre la resina.

In un aspetto preferito, detta filtrazione/pressatura dello stadio "F" del procedimento può essere effettuata a temperature comprese tra 25°C e 35°C. In tali condizioni, la gomma a basso peso molecolare tende a precipitare e quindi può essere separata per filtrazione insieme alla bagassa. La miscella ottenuta quindi contiene sostanzialmente solo resina.

In un aspetto preferito, detta filtrazione/pressatura può essere effettuata a temperature comprese tra 35°C e 50°C. In tali condizioni, la gomma a basso peso molecolare tende a rimanere in soluzione e quindi la miscella ottenuta dopo filtrazione/pressatura, potendo comprendere detta gomma a basso peso molecolare, a seconda degli utilizzi può essere sottoposta o meno a un ulteriore stadio di separazione della resina dalla suddetta gomma a basso peso molecolare.

La miscella arricchita in resina viene opportunamente trattata (stadio "g", 70) in modo da allontanare il solvente organico polare, che può essere riciclato allo stadio "e" e recuperare la resina estratta dalla pianta in forma concentrata.

Detto trattamento può essere realizzato per evaporazione mediante calore indiretto e/o strippaggio con vapore diretto e/o strippaggio con aria a pressione atmosferica o sotto vuoto.

E' importante sottolineare che insieme alla resina estratta dalla pianta nello stadio "e", nella miscella può essere presente una certa quantità di acqua che, nello stadio "g" deve essere separata dal solvente, mediante il trattamento sopra descritto o per distillazione, prima del riciclo del solvente stesso allo stadio di estrazione "e".

La resina del guayule può essere utilizzata in molteplici campi di applicazione, come descritto, per esempio, da F.S. Nakayama in "Guayule future development" (2005) *Industrial Crops and Products*, vol. 22, pag. 3-13.

La resina è ricca di metaboliti secondari tra i quali sono compresi gliceridi di acidi grassi, cere e costituenti isoprenici appartenenti alla famiglia dei terpeni,

di potenziale interesse per l'industria essenziera e per la produzione di ferormoni di insetti, che in alcuni casi hanno dimostrato proprietà di interesse per il settore farmacologico e cosmetico.

Inoltre la frazione resinica può essere utilizzata vantaggiosamente nel trattamento dei materiali legnosi utilizzati in edilizia per aumentarne la resistenza agli agenti atmosferici e agli attacchi di parassiti quali, per esempio, funghi e termiti.

Dalla bagassa ottenuta dallo stadio di filtrazione/pressatura "f", privata della resina, ma ancora contenente la gomma, viene rimosso il solvente organico polare residuo per evaporazione mediante calore indiretto e/o strippaggio con vapore diretto e/o strippaggio con aria a pressione atmosferica o sotto vuoto (stadio "h", **80**).

In questo modo si evita la miscelazione tra il sistema solvente polare e il sistema solvente apolare che viene utilizzato nella fase successiva di estrazione della gomma.

Il solvente organico polare recuperato dallo stadio di rimozione "h" (**80**) viene riunito allo stesso solvente recuperato dallo stadio di rimozione "g" (**70**), e riciclato allo stadio "e" (**50**), eventualmente dopo distillazione per eliminare il contenuto residuo di acqua.

La bagassa, privata della resina e del solvente organico polare, viene poi sottoposta a un secondo stadio di estrazione nello stadio "i", mediante dispersione in un sistema solvente apolare (**90**) comprendente almeno un solvente organico apolare e un sistema stabilizzante. In questo stadio, avviene l'estrazione della gomma ad opera del sistema solvente apolare.

Il volume di detto sistema solvente apolare da utilizzare è calcolato in base al peso della prima bagassa. In un aspetto preferito, il rapporto tra volume di sistema solvente organico e peso della bagassa può essere compreso tra 1,5 e 7, e preferibilmente è compreso tra 2 e 5.

Il sistema solvente apolare utilizzato nello stadio "i" può comprendere almeno un solvente idrocarburico. Preferibilmente, detto almeno un solvente può essere scelto tra alcani lineari o ramificati aventi da 4 a 9 atomi di carbonio (per esempio, pentano, esano, eptano), cicloalcani o e alchil-cicloalcani aventi da 5 a

10 atomi di carbonio (per esempio, ciclopentano, cicloesano), idrocarburi aromatici aventi da 6 a 10 atomi di carbonio (per esempio, benzene, toluene, xilene), o loro miscele.

In un aspetto preferito, il solvente organico apolare è esano.

In un aspetto preferito, il solvente organico apolare è cicloesano.

Il sistema stabilizzante presente nel sistema solvente apolare può comprendere almeno un antiossidante. Come antiossidanti si possono vantaggiosamente utilizzare derivati idrochinonici, composti derivati del fenolo sostituiti con gruppi stericamente ingombrati oppure p-fenilenediammine con gruppi amminici stericamente impediti o loro miscele. In un aspetto preferito, il sistema solvente apolare può comprendere un antiossidante scelto tra miscele acquose comprendenti 2,5-di[tert-amil]idrochinone (numero CAS 79-74-3) e sale sodico dell'acido alchilnaftalenesolfonico polimerizzato (numeri CAS 9084-06-4/36290-04-7), miscele acquose con prodotti di reazione di p-cresolo, dicitclopentadiene e isobutilene (numero CAS 68610-51-5) e sale sodico dell'acido alchilnaftalensolfonico polimerizzato (numeri CAS 9084-06-4/36290-04-7), 4-[[4,6-Bis(octiltio)-1,3,5-triazin-2-il]-amino]-2,6-di-tert-butilfenolo (numero CAS 991-84-4), N-1,3-dimetilbutil-N'-fenil-p-fenilenediammina (numero CAS 793-24-8), o miscele di N-1,3-dimetilbutil-N'-fenil-p-fenilenediammina (numero CAS 793-24-8) e N-1,4-dimetilpentil-N'-fenil-p-fenilenediammina (numero CAS 3081-01-4), o loro miscele. Preferibilmente il sistema solvente polare comprende l'antiossidante 4-[[4,6-Bis(octiltio)-1,3,5-triazin-2-il]-amino]-2,6-di-tert-butilfenolo.

In un aspetto preferito, il sistema solvente apolare può essere posto a contatto con la prima bagassa in uno o più stadi in controcorrente, con o senza agitazione, per un tempo compreso tra 0,1 e 5 ore a una temperatura compresa tra 25°C e la temperatura di ebollizione del solvente organico apolare utilizzato.

In un aspetto preferito, detto stadio "i" è condotto per un tempo compreso tra 0,5 e 2,5 ore.

In un ulteriore aspetto preferito, detto stadio "i" è condotto a una temperatura compresa tra 35°C e 60°C.

In un aspetto preferito, il sistema solvente apolare e la seconda bagassa

sono posti a contatto tra loro per un tempo compreso tra 0,5 e 2,5 ore, a una temperatura compresa tra 35°C e 60°C.

Al termine, la sospensione di bagassa in solvente organico apolare viene sottoposto a filtrazione/pressatura (stadio "j", **100**), allo scopo di separare fra loro una seconda miscella arricchita in gomma e una seconda bagassa sostanzialmente priva sia di resina che di gomma naturale.

La filtrazione/pressatura può essere effettuata come descritto in precedenza a riguardo dello stadio "f".

Nello stadio "k" successivo, la seconda miscella comprendente la gomma naturale viene inviata allo stadio di rimozione del solvente apolare (**110**) mediante strippaggio e/o evaporazione per il recupero della gomma estratta dalla pianta.

In un aspetto preferito, la suddetta rimozione del solvente organico apolare può essere effettuata mediante strippaggio con vapore d'acqua, in presenza di un sistema disperdente.

A tale scopo, la seconda miscella comprendente la gomma naturale in soluzione, può essere alimentata a un reattore di strippaggio, o "stripper", contenente acqua e includente un sistema disperdente, in cui si convoglia una corrente di vapore d'acqua. Parte del vapore d'acqua introdotto nel sistema condensa, fornendo così il calore necessario all'evaporazione del solvente: si ottiene così una sospensione di grumi di gomma naturale in acqua.

Il sistema disperdente favorisce la stabilizzazione della sospensione, in modo da favorirne la lavorabilità (per esempio, consentendone la pompabilità) e riduce la coesione dei suddetti grumi.

In un aspetto preferito dell'invenzione, il sistema disperdente può comprendere almeno un sale solubile in acqua di un metallo scelto tra Al, Ca e Mg, e almeno un tensioattivo solubile in acqua appartenente alla famiglia dei polycarbossilati. In un aspetto preferito della presente invenzione, detto tensioattivo può essere il sale sodico del copolimero di anidride maleica e 2,4,4-trimetil-1-pentene (CAS 37199-81-8). Detto tensioattivo, caratterizzato da una tossicità estremamente limitata, è commercializzato in forma liquida, miscibile con acqua, con il nome Sopropo® T 36 di Rhone-Poulenc, Geroipo® T/36 di Rhodia, o Orotan® 731A ER di Rhom & Haas.

Preferibilmente il sistema disperdente comprende cloruro di calcio e Orotan® 731A ER.

L'efficienza di rimozione del solvente organico apolare mediante strippaggio con vapore d'acqua in presenza di un sistema disperdente, come sopra descritto, risulta particolarmente elevata, in quanto il processo di allontanamento del solvente dalla gomma avviene contemporaneamente alla formazione dei suddetti grumi.

La sospensione di grumi di gomma in acqua ottenuta può essere in seguito sottoposta a rimozione della fase liquida (per esempio mediante filtrazione e/o strizzamento dei grumi) e evaporazione dell'acqua.

Lo strizzamento dei grumi e l'evaporazione finale dell'acqua residua possono essere condotte in due estrusori distinti. Il primo estrusore comprime i grumi di gomma, permettendo la fuoriuscita dell'acqua in fase liquida, mentre il secondo estrusore consente l'evaporazione dell'acqua in quanto, per dissipazione di energia meccanica o per applicazione di calore, eventualmente in condizioni di vuoto, aumenta la temperatura della fase solida permettendo, in opportune zone di degasaggio, il passaggio dell'acqua direttamente alla forma di vapore.

Al termine del suddetto trattamento, è possibile ottenere una gomma con un contenuto di materia volatile, principalmente acqua, inferiore allo 0,75% in peso, e preferibilmente un contenuto di materia volatile compreso tra lo 0,75% e lo 0,5%.

Il contenuto di materia volatile può essere determinato con il metodo analitico standard ASTM D1278 – 91 (1977).

Il contenuto residuo dei solventi organici polari e apolari, utilizzati nel processo in accordo con la presente invenzione, all'interno dei grumi risulta complessivamente inferiore a 4000 ppm. In un aspetto preferito, il contenuto residuo di detti solventi organici in detta gomma può essere minore di 4000 ppm e maggiore o uguale a 50 ppm. Più preferibilmente, il contenuto di detti solventi organici può essere compreso tra 2000 ppm e 75 ppm.

In un ulteriore aspetto preferito, il contenuto di detti solventi organici può essere compreso tra 1000 e 100 ppm.

Il contenuto residuo di solventi organici può essere determinato mediante

analisi gascromatografica quali-quantitativa su colonna in silice fusa, utilizzando elio come carrier gas e con rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID). Per effettuare l'analisi, un campione di gomma, pesato con accuratezza di 0,1 mg, è disciolto in solfuro di carbonio contenente una quantità nota di n-ottano come standard interno. 1 μ l della soluzione ottenuta è iniettato in gascromatografo. Lo strumento è tarato iniettando 1 μ l di una soluzione contenente una quantità nota del solvente organico ricercato (accuratezza di 0,01 mg) in solfuro di carbonio contenente n-ottano come standard interno. La minima quantità rilevabile con il metodo descritto è pari a 1 ppm.

Un ulteriore vantaggio del suddetto trattamento consiste nel fatto che, dopo che il solvente è stato rimosso, la gomma mantiene un'ottima lavorabilità, per esempio nei processi di separazione in vibrovagli, di pressatura, di estrusione, eccetera.

La resa di gomma estratta da piante di guayule applicando il procedimento in accordo con l'invenzione può essere maggiore o uguale all'80% rispetto alla quantità totale di gomma presente nelle piante. La suddetta quantità totale di gomma è determinata mediante spettroscopia ^{13}C -NMR allo stato solido, come descritto da M. Geppi, F. Ciardelli, C.A. Veracini, C. Forte, G. Cecchin, P. Ferrari, in "Dynamics and morphology of polyolefinic elastomers by means of ^{13}C and ^1H solid-state n.m.r."(1997), *Polymer*, vol. 38, pag. 5713-5723.

In un aspetto preferito, la suddetta resa di estrazione della gomma può essere compresa tra l'80 e il 95%.

La gomma così ottenuta è caratterizzata da un peso molecolare medio compreso tra $1 \cdot 10^6$ e $2 \cdot 10^6$ g/mol.

Costituisce dunque un ulteriore oggetto della presente invenzione la gomma di guayule ottenuta con il procedimento in accordo con l'invenzione, caratterizzata da una massa molecolare media ponderale compresa tra $1 \cdot 10^6$ e $2 \cdot 10^6$ g/mol, un contenuto di materia volatile inferiore allo 0,75% in peso e un contenuto residuo di solventi organici inferiore ai 4000 ppm.

In un aspetto preferito, il contenuto residuo di detti solventi organici in detta gomma può essere minore di 4000 ppm e maggiore o uguale a 50 ppm. Più preferibilmente, il contenuto di detti solventi organici può essere compreso tra

2000 ppm e 75 ppm.

In un ulteriore aspetto preferito, il contenuto di detti solventi organici può essere compreso tra 1000 e 100 ppm.

La gomma naturale ottenuta attraverso il processo della presente invenzione può essere processata per una varietà di usi commerciali differenti. Le proprietà della gomma naturale da guayule la rendono particolarmente indicata per la produzione di manufatti di gomma naturale con proprietà fisiche simili o superiori a quelle della gomma naturale di *Hevea brasiliensis*, particolarmente adatti per applicazioni nei settori degli articoli per l'infanzia e per lo sport e dei consumabili per uso biomedicale.

Anche la seconda bagassa ottenuta nello stadio "j", privata di resina e gomma ma contenente ancora il solvente apolare residuo, viene sottoposta a rimozione di detto solvente (120) nello stadio "l" del procedimento in accordo con l'invenzione, mediante calore indiretto e/o strippaggio con vapore diretto e/o strippaggio con aria a pressione atmosferica o sotto vuoto.

La bagassa raccolta al termine del procedimento può essere sottoposta a processi di idrolisi e fermentazione che permettono di ottenere un prodotto utile per l'alimentazione animale. E' evidente che un simile utilizzo richiede che la bagassa sia privata della gomma e della resina originariamente contenute.

In altri casi la bagassa può essere riutilizzata in processi secondari per ottenere, ad esempio, bioadesivi o biopesticidi, e come fonte di zuccheri di seconda generazioni fermentabili poi a biocarburante e/o bioetanolo,

Il materiale legnoso derivato dalla bagassa può essere ulteriormente lavorato per l'ottenimento di materiale per l'edilizia, pellets e briquette combustibili, o utilizzato in agricoltura come pacciamante o fertilizzante.

Il solvente organico apolare recuperato dallo stadio di rimozione "l" (120) viene riunito allo stesso solvente recuperato dallo stadio di rimozione "k" (110), e riciclato allo stadio di estrazione "i" (90).

Allo scopo di mettere in pratica la presente invenzione e meglio illustrarla, di seguito si riportano alcuni esempi non limitativi.

Resta comunque inteso che al processo qui descritto ed illustrato possono essere apportate ulteriori modifiche e varianti che non escono dall'ambito delle

annesse rivendicazioni.

Esempio 1 (Prova di estrazione di resina e gomma da piante di guayule con il procedimento in accordo con l'invenzione)

Circa 20 piante di guayule provenienti dai campi sperimentali allestiti dalla Richiedente nel sud d'Italia, sono state tagliate a circa 10 cm di altezza dal terreno, ottenendo circa 15 kg di biomassa

Le piante sono state defogliate e mantenute su bancali in un ambiente coperto e ventilato, in cui sono state costantemente monitorate temperatura e umidità relativa.

Dopo 15 giorni di conservazione in tale ambiente, 100 g di piante defogliate (con umidità residua pari al 20%) sono stati triturati con mulino a martelli fino ad ottenere frammenti di pezzatura inferiore a 2 mm.

Il materiale vegetale è stato trasferito in un pallone di vetro da 1 L contenente 500 mL di etanolo puro (95%) in cui sono stati disciolti 0,2 g di Irganox® 565 (4-((4,6-bis(ottilitio)-1,3,5-triazin-2-il)amino)-2,6-di-tert-butilfenolo) come antiossidante.

La sospensione così ottenuta è stata mantenuta a 45°C per 1 ora sotto agitazione costante (con agitatore meccanico impostato a 150 rpm), quindi è stata sottoposta a filtrazione utilizzando un filtro di Gooch (porosità 10-15 µm) per separare la miscela arricchita in resina (permeato) dalla bagassa contenente la gomma. Nel dispositivo di filtrazione si è anche sottoposto la suddetta bagassa a pressatura, allo scopo di favorire il recupero della frazione etanolica contenente la resina.

Dalla miscela, sottoposta a evaporazione, si sono ottenuti 5.5 g di resina, che rappresenta una resa di prodotto estratto rispetto al quantitativo di resina presente nella pianta pari al 94%. La quantità totale di resina presente nella pianta defoliata e parzialmente essiccata è stata determinata mediante spettroscopia FT-IR.

La bagassa, ottenuta come sopra descritto, è stata sottoposta alla rimozione dell'etanolo residuo mediante strippaggio sotto vuoto. In seguito è stata pesata (75 g) e trasferita in un pallone di vetro da 1 L, contenente 300 mL di esano puro (95%) in cui sono stati disciolti 0,2 g di Irganox® 565 (4-[[4,6-Bis(ottilitio)-1,3,5-

triazin-2-il]-amino]-2,6-di-tert-butilfenolo) come antiossidante.

La sospensione così ottenuta è stata mantenuta a 55°C per 1 ora sotto agitazione costante (con agitatore meccanico impostato a 150 rpm), quindi è stata sottoposta a filtrazione attraverso un pannello di celite (spessore 20 mm) per separare la miscella arricchita in gomma (permeato) da una seconda bagassa priva di resina e di gomma. Nel dispositivo di filtrazione si è anche sottoposto la suddetta bagassa a pressatura, allo scopo di favorire il recupero della frazione liquida contenente la gomma in soluzione.

La miscella arricchita in gomma è stata quindi sottoposta a evaporazione del solvente mediante strippaggio per recuperare la gomma.

Si sono ottenuti 4.2 g di gomma, con una resa di prodotto pari all'80% rispetto alla quantità totale di gomma presente nella pianta defoliata e parzialmente essiccata determinata mediante spettroscopia ^{13}C -NMR allo stato solido.

La gomma ottenuta, analizzata mediante cromatografia a permeazione di gel utilizzando polistirene come standard, è caratterizzata da massa molecolare media ponderale di $1,6 \cdot 10^6$ g/mol (Figura 3). La gomma è caratterizzata da un indice di polidispersità di 2.9, a testimonianza dell'elevata qualità della gomma stessa.

Esempio 2 comparativo (Prova di estrazione di resina e gomma da piante di guayule non soggette allo stadio di conservazione, secondo un procedimento non in accordo con l'invenzione)

Si è proceduto come nell'esempio 1, con la differenza che le piante, dopo defogliazione, sono state subito sottoposte al processo di estrazione, senza lo stadio di conservazione in ambiente a temperatura e umidità relativa controllata. La gomma recuperata e analizzata mediante cromatografia a permeazione di gel utilizzando polistirene come standard, è caratterizzata da una massa molecolare media ponderale di $0,48 \cdot 10^6$ g/mol inferiore del 70% rispetto alla gomma ottenuta nell'esempio 1 e una polidispersità di 3.8.

Esempio 3 comparativo (Prova di estrazione di gomma da piante di guayule con contenuto di umidità residua inferiore al 10%, secondo un procedimento non in accordo con l'invenzione)

Si è proceduto come nell'esempio 1, con la differenza che le piante sono state mantenute in ambiente a temperatura e umidità relativa controllata fino a raggiungere un'umidità residua media inferiore al 10%.

La resa di resina estratta è uguale alla resa ottenuta nella prova dell'esempio 1, mentre la resa di gomma estratta è passata dall'80% al 90%. Tuttavia, la gomma estratta, analizzata mediante cromatografia a permeazione di gel, è caratterizzata da una massa molecolare media ponderale inferiore del 30% rispetto alla gomma ottenuta nella prova dell'esempio 1.

Esempio 4 comparativo (Prova di estrazione di resina e gomma da piante di guayule macinate fino a pezzatura media di 1 cm)

Si è proceduto come nell'esempio 1, con la differenza che le piante, dopo lo stadio di conservazione, sono state sottoposte a macinazione fino a pezzatura media di 1 cm.

In questo caso la resa di resina estratta è comparabile alla resa ottenuta nella prova dell'esempio 1, mentre la resa di gomma estratta è diminuita, passando dall'80% al 70%.

Resta infine inteso che al processo qui descritto ed illustrato possono essere apportate ulteriori modifiche e varianti che non escono dall'ambito delle ammesse rivendicazioni.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per l'estrazione di resina e gomma da piante di guayule, comprendente:
 - a. raccogliere le piante di guayule;
 - b. defogliare dette piante;
 - c. conservare le piante defogliate in ambienti a temperatura e umidità relativa controllate, per un tempo compreso tra 7 e 21 giorni, in modo che l'umidità residua contenuta nelle piante si mantenga nell'intervallo 30-45%;
 - d. macinare dette piante defogliate fino a ottenere un materiale vegetale comprendente frammenti di piante con pezzatura compresa tra 0,5 e 10 mm;
 - e. disperdere detto materiale vegetale in un sistema solvente polare, comprendente almeno un solvente organico polare e un sistema stabilizzante, per ottenere una sospensione;
 - f. sottoporre la sospensione ottenuta allo stadio "e" a filtrazione/pressatura per separare una prima miscella comprendente detta resina da una prima bagassa;
 - g. rimuovere l'almeno un solvente organico polare da detta prima miscella per ottenere la resina concentrata;
 - h. rimuovere l'almeno un solvente organico polare dalla prima bagassa ottenuta allo stadio "f";
 - i. disperdere detta prima bagassa desolventizzata ottenuta allo stadio "h" in un sistema solvente apolare, comprendente almeno un solvente organico apolare e un sistema stabilizzante, per ottenere una sospensione;
 - j. sottoporre detta sospensione ottenuta allo stadio "i" a filtrazione/pressatura per separare una seconda miscella comprendente detta gomma da una seconda bagassa;
 - k. rimuovere l'almeno un solvente organico apolare da detta seconda miscella per ottenere la gomma allo stato solido;

1. rimuovere l'almeno un solvente organico apolare dalla seconda bagassa ottenuta allo stadio "j".
2. Procedimento in accordo con la rivendicazione 1, in cui gli stadi di detto procedimento sono condotti in sequenza da "a" a "i".
3. Procedimento in accordo con la rivendicazione 1 o 2, in cui la raccolta delle piante di guayule viene effettuata alla ripresa del periodo vegetativo di dette piante.
4. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 3, in cui le piante sono raccolte con una pezzatura maggiore o uguale a 8 cm e minore o uguale a 20 cm.
5. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 4, in cui lo stadio "c" è condotto per un tempo compreso tra 10 e 15 giorni, in un ambiente in cui la temperatura è mantenuta costantemente tra 15 e 40°C e/o in cui l'umidità relativa è mantenuta costantemente tra l'80% e il 95%.
6. Procedimento in accordo con la rivendicazione 1 e una qualsiasi delle rivendicazioni da 3 a 5, in cui lo stadio "c" di conservazione precede lo stadio "b" di defogliazione.
7. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 6, in cui lo stadio "d" di macinazione è realizzato utilizzando uno o più mulini a martelli.
8. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 6, in cui detto stadio "d" è realizzato utilizzando in sequenza uno o più mulini a martelli e uno o più mulini a rulli corrugati o uno o più mulini a rulli lisci.
9. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 8, in cui i frammenti di materiale vegetale ottenuti attraverso lo stadio "d" di macinazione hanno pezzatura media compresa tra 0,5 e 7,5 mm.
10. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 9, in cui nello stadio "e" di detto procedimento il rapporto tra volume di sistema solvente polare e peso del materiale vegetale è compreso tra 1 e 7, e preferibilmente è compreso tra 2 e 5.

11. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 10, in cui il sistema solvente polare utilizzato nello stadio "e" comprende almeno un solvente organico polare scelto tra un alcol avente da 1 a 8 atomi di carbonio, eteri e esteri aventi da 2 a 8 atomi di carbonio, eteri ciclici aventi da 4 a 8 atomi di carbonio, chetoni aventi da 3 a 8 atomi di carbonio, o loro miscele.
12. Procedimento in accordo con la rivendicazione 11, in cui detto solvente organico polare è scelto tra etanolo e acetone.
13. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 12, in cui detto sistema solvente polare è posto a contatto con il materiale vegetale in uno o più stadi in controcorrente, con o senza agitazione, per un tempo compreso tra 0,1 e 5 ore, a una temperatura compresa tra 25°C e la temperatura di ebollizione del solvente organico polare utilizzato.
14. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 13, in cui detta filtrazione/pressatura dello stadio "f" è effettuata a temperature comprese tra 25°C e 50°C.
15. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 14, in cui nello stadio "i" di detto procedimento il rapporto tra volume di sistema solvente apolare e peso della prima bagassa è compreso tra 1,5 e 7 e preferibilmente è compreso tra 2 e 5.
16. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 15, in cui il sistema solvente apolare utilizzato nello stadio "i" comprende almeno un solvente idrocarburico scelto tra alcani lineari o ramificati aventi da 4 a 9 atomi di carbonio, cicloalcani o alchilcicloalcani aventi da 5 a 10 atomi di carbonio, idrocarburi aromatici aventi da 6 a 10 atomi di carbonio, o loro miscele.
17. Procedimento in accordo con la rivendicazione 16, in cui detto solvente idrocarburico è scelto tra esano e cicloesano.
18. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 17, in cui detto sistema solvente apolare è posto a contatto con la prima bagassa in uno o più stadi in controcorrente, con o senza agitazione, per

un tempo compreso tra 0,1 e 5 ore, a una temperatura compresa tra 25°C e la temperatura di ebollizione del solvente organico apolare utilizzato.

19. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 18, in cui la rimozione del solvente organico apolare dello stadio "k" dalla seconda miscella comprendente la gomma naturale è effettuata mediante strippaggio con vapore d'acqua, in presenza di un sistema disperdente.
20. Procedimento in accordo con la rivendicazione 19, in cui detto sistema disperdente comprende almeno un sale solubile in acqua di un metallo scelto tra Al, Ca e Mg, e almeno un tensioattivo solubile in acqua appartenente alla famiglia dei policarbossilati.
21. Procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 20, in cui la resa di gomma estratta da piante di guayule è maggiore o uguale all'80% rispetto alla quantità totale di gomma presente nelle piante.
22. Gomma di guayule ottenuta con il procedimento in accordo con una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 21, caratterizzata da una massa molecolare media ponderale compresa tra $1 \cdot 10^6$ e $2 \cdot 10^6$ g/mol, un contenuto di materia volatile inferiore allo 0,75% in peso e un contenuto residuo di solventi organici inferiore ai 4000 ppm.
23. Gomma di guayule in accordo con la rivendicazione 22, in cui il contenuto di detti solventi organici è minore di 4000 ppm e maggiore o uguale a 50 ppm.

FIGURA 1

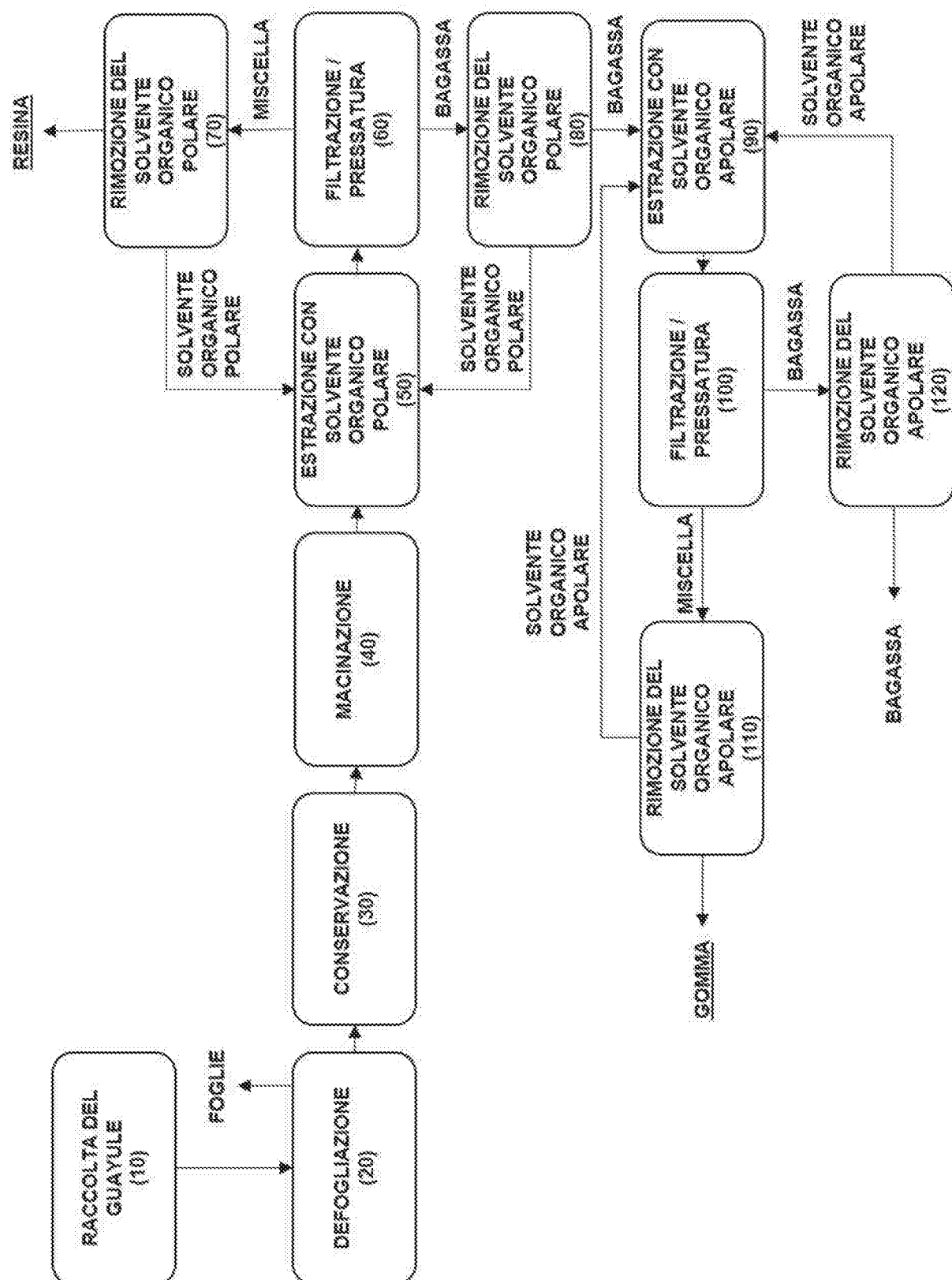


FIGURA 2

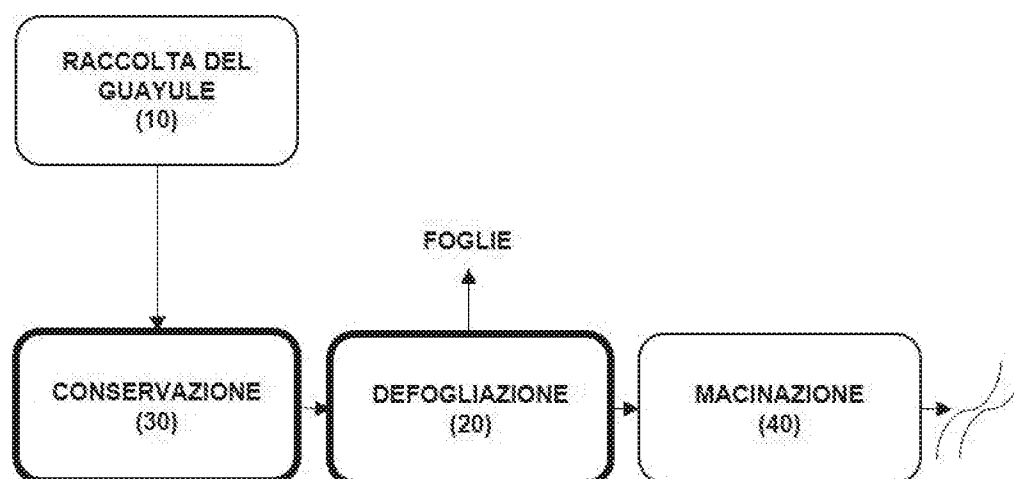


FIGURA 3

