



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 527 106

51 Int. Cl.:

C08L 67/04 (2006.01) C08K 5/5333 (2006.01) C08L 101/16 (2006.01) C08G 63/692 (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

- (96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 28.03.2007 E 07740951 (4)
   (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 15.10.2014 EP 2006331
- (54) Título: Composición de ácido poliláctico
- (30) Prioridad:

31.03.2006 JP 2006096900

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 20.01.2015

73) Titular/es:

TEIJIN LIMITED (50.0%) 6-7, Minamihommachi 1-chome Chuo-ku Osaka-shi, Osaka 541-0054, JP y MUSASHINO CHEMICAL LABORATORY, LTD. (50.0%)

(72) Inventor/es:

SUZUKI, HIROTAKA; TOYOHARA, KIYOTSUNA Y KOMAZAWA, YUKA

(74) Agente/Representante:

**IZQUIERDO FACES, José** 

# **DESCRIPCIÓN**

Composición de ácido poliláctico

#### 5 CAMPO TECNICO

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

La presente invención se refiere a una composición que contiene ácido poliláctico. Más específicamente, se refiere a una composición que contiene ácido poliláctico, tiene excelente estabilidad térmica, resistencia mecánica y color, y puede ser almacenada por mucho tiempo

#### ANTECEDENTES DE LA TECNICA

Como la mayoría de los plásticos son ligeros de peso, resistentes y duraderos y pueden ser moldeados fácilmente y arbitrariamente, son producidos en masa para apoyar nuestras vidas de muchas maneras. Sin embargo, cuando los plásticos se tiran al medio ambiente, no se descomponen fácilmente y se acumulan. Cuando se queman, emiten una gran cantidad de dióxido de carbono, acelerando de esta manera el calentamiento global.

Debido a esta situación, están ahora activamente en curso investigaciones en resinas hechas de materiales brutos no petrolíferos o plásticos biodegradables que se degradan por microorganismos. Los plásticos biodegradables tienen una unidad de carboxilato alifático y son degradados fácilmente por microorganismos. Sin embargo, tienen poca estabilidad térmica y un problema serio como una reducción en sus pesos moleculares o el deterioro de sus colores en la etapa en la que son expuestos a una temperatura alta, como hilado en estado fundido, moldeo por inyección o formación de película fundida.

Aunque el ácido poliláctico, de entre los plásticos degradables, es un plástico que tiene excelente resistencia térmica y buen equilibrio entre el color y la resistencia mecánica, cuando se compara con las resinas a base de petróleo tipificadas por tereftalato de polietileno y poliamida, hay todavía un mundo de diferencia en la estabilidad térmica entre él y las resinas a base de petróleo. Para superar esta situación, se han hecho varios estudios sobre la mejora de la estabilidad térmica del ácido poliláctico. Por ejemplo, el Documento de Patente 1 propone que un compuesto a base de ácido fosfórico o compuesto a base de ácido de fósforo se añada al ácido poliláctico como un desactivador del catalizador cuando el peso molecular alcanza 50.000 o más. Los Documentos de Patente 2 y 3 enseñan que un fosfato ácido o agente quelante se añade como un desactivador del catalizador para mejorar la estabilidad térmica del ácido poliláctico. Sin embargo, la adición del desactivador del catalizador al ácido poliláctico de bajo peso molecular como en el Documento de Patente 1 impide una reacción de polimerización posterior, haciendo de esta manera que sea imposible obtener un polímero de alto peso molecular. Mientras tanto, el fosfato ácido divulgado por los Documentos de Patente 2 y 3 provoca la corrosión del equipo de producción o el deterioro de la resistencia hidrolítica de la resina debido a su acidez. El agente quelante enumerado anteriormente tiene generalmente baja resistencia térmica y arde antes de que se suministre un catalizador de metal, causando de este modo coloración seria y mal olor.

Como se ha descrito anteriormente, no se ha propuesto todavía una composición de ácido poliláctico que elimine tanto la polimerización de apertura causada por el catalizador de polimerización residual como una reducción en el peso molecular por la desconexión de la cadena principal y tenga excelente estabilidad térmica.

(Documento de Patente 1) Patente Japonesa Nº 2862071

(Documento de Patente 2) Patente Japonesa Nº 3487388

(Documento de Patente 3) JP-A 10-36651

# DIVULGACION DE LA INVENCION

Es un objeto de la presente invención el proporcionar una composición que contenga ácido poliláctico y tenga excelente estabilidad térmica y color. Es otro objeto de la presente invención proporcionar una composición que tenga un alto contenido de un cristal estereocomplejo y excelente estabilidad térmica.

Los inventores de la presente invención han descubierto que, cuando se contiene un éster de ácido fosfono-graso en ácido poliláctico, el catalizador residual contenido en el ácido poliláctico puede ser desactivado eficazmente, haciendo de este modo posible mejorar la estabilidad térmica y color del ácido poliláctico. La presente invención se ha realizado basándose en este descubrimiento.

Es decir, de acuerdo con la presente invención, se proporciona una composición que contiene de 0,001 a 0,1 partes por peso de un catalizador de metal y de 0,001 a 0,5 partes por peso de un éster de ácido fosfono-graso a base de 100 partes por peso de ácido poliláctico. De acuerdo con la presente invención, se proporciona un producto moldeado de la composición. Además, de acuerdo con la presente invención, se proporciona un proceso para fabricar una composición que contiene un cristal estereocomplejo mezclando juntos ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico, en donde al menos uno del ácido poli-L-láctico y del ácido poli-D-láctico contiene una catalizador de metal

y la mezcla se realiza en presencia de 0,001 a 0,5 partes por peso de un éster de ácido fosfono-graso en base a 100 partes por peso del total de ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico.

#### MEJOR MODO DE REALIZAR LA INVENCION

<composición>

5

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

(ácido poliláctico)

10 EL ácido poliláctico es un polímero compuesto esencialmente de una unida de ácido láctico representada

por la fórmula siguiente. El ácido poliláctico es preferiblemente ácido poli-L-láctico, ácido poli-D-láctico o una mezcla de los mismos. El ácido poli-L-láctico es un polímero que contiene una unidad de ácido L-láctico como el componente principal y el ácido poli-D-láctico es un polímero que contiene una unidad de ácido D-láctico como el componente principal.

 $\left( \circ - \stackrel{?}{\varsigma} - \stackrel{\lor}{\varsigma} - \stackrel{\lor}{\varsigma} \right)$ 

El ácido poli-L-láctico contiene preferiblemente del 90 al 100 mol%, más preferiblemente del 95 al 100 mol%, mucho más preferiblemente del 98 al 100 mol% de una unidad de ácido L-láctico. Otras unidades incluyen una unidad de ácido D-láctico y unidades distintas del ácido láctico. La cantidad total de la unidad de ácido D-láctico y unidades distintas del ácido láctico es preferiblemente del 0 al 10 mol%, más preferiblemente del 0 al 5 mol%, mucho más preferiblemente del 0 al 2 mol%.

El ácido poli-D-láctico contiene preferiblemente del 90 al 100 mol%, más preferiblemente del 95 al 100 mol%, mucho más preferiblemente del 98 al 100 mol% de una unidad de ácido D-láctico. Otras unidades incluyen una unidad de ácido L-láctico y unidades distintas del ácido láctico. La cantidad total de la unidad de ácido L-láctico y unidades distintas del ácido láctico es preferiblemente del 0 al 10 mol%, más preferiblemente del 0 al 5 mol%, mucho más preferiblemente del 0 al 2 mol%.

Las unidades distintas del ácido láctico incluyen unidades derivadas de ácidos dicarboxílicos, alcoholes polihídricos, ácidos hidroxicarboxílicos y lactonas que tienen un grupo funcional capaz de formar al menos dos enlaces de éster y unidades derivadas de poliésteres, poliéteres y policarbonatos que comprenden estos como componentes constituyentes.

Los ácidos dicarboxílicos incluyen ácido succínico, ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido tereftálico y ácido isoftálico. Los alcoholes polihídricos incluyen alcoholes polihídricos alifaticos como etilenglicol, propilenglicol, butanodiol, pentanodiol, hexanodiol, octanodiol, glicerina, sorbitán, neopentilglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol y polipropilenglicol, y alcoholes polihídricos aromáticos como un aducto de bisfenol con óxido de etileno. Los ácidos hidroxicarboxílicos incluyen ácido glicólico y ácido hidroxibutírico. Las lactonas incluyen glicolida, ε-caprolactona glicolida, ε-caprolactona, β-propiolactona, δ-butirolactona, β- ο γ-butirolactona, pivalolactona y δ-valerolactona.

El peso molecular medio ponderado (Mw) del ácido poli-L-láctico o el ácido poli-D-láctico es preferiblemente de 50.000 a 500.000, más preferiblemente de 150.000 a 350.00. El peso molecular medio ponderado es un valor en términos de poliestireno estándar medido por cromatografía de permeación en gel (GPC) usando cloroformo como un eluyente.

El ácido poli-L-láctico y el ácido poli-D-láctico pueden ser fabricados por métodos conocidos. Por ejemplo, pueden ser fabricados calentando L-lactida y D--lactida en presencia de un catalizador de metal para polimerización de apertura de anillo, respectivamente. Alternativamente pueden ser fabricados calentando acido poliláctico de bajo peso molecular que contenga un catalizador de metal bajo una presión reducida o en una corriente de gas inerte para la polimerización en fase sólida después de que han cristalizado. Además, pueden ser fabricados por polimerización directa en la que el ácido láctico es deshidratado y condensado en presencia o ausencia de un solvente orgánico.

La reacción de polimerización puede ser realizada en un reactor conocido convencionalmente, por ejemplo, reactores verticales equipados con una cuchilla de agitación de alta viscosidad como una cuchilla de cinta helicoidal, que puede ser usada sola o en combinación. Se puede usar un alcohol como el iniciador de la polimerización. El alcohol preferiblemente no impide la polimerización del ácido poliláctico y es no volátil, como se ejemplifica por decanol, dodecanol, tetradecanol, hexadecanol, octadecanol, etilenglicol, trietilenglicol y alcohol bencílico.

En el método de polimerización en fase sólida, un poliéster de ácido láctico de relativamente bajo peso molecular se obtiene por la polimerización de apertura de anillo anterior o la polimerización directa del ácido láctico se usa como un prepolímero. Se prefiere desde el punto de vista de evitar la fusión que el prepolímero se cristalice a una temperatura de su temperatura de transición vítrea (Tg) o más alta o más baja que su punto de fusión (Tm) por adelantado. El prepolímero cristalizado se carga en un reactor vertical fijo o un reactor giratorio como un secador u horno y se calienta a la temperatura de transición vítrea (Tg) o más alta o más baja que el punto de fusión (Tm). No habrá problema si la temperatura de polimerización se eleva gradualmente junto con el procedimiento de polimerización. También se prefiere que el interior del reactor sea reducido o la corriente de gas inerte calentada sea circulada para eliminar el aqua generada durante la polimerización en fase sólida eficazmente.

El ácido poliláctico contiene preferiblemente un cristal estereocomplejo. Este ácido poliláctico que contiene un cristal estereocomplejo se denominado "ácido poliláctico estereocomplejo". Este ácido poliláctico estereocomplejo tiene un punto de fusión alto y excelente resistencia térmica. El cristal estereocomplejo se forma mezclando juntos ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico. En este caso, la proporción de peso de ácido poli-L-láctico con el ácido poli-D-láctico es preferiblemente de 90/10 a 10/90, más preferiblemente de 72/25 a 25/75, mucho más preferiblemente de 60/40 a 40/60.

El peso molecular medio ponderado del ácido poliláctico estereocomplejo es preferiblemente de 100.000 a 500.000, más preferiblemente de 100.000 a 300.000. El peso molecular medio ponderado es un valor en términos de poliestireno estándar medido por cromatografía de permeación en gel (GPC) usando cloroformo como un eluyente.

El contenido del cristal estereocomplejo es preferiblemente del 80 al 100%, más preferiblemente del 95 al 100%. En el ácido poliláctico estereocomplejo en la presente invención, la proporción de picos de fusión a 195° C o más con los picos de fusión en el proceso de aumento de temperatura medido por un calorímetro diferencial de barrido (DSC) es preferiblemente del 80% o más, más preferiblemente del 90% o más, mucho más preferiblemente del 95% o más. El punto de fusión es preferiblemente de 195 a 250° C, más preferiblemente de 200 a 220° C. La entalpía de fusión es preferiblemente 20 J/g o más, más preferiblemente 30 J/g o más. Más específicamente, se prefiere que la proporción de picos de fusión a 195° C o más con los picos de fusión en el proceso de aumento de temperatura medido por el calorímetro diferencial de barrido (DSC) sea del 90% o más, el punto de fusión sea de 195 a 250° C, y la entalpía de fusión sea de 20 J/g o más.

El ácido poliláctico estereocomplejo puede ser fabricado mezclando juntos ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico en una proporción de peso predeterminada. La mezcla se puede realizar en presencia de un solvente. El solvente no está particularmente limitado a si puede disolver ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico. Los ejemplos preferidos de solvente incluyen cloroformo, cloruro de metileno, dicloroetano, tetracloroetano, fenol, tetrahidrofurano, N-metilpirrolidona, N,N-dimetilformamida, butirolactona, trioxano y hexafluoroisopropanol que se usan juntos o en combinación de dos o más. La mezcla se puede realizar en ausencia de un solvente. Es decir el ácido poli-L-láctico y el ácido poli-D-láctico son fundidos amasados juntos. Dicho más específicamente, se puede emplear un método en el que cantidades predeterminadas de ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico se mezclan juntas y después se funden amasadas juntas, o un método en el que cualquiera de ellos se funde y después se añade el otro y se amasa con el fundido.

# 45 (catalizador de metal)

5

10

15

25

30

35

40

50

55

60

65

El catalizador de metal es preferiblemente un compuesto que contiene al menos un metal seleccionado del grupo consistente de metales alcalinotérreos, metales de tierras raras, metales de transición de tercera fila, aluminio, germanio, estaño y antimonio. Los metales alcalinotérreos incluyen magnesio, calcio y estroncio. Los metales de tierras raras incluyen escandio, itrio, lantano y cerio. Los metales de transición de tercera fila incluyen hierro, cobalto, níquel y zinc.

El catalizador de metal puede ser añadido al ácido poliláctico como un carboxilato, alcóxido o arilóxido de uno de estos metales, o enolato de β-dicetona. Cuando la actividad de polimerización y el color se toman en consideración, se prefieren particularmente octilato de estaño, tetraisopropóxido de titanio y triisopropóxido de aluminio.

El contenido del catalizador de metal es de 0,001 a 0,1 partes por peso, preferiblemente de 0,005 a 0,05 partes por peso en base a 100 partes por peso del ácido poliláctico. Cuando el contenido del catalizador de metal es demasiado bajo, la tasa de polimerización cae desventajosamente. Cuando el contenido es demasiado alto, se produce coloración por el calor de la reacción, o la polimerización de apertura o la reacción de intercambio de ésteres se acelera, de esta manera el color y la estabilidad térmica de la composición obtenida se vuelven peores.

El contenido del catalizador de metal es de 2 x 10<sup>-4</sup> a 0,05 partes por peso, preferiblemente de 1 x 10<sup>-3</sup> a 0,03 partes por peso en base a 100 partes por peso del ácido poliláctico como un elemento de metal. La cantidad del

elemento de metal puede ser determinada por análisis de emisión de ICP.

(éster de ácido fosfono-graso)

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

El éster de ácido fosfono-graso usado en la presente invención es un compuesto en el que una fracción de fosfonato de diéster y una fracción de carboxilato son enlazadas juntas por un grupo de grupo hidrocarburo alifático. Como este éster de ácido fosfono-graso es acromático y transparente y tiene excelente resistencia térmica, la composición obtenida tiene un buen color. Particularmente, un éster de ácido fosfono-graso que tiene una estructura química de la fórmula siguiente (1) proporciona un buen resultado para el objeto de la presente invención.

En la fórmula anterior,  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son cada uno independientemente un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono. Ejemplos de grupos alquilo incluyen grupo etilo, grupo propilo, grupo butilo, grupo pentilo, grupo hexilo, grupo decilo y grupo octadecilo. Ejemplos del grupo arilo incluyen grupo fenilo y grupo naftaleno-il. El grupo arilo puede ser sustituido por un átomo de halógeno o grupo alquilo que tenga de 1 a 8 átomos de carbono. Ejemplos del átomo de halógeno sustituyente incluyen átomo de flúor, átomo de cloro y átomo de bromo. Ejemplos del grupo alquilo sustituyente incluyen grupo etilo, grupo propilo, grupo butilo, grupo pentilo y grupo hexilo.  $R_1$  a  $R_3$  pueden ser los mismos o diferente. n es un entero de 1 a 3.

Ejemplos del compuesto representado por la fórmula (1) incluyen dietilfosfonoacetato de etilo, acetato de din-propilfosfonoacetato de etilo, di-n-butilfosfonoacetato de etilo, di-n-hexilfosfonoacetato de etilo, di-n-octilfosfonoacetato de etilo, di-n-decilfosfonoacetato de etilo, di-n-decilfosfonoacetato de etilo, di-n-octadecilfosfonoacetato de etilo, dietilfosfonoacetato de dediclo, dietilfosfonoacetato de etilo, di-n-propilfosfonoacetato de etilo, di-n-butilfosfonoacetato de etilo, di-n-propilfosfonopropionato de etilo, di-n-butilfosfonopropionato de etilo, di-n-octilfosfonopropionato de etilo, di-n-decilfosfonopropionato de etilo, di-n-octadecilfosfonopropionato de etilo, di-n-octadecilfosfonopropionato de etilo, di-n-butilfosfonopropionato de etilo, di-n-butilfosfonobutirato de etilo, di-n-butilfosfonobutirato de etilo, di-n-butilfosfonobutirato de etilo, di-n-decilfosfonobutirato de etilo, di-n-decilfosfonobutirato de etilo, di-n-decilfosfonobutirato de etilo, di-n-decilfosfonobutirato de etilo, di-n-octadecilfosfonobutirato de etilo, di-n-decilfosfonobutirato de etilo, di-n-octadecilfosfonobutirato de etilo, di-n-decilfosfonobutirato de etilo, di-n-decilfosfonobutirato de etilo, di-n-octadecilfosfonobutirato de etilo, di-n-decilfosfonobutirato de etilo, di-n-deci

Se prefieren desde el punto de vista de la eficacia y la facilidad de manejo el dietilfosfonoacetato de etilo, el di-n-propilfosfonoacetato de etilo, el di-n-butilfosfonoacetato de etilo, el dietilfosfonoacetato de decilo y el dietilfosfonoacetato de octadecilo.

En la fórmula (1), cuando el número de átomos de carbono de  $R_1$  a  $R_3$  es 20 o menos, el punto de fusión del éster de ácido fosfono-graso se vuelve inferior a la temperatura de producción del ácido poliláctico o la composición, de este modo puede ser completamente fundido y mezclado y capturar el catalizador de metal eficientemente. El éster de ácido fosfono-graso tiene un grupo hidrocarburo alifático entre la fracción de fosfonato de diéster la fracción de carboxilato. Para capturar el catalizador de metal contenido en el ácido poliláctico eficientemente, en la fórmula (1), n es preferiblemente un entero de 1 a 3.

El contenido del éster de ácido fosfono-graso es de 0,001 a 0,5 partes por peso, preferiblemente de 0,02 a 0,2 partes por peso en base a 100 partes por peso del ácido poliláctico. Cuando el contenido del éster de ácido fosfono-graso es demasiado bajo, la eficiencia de desactivación del catalizador de metal residual se vuelve extremadamente baja, haciendo de esta manera imposible obtener un efecto satisfactorio. Cuando el contenido es demasiado alto, la contaminación de un molde o una boquilla usadas en el momento del moldeado o hilado queda marcada.

Para mezclar el éster de ácido fosfono-graso con el ácido poliláctico en la presente invención, pueden ser añadidos sin ser diluidos o después de haber sido diluidos. Por ejemplo, cuando se usa un éster de ácido fosfono-graso líquido o un éster de ácido fosfono-graso sólido que tiene un punto de fusión de menos de 150° C, puede ser añadido a un reactor directamente para ser amasado en la última etapa de polimerización en el método de polimerización de apertura de anillo. Puede ser amasado en una extrusora o amasadora como un lote maestro que es un chip de moldeado. El uso de una extrusora o amasadora se prefiere desde el punto de vista de una distribución uniforme en el ácido poliláctico. También se prefiere que el éster de ácido fosfono-graso se añada desde un alimentador lateral conectando la parte de descarga de un reactor a una extrusora directamente. Mientras tanto, en el método de polimerización en fase sólida, es posible amasar ácido poliláctico sólido obtenido al final de la

polimerización con el éster de ácido fosfono-graso en una extrusora o amasadora, para amasar el ácido poliláctico sólido con un lote maestro que contiene el éster de ácido fosfono-graso por una extrusora o amasadora, para poner en contacto directamente el chip con el vapor del éster de ácido fosfono-graso, o para sumergir o pulverizar el chip con una solución del éster de ácido fosfono-graso.

cproceso de fabricación de la composición>

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

La presente invención incluye un proceso de fabricación de una composición que contiene un cristal estereocomplejo mezclando juntos ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico, en donde al menos uno del ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico contiene un catalizador de metal y la mezcla se realiza en presencia de 0,001 a 0,05 partes por peso, preferiblemente 0,02 a 0,2 partes por peso de un éster de ácido fosfono-graso en base a 100 partes por peso del total de ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico. Para el ácido poli-L-láctico, ácido poli-D-láctico, el catalizador de metal y el proceso de fabricación del éster de ácido fosfono-graso, por favor refiérase a la sección de la composición.

La mezcla se puede realizar en presencia de un solvente. El solvente no está limitado particularmente a si puede disolver ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico. Los ejemplos preferidos de solvente incluyen cloroformo, cloruro de metileno, dicloroetano, tetracloroetano, fenol, tetrahidrofurano, N-metilpirrolidona, N,N-dimetilformamida, butirolactona, trioxano y hexafluoroisopropanol que se usan juntos o en combinación de dos o más. La mezcla se puede realizar en ausencia de un solvente. Es decir el ácido poli-L-láctico y el ácido poli-D-láctico pueden ser fundidos amasados juntos. Dicho más específicamente, se puede emplear un método en el que cantidades predeterminadas de ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico se mezclan juntas y después se funden amasadas juntas, o un método en el que cualquiera de ellos se funde y después se añade el otro y se amasa con el fundido.

En el método anterior, se mezclan juntos el ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico siguientes. Los símbolos indican las siguientes sustancias.

(L) ácido poli-L-láctico que no contiene sustancialmente catalizador de metal

(Lc) ácido poli-L-láctico que contiene un catalizador de metal

(Lcp) ácido poli-L-láctico que contiene un catalizador de metal y un fosfono-acetato

(D) ácido poli-D-láctico que no contiene sustancialmente catalizador de metal

(Dc) ácido poli-D-láctico que contiene un catalizador de metal

(Dcp) ácido poli-D-láctico que contiene un catalizador de metal y un fosfono-acetato

(P) éster de ácido fosfono-graso

Modo 1: (L) y (Dcp) se mezclan juntos.

Modo 2: (L), (Dc) y (P) se mezclan juntos.

Modo 3: (Lc), (D) y (P) se mezclan juntos.

Modo 4: (Lc), (Dc) y (P) se mezclan juntos.

Modo 5: (LC) y (Dc) se mezclan juntos.

Modo 6: (Lcp) y (D) se mezclan juntos.

Modo 7: (Lcp) y (Dc) se mezclan juntos.

Modo 8: (Lcp) y (Dcp) se mezclan juntos.

En el método, la composición de la presente invención es fabricada preferiblemente mezclando juntos (i) una composición obtenida añadiendo un éster de ácido fosfono-graso a ácido poli-L-'láctico fabricado en presencia de un catalizador de metal y (ii) una composición obtenida añadiendo un éster de ácido fosfono-graso a ácido poli-D-láctico fabricado en presencia de un catalizador de metal. La mezcla se puede realizar en presencia de un solvente. Pueden ser fundidos amasados juntos en ausencia de un solvente.

La composición de la presente invención tiene color y estabilidad térmica excelentes, se disminuye drásticamente una reducción en el peso molecular de la composición en el momento del calentamiento, y la composición puede ser usada ventajosamente para hilado en estado fundido, formación de película fundida y moldeo por inyección. La composición de la presente invención puede ser moldeada en una fibra, película u otra forma. El producto moldeado puede contener aditivos que se usan generalmente para productos de moldeado de resina ordinarios, como inhibidores del deterioro incluyendo antioxidantes, resistente a la intemperie, agentes resistentes a la luz y agente resistentes a la hidrólisis, ayudantes de moldeado incluyendo retardante de llama, agente de nucleación, lubricante, talco, fibra de vidrio, fibra natural, fibra química, fibra cortada y filamentos, pigmento y tinte.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se proporcionan para el propósito de ilustrar adicionalmente la presente invención pero no deben ser tomados como limitativos. Las propiedades físicas se midieron por los métodos siguientes.

65

## [1] prueba de estabilidad térmica

Se pusieron 10 g de la composición en un tubo de ensayo Pyrex con tapón, el interior del tubo fue sustituido por nitrógeno, y el tubo se mantuvo a 260° C durante 10 minutos y 60 minutos para realizar la prueba de estabilidad térmica. Se midieron los pesos moleculares medios ponderador (Mw) de la composición antes y después de la prueba de estabilidad térmica por GPC para ser comparados entre sí para evaluar su estabilidad térmica.

[2] peso molecular medio ponderado (Mw)

El peso molecular medio ponderado (Mw) se midió con el GPC-11 de Showdex Co., Ltd. disolviendo 50 mg de la composición en 5 ml de cloroformo a 40° C. El peso molecular medio ponderado (Mc) se calculó como un valor en términos de poliestireno.

[3] contenido de lactida en la composición

15

5

El contenido de lactida en la composición se midió en cloroformo pesado usando un medidor espectral de resonancia magnética nuclear JNM-EX270 de JEOL Ltd. y se calculó como la proporción del área de un pico lineal cuádruple (4,98 a 5,05 ppm) derivada de lactida a un pico lineal cuádruple (5,10 a 5,20 ppm) derivado de ácido poliláctico.

20

25

30

[4] contenido de cristal estereocomplejo en la composición

El contenido de cristal estereocomplejo se calculó de la entalpía de fusión AHA de un punto de fusión del cristal que apareció a 150° C o más y menor que 190° C y la entalpía de fusión ΔHB de un punto de fusión del cristal que apareció a 190° C o más y menor de 250° C en un calorímetro diferencial de barrido (DSC) en base a la siguiente ecuación.

Contenido de cristal estereocomplejo =  $\{\Delta HB/(\Delta HA + \Delta HB)\}$  x 100% (2)

[5] color (valor de  $\Delta$ YI)

El valor de Yi de un espécimen que se había sometido a la prueba de estabilidad térmica descrita en el párrafo anterior [1] durante 60 minutos y el valor de YI de un 1% en peso de solución de diclorometano de la muestra antes de la prueba se midieron con el espectrómetro ultravioleta-visible UV-2400PC de Shimadzu Corporation. El valor de YI se calculó del triestímulo de los valores X, Y y Z en base a la siguiente ecuación (3). El valor de ΔYI como un índice de color se calculó de la siguiente ecuación (4).

40

valor de YI =  $100 \times (1.25-1.06X)/Y$  (3) valor de  $\Delta$ YI = YI (después de la prueba de estabilidad térmica) - YI (antes de la prueba de estabilidad térmica) (4)

45

Ejemplo de referencia 1

Síntesis de dietilfosfonoacetato de etilo

Se pusieron en un reactor 100 partes por peso de fosfito de trietilo y 100 partes por peso de bromoacetato de etilo en un reactor equipado con un tubo de destilación, y el interior del reactor se sustituyo por nitrógeno. Posteriormente, el reactor se calentó a 100° C para empezar una reacción. Como el bromoetano como un subproducto empezó a destilar inmediatamente, la reacción se mantuvo hasta que la destilación de salida del bromoetano se ralentizó. Cuando la destilación de salida del bromoetano se volvió moderada, el reactor se calentó adicionalmente a 150° C para continuar la reacción durante 3 horas. La mezcla de la reacción se destiló a 180° C bajo una presión normal para obtener un líquido transparente acromático (rendimiento del 95%, punto de ebullición de 177° C/760 mmHg).

Ejemplo de referencia 2

60

65

Síntesis de dibutilfosfonoacetato de etilo

Se pusieron en un reactor 100 partes por peso de fosfito de tributilo y 66 partes por peso de bromoacetato de etilo en un reactor equipado con un tubo de destilación, y el interior del reactor se sustituyo por nitrógeno. Posteriormente, el reactor se calentó a 120° C para empezar una reacción. Como el bromoetano como un

subproducto empezó a destilar inmediatamente, la reacción se mantuvo hasta que la destilación de salida del bromoetano se ralentizó. Cuando la destilación de salida del bromoetano se volvió moderada, el reactor se calentó adicionalmente a 170° C para continuar la reacción durante 3 horas. La mezcla de la reacción se destiló a 180° C bajo una presión reducida para obtener un líquido transparente acromático (rendimiento del 88%, punto de ebullición de 249° C/760 mmHg).

Ejemplo de referencia 3

5

10

25

30

40

45

50

55

Síntesis de d-n-hexilfosfonoacetato de etilo

Se pusieron en un reactor 100 partes por peso de fosfito de trihexilo y 100 partes por peso de bromoacetato de etilo en un reactor, y el interior del reactor se sustituyo con nitrógeno. Posteriormente, el reactor se calentó a 170° C para realizar una reacción durante 3 horas mientras estas sustancias se calentaban y se sometían a reflujo. Después de que el exceso de bromoacetato de etilo se destiló a 80° C bajo una presión reducida, la mezcla de la reacción se destiló a 190° C bajo una presión reducida para obtener un líquido transparente acromático (rendimiento del 84%, punto de ebullición de 146° C/760 mmHg).

Ejemplo de referencia 4

20 Síntesis de dietilfosfonoacetato de octadecilo

Se pusieron en un reactor 100 partes por peso de fosfito de trietilo y 235 partes por peso de bromoacetato de octadecilo en un reactor equipado con un tubo de destilación, y el interior del reactor se sustituyo por nitrógeno. Posteriormente, el reactor se calentó a 100° C para empezar una reacción. Como el bromoetano como un subproducto empezó a destilar inmediatamente, la reacción se mantuvo hasta que la destilación de salida del bromoetano se ralentizó. Cuando la destilación de salida del bromoetano se volvió moderada, el reactor se calentó adicionalmente a 150° C para continuar la reacción durante 3 horas. La mezcla de la reacción se enfrió a temperatura ambiente para obtener un precipitado. El precipitado se recogió por filtración y se recristalizó con acetona para obtener un cristal tipo placa blanco (rendimiento del 98%, punto de fusión de 28 a 31° C).

Ejemplo de referencia 5

Síntesis de dietilfosfonopropionato de etilo

35 Se repitió la operación del Ejemplo de Referencia 1 excepto que se usaron 108 partes por peso de bromopropionato de etilo en lugar de 100 partes por peso de bromoacetato de etilo para sintetizar el dietilfosfonopropionato de etilo.

Ejemplo de referencia 6

Síntesis de di-n-hexilfosfonopropionato de etilo

Se repitió la operación del Ejemplo de Referencia 3 excepto que se usaron 108 partes por peso de bromopropionato de etilo en lugar de 100 partes por peso de bromoacetato de etilo para sintetizar el di-n-hexilfosfonopropionato de etilo.

Ejemplo 1

Se suministraron 100 partes por peso de L-lactida y 0,15 partes por peso de alcohol estearílico a un reactor de polimerización equipado con un tubo de destilación de refrigeración desde un puerto de suministro de stock en una corriente de nitrógeno. Posteriormente, el interior del reactor se sustituyó por nitrógeno 5 veces, y la L-lactida se fundió a 190° C. Cuando la L-lactida estuvo completamente fundida, se añadió una solución de 0,005 partes por peso de 2-etilhexanoato de estaño disuelto en 500 µl de tolueno desde el puerto de suministro de stock para realizar la polimerización a 190° C durante 1 hora. Después del final de la polimerización, se añadieron 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo desde el puerto de suministro de stock y se amasó durante 15 minutos. Finalmente, el exceso de L-lactida se eliminó por volatilización, y se descargó una composición del reactor. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1.

La composición obtenida fue molida a granos que tenían un diámetro de 2 a 5 mm usando una amoladora y 10 g de los granos se pusieron en un tubo de ensayo Pyrex con tapón. El interior del tubo de ensayo Pyrex se sustituyó por nitrógeno para realizar una prueba de estabilidad térmica a 260° C durante 10 minutos y 60 minutos. Después del final de la prueba, la composición fue extraída para medir su Mw, contenido de lactida y valor de ΔΥΙ. Los resultados de las mediciones se muestran en la Tabla 1.

## Ejemplo 2

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron 0,069 partes por peso de di-n-butilfosfonoacetato de etilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1. Se realizó una prueba de estabilidad térmica de la misma manera que en el Ejemplo 1, Los resultados se muestran en la Tabla 1.

## Ejemplo 3

5

20

25

30

35

40

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron 0,082 partes por peso de di-n-hexilfosfonoacetato de etilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1. Se realizó una prueba de estabilidad térmica de la misma manera que en el Ejemplo 1, Los resultados se muestran en la Tabla 1.

# 15 Ejemplo 4

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron 0,111 partes por peso de dietilfosfonoacetato de octadecilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1. Se realizó una prueba de estabilidad térmica de la misma manera que en el Ejemplo 1, Los resultados se muestran en la Tabla 1.

## Ejemplo 5

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron 0,059 partes por peso de dietilfosfonopropionato de etilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1. Se realizó una prueba de estabilidad térmica de la misma manera que en el Ejemplo 1, Los resultados se muestran en la Tabla 1.

#### Ejemplo 6

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron 0,085 partes por peso de di-n-hexilfosfonopropionato de etilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1. Se realizó una prueba de estabilidad térmica de la misma manera que en el Ejemplo 1, Los resultados se muestran en la Tabla 1.

#### Ejemplo Comparativo 1

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron 0,041 partes por peso de fosfito de trietilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1. Se realizó una prueba de estabilidad térmica de la misma manera que en el Ejemplo 1, Los resultados se muestran en la Tabla 1.

#### Ejemplo Comparativo 2

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron 0,077 partes por peso de fosfito de trifenilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1. Se realizó una prueba de estabilidad térmica de la misma manera que en el Ejemplo 1, Los resultados se muestran en la Tabla 1.

# 50 Ejemplo Comparativo 3

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que no se añadió dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 1. Se realizó una prueba de estabilidad térmica de la misma manera que en el Ejemplo 1, Los resultados se muestran en la Tabla 1.

## 60

55

65

	Desactivador		V	Mw (unidad: 104)		Contenido	Contenido de lactida (% por peso)	r peso)	
	Тіро	Partes por peso	Antes de la prueba de estabilidad térmica	Después de 10 minutos	Después de 60 minutos	Antes de la prueba de estabilidad térmica	Después de 10 minutos	Después de 60 minutos	ΔYI
Ex.1	Dietilfosfonoacetato de etilo	0.055	28.1	26.1	13.2	4.7	4.7	4.9	02'0
Ex.2	di-n-butilfosfonoacetato de etilo	0.069	25.7	23.7	12.9	4.4	4.3	4.9	0.67
Ex.3	di-n-hexilfosfonoacetao de etilo	0.082	26.5	24.1	12.0	2.7	2.8	4.2	0.62
Ex.4	Dietilfosfonoacetato de octadecilo	0.111	22.9	19.8	12.8	5.1	5.2	7.0	0.68
Ex.5	Dietilfosfonopropionato de etilo	0.059	26.6	23.2	11.5	6.4	9.9	6.9	0.74
Ex.6	di-n-hexilfosfonopropionato de etilo	0.085	24.4	21.6	6.6	5.3	5.6	6.2	0.85
C.Ex.1	fosfito de trietilo	0.041	24.2	16.4	7.5	2.8	6.4	10.0	1.67
C.Ex.2	fosfito de trifenilo	0.077	25.8	19.4	5.0	4.1	5.2	12.2	1.69
C.Ex.3		0	21.7	17.2	4.4	3.3	4.6	13.5	1.98
Ex.: Eje	Ex.: Ejemplo C.Ex.: Ejemplo Comparativo								

# Ejemplo 7

5

10

15

20

25

35

40

45

50

55

60

(fabricación de composición de ácido poli-L-láctica)

Se suministraron 100 partes por peso de L-lactida y 0,15 partes por peso de alcohol estearílico a un reactor de polimerización equipado con un tubo de destilación de refrigeración desde un puerto de suministro de stock en una corriente de nitrógeno. Posteriormente, el interior del reactor se sustituyó por nitrógeno 5 veces, y la L-lactida se fundió a 190° C. Cuando la L-lactida estuvo completamente fundida, se añadió una solución de 0,05 partes por peso de 2-etilhexanoato de estaño y 500 µl de tolueno desde el puerto de suministro de stock para realizar la polimerización a 190° C durante 1 hora. Después del final de la polimerización, se añadieron 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo desde un puerto de inyección de catalizador y se amasó durante 15 minutos. Finalmente, el exceso de L-lactida se eliminó por volatilización, y se descargó del puerto de descarga del reactor una composición de ácido poli-L-láctico en forma de una hebra y se corto en un pellet mientras se enfriaba.

(fabricación de composición de ácido poli-D-láctico)

Se preparó una composición de ácido poli-D-láctico de la misma manera que se ha descrito anteriormente. Es decir, se suministraron 100 partes por peso de D-lactida y 0,15 partes por peso de alcohol estearílico a un reactor, el interior del reactor se sustituyó por nitrógeno 5 veces, y la D-lactida se fundió a 190º C. Cuando la D-lactida estuvo completamente fundida, se añadió una solución de 0,05 partes por peso de 2-etilhexanoato de estaño y 500 µl de tolueno desde el puerto de suministro de stock para realizar la polimerización a 190º C durante 1 hora. Después del final de la polimerización, se añadieron 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo desde un puerto de inyección de catalizador y se amasó durante 15 minutos. Finalmente, el exceso de D-lactida se eliminó por volatilización, y se descargó del puerto de descarga del reactor una composición de ácido poli-D-láctico en forma de una hebra y se corto en un pellet mientras se enfriaba.

(formación de estereocomplejo)

Después de que se mezclaron juntas bien 50 partes por peso del pellet de la composición de ácido poli-L-30 láctico anterior y 50 partes por eso de la composición de resina de ácido poli-D-láctico, se amasaron juntas usando el 50C150 Kneader Laboplast Mill de Toyo Seiki Co., Ltd. en una corriente de gas de nitrógeno a 230° C durante 10 minutos. El contenido de cristal estereocomplejo de la composición obtenida fue del 99,7%. El Mw y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2.

La composición obtenida fue molida a granos que tenían un diámetro de 2 a 5 mm usando una amoladora y 10 g de los granos se pusieron en un tubo de ensayo Pyrex con tapón. El interior del tubo de ensayo Pyrex se sustituyó por nitrógeno para realizar una prueba de estabilidad térmica a 260° C durante 10 minutos. Después del final de la prueba, la composición fue extraída para medir su Mw, contenido de lactida y valor de ΔYI. Los resultados de las mediciones se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 8

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que se usaron 0,069 partes por peso de di-n-butilfosfonoacetato de etilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw, el contenido de cristal estereocomplejo y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2. La prueba de estabilidad térmica de la composición se realizó de la misma manera que en el ejemplo 7. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 9

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que se usaron 0,082 partes por peso de di-n-hexilfosfonoacetato de etilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw, el contenido de cristal estereocomplejo y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2. La prueba de estabilidad térmica de la composición se realizó de la misma manera que en el ejemplo 7. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 10

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que se usaron 0,111 partes por peso de dietilfosfonoacetato de octadecilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw, el contenido de cristal estereocomplejo y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2. La prueba de estabilidad térmica de la composición se realizó de la misma manera que en el ejemplo 7. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

#### Ejemplo 11

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que se usaron 0,059 partes por peso de dietilfosfonopropionato de etilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw, el contenido de cristal estereocomplejo y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2. La prueba de estabilidad térmica de la composición se realizó de la misma manera que en el ejemplo 7. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

#### Ejemplo 12

10 ′

5

15

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que se usaron 0,085 partes por peso de di-n-hexilfosfonopropionato de etilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw, el contenido de cristal estereocomplejo y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2. La prueba de estabilidad térmica de la composición se realizó de la misma manera que en el ejemplo 7. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

#### Ejemplo Comparativo 4

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que se usaron 0,041 partes por peso de fosfito de trietilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw, el contenido de cristal estereocomplejo y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2. La prueba de estabilidad térmica de la composición se realizó de la misma manera que en el ejemplo 7. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

# 25 Ejemplo Comparativo 5

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 7 excepto que se usaron 0,077 partes por peso de fosfito de trifenilo en lugar de 0,055 partes por peso de dietilfosfonoacetato de etilo. El Mw, el contenido de cristal estereocomplejo y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2. La prueba de estabilidad térmica de la composición se realizó de la misma manera que en el ejemplo 7. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

# Ejemplo Comparativo 6

35

30

Se preparó una composición de la misma manera que en el Ejemplo 7 sin añadir un éster de ácido fosfonograso. El Mw, el contenido de cristal estereocomplejo y contenido de lactida de la composición obtenida se muestran en la Tabla 2. La prueba de estabilidad térmica de la composición se realizó de la misma manera que en el ejemplo 7. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

				Tabla 2					
		Desactivador		Contenido de cristal estereocomplejo (%)	Mw (unidad: 10 <sup>4</sup> )		Contenido de lactida (% por peso)		ΔΥΙ
		Тіро	Partes por peso		Antes de la prueba de estabilidad térmica	Después de 10 minutos	Antes de la prueba de estabilidad térmica	Después de 10 minutos	
	Ex.7	Dietilfosfonoacetato de Etilo	0.055	99.7	12.8	11.8	3.9	3.9	0.90
ención)	Ex.8	di-n-butilfosfonoacetato de Etilo	0.069	98.5	13.7	12.5	3.1	3.2	0.89
olos I la inve	Ex.9	di-n-hexilfosfonoacetato de Etilo	0.082	98.8	13.1	12.4	4.1	4.4	0.75
Ejemplos (de acuerdo con la invención)	Ex.10	Dietilfosfonoacetato de Octadecilo	0.111	97.6	12.2	11.4	4.5	4.6	0.78
	Ex.11	Dietilfosfonopropionato de Etilo	0.059	99.9	13.6	12.7	3.8	4.1	0.84
	Ex.12	di-n-hexilfosfonopropionato de Etilo	0.085	96.8	11.9	10.5	5.0	5.1	0.94
	C.Ex.4	Fosfito de Trietilo	0.041	98.2	12.6	7.4	4.0	9.6	1.58
	C.Ex.5	Fosfito de Trifenilo	0.077	99.1	12.7	8.2	3.3	7.8	1.62
	C.Ex.6		0	97.3	12.6	7.4	3.4	8.2	2.04

Ex.: Ejemplo C.Ex.: Ejemplo Comparativo

# ES 2 527 106 T3

# Efecto de la Invención

5

10

15

La composición de la presente invención tiene excelente estabilidad térmica y apenas experimenta una reducción de su peso molecular en el momento del calentamiento. Es decir, la composición de la presente invención apenas forma lactida, oligómero cíclico o molécula de cadena baja en el paso en el que se requiere calentamiento a 180° C o más como hilado en estado fundido, formación de película fundida y moldeo por inyección y apenas experimenta una reducción en su peso molecular. La composición de la presente invención tiene un buen color. Además, la composición de la presente invención que contiene un cristal estereocomplejo tiene una excelente resistencia térmica. Por lo tanto, la composición de la presente invención es prefiere como un material bruto para hilos, películas o productos moldeados de resina.

## Aplicabilidad Industrial

Como la composición de la presente invención tiene excelente estabilidad térmica, puede ser moldeada fundida en hilo, película u otra forma.

#### REIVINDICACIONES

- **1.** Una composición que contiene de 0,001 a 0,1 partes por peso de un catalizador de metal, de 0,001 a 0,05 partes por peso de un éster de ácido fosfono-graso y 100 partes por peso de ácido poliláctico, en donde el ácido poliláctico es ácido poli-L-láctico, ácido poli-D-láctico o una mezcla de los mismos.
- **2.** La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el ácido poliláctico contiene un cristal estereocomplejo que se forma mezclando juntos ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico.
- **3.** La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el catalizador de metal es un compuesto que contiene al menos un metal seleccionado del grupo consistente de metales alcalinotérreos, metales de tierras raras, metales de transición de tercera fila, aluminio, germanio, estaño y antimonio.
- 4. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el éster de ácido fosfono-graso está representado por la fórmula siguiente (1):

$$\begin{array}{c|c}
O & O \\
R_1O & C \\
\hline
R_2O & C \\
\hline
R_2 & O
\end{array}$$
(1)

donde  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son cada uno independientemente un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, y n es un entero de 1 a 3.

- **5.** La composición de acuerdo con la reivindicación 1, que contiene de 0,02 a 0,2 partes por peso de un éster de ácido fosfono-graso en base a 100 partes por peso de ácido poliláctico.
- 6. Un producto moldeado de la composición de la reivindicación 1.

5

20

25

30

50

55

- 7. Un proceso de fabricación de una composición que contiene un cristal estereocomplejo mezclando juntos ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico, en donde al menos uno del ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico contiene un catalizador de metal y la mezcla se realiza en presencia de 0,00, a 0,5 partes por peso de un éster de ácido fosfono-graso en base a 100 partes por peso del total de ácido poli-L-láctico y ácido poli-D-láctico.
- **8.** El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en donde el catalizador de metal es un compuesto que contiene al menos un metal seleccionado del grupo consistente de metales alcalinotérreos, metales de tierras raras, metales de transición de tercera fila, aluminio, germanio, estaño y antimonio.
- 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en donde el éster de ácido fosfono-graso está representado por la siguiente fórmula (1):

donde  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son cada uno independientemente un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, y n es un entero de 1 a 3.