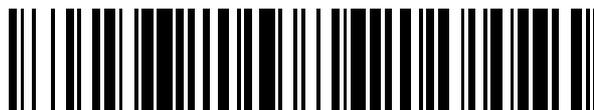


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 598 352**

51 Int. Cl.:

C08G 63/78 (2006.01)

C08G 63/81 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.11.2014 E 14193748 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.08.2016 EP 2876125**

54 Título: **Aparato de producción de polímero y método de producción de polímero**

30 Prioridad:

20.11.2013 JP 2013240425

26.08.2014 JP 2014171174

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

27.01.2017

73 Titular/es:

**RICOH COMPANY, LTD. (100.0%)
3-6, Nakamagome 1-chome, Ohta-ku
Tokyo 143-8555, JP**

72 Inventor/es:

**SATOH, YUICHI;
IZUMI, SATOSHI;
NEMOTO, TAICHI;
ARAI, YOKO;
KAMADA, YASUO y
TANAKA, CHIAKI**

74 Agente/Representante:

SUGRAÑES MOLINÉ, Pedro

ES 2 598 352 T3

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

DESCRIPCIÓN

Aparato de producción de polímero y método de producción de polímero

5 Antecedentes de la invención**Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un aparato de producción de polímero y a un método de producción de polímero.

10

Descripción de la técnica relacionada

Convencionalmente, se producen diversos tipos de polímeros dependiendo del uso de los mismos, y se usan industrialmente. Por ejemplo, un polímero biodegradable se conoce como un material que se descompone en agua y dióxido de carbono mediante microorganismos, y se incorpora al ciclo del carbono en la naturaleza. Por lo tanto, existe una demanda creciente de un polímero biodegradable, ya que ha surgido recientemente un gran interés por la protección del medio ambiente. En cuanto al método de polimerización del polímero, tal como un polímero biodegradable, se conoce un método en el que un monómero en estado fundido es polimerizable. Sin embargo, cuando se polimeriza un monómero en estado fundido, existe el problema de que el rendimiento del producto es bajo debido a la influencia del calor.

25

Uno de los medios propuestos para solucionar el problema mencionado anteriormente es, por ejemplo, un aparato de producción de poliéster, que contiene un tanque de reacción, un miembro para suministrar un producto fundido condensado de ácido hidroxicarboxílico al tanque de reacción, y un miembro para suministrar un catalizador de polimerización al tanque de reacción, y que se configura para transformar el producto fundido condensado en un dímero cíclico a través de despolimerización causada al ponerse en contacto con el catalizador en el tanque de reacción para polimerizar de ese modo el dímero a través de polimerización de apertura de anillo (véase el documento de Solicitud de Patente Japonesa Abierto a Inspección Pública (JP-A) n.º 2007-100011). De acuerdo con la materia prima de producción propuesta, se minimiza la descomposición térmica durante la despolimerización para generar un monómero de lactida que sirve como materia prima mediante la provisión de un evaporador de película delgada equipado con un dispositivo para medir la retención del producto fundido condensado, y formar el producto fundido condensado en una película delgada mediante este dispositivo y llevar a cabo la despolimerización, y por lo tanto se puede obtener un polímero con alto rendimiento.

35

Sin embargo, cuando se produce un polímero de alto peso molecular que tiene un peso molecular promedio en número de 80.000 o mayor mediante el aparato de producción que se desvelan en el documento de Patente JP-A n.º 2007-100011, existe el problema de que la presión interna del aparato aumenta a medida que la viscosidad disminuye debido al alto peso molecular del polímero, y la operación del aparato se vuelve inestable.

40

El documento de Patente WO2013/018873 A1 desvela un aparato de producción de polímero, que comprende: una unidad de suministro para suministrar un monómero y un fluido compresivo; una unidad de contacto configurada para poner en contacto entre sí el monómero y el fluido compresivo; una unidad de reacción para hacer reaccionar los monómeros; y un puerto de salida configurado para descargar el polímero.

45 Sumario de la invención

Por lo tanto, la presente invención tiene como objetivo proporcionar un aparato de producción de polímero, que pueda producir de forma estable y continua un compuesto de alto peso molecular. El aparato de producción de polímero de la presente invención contiene:

50

una unidad de suministro que contiene una primera unidad de suministro configurada para suministrar materias primas que contienen al menos un monómero,

y una segunda unidad de suministro configurada para suministrar un fluido compresivo;

55

una unidad de contacto configurada para poner en contacto entre sí el monómero suministrado desde la primera unidad de suministro y el fluido compresivo suministrado desde la segunda unidad de suministro; y

un puerto de salida configurado para descargar un producto de reacción del monómero,

en el que la unidad de reacción se proporciona entre la unidad de contacto y el puerto de salida, donde la unidad de reacción se configura para hacer pasar el monómero desde el lado de la unidad de contacto al lado del puerto de salida, mientras se permite que el monómero lleve a cabo la reacción de polimerización en presencia del fluido compresivo suministrado desde la segunda unidad de suministro, y

60

en el que la unidad de reacción contiene al menos una unidad de circulación que contiene un primer conducto y un segundo conducto, donde el primer conducto es un conducto a través del que se hace pasar un fluido que contiene el monómero y el fluido compresivo desde el lado de la unidad de contacto al lado del puerto de salida, y el segundo conducto se configura para devolver el fluido desde un puerto de retorno proporcionado en un lado

65

aguas arriba de una unidad de extrusión hasta un puerto de entrada provisto en un lado aguas arriba del puerto de retorno.

La presente invención puede proporcionar un aparato de producción de polímero, que puede producir de forma estable y continua un compuesto de alto peso molecular, incluso en el caso en el que el compuesto de alto peso molecular sea, por ejemplo, un compuesto que tenga un peso molecular promedio en número de más de 80.000.

5 Breve descripción de las figuras

- La Figura 1 es un diagrama de fase habitual que ilustra el estado de una sustancia con respecto a la temperatura y la presión.
- La Figura 2 es un diagrama de fase para definir un intervalo de un fluido compresivo.
- 10 La Figura 3A es un diagrama que ilustra un ejemplo del aparato de producción de polímero de la presente invención.
- La Figura 3B es un diagrama que explica específicamente una unidad de reacción del aparato de producción de polímero de la Figura 3A.
- 15 La Figura 4A es un diagrama esquemático que ilustra un sistema de producción complejo usado en el primer método.
- La Figura 4B es un diagrama esquemático que ilustra un ejemplo específico de un sistema de producción complejo usado en el primer método.
- La Figura 5 es un diagrama esquemático que ilustra un sistema de producción complejo usado en el segundo método.
- 20 La Figura 6 es una vista en perspectiva esquemática que ilustra un ejemplo de una unidad de circulación, donde un segundo conducto se dispone para que sea horizontal.
- La Figura 7 es una vista en perspectiva esquemática que ilustra un ejemplo de una unidad de circulación donde se proporciona un segundo conducto.
- La Figura 8 es una vista en perspectiva esquemática que ilustra un ejemplo de una unidad de circulación espiral donde parte del segundo conducto se dispone espiralmente.
- 25 La Figura 9 es un diagrama esquemático que ilustra un aparato de producción de polímero usado en el tercer método.
- La Figura 10A es un diagrama esquemático que ilustra un ejemplo de un sistema de producción complejo usado en el tercer método.
- 30 La Figura 10B es un diagrama esquemático que ilustra otro ejemplo de un sistema de producción complejo usado en el tercer método.

Descripción detallada de la invención

35 A continuación en el presente documento se explica una realización de la presente invención. Se ha de observar que la realización de la presente invención no se limita a las descritas posteriormente, siempre que este dentro del ámbito de la presente invención.

[Aparato de producción de polímero]

40 El aparato de producción de polímero de la presente invención contiene: una unidad de suministro que contiene una primera unidad de suministro configurada para suministrar materias primas que contienen al menos un monómero, y una segunda unidad de suministro configurada para suministrar un fluido compresivo; una unidad de contacto configurada para poner en contacto entre sí el monómero suministrado desde la primera unidad de suministro y el fluido compresivo suministrado desde la segunda unidad de suministro; y un puerto de salida configurado para descargar un producto de reacción del monómero.

45 Además, se proporciona entre la unidad de contacto y el puerto de salida una unidad de reacción configurada para enviar el monómero desde el lado de la unidad de contacto al lado del puerto de salida con la reacción del monómero a través de una reacción de polimerización en presencia del fluido compresivo suministrado desde la segunda unidad de suministro.

50 La unidad de reacción contiene al menos una unidad de circulación, y preferentemente contiene además un miembro de extrusión proporcionado adyacente al lado del puerto de salida con respecto a la unidad de circulación. Además, la unidad de circulación contiene un primer conducto a través del que se hace pasar un fluido desde el lado de la unidad de contacto al lado del puerto de salida, y un segundo conducto configurado para devolver el fluido desde un puerto de retorno, que se proporciona en el lado aguas arriba del miembro de extrusión, hasta un puerto de entrada, que se proporciona en el lado aguas arriba del puerto de retorno.

60 Además, la unidad de reacción se caracteriza por que la unidad de reacción contiene un dispositivo de refrigeración para refrigerar el fluido que pasa a través del segundo conducto.

El primer conducto se caracteriza por que el primer conducto se dispone de forma que el fluido que pasa a través del segundo conducto tiene un componente de vector de dirección vertical.

65

El segundo conducto se caracteriza por que el segundo conducto se dispone de forma que el fluido que pasa a través de segundo conducto tiene un componente de vector de dirección vertical.

[Método de producción de polímero]

5 El método de producción de polímero de la presente invención contiene hacer pasar materias primas que contienen un monómero y un fluido compresivo desde un lado aguas arriba a un lado aguas abajo mientras que se ponen contacto entre sí continuamente las materias primas que contienen el monómero y el fluido compresivo para hacer reaccionar el monómero a través de una reacción de polimerización, y hacer pasar al menos una parte de un fluido
10 que contiene las materias primas y el fluido compresivo que fluyen al lado aguas abajo del lado aguas abajo al lado aguas arriba para hacer circular el fluido de ese modo.

A medida que se polimeriza un monómero en presencia de un fluido compresivo, la reacción de polimerización se puede llevar a cabo a una temperatura inferior que la temperatura de reacción convencional. Por lo tanto, se puede
15 reducir el tinte, o deterioro de un producto de reacción debido al calor. Dado que se proporciona la unidad de circulación en la unidad de reacción, la mezcla del fluido compresivo y el producto de reacción se acelera previniendo la inclusión no uniforme del producto sin reaccionar, y de ese modo se puede obtener un polímero uniforme con un bajo contenido de producto sin reaccionar con un alto rendimiento. Por otra parte, en el caso en el que no se proporciona la unidad de circulación, el fluido compresivo y el monómero, o un polímero obtenido por
20 polimerización del monómero, se separan y, por lo tanto, la presión interna del aparato puede aumentar debido a un aumento en la viscosidad del fluido. En el caso en el que el fluido se hace circular incluso sin que se proporcione el fluido compresivo a través de la unidad de circulación, la viscosidad del fluido puede aumentar debido a generación del área retenida, o la reacción se puede llevar a cabo de forma no homogénea, y por lo tanto el rendimiento es por lo general bajo. El método de producción de polímero de la presente invención exhibe el efecto excelente de que se
25 previene un aumento en la viscosidad del fluido por circulación del fluido en presencia del fluido compresivo, por lo tanto la reacción se lleva a cabo uniformemente, y de ese modo mejora el rendimiento del producto de polímero.

(Realización 1)

30 En lo sucesivo en el presente documento, la realización de la presente invención se explica específicamente por referencia a las figuras.

En primer lugar, se explica una realización del aparato de producción de polímero de la presente invención por referencia a las Figuras 3A y 3B.

35 El aparato 100 de producción de polímero contiene una unidad 100a de suministro configurada para suministrar materias primas que contienen un monómero polimerizable de anillo como un ejemplo de un monómero, y un fluido compresivo, y un cuerpo principal 100b de aparato de producción de polímero configurado para polimerizar el monómero polimerizable por apertura de anillo suministrado por la unidad 100a de suministro. Los productos
40 suministrados, tales como las materias primas, suministradas por la unidad 100a de suministro, se hacen pasar a través de un conducto 30.

45 En la unidad 100a de suministro, se proporcionan tanques (1, 3, 5, 7, 11), alimentadores de medición (2, 4), y bombas de medición (6, 8, 12). Se ha de observar que el número y la disposición de los tanques, los alimentadores de medición, y las bombas de medición cambian de forma apropiada dependiendo de las necesidades.

50 En el cuerpo principal 100b de aparato de producción de polímero, proporcionado entre una unidad 9 de contacto configurada para poner en contacto entre sí las materias primas y el fluido compresivo suministrados, y un puerto de salida 21 configurado para descargar un producto de reacción del monómero, se proporcionan una unidad 14 de reacción que contiene la unidad 14a de circulación y una unidad 14b de extrusión en el lado aguas abajo de la unidad 14a de circulación. Además, como se ilustra en la Figura 3A, se pueden proporcionar de forma apropiada una bomba 10 de alimentación o una unidad de apertura y cierre, tal como un tapón 15 de extrusión.

55 En la presente realización, se almacena un monómero polimerizable por apertura de anillo en el tanque 1 de la unidad 100a de suministro. El monómero polimerizable por apertura de anillo almacenado puede estar en estado de polvo, o líquido.

60 El tanque 3 almacena sólidos (povos o partículas) entre los materiales usados como iniciador, mezcla de catalizador, y aditivos. El tanque 5 almacena líquidos entre los materiales usados como iniciador, mezcla de catalizador, y aditivos. Los materiales suministrados almacenados en el tanque 3 y los materiales suministrados almacenados en el tanque 5 se pueden intercambiar. Además, los materiales suministrados almacenados en el tanque 3 y el tanque 5 pueden ser ambos sólidos, o ambos líquidos. En el caso en el que el iniciador y los aditivos son todos sólidos, el aparato 100 de producción de polímero puede no contener el tanque 5 y la bomba 6 de
65 medición. En el caso en el que el iniciador y los aditivos son todos líquidos, de forma similar, el aparato 100 de producción de polímero puede no contener el tanque 3 y el alimentador 4 de medición. El tanque 7 almacena un fluido compresivo. Se ha de observar que el tanque 7 puede almacenar gas o un sólido que se transforma en un

5 fluido compresivo tras la aplicación de calor o presión durante el proceso para el suministro a la unidad 9 de contacto, o dentro de la unidad 9 de contacto. En este caso, el gas o el sólido almacenado en el tanque 7 se transforma en el estado de (1), (2), o (3) de la Figura 2 en la sección 9 de contacto tras la aplicación de calor o presión. La Figura 2 es un diagrama de fase para definir el intervalo de un fluido compresivo en la presente realización. El fluido compresivo se explica de forma específica posteriormente.

10 El alimentador 2 de medición es un ejemplo de un miembro de suministro proporcionado en la primera unidad de suministro configurado para suministrar materias primas que contienen un monómero, y el alimentador 2 de medición mide el monómero polimerizable por apertura de anillo almacenado en el tanque 1, y suministra continuamente a la unidad 9 de contacto.

El alimentador 4 de medición es un ejemplo de un miembro de suministro configurado para medir los sólidos almacenados en el tanque 3 y suministrar continuamente a la unidad 9 de contacto.

15 La bomba 6 de medición es un ejemplo de un miembro de suministro configurado para medir los líquidos almacenados en el tanque 5 y suministrar continuamente a la unidad 9 de contacto.

20 La bomba 8 de medición es un ejemplo de un miembro de suministro proporcionado en la segunda unidad de suministro configurado para suministrar un fluido compresivo, y la bomba 8 de medición suministra continuamente el fluido compresivo almacenado en el tanque 7 a la unidad 9 de contacto con una presión y un caudal constantes.

25 En el lado aguas arriba de la unidad 9 de contacto, se puede proporcionar un puerto de entrada 13a para suministro adicional de un fluido compresivo. El área en la que se ponen en contacto entre sí el fluido compresivo introducido desde el puerto de entrada 13a y el fluido desde la unidad 9 de contacto se denomina unidad 13 de contacto. Se ha de observar que el fluido compresivo introducido en la unidad 13 de contacto se saca desde el tanque 7 en la Figura 3A, pero el fluido compresivo se puede suministrar desde un miembro de suministro distinto que el tanque 7.

30 En el aparato 100 de producción de polímero ilustrado en la Figura 3A, el fluido compresivo suministrado desde el tanque 7 se puede suministrar a la unidad 9 de contacto y la unidad 13 de contacto al mismo tiempo. Alternativamente, el fluido compresivo se puede suministrar selectivamente desde la unidad 9 de contacto o la unidad 13 de contacto. Aunque no se ilustran, se proporcionan válvulas capaces de medir y ajustar el caudal respectivamente en la unidad 9 de contacto y la unidad 13 de contacto en vista del control del caudal.

35 Se ha de observar que, en la presente memoria descriptiva, la expresión "suministrar continuamente" se usa como el concepto contrario a un suministro por lotes, y significa suministrar de una forma tal que el polímero generado se obtiene continuamente desde el puerto de salida, sin detener el flujo de fluido suministrado al sistema reacción y que pasa a través del conducto mientras se lleva a cabo la reacción de polimerización. Específicamente, cada material se puede suministrar intermitentemente.

40 La unidad 9 de contacto está compuesta por un dispositivo o conducto resistente a la presión, que se configura para poner en contacto continuamente las materias primas, tales como el monómero polimerizable por apertura de anillo, el iniciador, y los aditivos, suministrados desde los tanques (1, 3, 5, 11) con el fluido compresivo suministrado desde el tanque 7. En la unidad 9 de contacto, las materias primas se mezclan o se disuelven al poner en contacto las materias primas con el fluido compresivo.

45 En la presente realización, "fundir" indica un estado en el que las materias primas o el polímero generado se plastifican con hinchamiento, o se licúan al ponerse en contacto con un fluido compresivo. Además, "disolver" indica un estado en el que las materias primas se disuelven en un fluido compresivo. En el caso en el que el monómero polimerizable por apertura de anillo se disuelve, se forma una fase de fluido. En el caso en el que el monómero se funde, se forma una fase de fundido. Es preferente que se forme una fase de cualquiera de la fase de fundido o la fase de fluido con el fin de llevar a cabo uniformemente la reacción. Además, con el fin de llevar a cabo la reacción con una elevada proporción de materias primas con respecto al fluido compresivo, el monómero está preferentemente fundido. Se ha de observar que, en la presente realización, las materias primas, tales como el monómero polimerizable por apertura de anillo, y el fluido compresivo se pueden poner en contacto entre sí
50 continuamente con una proporción de concentración constante en la unidad 9 de contacto, al suministrar continuamente las materias primas y el fluido compresivo. Como resultado, las materias primas se pueden disolver, o fundir, de forma eficaz.

60 La unidad 9 de contacto puede estar compuesta por un dispositivo en forma de tanque o en forma de tubo, pero la unidad 9 de contacto es preferentemente un dispositivo en forma de tubo (vaso de contacto) desde un extremo del cual se suministran las materias primas, y desde el otro extremo del cual se saca la mezcla, tal como una fase de fundido, o una fase de fluido. Además, se puede proporcionar un dispositivo de agitación configurado para agitar las materias primas y el fluido compresivo en la unidad 9 de contacto. En lo que respecta al dispositivo de agitación, son preferentes un tanque equipado con anillos de agitación, un dispositivo de agitación de husillo individual, un
65 dispositivo de agitación de husillo doble donde los husillos engranan entre sí, una mezcladora biaxial que contiene una pluralidad de elementos de agitación que engranan o se solapan entre sí, una amasadora que contiene

elementos de agitación espirales que engranan entre sí, o una mezcladora estática.

Particularmente, es preferente el dispositivo de agitación de husillo doble o husillos múltiples donde los husillos engranan entre sí, ya que se producen menos deposiciones de producto de reacción en el dispositivo de agitación o el vaso, y tiene una función de autolimpieza. En el caso en el que la unidad 9 de contacto no contiene un dispositivo de agitación, la unidad 9 de contacto está compuesta por parte del conducto 30 resistente a presión. En el caso en el que la unidad 9 de contacto está compuesta por el conducto 30 como en la presente realización, el monómero polimerizable por apertura de anillo que se suministra a la unidad 9 de contacto se licúa con antelación preferentemente con el fin de mezclar de forma segura todos los materiales en la unidad 9 de contacto.

La unidad 9 de contacto esté equipada con un puerto de entrada 9a, que es un ejemplo de un puerto de entrada de fluido compresivo configurado para introducir el fluido compresivo suministrado desde el tanque 7 mediante la bomba 8 de medición, un puerto de entrada 9b, que es un ejemplo de un puerto de entrada de monómero configurado para introducir el monómero polimerizable por apertura de anillo suministrado desde el tanque 1 mediante el alimentador 2 de medición, un puerto de entrada 9c configurado para introducir el polvo suministrado desde el tanque 3 mediante el alimentador 4 de medición, un puerto de entrada 9d configurado para introducir el líquido suministrado desde el tanque 5 mediante la bomba 6 de medición, y un puerto de entrada 9e configurado para introducir el líquido suministrado desde el tanque 11 mediante la bomba 12 de medición.

En la presente realización, cada puerto de entrada (9a, 9b, 9c, 9d, 9e) está compuesto por un miembro de conducto, tal como una parte de un cilindro o el conducto 30 para suministrar las materias primas en la unidad 9 de contacto, y un conector configurado para conectar los conductos para transportar cada una de las materias primas o el fluido compresivo. El conector se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin destinado sin ninguna limitación, y algunos ejemplos del mismo incluyen un reductor, un acoplamiento, un conector de tipo Y, un conector de tipo T, y un puerto de salida. Además, en la unidad 9 de contacto se proporciona un calentador 9 para calentar las materias primas o el fluido compresivo suministrados.

La bomba 10 de alimentación alimenta la mezcla formada a la unidad 9 de contacto, tal como una fase de fundido, y una fase de fluido, en el lado aguas abajo.

El tanque 11 almacena un catalizador. El catalizador almacenado en el tanque 11 se mide mediante un miembro de suministro, tal como una bomba 12 de medición, y a continuación se suministra el catalizador a la unidad 9 de contacto y/o la unidad 13 de contacto. Se ha de observar que, en la presente realización, se explica un sistema en el que el catalizador se introduce desde el tanque 11 a la unidad 9 de contacto a través del puerto de entrada 9e, y el catalizador se introduce a la unidad 13 de contacto desde el puerto 13b, como se ilustra en la Figura 3A, y el catalizador se suministra a la unidad 9 de contacto y/o la unidad 13 de contacto. Sin embargo, el catalizador se puede suministrar a otras ubicaciones, distintas de la unidad 9 de contacto y/o la unidad 13 de contacto. Por ejemplo, el monómero y el catalizador se pueden mezclar en el tanque 1 con antelación.

La unidad 13 de contacto se puede proporcionar con un dispositivo de agitación configurado para agitar las materias primas, y el fluido compresivo. En cuanto al dispositivo de agitación, son preferentes un tanque equipado con palas de agitación, un dispositivo de agitación de husillo individual, un dispositivo de agitación de husillo doble donde los husillos engranan entre sí, una mezcladora biaxial que contiene una pluralidad de elementos de agitación que engranan o solapan entre sí, una amasadora que contiene elementos de agitación espiral que engranan entre sí, o una mezcladora estática. Particularmente, es preferente la mezcladora estática, ya que la estructura de la misma es sencilla y no incluye ninguna unidad de movimiento, y se producen menos deposiciones del producto de reacción en el área interna del dispositivo de agitación. En el caso en el que la unidad 13 de contacto no contiene ningún dispositivo de agitación, la unidad 13 de contacto está compuesta por parte del conducto 30 resistente a la presión. Se ha de observar que, en el caso en el que la unidad 13 de contacto está compuesta por el conducto 30, el monómero polimerizable por apertura de anillo que se suministra a la unidad 13 de contacto se licúa preferentemente con antelación con el fin de mezclar de forma segura todos los materiales en la unidad 13 de contacto. Además, la unidad 13 de contacto está equipada preferentemente con un calentador 13d para calentar las materias primas alimentadas.

A continuación, se explica la unidad 14 de reacción por referencia a la Figura 3B. La Figura 3B es un diagrama que ilustra una estructura específica de la unidad 14 de reacción de la Figura 3A.

La unidad 14 de reacción contiene una unidad 14a de circulación, y una unidad 14b de extrusión proporcionada en el lado aguas abajo (el lado del puerto de salida 21 del producto de reacción) de la unidad 14a de circulación. La unidad 14a de circulación contiene una unidad de circulación, que contiene un primer conducto 31a donde se hace pasar el fluido que fluye desde la unidad 9 de contacto y/o la unidad 13 de contacto a un lado aguas abajo a través del conducto 30, y un segundo conducto 31b configurado para devolver el fluido que fluye desde el primer conducto a un puerto de entrada 20b proporcionado en el lado aguas arriba de un puerto de retorno 20a proporcionado en el lado aguas arriba de la unidad 14b de extrusión.

Preferentemente, la unidad de circulación está equipada de forma apropiada con un dispositivo de agitación, o una

bomba de fluido. Además, la unidad de circulación está equipada además preferentemente con un calentador para calentar el fluido que pasa a través del primer conducto 31a, y un dispositivo de refrigeración para reducir el calor de reacción del fluido que pasa a través del segundo conducto 31b para prevenir de ese modo la descomposición térmica. En cuanto al dispositivo de refrigeración, se puede usar solo, por ejemplo, un dispositivo de refrigeración, tal como un intercambiador de calor de múltiples tubos, y un intercambiador de calor de doble conducto, o se puede usar un dispositivo de refrigeración compuesto, en el que un dispositivo de agitación se equipa con cualquiera de los dispositivos de refrigeración enumerados anteriormente. Mediante el uso del dispositivo de agitación y el dispositivo de refrigeración en combinación, la descomposición térmica debido al calor de reacción se inhibe así como se acelera la reacción con la agitación. En cuanto al dispositivo de refrigeración compuesto, es preferente, por ejemplo, un dispositivo de refrigeración en el que se proporciona una mezcladora estática en el interior de un conducto de transferencia de calor de un intercambiador de calor de múltiples tubos.

En la Figura 3B, el puerto de entrada 20b se proporciona en el lado aguas arriba del Dispositivo A, pero el puerto de entrada 20b se puede proporcionar en el lado aguas abajo del Dispositivo A. Además, en la Figura 3B, el puerto de retorno 20a se proporciona en el lado aguas abajo del Dispositivo B, pero el puerto de retorno 20a se puede proporcionar en el lado aguas arriba del Dispositivo B. Se ha de observar que la bomba 16 de fluido se proporciona preferentemente entre el puerto de retorno 20a y el puerto de entrada 20b, ya que esta configuración puede conseguir una excelente circulación de fluido.

El fluido que pasa a través del conducto 30 y que fluye a la unidad 14 de reacción tiene el problema de que el componente de fluido compresivo y otro componente (un componente que contiene el monómero y el producto de reacción del mismo) contenidos en el fluido se separan fácilmente en dos fases, por ejemplo, una fase superior, y una fase inferior, debido a la diferencia en la densidad relativa de las mismas. Cuando se lleva a cabo una reacción de polimerización de un monómero separándose el fluido en dos fases, la viscosidad aumenta junto con un aumento en el peso molecular del producto de reacción. Como resultado, se puede ocasionar un fallo, tal como una oclusión. La separación de fase del fluido se puede presentar proporcionando una unidad de circulación, como en la presente invención. Como resultado, se exhibe un efecto de plastificación suficiente del fluido compresivo, y el aumento en la viscosidad del fluido se puede suprimir. Se ha de observar que la unidad de circulación es un sistema en el que el flujo del fluido tiene un componente de vector de dirección vertical. En el primer conducto y/o el segundo conducto, la parte del conducto se dispone preferentemente de modo que el fluido fluye en la dirección vertical (por ejemplo, $\theta = 90^\circ$ en la Figura 7), la dirección diagonal superior (por ejemplo, $0^\circ < \theta < 90^\circ$ en la Figura 7), o la dirección diagonal inferior (por ejemplo, $0^\circ < \theta < -90^\circ$ en la Figura 7). Se ha de observar que, en la Figura 7, θ es preferentemente $30^\circ \leq |\theta| \leq 90^\circ$, más preferentemente $45^\circ \leq |\theta| \leq 90^\circ$. Además, en el primer conducto y/o el segundo conducto, por ejemplo, se puede proporcionar una parte de conducto en zigzag en la que el fluido fluye en la dirección vertical en forma de zigzag, o una parte de conducto espiral (por ejemplo, una realización como se ilustra en la Figura 8). El diámetro del conducto no se limita de forma particular, el conducto tiene un diámetro uniforme, o un diámetro que puede variar en el conducto.

En la unidad 14b de extrusión, distinta de una extrusora de bomba, tal como una bomba de jeringa, y una bomba de engranaje, se proporciona un miembro de extrusión, tal como una extrusora especial (por ejemplo, una extrusora monoaxial, una extrusora multiaxial, y una extrusora de husillo). Entre estos dispositivos de extrusión, son preferentes una bomba de engranaje, una extrusora monoaxial, y una extrusora multiaxial, ya que permiten una expulsión estable, y dan una baja fuerza de cizalladura al polímero después de la reacción de polimerización. Además, se puede proporcionar un miembro de agitación, distinto de un miembro de extrusión, en la unidad 14b de extrusión.

Algunos ejemplos del miembro de agitación proporcionado en la unidad 14a de circulación y/o la unidad 14b de extrusión incluyen agitadores di o multiaxiales que tienen husillos que engranan entre sí, elementos de agitación de dos vuelos (rectángulo), elementos de agitación de 3 vuelos (triángulo), o palas de agitación con forma circular o de múltiples hojas (forma de trébol). Estos son preferentes en vista de las propiedades de autolimpieza de los mismos. Además, se puede usar como elemento de agitación una mezcladora inmóvil, que divide y compone (recombina) el flujo en múltiples etapas mediante un dispositivo de guiado.

Algunos ejemplos de la mezcladora inmóvil incluyen una mezcladora estática, y un dispositivo de mezcla que no tiene ninguna parte móvil similar a los enumerados anteriormente. Se pueden usar como mezcladora inmóvil, distintos de los anteriores, por ejemplo, las mezcladoras discontinuas de flujo múltiple que se desvelan en los documentos de publicación de solicitud de patente examinada Japonesa (JP-B) con números 47-15526, 47-15527, 47-15528, y 47-15533; y una mezcladora de tipo Kenics desvelada en el documento de Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública (JP-A) n.º 47-33166. Se ha de observar que las descripciones de los mismos se incorporan en el presente documento por referencia.

En la unidad 14 de reacción, se puede proporcionar una pluralidad del dispositivo de agitación, el dispositivo de refrigeración, y/o el dispositivo de extrusión. Las realizaciones aplicables con números 1 a 12 de la disposición del dispositivo de agitación, el dispositivo de refrigeración, y el dispositivo de extrusión se presentan en la Tabla 1. Se ha de observar que, en la Tabla 1, el Dispositivo A al Dispositivo E se corresponden con las referencias A a E de la Figura 3A cada uno dado en la unidad 14a de circulación, y la unidad 14b de extrusión. En la unidad 14 de reacción

que no contiene el Dispositivo C, el Dispositivo C se reemplaza con un conducto para formar la unidad 14a de circulación.

5 Se ha de observar que, como para la combinación del dispositivo de agitación, el dispositivo de refrigeración, y el dispositivo de extrusión de la unidad 14 de reacción, se puede usar cualquier combinación seleccionada de forma apropiada, distinta de las combinaciones que se presentan en la Tabla 1, siempre que esté dentro del ámbito de la presente invención.

Tabla 1

	Dispositivo A	Dispositivo B	Dispositivo C	Dispositivo D	Dispositivo E
n.º 1	dispositivo de agitación impulsado	dispositivo de refrigeración	con circulación		
n.º 2	agitador de doble husillo	dispositivo de refrigeración	con circulación		
n.º 3	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	con circulación		
n.º 4	Dispositivo de agitación impulsado	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración		
n.º 5	agitador de doble husillo	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración		
n.º 6	mezcladora estática	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración		
n.º 7	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	dispositivo de reacción de tubo de diámetro ancho	bomba de engranaje	dispositivo de agitación impulsado
n.º 8	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	dispositivo de reacción de tubo	bomba de engranaje	agitador de doble husillo
n.º 9	mezcladora estática	Dispositivo de reacción de amasado biaxial	dispositivo de refrigeración	bomba de engranaje	mezcladora estática
n.º 10	agitador de doble husillo	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	extrusora de husillo individual	
n.º 11	mezcladora estática	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	extrusora de doble husillo	
n.º 12			con circulación		
<p>* En la Tabla 1, el "dispositivo de agitación impulsado" es una mezcladora/dispositivo de agitación de tanque. * En la Tabla 1, el "dispositivo de refrigeración" es un intercambiador de calor de doble conducto. * En la Tabla 1, el "dispositivo de reacción de tubo" es un dispositivo de reacción, que no tiene particularmente ninguna función de agitación ni función de extrusión, y está compuesto por un conducto, y puede ser, por ejemplo, un conducto espiral, o un conducto lineal.</p>					

10 Como se presenta en la Tabla 1, el dispositivo de refrigeración se puede proporcionar en el lado aguas arriba del dispositivo de refrigeración en la unidad 14a de circulación, o el dispositivo de agitación se puede proporcionar en el lado aguas arriba del dispositivo de refrigeración. Además, los dispositivos de refrigeración y los dispositivos de agitación se pueden proporcionar de forma alternante.

15 En el caso en el que la mezcladora inmóvil se usa como dispositivo de agitación, es preferente que el dispositivo de agitación se proporcione en el lado aguas abajo de la bomba 16 de circulación debido a que la pérdida de presión debida a la disposición de la mezcladora inmóvil se compensa mediante la bomba 16 de circulación. Al disponer el dispositivo de agitación en el lado aguas arriba del dispositivo de extrusión, la mezcla se agita antes de que la reacción de polimerización se lleve a cabo localmente, y por lo tanto existe la ventaja de que se puede mejorar la uniformidad del polímero.
 20

En la Figura 3B, se ilustra un ejemplo en el que hay una unidad 14a de circulación en el aparato 100 de producción de polímero, pero el aparato 100 de producción de polímero puede tener dos o más unidades 14a de circulación. En el caso en el que se proporciona una pluralidad de unidades 14a de circulación, las condiciones de reacción (polimerización) por unidad 14a de circulación, es decir, temperatura, concentración de fluido compresivo, concentración de catalizador, presión, tiempo de retención promedio, y velocidad de agitación, pueden ser idénticas, pero es preferente que se seleccionen condiciones óptimas para cada unidad de circulación dependiendo del progreso de la polimerización. Se ha de observar que no es muy buena idea que se conecte un número excesivamente grande de unidades 14a de circulación para dar numerosas etapas, ya que puede prolongar el tiempo de reacción, o puede complicar la estructura del aparato. El número de etapas es preferentemente de 1 a 4, más preferentemente de 1 a 3. En el caso en el que las unidades 14a de circulación se conectan para dar numerosas etapas, el fluido compresivo o el catalizador se pueden añadir en la segunda etapa o posteriormente.

En el caso en el que la polimerización se lleva a cabo con una sola unidad 14 de reacción, por lo general, el grado de polimerización del polímero resultante o la cantidad de polímero residual es inestable y varía fácilmente, y por lo tanto no es adecuado para la producción industrial. Se considera que la inestabilidad del mismo está causada debido a que están presentes conjuntamente las materias primas que tienen una viscosidad en estado fundido de unos pocos poises a varias decenas de poise y el polímero polimerizado que tiene una viscosidad en estado fundido de aproximadamente 1000 poise (100 Pa.s). Por otra parte, la diferencia de viscosidad en el interior de la unidad 14a de circulación y la unidad 14b de extrusión (unidad 14 de reacción, también denominada sistema de polimerización) se puede reducir por fusión (licuefacción) de las materias primas y el polímero generado en la presente realización, y por lo tanto se puede producir de forma estable un polímero con un número reducido de etapas en comparación con un aparato de producción de polímero convencional.

La tapa 15 de extrusión es un ejemplo de una unidad de descarga configurada para descargar el polímero obtenido a través de una reacción de polimerización en la unidad 14b de extrusión. Se ha de observar que se puede descargar un producto de polímero P de la unidad 14b de extrusión utilizando la diferencia de presión entre el interior y el exterior de la unidad 14b de extrusión. En este caso, se puede proporcionar una válvula de control de presión o una bomba de medición en el lado aguas arriba de la tapa 15 de extrusión con el fin de controlar la cantidad de descarga desde la tapa 15 de extrusión.

En la presente realización, el canal de transporte del monómero o el polímero generado desde el alimentador 2 de medición (primera unidad de suministro) hasta la tapa 15 de extrusión (unidad de descarga) está preferentemente comunicado. Como resultado de esto, la reacción de polimerización se puede llevar a cabo de forma continua, y por lo tanto se puede prevenir la formación de un producto irregular debido al progreso local de la reacción de polimerización.

(Realización 2)

A continuación en el presente documento se explica una realización de la producción de polímero que usa el aparato de producción de polímero de la presente invención.

<Materias primas>

En la presente realización, las materias primas son los materiales a partir de los que se produce el polímero, y los materiales que serán los componentes constituyentes del polímero. Las materias primas contienen al menos un monómero, contienen además preferentemente un catalizador, y pueden contener además otros componentes, tales como un iniciador, y aditivos, según se requiera.

En cuanto al monómero, se usa de forma adecuada un monómero polimerizable.

«Monómero polimerizable»

El monómero polimerizable para su uso en la presente realización es preferentemente un monómero polimerizable de apertura de anillo, aunque depende de la combinación del monómero polimerizable de apertura de anillo y el fluido compresivo para su uso. Entre los monómeros polimerizables por apertura de anillo, es preferente un monómero polimerizable por apertura de anillo que contiene un esqueleto de carbonilo, tal como un enlace éster, en un anillo del mismo. En el esqueleto de carbonilo, un oxígeno que tiene una alta electronegatividad se une a un carbono con un doble enlace y los electrones del enlace π se encuentran fuertemente atraídos por el oxígeno, y de ese modo el oxígeno está polarizado negativamente, y el carbono está polarizado positivamente. Por lo tanto, la reactividad del mismo es elevada. Además, en el caso en el que el fluido compresivo es dióxido de carbono, se supone que la afinidad entre el dióxido de carbono y el polímero generado es elevada, ya que el esqueleto de carbonilo tiene una estructura similar a la del dióxido de carbono. El efecto de plastificación del polímero generado con el fluido compresivo es elevado debido a los factores mencionados anteriormente.

Algunos ejemplos del monómero polimerizable por apertura de anillo incluyen éster cíclico, y carbonato cíclico.

El éster cíclico se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación, pero es preferente un dímero cíclico obtenido a través de deshidratación-condensación de una forma L y/o una forma D de un compuesto representado por la siguiente fórmula general (1).

5 $R-C^*-H(-OH)(-COOH)$ Fórmula General (1)

En la fórmula general (1), R es un grupo alquilo C1-C10, y C* representa un carbono asimétrico.

10 Algunos ejemplos específicos de compuesto representado por la fórmula general (1) incluyen los enantiómeros del ácido láctico, los enantiómeros del ácido 2-hidroxi-butanoico, los enantiómeros del ácido 2-hidroxipentanoico, los enantiómeros del ácido 2-hidroxihexanoico, los enantiómeros del ácido 2-hidroxihexanoico, los enantiómeros del ácido 2-hidroxioctanoico, los enantiómeros del ácido 2-hidroxinonanoico, los enantiómeros del ácido 2-hidroxidecanoico, los enantiómeros del ácido 2-hidroxundecanoico, y los enantiómeros del ácido 2-hidroxidodecanoico. Estos se pueden usar solos, o en combinación. Entre ellos, son preferentes los enantiómeros del ácido láctico dado que son altamente reactivos y fácilmente disponibles.

20 El éster cíclico para uso, que es distinto del compuesto representado por la fórmula general (1), se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación. Algunos ejemplos del mismo incluyen β -propiolactona, β -butirolactona, γ -butirolactona, γ -hexanolactona, γ -octanolactona, δ -valerolactona, δ -hexanolactona, δ -octanolactona, ϵ -caprolactona, δ -dodecanolactona, α -metil- γ -butirolactona, β -metil- δ -valerolactona, glicólido y lactida. Entre ellos, es particularmente preferente ϵ -caprolactona dado que es altamente reactiva y fácilmente disponible.

25 El carbonato cíclico se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación, y algunos ejemplos del mismo incluyen carbonato de etileno, y carbonato de propileno.

«Catalizador»

30 En la presente realización, se usa preferentemente un catalizador. El catalizador usado en la presente realización se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido, y puede ser un catalizador metálico que contiene un átomo metálico, o un catalizador orgánico exento de un catalizador metálico.

35 El catalizador metálico se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación, y algunos ejemplos del mismo incluyen: un compuesto de estaño, tal como octilato de estaño, dibutilato de estaño, y sal de estaño de bis(ácido 2-etilhexanoico); un compuesto de aluminio, tal como acetilacetato de aluminio, y acetato de aluminio un compuesto de titanio, tal como titanato de tetraisopropilo, y titanato de tetrabutilo; un compuesto de circonio, tal como isopropóxido de circonio; y un compuesto antimonio, tal como trióxido de antimonio.

40 En el caso en el que el uso del polímero que se obtiene requiere seguridad y estabilidad, se usa preferentemente como catalizador un compuesto orgánico (catalizador orgánico) exento de un átomo metálico para el uso de la presente realización. El uso de un catalizador orgánico exento de un átomo metálico como el catalizador en la presente realización es preferente debido a que la duración de la reacción de polimerización se puede acortar en comparación con el caso en el que el monómero polimerizable por apertura de anillo se polimeriza por apertura de anillo usando un catalizador orgánico exento de un átomo metálico de acuerdo con un método de producción convencional, y se puede proporcionar un método de producción de polímero que da una excelente tasa de polimerización. En la presente realización, el catalizador orgánico no se limita de forma particular, siempre que contribuya a la reacción de polimerización de apertura de anillo de un monómero polimerizable por apertura de anillo, y se puede liberar y regenerar a través de una reacción con alcohol después de formar un producto intermedio activo con el monómero polimerizable por apertura de anillo.

50 El catalizador orgánico es preferentemente un compuesto que tiene basicidad y que sirve como agente nucleófilo, más preferentemente un compuesto básico que contiene un átomo de nitrógeno nucleófilo, y más preferentemente un compuesto cíclico básico que contiene un átomo de nitrógeno nucleófilo. Se ha de observar que un agente nucleófilo (o nucleófilo) es una especie química (o característica de la misma) que reacciona con un electrófilo.

55 El compuesto mencionado anteriormente se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación, y algunos ejemplos del mismo incluyen monoamina cíclica, diamina cíclica (por ejemplo, un compuesto de diamina cíclica que tiene un esqueleto de amidina), un compuesto de triamina cíclica que tiene un esqueleto de guanidina, un compuesto aromático heterocíclico que contiene un átomo de nitrógeno, y carbino N-heterocíclico. Se usa un catalizador orgánico catiónico para la reacción de polimerización por apertura de anillo, pero el catalizador orgánico catiónico retira hidrógeno (transferencia de cadena) de una cadena principal de un polímero. Por lo tanto, la distribución de peso molecular del producto de polímero resultante se vuelve amplia y es difícil obtener un producto de polímero que tenga un alto peso molecular.

65 Algunos ejemplos de la monoamina cíclica incluyen quinaclidona.

Algunos ejemplos de la diamina cíclica incluyen 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano (DABCO) y 1,5-diazabicyclo[4.3.0]noneno-5.

5 Algunos ejemplos de compuesto de diamina cíclica que tiene un esqueleto de diamina incluyen 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-eno (DBU) y diazabicyclononeno.

Algunos ejemplos del compuesto de triamina cíclica que tiene un esqueleto de guanidina incluyen 1,5,7-triazabicyclo[4.4.0]dec-5-eno (TBD) y difenilguanidina (DPG).

10 Algunos ejemplos del compuesto aromático heterocíclico que contiene un átomo de nitrógeno incluyen N,N-dimetil-4-aminopiridina (DMAP), 4-pirrolidinopiridina (PPY), pirrocolina, imidazol, pirimidina y purina.

Algunos ejemplos del carbino N-heterocíclico incluyen 1,3-di-terc-butilmidazol-2-ilideno (ITBU).

15 Entre ellos, son preferentes DABCO, DBU, DPG, TBD, DMAP, PPY, e ITBU, ya que tienen una alta capacidad nucleófila sin estar fuertemente afectados por impedimento histérico, o tienen tales puntos de ebullición que se pueden retirar en condiciones de presión reducida.

20 Entre estos catalizadores orgánicos, por ejemplo, DBU es líquido a temperatura ambiente, y tiene un punto de ebullición. En el caso en el que al catalizador orgánico se selecciona para uso, el catalizador orgánico se puede retirar de forma básicamente cuantitativa del polímero obtenido por tratamiento del polímero a presión reducida. Se ha de observar que el tipo de disolvente orgánico, o de si se lleva a cabo un tratamiento de retirada o no, se determina dependiendo del fin pretendido de un producto de polímero generado.

25 El tipo y la cantidad del catalizador orgánico para uso no se puede determinar incondicionalmente ya que puede variar dependiendo de la combinación del fluido compresivo y el monómero polimerizable por apertura de anillo para uso, pero la cantidad del mismo es preferente de un 0,01 % en moles a un 15 % en moles, más preferentemente de un 0,1 % en moles a un 1 % en moles, e incluso más preferente de un 0,3 % en moles a un 0,5 % en moles, con respecto a un 100 % en moles del monómero polimerizable por apertura de anillo. Cuando la cantidad del mismo es menor de un 0,01 % en moles, el catalizador se desactiva antes de la finalización de la reacción de polimerización, y como resultado no se puede obtener en algunos casos un polímero que tiene un peso molecular objetivo de un polímero. Cuando la cantidad del mismo es mayor de un 15 % en moles, puede ser difícil controlar la reacción de polimerización.

35 «Otros componentes»

Se pueden usar opcionalmente otros componentes, tales como un iniciador, y diversos aditivos, en el método de producción de polímero de la presente realización.

40 -Iniciador-

En la presente realización, se usa preferentemente un iniciador para controlar el peso molecular del polímero que se va a obtener.

45 En lo que respecta al iniciador, se puede usar cualquiera de los iniciadores convencionales sin ninguna limitación. En el caso en el que el iniciador es un iniciador basado en alcohol, el iniciador puede ser monoalcohol alifático, o dialcohol, o alcohol polihídrico, y puede estar saturado o insaturado.

50 Algunos ejemplos del iniciador incluyen: monoalcohol, tal como etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, nonanol, decanol, alcohol laurílico, alcohol miristílico, alcohol cetílico, y alcohol estearílico; dialcohol, tal como etilenglicol, 1,2-propanodiol, 1,3-propanodiol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, hexanodiol, nonanodiol, tetrametilenglicol, y polietilenglicol; alcohol polihídrico, tal como glicerol, sorbitol, xitol, ribitol, eritritol, y trietanol amina; lactato de metilo; y lactato de etilo.

55 Además, también se puede usar como el iniciador un polímero que tiene un resto de alcohol en un extremo terminal del mismo, tal como policaprolactonodiol y politetrametilenglicol. El uso de tal polímero permite sintetizar copolímeros en dibloque o copolímeros en tribloque.

60 La cantidad del iniciador para uso se puede ajustar de forma apropiada dependiendo del peso molecular objetivo del polímero, y la cantidad del mismo es preferentemente de un 0,03 % en moles a un 5 % en moles, más preferentemente de un 0,03 % en moles a un 0,1 % en moles, con respecto a un 100 % en moles de un monómero. Con el fin de prevenir un inicio de polimerización irregular, preferentemente el monómero y el iniciador se mezclan suficientemente antes de que el monómero se ponga en contacto con el catalizador.

65

-Aditivos-

Se pueden añadir opcionalmente aditivos para la polimerización por apertura de anillo. Algunos ejemplos de los aditivos incluyen un tensioactivo, un antioxidante, un estabilizante, un agente antienturbiamiento, un absorbente de rayos UV, un pigmento, un colorante, partículas inorgánicas, diversas cargas, un estabilizador térmico, un retardante de llama, un agente de nucleación cristalina, un agente antiestático, un agente que mejora la humedad superficial, un adyuvante de incineración, un lubricante, un producto natural, un agente de liberación, un plastificante, y otros agentes similares.

Si fuera necesario, se puede usar un terminador de polimerización (por ejemplo, ácido benzoico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido metafosfórico, ácido acético y ácido láctico) después de la finalización de la reacción de polimerización.

La cantidad de aditivo varía dependiendo del fin pretendido para la adición del aditivo, o del tipo de los aditivos, pero es preferentemente de 0 partes en masa a 5 partes en masa, con respecto a 100 partes en masa del producto de polímero.

Un tensioactivo para uso es preferentemente un tensioactivo que se funde en el fluido compresivo, y tiene compatibilidad tanto por el fluido compresivo como por el monómero polimerizable por apertura de anillo. El uso de un tensioactivo puede producir los efectos de que la reacción de polimerización se pueda llevar a cabo de forma uniforme, y el copolímero resultante tenga una distribución de peso molecular definida, y se pueda producir fácilmente en forma de partículas. Cuando se usa el tensioactivo, el tensioactivo se puede añadir al fluido compresivo, o se puede añadir al monómero polimerizable por apertura de anillo. En el caso en el que se usa dióxido de carbono como el fluido compresivo se puede usar, por ejemplo, un tensioactivo que tiene grupos que tienen afinidad por el dióxido de carbono y grupos que tienen afinidad por el monómero en una molécula del mismo. Algunos ejemplos de tal tensioactivo incluyen un fluorotensioactivo, y un tensioactivo de silicona.

Algunos ejemplos del estabilizador incluyen aceite de haba de soja epoxidado, y carbodiimida.

Algunos ejemplos del antioxidante incluyen 2,6-di-t-butil-4-metil fenol, y butilhidroxianisol.

Algunos ejemplos del agente antienturbiamiento incluyen éster de ácido graso de glicerina, y citrato de monoestearilo.

Algunos ejemplos de la carga incluyen arcilla, talco, y sílice, que tienen efectos como agente absorbente de rayos UV, estabilizador térmico, retardante de llama, agente de liberación de molde interno, y agente de núcleo cristalino.

Algunos ejemplos del pigmento incluyen óxido de titanio, negro de humo, y azul ultramarino.

40 <Fluido compresivo>

El fluido compresivo que se usa en el método de producción de la presente realización se explica a continuación por referencia a las Figuras 1 y 2. La Figura 1 es un diagrama de fases que ilustra el estado de una sustancia con respecto a temperatura y la presión. La Figura 2 es un diagrama que define el intervalo del fluido compresivo en la presente realización. En la presente realización, la expresión "fluido compresivo" significa un fluido de una sustancia, que está en un estado que está en cualquiera de las regiones (1), (2), y (3) de la Figura 2 en el diagrama de fase de la Figura 1.

En tales regiones, se conoce que la sustancia tiene una densidad extremadamente alta y muestra comportamientos diferentes de los que muestra a temperatura normal y presión normal. Se ha de observar que la sustancia es un fluido supercrítico cuando está en la región (1). El fluido supercrítico es un fluido que existe como un fluido de alta densidad no condensable a temperatura y presión que exceden los puntos críticos correspondientes, que son puntos limitantes en los que pueden coexistir gas y líquido. Cuando una sustancia está en la región (2), la sustancia es un líquido. Sin embargo, en la presente realización, la sustancia es un gas licuado obtenido por compresión de una sustancia que existe como gas a la temperatura normal (25 °C) y presión ambiente (1 atm (101,3 kPa)). Cuando una sustancia está en la región (3), la sustancia está en estado gaseoso. Sin embargo, en la presente realización, la sustancia es un gas a alta presión cuya presión es 1/2 o mayor que la presión crítica (Pc), es decir 1/2 Pc o superior.

Algunos ejemplos de la sustancia que constituye el fluido compresivo incluyen monóxido de carbono, dióxido de carbono, óxido de dinitrógeno, nitrógeno, metanol, etanol, propano, 2,3-dimetilbutano, y etileno. Estos se pueden usar solos, o en combinación. Entre ellos, es preferente el dióxido de carbono debido a que la presión crítica y la temperatura crítica del dióxido de carbono son respectivamente aproximadamente 7,4 MPa y aproximadamente 31 °C, y de ese modo el estado supercrítico del dióxido de carbono se forma fácilmente. Además, el dióxido de carbono no es inflamable, y por lo tanto se manipula fácilmente.

65

En el caso en el que se usa el dióxido de carbono como disolvente, se ha considerado convencionalmente que el dióxido de carbono no es adecuado para la polimerización aniónica viva, y puede reaccionar con sustancias básicas y nucleófilas. Sin embargo, los presentes inventores han descubierto que, desestimando el conocimiento convencional, una relación de polimerización progresa cuantitativamente durante un corto período de tiempo al coordinar de forma estable un catalizador orgánico básico y nucleófilo con un monómero de apertura de anillo incluso en dióxido de carbono supercrítico, para abrir de ese modo la estructura de anillo del mismo y, como resultado, la reacción de polimerización progresa de forma viva. En la presente memoria descriptiva, el término "vivo" significa que la reacción progresa cuantitativamente sin ninguna reacción secundaria tal como una reacción de transferencia o reacción de terminación, de un modo tal que la distribución de peso molecular del polímero obtenido es relativamente definida, y es monodispersable.

<Método de polimerización>

A continuación, se explica el método de polimerización de un monómero polimerizable por apertura de anillo por medio del aparato 100 de producción de polímero por referencia a las Figuras 3A y 3B. En la presente realización, el monómero polimerizable por apertura de anillo y el fluido compresivo se suministran de forma continua, y se ponen en contacto entre sí para polimerizar el monómero polimerizable por apertura de anillo a través de una polimerización de apertura de anillo, para obtener de ese modo de forma continua el polímero.

En primer lugar, se operan cada alimentador (2, 4) de medición, la bomba 6 de medición, la bomba 8 de medición, y la bomba 12 de medición, y el monómero polimerizable por apertura de anillo, el iniciador, los aditivos, y el fluido compresivo de los tanques (1, 3, 5, 7, 11) se suministran de forma continua. Como resultado, las materias primas y el fluido compresivo se introducen de forma continua en el conducto de la unidad 9 de contacto desde los puertos de entrada (9a, 9b, 9c, 9d, 9e). El orden de operación de los alimentadores (2, 4) de medición, la bomba 6 de medición, la bomba 8 de medición, y la bomba 12 de medición no se limita de forma particular, pero es preferente que la bomba 8 de medición se opere en primer lugar, ya que las materias primas se pueden solidificar debido a la reducción de la temperatura, cuando las materias primas iniciales se envían a la unidad 9 de contacto sin estar en contacto con el fluido compresivo. Se ha de observar que las materias primas sólidas (polvo o partículas) pueden tener una baja exactitud en la medición en comparación con las materias primas líquidas. En este caso, las materias primas sólidas se pueden almacenar en el tanque 5 en un estado licuado con antelación, y a continuación las materias primas se pueden introducir en la unidad 9 de contacto mediante la bomba 6 de medición. En este caso, las materias primas se pueden alimentar mediante la bomba 10 de alimentación ya que están licuadas, y por lo tanto el fluido compresivo se puede suministrar desde el puerto de entrada 13a de la unidad 13 de contacto, o suministrar continuamente de forma dividida desde el puerto de entrada 9a y el puerto de entrada 13a.

La velocidad de alimentación de cada materia prima mediante cada uno de los alimentadores (2, 4) de medición y la bomba 6 de medición se ajusta para que sea constante basándose en la proporción cuantitativa predeterminada del monómero polimerizable por apertura de anillo, el iniciador, y los aditivos. La masa total de las materias primas suministradas por unidad de tiempo mediante los respectivos alimentadores (2, 4) de medición y la bomba 6 de medición (la velocidad de alimentación de las materias primas en g/min) se ajusta basándose en las propiedades físicas deseadas del polímero, o el tiempo de reacción. De forma similar, la masa del fluido compresivo suministrada por unidad de tiempo mediante la bomba 8 de medición (la velocidad de alimentación del fluido compresivo en g/min) se ajusta basándose en las propiedades físicas deseadas del polímero, o el tiempo de reacción. La proporción de la velocidad de alimentación de las materias primas con respecto a la velocidad de alimentación del fluido compresivo (velocidad de alimentación de materias primas/velocidad de alimentación del fluido compresivo, que también se denomina proporción de alimentación) es preferentemente 1 o mayor, más preferentemente 3 o mayor, incluso más preferentemente 5 o mayor, y de forma particularmente preferente de 10 a 20. Además, el límite superior de la proporción de alimentación es preferentemente 1000 o menor, más preferentemente 1000 o menor, y de forma particularmente preferente 50 o menor.

Mediante el ajuste de la proporción de alimentación a 1 o mayor, la reacción se lleva a cabo con una alta concentración de las materias primas y el polímero generado (es decir, contenido de sólidos), a medida que las materias primas y el fluido compresivo se alimentan a la unidad 13 de contacto. En este caso, el contenido de sólidos del sistema de polimerización es totalmente diferente del contenido de sólidos de un sistema de polimerización en el que se disuelve una pequeña cantidad del monómero polimerizable por apertura de anillo en una cantidad significativa de un fluido compresivo para llevar a cabo la polimerización de acuerdo con un método de producción convencional. De acuerdo con el método de producción de la presente realización, la reacción de polimerización se lleva a cabo de forma eficaz y estable incluso con un sistema de polimerización de alto contenido de sólidos. Se ha de observar que, en la presente realización, la proporción de alimentación se puede ajustar a menos de 1. En ese caso, no existe ningún problema en la calidad del producto de polímero que se obtiene, pero la eficacia de coste puede ser baja. Cuando la proporción de alimentación es mayor de 1000, el efecto del fluido compresivo para fundir el monómero polimerizable por apertura de anillo puede ser insuficiente, y por lo tanto la reacción pretendida puede no llevarse a cabo de forma uniforme.

Las materias primas y el fluido compresivo se introducen de forma continua en el conducto de la unidad 9 de contacto y por lo tanto se ponen en contacto entre sí de forma continua. Como resultado, las materias primas, tales

como el monómero polimerizable por apertura de anillo, el iniciador, y los aditivos, se disuelven o se funden cada uno en la unidad 9 de contacto. En el caso en el que la unidad 9 de contacto está equipada con un dispositivo de agitación, las materias primas y el fluido compresivo se pueden agitar. Con el fin de evitar que el fluido compresivo introducido se convierta en un gas, la temperatura y la presión en el interior del conducto de la unidad 14 de reacción se controlan para que la temperatura y la presión sean iguales o mayores que el punto triple del fluido compresivo. Este control se lleva a cabo ajustando la salida del calentador 9f de la unidad 9 de contacto, o la cantidad suministrada del fluido compresivo. En la presente realización, la temperatura a la que se funde el monómero polimerizable por apertura de anillo puede ser una temperatura igual o menor que el punto de fusión del monómero polimerizable por apertura de anillo a presión atmosférica. Esto es debido a que la presión interna de la unidad 9 de contacto se vuelve alta en presencia del fluido compresivo, y por lo tanto el punto de fusión del monómero polimerizable por apertura de anillo es menor que el punto de fusión del mismo a la presión atmosférica. Por lo tanto, el monómero polimerizable por apertura de anillo se funde en la unidad 9 de contacto, incluso cuando la cantidad del fluido compresivo es relativamente pequeña con respecto al monómero polimerizable por apertura de anillo.

Con el fin de fundir cada una de las materias primas de forma eficaz, se puede ajustar el ritmo de aplicación de calor a o de agitación de las materias primas y el fluido compresivo en la unidad 9 de contacto. En este caso, el calentamiento o la agitación se pueden llevar a cabo después de poner en contacto entre sí las materias primas y el fluido de contacto, o el calentamiento o la agitación se pueden llevar a cabo mientras se ponen en contacto entre sí las materias primas y el fluido compresivo. Para hacer la fusión de los materiales incluso más cierta, por ejemplo, el monómero polimerizable por apertura de anillo y el fluido compresivo se pueden poner en contacto entre sí después de calentamiento del monómero polimerizable por apertura de anillo a una temperatura igual o mayor que el punto de fusión del mismo. En este caso, cuando la unidad 9 de contacto está compuesta por un dispositivo de mezcla biaxial, por ejemplo, cada uno de los aspectos mencionados anteriormente se puede llevar a cabo mediante el ajuste apropiado de la alineación de husillos, la disposición de los puertos de entrada (9a, 9b, 9c, 9d, 9e), y la temperatura del calentador 9f.

En la presente realización, los aditivos se suministran a la unidad 9 de contacto separadamente del monómero polimerizable por apertura de anillo, pero los aditivos se pueden suministrar conjuntamente con el monómero polimerizable por apertura de anillo. Además, los aditivos se pueden suministrar después de la finalización de la reacción de polimerización. En este caso, los aditivos se pueden añadir con amasado con un producto de polímero después de retirar el producto de polímero obtenido de la unidad 14b de extrusión.

Las materias primas disueltas o fundidas en la unidad 9 de contacto se envían mediante la bomba 10 de alimentación, y se suministran a la unidad 13 de contacto desde el puerto de entrada 13b. Mientras tanto, se mide el catalizador del tanque 11 mediante la bomba 12 de dosificación, y la cantidad predeterminada del mismo se suministra a la unidad 13 de contacto desde el puerto de entrada 13c. El catalizador puede funcionar incluso a temperatura ambiente y, por lo tanto, en la presente realización, el catalizador se añade después de fundir las materias primas en el fluido compresivo. En la técnica convencional, no se ha discutido el ritmo de adición del catalizador en la polimerización por apertura de anillo del monómero polimerizable por apertura de anillo usando el fluido compresivo. En la presente realización, en el curso de la polimerización por apertura de anillo, el catalizador se añade a la mezcla de las materias primas, tal como el monómero polimerizable por apertura de anillo, y el iniciador, que están suficientemente disueltos o fundidos en el fluido compresivo, y se añade a la unidad 9 de contacto o la unidad 13 de contacto, debido a la alta actividad del catalizador. El lugar donde se añade el catalizador no se limita a un lugar, y el catalizador se puede añadir de forma dividida a la unidad 9 de contacto y la unidad 13 de contacto.

Las materias primas enviadas mediante la bomba 10 de alimentación y el catalizador suministrado mediante la bomba 12 de medición se agitan lo suficiente mediante un dispositivo de agitación de la unidad 13 de contacto, o se calientan a temperatura predeterminada mediante el calentador 13d cuando se transportan. Como resultado, el monómero polimerizable por apertura de anillo se polimeriza a través de polimerización por apertura de anillo en presencia del catalizador en la unidad 14 de reacción (etapa de polimerización).

El límite inferior de la temperatura (temperatura de reacción de polimerización) para la polimerización por apertura de anillo del monómero polimerizable por apertura de anillo no se limita de forma particular, pero es preferentemente 40 °C, más preferentemente 50 °C, e incluso más preferentemente 60 °C. Cuando la temperatura de reacción de polimerización es inferior a 40 °C, el monómero polimerizable por apertura de anillo puede tardar mucho tiempo en fundirse con el fluido compresivo dependiendo del tipo de monómero polimerizable por apertura de anillo que se usa, la fusión puede ser insuficiente, o la actividad del catalizador puede ser baja. Como resultado, se puede reducir la velocidad de reacción durante la polimerización y, por lo tanto, la reacción de polimerización puede no ser capaz de realizarse cuantitativamente.

El límite superior de la temperatura de reacción de polimerización no se limita de forma particular, pero el límite superior de la misma es 100 °C, o una temperatura mayor que el punto de fusión del monómero polimerizable por apertura de anillo en 30 °C, la que sea mayor. El límite superior de la temperatura de polimerización es más preferentemente 80 °C, o una temperatura mayor que el punto de fusión del monómero polimerizable por apertura de anillo en 20 °C, la que sea mayor. Cuando a temperatura de reacción de polimerización es mayor que una temperatura mayor que el punto de fusión del monómero polimerizable por apertura de anillo en 30 °C, tiende a

producirse equilibradamente la reacción de despolimerización, que es la reacción inversa a la polimerización por apertura de anillo, y por lo tanto es difícil que la reacción de polimerización transcurra cuantitativamente. En el caso en el que se usa un monómero polimerizable por apertura de anillo tiene un punto de fusión bajo, tal como un monómero polimerizable por apertura de anillo que es líquido a temperatura ambiente, la temperatura de reacción de polimerización se puede ajustar a una temperatura mayor que el punto de fusión del mismo en 30 °C, con el fin de mejorar la actividad del catalizador. Incluso en este caso, la temperatura de reacción de polimerización es preferentemente 100 °C o inferior. Se ha de observar que la temperatura de reacción de polimerización se controla mediante un dispositivo de refrigeración equipado en la unidad 14 de reacción y el calor aplicado externamente a la unidad 14 de reacción. El producto de reacción se suministra al dispositivo de refrigeración y el dispositivo de agitación mediante la bomba 16 de circulación proporcionada en el interior de la unidad 14 de reacción, y a continuación se hace circular. A medida que la refrigeración y la agitación mejoran mediante el caudal de la circulación, la salida de la bomba 16 de circulación se ajusta para dar un caudal que pueda dar el rendimiento de refrigeración y agitación predeterminado.

En un método de producción de polímero convencional que usa dióxido de carbono supercrítico, el monómero polimerizable por apertura de anillo se polimeriza usando una gran cantidad de dióxido de carbono supercrítico, ya que el dióxido de carbono supercrítico tiene una baja capacidad de disolver el polímero. De acuerdo con el método de polimerización de la presente realización, el monómero polimerizable por apertura de anillo se polimeriza a través de polimerización por apertura de anillo a una alta concentración, que no se ha conseguido en la técnica convencional, mediante un método de producción de polímero que usa un fluido compresivo. En este caso, la presión interna de la unidad 14 de reacción se hace alta en presencia del fluido compresivo, y por lo tanto la temperatura de transición vítrea (T_g) del polímero generado se reduce. Como resultado, la reacción de polimerización por apertura de anillo se lleva a cabo uniformemente incluso en un estado en el que la concentración del producto de polímero es alta, ya que la viscosidad del polímero generado es baja.

En la presente realización, el tiempo de reacción de polimerización (el tiempo de retención promedio en la unidad 14 de reacción) se ajusta de forma apropiada dependiendo del peso molecular objetivo del producto de polímero que se va a producir, pero el tiempo de reacción de polimerización está preferentemente dentro de 1 hora, más preferentemente dentro de 45 minutos, e incluso más preferentemente dentro de 30 minutos. De acuerdo con el método de producción de la presente realización, el tiempo de reacción de polimerización se puede establecer dentro de 20 minutos. Este tiempo de reacción de polimerización es corto, y no se ha realizado antes en la polimerización de un monómero polimerizable por apertura de anillo en un fluido compresivo.

La presión para la polimerización, es decir, la presión del fluido compresivo, puede ser la presión a la que el fluido compresivo suministrado mediante el tanque 7 se vuelve un gas líquido ((2) en el diagrama de fases de la Figura 2), o gas a alta presión ((3) en el diagrama de fases de la Figura 2), pero es preferentemente la presión a la que el fluido compresivo se vuelve un fluido supercrítico ((1) en el diagrama de fases de la Figura 2). Al hacer que el fluido compresivo esté en estado de fluido supercrítico, la fusión del monómero polimerizable por apertura de anillo se acelera para llevar a cabo una reacción de polimerización de forma uniforme y cuantitativa. En el caso en el que se usa dióxido de carbono como fluido compresivo, la presión del mismo es preferentemente 3,7 MPa o mayor, más preferentemente 5 MPa o mayor, e incluso más preferentemente 7,4 MPa o mayor, que es la presión crítica o mayor, en vista de la eficacia de la reacción y la tasa de polimerización. Además, en el caso en el que se usa dióxido de carbono como el fluido compresivo, la temperatura del mismo es preferentemente 25 °C o mayor por las mismas razones.

Contenido de humedad de la unidad 14 de reacción es preferentemente un 4 % de moles o menos, más preferentemente un 1 % en moles o menos, e incluso más preferentemente un 0,5 % en moles o menos, con respecto a un 100 % en moles del monómero polimerizable por apertura de anillo. Cuando el contenido de humedad es mayor que un 4 % en moles, puede ser difícil controlar el peso molecular del producto resultante ya que la propia humedad actúa como iniciador. Con el fin de controlar el contenido de humedad en el sistema de polimerización, se puede proporcionar opcionalmente una operación para retirar la humedad contenida en el monómero polimerizable por apertura de anillo y las demás materias primas como pretratamiento.

El producto de polímero P obtenido después de completar la reacción de polimerización de apertura de anillo en la unidad 14b de circulación de la unidad 14 de reacción se descarga fuera de la unidad 14b de circulación mediante la bomba 16 de circulación. La velocidad de descarga del producto de polímero P es preferentemente constante con el fin de operar con una presión constante del sistema de polimerización lleno con el fluido compresivo, para obtener ese modo un producto de polímero uniforme. Para este fin, se controla la tasa de alimentación de la bomba 10 de alimentación para dar una presión de expulsión constante de la bomba 16 de circulación. Con el fin de mantener la presión de retorno de la bomba 10 de alimentación constante, de forma similar, se controlan las velocidades de alimentación del sistema de alimentación de la unidad 9 de contacto, y los alimentadores (2, 4) de medición, y las bombas (6, 8) de medición. El sistema de control puede ser un sistema de control de encendido-apagado, es decir, un sistema de alimentación intermitente, pero en la mayoría de los casos es preferentemente un sistema de control continuo o por etapas donde la velocidad racional de la bomba o similar se aumenta o disminuye gradualmente. Cualquiera de estos controles se lleva a cabo para proporcionar de forma estable un producto de polímero uniforme.

El catalizador remanente en el producto de polímero obtenido en la presente realización se retira opcionalmente. El método de retirada se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación, y algunos ejemplos del mismo incluyen destilación al vacío en el caso de un compuesto que tenga un punto de ebullición, un método en el que el catalizador se extrae mediante el uso de un compuesto capaz de disolver el catalizador tal como un disolvente para retirar de ese modo el catalizador, y un método para retirar el catalizador por absorción del catalizador con una columna.

El sistema para retirar el catalizador puede ser un sistema discontinuo donde el catalizador se retira después de que el producto de polímero se retire de la unidad 14b de extrusión, o un sistema de proceso continuo donde el sistema en el interior de la unidad 14b de extrusión se procesa de forma continua como tal. En el caso de destilación al vacío, las condiciones de vacío se establecen basándose en el punto de ebullición del catalizador. Por ejemplo, la temperatura de vacío es de 100 °C a 120 °C, y el catalizador se puede retirar a una temperatura inferior a la temperatura a la que el producto de polímero se despolimeriza. En el caso en el que se usa un disolvente orgánico en el proceso de extracción, puede ser necesario proporcionar un proceso para retirar el disolvente orgánico después de la extracción del catalizador. Por lo tanto, se usa preferentemente el fluido compresivo como disolvente en el proceso de extracción. En lo que respecta a tal proceso de extracción, se puede aplicar una técnica convencional, tal como extracción de perfume.

«Producto de polímero»

El producto de polímero de la presente realización es un producto de polímero obtenido mediante el método de producción mencionado anteriormente, y es preferentemente un producto de polímero que tiene una cantidad de residuo de monómero polimerizable por apertura de anillo de menos de un 2 % en moles, y un peso molecular promedio en número de 80.000 o mayor.

De acuerdo con el método de producción de polímero de la presente realización, la reacción del polímero se puede llevar a cabo a baja temperatura como se ha descrito anteriormente mediante el uso del fluido compresivo. Por lo tanto, la reacción de despolimerización se puede suprimir significativamente en comparación con la polimerización convencional en estado fundido. Por lo tanto, en la presente realización, se puede conseguir una tasa de polimerización de un 96 % en moles o mayor, preferentemente un 98 % en moles o mayor. Cuando la tasa de polimerización es menos de un 96 % en moles, las características térmicas del polímero resultante pueden ser insuficientes como producto de polímero, y puede ser necesario proporcionar además un proceso para retirar el monómero polimerizable por apertura de anillo del producto de polímero.

La tasa de polimerización significa la proporción de la cantidad del monómero polimerizable por apertura de anillo que contribuye a la generación del polímero con respecto a la cantidad total de monómero polimerizable por apertura de anillo como materia prima. La cantidad del monómero polimerizable por apertura de anillo que contribuye a la generación del polímero se puede determinar descontando la cantidad del monómero polimerizable por apertura de anillo sin reaccionar (la cantidad de residuo de monómero polimerizable por apertura de anillo) de la cantidad de polímero generado.

El peso molecular promedio en número del producto de polímero obtenido en la presente realización se puede ajustar con la cantidad del iniciador, y es preferentemente 80.000 o mayor, más preferentemente de 80.000 a 250.000, y más preferentemente de 120.000 a 250.000. Cuando el peso molecular promedio en número del mismo es mayor de 250.000, puede no ser económico ya que la productividad se deteriora debido al aumento en la viscosidad. Cuando el peso molecular promedio en número del mismo es menor de 80.000, tal polímero puede no ser preferente, ya que la resistencia del mismo es insuficiente.

El valor (M_w/M_n) obtenido por división del peso molecular promedio en peso M_w del producto de polímero obtenido en la presente realización por el peso molecular promedio en número M_n del mismo es preferentemente de 1,0 a 2,5, es más preferentemente de 1,0 a 2,0. Cuando este valor (M_w/M_n) es mayor de 2,5, es muy posible que la reacción de polimerización se haya llevado a cabo de forma no homogénea, y por lo tanto no es preferente ya que es difícil controlar las propiedades físicas del polímero resultante.

El peso molecular del polímero se puede medir mediante cromatografía de permeación en gel (GPC).

El polímero obtenido en el método de producción tiene un valor bajo de índice de amarillo (YI). El valor de YI del polímero se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación, pero el valor de YI del mismo es preferentemente 5,0 o menos, más preferentemente 2,0 o menos. Cuando el valor de YI es mayor de 5,0, existe un problema en el aspecto del polímero.

El valor del índice de amarillo (YI) se puede determinar, por ejemplo, preparando un microgránulo de resina de 2 mm de grosor, y midiendo el microgránulo por medio de una computadora de color SM (fabricada por Suga Test Instruments Co., Ltd.) de acuerdo con la norma JIS-K7103.

El producto de polímero obtenido en la presente realización se produce mediante un método que no usa un catalizador metálico ni un disolvente orgánico, y por lo tanto está básicamente exento de un átomo metálico y un disolvente orgánico. Además, la cantidad de residuo de monómero polimerizable por apertura de anillo en el mismo es extremadamente baja, es decir, preferentemente menos de un 4 % en moles (tasa de polimerización de un 96 % en moles o mayor), más preferentemente menos de un 2 % en moles (tasa de polimerización de un 98 % en moles o mayor), e incluso más preferentemente menos de un 0,1 % en moles (tasa de polimerización de un 99,9 % en moles o mayor). Por lo tanto, el producto de polímero tiene una seguridad y una estabilidad excelentes.

Por lo tanto, las partículas formadas mediante el polímero de la presente realización se usan ampliamente como productos básicos, productos farmacéuticos, productos cosméticos, y tóner electrofotográfico. Se ha de observar que, en la presente realización, el catalizador metálico es un catalizador que se usa para la polimerización de apertura de anillo y contiene un metal. Además, la expresión "básicamente exento de un átomo metálico" significa que no está contenido el átomo metálico que deriva del catalizador metálico. Específicamente, se puede decir que el producto de polímero no contiene ningún átomo metálico, cuando el átomo metálico que deriva del catalizador metálico en el producto de polímero se detecta mediante un método de análisis convencional, tal como espectrometría por emisión atómica-ICP, espectrofotometría de absorción atómica, y colorimetría, y el resultado es menor o igual que el límite de detección. El catalizador metálico se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación, y algunos ejemplos del mismo incluyen: un compuesto de estaño, tal como octilato de estaño, dibutilato de estaño, y sal de estaño de bis(ácido 2-etilhexanoico); un compuesto de aluminio, tal como acetilacetato de aluminio, y acetato de aluminio; un compuesto de titanio, tal como titanato de tetraisopropilo, y titanato de tetrabutilo; un compuesto de circonio, tal como isopropóxido de circonio; y un compuesto antimonio, tal como trióxido de antimonio. Algunos ejemplos del átomo metálico que deriva del catalizador metálico incluyen estaño, aluminio, titanio, circonio, y antimonio.

Además, en la presente realización, la expresión "disolvente orgánico" es un compuesto orgánico que se usa para la polimerización de apertura de anillo y disuelve el polímero obtenido mediante la reacción de polimerización de apertura de anillo. Cuando el polímero obtenido por reacción de polimerización de apertura de anillo es ácido poliláctico (100 % de forma L), algunos ejemplos del disolvente orgánico incluyen un disolvente halogenado (por ejemplo, cloroformo, y cloruro de metileno) y tetrahidrofurano. La expresión "básicamente libre de un disolvente orgánico" significa que la cantidad de disolvente orgánico en el producto de polímero medida mediante el siguiente método de medición es el límite de detección o inferior.

<Método de medición de disolvente orgánico residual>

A 1 parte en masa del producto de polímero que es objeto de la medición, se añaden 2 partes en masa de 2-propanol, y la mezcla resultante se dispersa durante 30 minutos por aplicación de ondas ultrasónicas, seguido de almacenamiento del producto resultante durante 1 día o más en un refrigerador (5 °C) para extraer de ese modo el disolvente orgánico en el producto de polímero. El líquido sobrenadante obtenido de ese modo se analiza mediante cromatografía de gases (GC-14A, SHIMADZU CORPORATION) para determinar las cantidades del disolvente orgánico y los residuos de monómero en el producto de polímero, para medir de ese modo la concentración del disolvente orgánico. Las condiciones de medición para el análisis son las que siguen a continuación.

Dispositivo: GC-14A (SHIMADZU CORPORATION)

Columna: CBP20-M 50-0,25

Detector: FID

Cantidad de inyección: 1 µl a 5 µl

Gas vehículo: He, 2,5 kg/cm²

Caudal de hidrógeno: 0,6 kg/cm²

Caudal de aire: 0,5 kg/cm²

Velocidad de gráfico: 5 mm/min

Sensibilidad: intervalo 101 x Atten 20

Temperatura de la columna: 40 °C

Temperatura de inyección: 150 °C

«Uso del producto de polímero»

El producto de polímero obtenido mediante el método de producción de la presente realización se produce mediante el método que no usa un catalizador metálico ni un disolvente orgánico, tiene una cantidad de monómero residual pequeña, y de ese modo tiene una seguridad y una estabilidad excelentes. Por lo tanto, el producto de polímero obtenido mediante el método de producción de la presente invención se puede usar en diversos tipos de uso tales como un revelador electrofotográfico, una tinta de impresión, una pintura para edificios, productos cosméticos, y materiales médicos. En el momento del uso, se pueden añadir diversos aditivos al producto de polímero con el fin de mejorar la capacidad de moldeado, calidad de fabricación, degradabilidad, resistencia a la tracción, resistencia térmica, estabilidad de almacenamiento, cristalinidad, y resistencia a la intemperie.

(Realización 3)

La Realización 3 se explica como un ejemplo aplicado de la Realización 1. En el método de producción de la Realización 1, se lleva a cabo una reacción cuantitativamente casi sin dejar residuos de monómero. Por lo tanto, en la Realización 3, se sintetiza un producto complejo mediante el uso del producto de polímero producido en el método de producción de la Realización 1, y se ajusta de forma apropiada el ritmo de adición de una pluralidad de monómeros polimerizables por apertura de anillo. Se ha de observar que, en la presente realización, producto complejo significa un copolímero que tiene dos o más segmentos de polímero obtenidos mediante polimerización separada de un monómero en una pluralidad de sistemas, o una mezcla de dos o más polímeros obtenidos mediante polimerización separada de un monómero en una pluralidad de sistemas. Como ejemplo del producto complejo, se explica a continuación en el presente documento el método de síntesis de un estereocomplejo.

<Primer método>

En primer lugar, se explica el primer método por referencia a las Figuras 4A y 4A. Las Figuras 4A y 4A son diagramas esquemáticos que ilustran cada uno un sistema de producción de complejo usado en el primer método. En el primer método, se genera un polímero en el sistema 1 en el sistema 200 de producción de complejo de la Figura 4A de acuerdo con el método de producción de la Realización 1, y se produce un producto complejo PP (un producto de polímero final) poniendo en contacto entre sí en el sistema el producto de polímero P y un segundo monómero polimerizable por apertura de anillo, que se introduce además, para mezclar continuamente de ese modo el producto de polímero P y el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo en presencia de fluido compresivo. Se ha de observar que se puede obtener un producto complejo PP que tiene tres o más segmentos por repetición de sistemas iguales que el sistema 2 en serie en el sistema 200 de producción de complejo de la Figura 4A.

Posteriormente, se explica un ejemplo específico del sistema 200 de producción de complejo por referencia a la Figura 4B. El sistema 200 de producción de complejo contiene el mismo aparato 100 de producción de polímero que se usó en la Realización 1, los tanques (121, 127), un alimentador 122 de medición, una bomba 128 de medición, una unidad 29 de contacto, una unidad 33 de reacción, y una válvula 34 de control de presión.

En el sistema 200 de producción de complejo, el puerto de entrada 33a de la unidad 33 de reacción está conectado al puerto de salida 131d del aparato 100 de producción de polímero a través del conducto 131 resistente a la presión. Por lo tanto, el producto de polímero P generado en el aparato 100 de producción de polímero se puede suministrar a la unidad 33 de reacción en estado fundido sin volver a la presión normal.

El tanque 121 almacena el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo. En el primer método, el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo es un isómero óptico del monómero polimerizable por apertura de anillo almacenado en el tanque 121. El tanque 127 almacena el fluido compresivo. El fluido compresivo almacenado en el tanque 127 no se limita de forma particular, pero puede ser idéntico al fluido compresivo almacenado en el tanque 7 con el fin de llevar a cabo una reacción de polimerización uniformemente. Se ha de observar que el tanque 127 puede almacenar gas o un sólido que se transforma en un fluido compresivo tras aplicación de calor o presión durante el proceso de suministro a la unidad 29 de contacto, o dentro de la unidad 29 de contacto. En este caso, el gas o el sólido almacenado en el tanque 127 se transforma en el estado de (1), (2), o (3) de la Figura 2 en la sección 29 de contacto tras la aplicación de calor o presión.

El alimentador 122 de medición se configura para medir el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo almacenado en el tanque 121 y suministrar continuamente a la unidad 29 de contacto. La bomba 128 de medición se configura para suministrar continuamente el fluido compresivo almacenado en el tanque 127 a la unidad 29 de contacto a una presión y un caudal constantes.

La unidad 29 de contacto es un dispositivo que contiene un vaso resistente a la presión configurado para poner en contacto entre sí continuamente el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo suministrado desde el tanque 121 y el fluido compresivo suministrado desde el tanque 127 para fundir la materia prima. El vaso de la unidad 29 de contacto está equipado con un puerto de entrada 29a para introducir el fluido compresivo suministrado desde el tanque 127 mediante la bomba 128 de medición, y un puerto de entrada 29b para introducir el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo suministrado desde el tanque 121 mediante el alimentador 22 de medición. En lo que respecta a la unidad 29 de contacto, en la presente realización, se usa una idéntica a la unidad 9 de contacto mencionada anteriormente.

La unidad 33 de reacción es un vaso resistente a la presión configurado para polimerizar el producto de polímero P, que se obtiene a través de la polimerización en el aparato de producción de polímero, y se obtiene como un producto intermedio fundido con el fluido compresivo, con el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo fundido con el fluido compresivo en la unidad 29 de contacto. La unidad 33 de reacción está equipada con un puerto de entrada 33a para introducir el producto de polímero P fundido como compuesto intermedio en el vaso, y un puerto de entrada 33b para introducir el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo fundido en la unidad 33 de reacción. La válvula 34 de control de presión se configura para descargar el producto complejo PP, que se

polimeriza en la unidad 33 de reacción, utilizando la diferencia de presión entre el interior y exterior de la unidad 33 de reacción.

5 Se ha de observar que, en la presente realización, la unidad 33 de reacción incluye la unidad 13 de contacto y la unidad 14 de reacción mencionadas anteriormente.

10 En el primer método, se polimeriza un monómero polimerizable por apertura de anillo (por ejemplo, L-lactida) en la unidad 14 de reacción, y después de completar la reacción cuantitativamente, se añade el monómero polimerizable por apertura de anillo isómero óptico (por ejemplo, D-lactida), que es un ejemplo del segundo monómero polimerizable por apertura de anillo, a la unidad 33 de reacción, y se lleva a cabo una reacción de polimerización adicional. Como resultado, se obtiene un copolímero en estereobloque. Este método es muy eficaz, debido a que la reacción se puede llevar a cabo a una temperatura menor o igual que el punto de fusión del monómero polimerizable por apertura de anillo con una pequeña cantidad de residuos de monómero polimerizable por apertura de anillo, de modo que casi nunca se produce la racemización, y el producto de polímero se puede obtener a través de una reacción en una etapa.

<Segundo método>

20 Posteriormente, se explica el segundo método por referencia a la Figura 5. La Figura 5 es un diagrama esquemático que ilustra el sistema 300 de producción de complejo usado en el segundo método. En el segundo método, se produce un producto complejo PP por mezcla continua de una pluralidad de productos de polímero producidos cada uno mediante el método de producción de la Realización 1, en presencia del fluido compresivo. Las pluralidades de los productos de polímero son productos de polímero obtenidos mediante polimerización de monómeros polimerizables por apertura de anillo que son isómeros ópticos entre sí. El sistema 300 de producción de complejo
25 contiene una pluralidad de los aparatos 100 de producción de polímero, un dispositivo 41 de mezcla, y una válvula 42 de control de presión. En el sistema 300 de producción de complejo, se conecta un puerto de entrada 41a del dispositivo 41 de mezcla a los puertos de entrada 131b y 131c de los aparatos 100 de producción de polímero con el conducto 131 resistente a la presión. Por lo tanto, el producto de polímero P generado en cada aparato 100 de producción de polímero se puede suministrar al dispositivo 41 de mezcla en estado fundido como tal, sin volver a la presión normal. Como resultado, la viscosidad de cada producto de polímero P se puede reducir en presencia del fluido compresivo, y por lo tanto se pueden mezclar dos o más productos de polímero P a una temperatura inferior en el dispositivo 41 de mezcla.

30 La Figura 5 ilustra un ejemplo en el que se proporcionan dos aparatos 100 de producción de polímero en paralelo mediante la provisión de un conector 131a en el conducto 131, pero se pueden proporcionar tres o más aparatos 100 de producción de polímero en paralelo.

35 El dispositivo 41 de mezcla se selecciona de forma apropiada dependiendo del fin pretendido sin ninguna limitación, siempre que sea capaz de mezclar la pluralidad de productos de polímero suministrados desde los aparatos 100 de producción de polímero. Algunos ejemplos del dispositivo 41 de mezcla incluyen un dispositivo equipado con un dispositivo de agitación. En lo que respecta al dispositivo de agitación, son preferentes, por ejemplo, un dispositivo de agitación de husillo individual, un dispositivo de agitación de doble husillo donde los husillos engranan entre sí, una mezcladora biaxial que contiene una pluralidad de elementos de agitación que engranan o se solapan entre sí, una amasadora que contiene elementos de agitación espirales que engranan entre sí, y una mezcladora estática.

40 La temperatura para mezclar los productos de polímero en el dispositivo 41 de mezcla (temperatura de mezcla) se puede ajustar de forma similar a la temperatura de reacción de polímero en la unidad (14, 33) de reacción. Se ha de observar que el dispositivo 41 de mezcla se puede equipar con un sistema para suministrar por separado el fluido compresivo a los productos de polímero que se mezclan. La válvula 42 de control de presión es un dispositivo para controlar el caudal del producto complejo PP obtenido por mezcla de los productos de polímero en el dispositivo 41 de mezcla.

45 En el segundo método, se polimerizan con antelación los monómeros de forma L y forma D (por ejemplo, lactida) en el fluido compresivo en el respectivo dispositivo 100 de reacción de polimerización. Además, los productos de polímero obtenidos a través de la polimerización se mezclan en el fluido compresivo para obtener un copolímero en estereobloque. El polímero, tal como ácido poliláctico, a menudo se descompone por lo general cuando se calienta nuevamente y se funde, incluso en el caso en el que la cantidad de residuos de monómero polimerizable por apertura de anillo sea extremadamente baja. El segundo método es eficaz, debido a que se puede evitar la racemización o el deterioro térmico de forma similar al primer método, mediante la mezcla del ácido poliláctico de
50 baja viscosidad, que se ha fundido en el fluido compresivo, a una temperatura menor o igual que el punto de fusión.

55 Se ha de observar que, en el primer método y el segundo método, en los ejemplos se produce un estereocomplejo mediante polimerización de cada uno de los monómeros polimerizables por apertura de anillo, que son isómeros ópticos entre sí. Los monómeros polimerizables por apertura de anillo para el uso en la presente realización no son necesariamente isómeros ópticos entre sí. Además, también es posible mezclar copolímeros en bloque formando cada uno un estereocomplejo, por combinación del primer método y el segundo método.

El aparato de producción de polímero de la Realización 3 puede llevar a cabo una reacción de polimerización de un monómero con la unidad de reacción que contiene la bomba de circulación, después de poner en contacto entre sí las materias primas que incluyen el monómero y el fluido compresivo. Como resultado, se obtiene un producto de polímero uniforme con una cantidad muy pequeña de productos sin reaccionar y con un alto rendimiento por mezcla del monómero, el polímero generado mediante la reacción de polimerización, y el fluido compresivo, incluso cuando el producto de polímero tiene un peso molecular elevado.

(Realización 4)

La Realización 4 es una realización en la que se produce un producto de polímero por retirada de un monómero por medio de un aparato de producción de polímero que contiene una unidad de retirada de monómero. Como resultado, la cantidad de residuos de monómero en el producto de polímero puede ser extremadamente baja.

La Realización 4 se lleva a cabo preferentemente por medio del aparato de producción de polímero que se ilustra en la Figura 9. El aparato de producción de polímero de la Figura 9 es idéntico al aparato 100 de producción de polímero de la Realización 1 ilustrado en las Figuras 3A y 3B, siempre que se proporcione un dispositivo 400 de separación de monómero como la unidad de retirada de monómero en el aparato 100 de producción de polímero.

El dispositivo 400 de separación de monómero es un dispositivo para separar un componente de monómero del producto de polímero descargado desde la tapa 15 de extrusión, y se usa cuando es necesario retirar el componente de monómero del producto de polímero debido al uso pretendido del mismo.

El producto de polímero descargado de la tapa 15 de extrusión aumenta rápidamente la viscosidad del mismo debido a la separación del fluido compresivo, y a la reducción en la temperatura del mismo causada por la expansión adiabática en el momento de la separación.

Cuando el producto de polímero en estado de alta viscosidad se transporta o se agita con el fin de separar un monómero, se aplica una gran energía de cizalladura en el mismo que corta la cadena molecular del mismo y descompone el producto de polímero.

En el dispositivo 400 de separación de monómero, el monómero se separa por corte de la resina (producto de polímero) descargada desde la tapa 15 de extrusión por medio de un peletizador 18 en estado de vacío para conformar la resina en microgránulos, evitando la descomposición del polímero. El monómero separado se recoge mediante un dispositivo 19 de recogida de monómero.

En el caso en el que no se lleva a cabo la separación del monómero (Realización 1), la cantidad del monómero polimerizable por apertura de anillo residual en el producto de polímero es menos de un 4 % en moles (40.000 ppm). En la Realización 4, la cantidad de monómero polimerizable por apertura de anillo residual se puede reducir a menos de un 0,5 % en moles (5000 ppm) llevando a cabo la separación del monómero. El grado de vacío en el momento de la retirada del monómero es preferentemente 10 Torr (1,3 kPa) o inferior, más preferentemente 1 (0,13 kPa) Torr o inferior.

La cantidad del monómero residual se puede determinar mediante un método de medición de la cantidad de lactida descrito en "Voluntary standard associated with food packaging formed of a synthetic resin, such as polyolefine", 3ª edición revisada, suplemento de junio de 2004, Parte 3, Hygienic test method, pág. 13.

Ejemplos

En lo sucesivo en el presente documento, la presente realización se explica más específicamente a través de Ejemplos. Sin embargo, no se debería interpretar que los Ejemplos limitan el alcance de la presente invención de ningún modo.

Se ha de observar que el peso molecular del polímero obtenido en los Ejemplos y los Ejemplos Comparativos, la tasa de polimerización del monómero en los mismos, la cantidad de monómero residual en el polímero obtenido los mismos, la proporción de alimentación los mismos, la productividad continua y el valor de índice de amarillo del polímero obtenido en los mismos, se determinaron de las siguientes formas.

<Medición del peso molecular del polímero>

El peso molecular del polímero se midió mediante cromatografía de permeación en gel (GPC) en las siguientes condiciones.

Aparato: GPC-8020 (producto de TOSOH CORPORATION)
 Columna: TSK G2000HXL y G4000HXL (producto de TOSOH CORPORATION)
 Temperatura: 40 °C
 Disolvente: tetrahidrofurano (THF)

Caudal: 1,0 ml/min

Se inyectó un polímero (1 ml) que tiene una concentración de un 0,5 % en masa para medir la distribución de peso molecular del polímero en las condiciones anteriores. El peso molecular promedio en número M_n y el peso molecular promedio en peso M_w del polímero se calcularon a partir de la distribución de peso molecular del polímero medida en las condiciones mencionadas anteriormente usando una curva de calibración de peso molecular preparada con una muestra convencional de poliestireno monodisperso. La distribución de peso molecular es el valor obtenido por división de M_w por M_n .

10 <Productividad continua>

Después de operar continuamente el aparato de producción de polímero como se ilustra en las Figuras 3A y 3B, la extrusora se desmanteló, y se evaluaron si se había depositado producto de gelificación o no en el husillo, el tubo individual, o las partes de los engranajes, y se evaluaron basándose en los siguientes criterios. Se ha de observar que en el caso en el que la uniformidad del polímero es mala, se depositaron sustancias de gel en el interior del dispositivo, y por lo tanto el aparato no se pudo operar de forma continua.

[Criterios de evaluación]

- 20 A: No existe ninguna deposición por gelificación después de una operación continua durante 24 horas o más.
 B: No existe ninguna deposición por gelificación después de una operación continua durante 12 horas o más pero menos de 24 horas.
 C: Existe deposición por gelificación después de una operación continua de menos de 12 horas.

25 <Tasa de polimerización de monómero>

La tasa de polimerización del monómero se determinó mediante la siguiente fórmula. Tasa de polimerización de monómero (% en moles) = 100 - cantidad de monómero sin reaccionar (% en moles).

- 30 En el caso de ácido poliláctico, la cantidad de monómero sin reaccionar (% en moles) se determinó calculando la proporción del área de pico del cuadruplete atribuido a la lactida (4,98 ppm a 5,05 ppm) con respecto al área de pico del cuadruplete atribuido al ácido poliláctico (5,10 ppm a 5,20 ppm) por medio de un aparato de resonancia magnética nuclear (JNM-AL300, de JEOL Ltd.) en cloroformo deuterado, y multiplicando el valor calculado por 100.

- 35 En el caso de policaprolactona, la cantidad de monómero sin reaccionar (% en moles) se determinó calculando la proporción del área de pico del triplete atribuido a la caprolactona (4,22 ppm a 4,25 ppm) con respecto al área de pico del triplete atribuido a la policaprolactona (4,04 ppm a 4,08 ppm) por medio de un aparato de resonancia magnética nuclear (JNM-AL300, de JEOL Ltd.) en cloroformo deuterado, y multiplicando el valor calculado por 100.

- 40 En el caso de policarbonato, la cantidad de monómero sin reaccionar (% en moles) se determinó calculando la proporción del área de pico del single que atribuido al carbonato de etileno (4,54 ppm) con respecto al área de pico del cuadruplete atribuido al policarbonato (4,22 ppm a 4,25 ppm) por medio de un aparato de resonancia magnética nuclear (JNM-AL300, de JEOL Ltd.) en cloroformo deuterado, y multiplicando el valor calculado por 100.

45 <Proporción de alimentación>

La proporción de alimentación (proporción de mezcla) es una proporción (velocidad de alimentación de las materias primas/velocidad de alimentación del fluido compresivo) de la velocidad de alimentación de la materia prima con respecto a la velocidad de alimentación del fluido compresivo. Por ejemplo, en el aparato 100 de producción de polímero que se ilustra en la Figura 3A, se midieron la cantidad de alimentación de las materias primas desde la bomba 10 de alimentación por minuto y la del fluido compresivo desde la bomba 8 de medición por minuto usando balanzas, para determinar de ese modo la cantidad de alimentación por tasa de suministro por cada velocidad de rotación. La velocidad de rotación de la materia prima que suministra la bomba y la del fluido compresivo que suministra la bomba se ajustaron con inversores para dar de ese modo una proporción de alimentación predeterminada.

<Cantidad de monómero residual>

La cantidad de monómero residual en la composición de poliéster alifático obtenida, tal como una composición de ácido poliláctico, se midió de acuerdo con el método de medición de la cantidad de lactida que se describe en "Voluntary standard associated with food packaging formed of a synthetic resin, such as polyolefine", 3ª edición revisada, suplemento de junio de 2004, Parte 3, Hygienic test method, pág. 13. Específicamente, la composición de poliéster alifático, tal como una composición de ácido poliláctico, se disolvió homogéneamente en diclorometano. A la solución resultante, se añadió una solución mixta de acetona y ciclohexano, para redepositar la composición. El líquido sobrenadante que se obtuvo se proporcionó a un cromatógrafo de gases (GC) equipado con un detector por ionización de llama (FID) para separar los residuos de monómero (por ejemplo, lactida y glicólido). Los residuos de

monómero separados se sometieron a determinación cuantitativa mediante un método de referencia interna, para medir de ese modo la cantidad de residuos de monómero en la composición de poliéster alifático, tal como la composición de ácido poliláctico. Se ha de observar que la medición de la cromatografía de gases (GC) se puede llevar a cabo en las siguientes condiciones. El término "ppm" representado en cada tabla indica una fracción en masa.

[Condiciones de medición de GC]

Columna: columna capilar (Agilent J&W GC Column-DB-17ms, fabricada por Agilent Technologies, 30 m (longitud) x 0,25 mm (diámetro interno), espesor de película: 0,25 µm)
Referencia interna: 2,6-dimetil-γ-pirona
Caudal de la columna: 1,8 ml/min
Temperatura de la columna: 50 °C durante 1 minuto, calentamiento a una velocidad de calentamiento constante de 25 °C/min hasta 320 °C, reteniendo la temperatura a 320 °C durante 5 minutos
Detector: ionización de llama (FID)

<Valor de índice de amarillo (YI)>

Se preparó un microgránulo de resina de 2 mm de grosor del producto de polímero obtenido, y se midió el valor de YI del mismo por medición del microgránulo por medio de una computadora de color SM (fabricada por Suga Test Instruments Co., Ltd.) de acuerdo con la norma JIS-K7103. El resultado se evaluó basándose en los siguientes criterios.

[Criterios de evaluación]

A: el valor de YI fue 2,0 o menos
B: el valor de YI fue mayor de 2,0 pero 5,0 o menos
C: el valor de YI fue mayor de 5,0

Ejemplo 1

Se llevó a cabo la polimerización por apertura de anillo de L-lactida por medio del aparato 100 de producción de polímero que se ilustra en las Figuras 3A y 3B. Se explica la estructura del aparato de producción de polímero.
Tanque 1, Alimentador 2 de dosificación:

Bomba de émbolo NP-S462, fabricada por Nihon Seimitsu Kagaku Co., Ltd.

El tanque 1 se cargó con L-lactida (fabricante: Purac, punto de fusión: 100 °C).
Tanque 3, Alimentador 4 de Dosificación:

Bomba de HPLC inteligente (PU-2080), fabricada por JASCO Corporation

El tanque 3 se cargó con alcohol laurílico como iniciador.
Tanque 5, Bomba 6 de Dosificación: no se usa en el Ejemplo 1
Tanque 7: cilindro de gas de ácido carbónico
Tanque 11, Bomba 12 de Dosificación:

Bomba de HPLC inteligente (PU-2080), fabricada por JASCO Corporation

El tanque 11 se cargó con 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-eno (DBU, fabricante: Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.)(catalizador orgánico). Unidad 9e de Introducción: no se usa en el Ejemplo 1.

Unidad 14 de reacción

Dispositivo A: mezcladora/dispositivo de agitación en tanque (dispositivo de agitación impulsado)
Diámetro interno del tanque: 100 mm
Longitud del tanque: 200 mm
Temperatura del tanque: 100 °C
Velocidad rotacional: 30 rpm
Dispositivo B: dispositivo de refrigeración/intercambiador de calor de doble conducto
Diámetro interno: 14,3 mm
Diámetro interno de la camisa: 43,0 mm
Longitud del intercambiador de calor: 150 mm

El Dispositivo A y el Dispositivo B se conectan con conductos (un primer conducto 31a y un segundo conducto 31b) de modo que se pueda hacer circular el fluido, y el Dispositivo A, el Dispositivo B, y los conductos constituyen la

unidad 14a de circulación (Dispositivo C en la Tabla 2: con circulación).

Dispositivos C a E: no se usan en el Ejemplo 1.

- 5 En el Ejemplo 1, el dispositivo de agitación impulsado (Dispositivo A de la Figura 3) y el dispositivo de refrigeración (Dispositivo B de la Figura 3) se operaron en las condiciones de ajuste descritas anteriormente (n.º 1 de Tabla 2).

10 En primer lugar, el alimentador 2 de medición se operó para suministrar L-lactida en estado fundido en el tanque 1 a la unidad 9 de contacto a una tasa constante. El alimentador 4 de medición se operó para suministrar alcohol laurílico en el tanque 3 a la unidad 9 de contacto a una tasa constante de forma que la cantidad suministrada de alcohol laurílico fuera de 0,15 mol con respecto a 99,85 mol de la cantidad suministrada de L-lactida. La bomba 8 de medición se operó para suministrar ácido carbónico gaseoso (dióxido de carbono) que sirvió como fluido compresivo desde el tanque 7 de forma que la tasa de alimentación fuera de 10. La válvula de la tapa 15 de extrusión se ajustó de modo que la presión interna del vaso de la unidad 9 de contacto fuera de 15 MPa. Posteriormente, la bomba 12 de medición se operó para suministrar el catalizador orgánico (DBU) en el tanque 11 desde el puerto de entrada 13c a una tasa constante de forma que el catalizador orgánico fuera 0,1 mol con respecto a 99,9 mol de la L-lactida. Como resultado, las materias primas tales como la L-lactida, y el alcohol laurílico, el fluido compresivo, y el DBU suministrados cada uno desde el tanque respectivo se pusieron en contacto entre sí continuamente, y se mezclaron con una pala de agitación, para iniciar ese modo la polimerización por apertura de anillo de la L-lactida.

20 Posteriormente, el polímero (ácido poliláctico en el Ejemplo 1) que se había empezado a polimerizar en el puerto de entrada 13c se envió a la unidad 14a de circulación mediante la bomba 10 de alimentación. En la unidad 14a de circulación, se continuó polimerizando el polímero con circulación. El exceso de calor generado durante la reacción se refrigeró mediante el dispositivo de refrigeración. Después de hacer circular el polímero durante un período predeterminado, el polímero se descargó desde el puerto de salida 21 de la tapa 15 de extrusión. En este caso, el tiempo de retención promedio de las materias primas desde el puerto de entrada 13c hasta la descarga se ajustó a aproximadamente 60 minutos. El producto de polímero obtenido se sometió a las mediciones de propiedades físicas (Mn, Mw/Mn, y tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y la evaluación de la productividad continua y el índice amarillo mediante los métodos mencionados anteriormente. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

Ejemplos 2 a 12 y Ejemplos Comparativos 1 a 4

35 Los productos de polímero de los Ejemplos 2 a 12 se obtuvieron de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que la combinación del Dispositivo A al Dispositivo E (un dispositivo de agitación, un dispositivo de refrigeración, una extrusora) proporcionada en la unidad 14 de reacción se cambiaron como representan los números 2 a 12 de la Tabla 2, respectivamente.

40 Los productos de polímero de los Ejemplos Comparativos 1 a 4 se obtuvieron de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que la combinación del Dispositivo A al Dispositivo E (un dispositivo de agitación, un dispositivo de refrigeración, una extrusora) proporcionada en la unidad 14 de reacción se cambiaron como representan los números 13 a 16 de la Tabla 2, respectivamente.

Ejemplo Comparativo 5

45 El producto de polímero del Ejemplo Comparativo 5 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que la combinación del Dispositivo A al Dispositivo E (un dispositivo de agitación, un dispositivo de refrigeración, una extrusora) proporcionada en la unidad 14 de reacción se cambió como representa el n.º 17 de la Tabla 2, y la proporción de alimentación se cambió a 1.500.

Ejemplo 13

50 El producto de polímero del Ejemplo 13 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que la unidad 14a de circulación se cambió por la unidad 14a de circulación espiral ilustrada en la Figura 8 (Realización D de la unidad de circulación descrita posteriormente).

60 A continuación, las realizaciones de la unidad 14 de reacción se resumen en la Tabla 2. Se ha de observar que el Dispositivo A al Dispositivo E de la Tabla 2 corresponden al Dispositivo A al Dispositivo E de la Figura 3B, respectivamente. La unidad 14 de reacción en la que el Dispositivo C no se usó fue la unidad 14 de reacción en la que la parte del Dispositivo C fue un conducto para formar una unidad de circulación.

Tabla 2

	Dispositivo A	Dispositivo B	Dispositivo C	Dispositivo D	Dispositivo E
n.º 1	dispositivo de agitación impulsado	dispositivo de refrigeración	con circulación		
n.º 2	agitador de doble husillo	dispositivo de refrigeración	con circulación		
n.º 3	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	con circulación		
n.º 4	dispositivo de agitación impulsado	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración		
n.º 5	agitador de doble husillo	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración		
n.º 6	mezcladora estática	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración		
n.º 7	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	dispositivo de reacción de tubo de diámetro ancho	bomba de engranaje	dispositivo de agitación impulsado
n.º 8	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	dispositivo de reacción de tubo	bomba de engranaje	agitador de doble husillo
n.º 9	mezcladora estática	dispositivo de reacción de amasado biaxial	dispositivo de refrigeración	bomba de engranaje	mezcladora estática
n.º 10	agitador de doble husillo	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	extrusora de husillo individual	
n.º 11	mezcladora estática	mezcladora estática	dispositivo de refrigeración	extrusora de doble husillo	
n.º 12			con circulación		
n.º 13	dispositivo de reacción de tubo de diámetro ancho	dispositivo de refrigeración			
n.º 14	dispositivo de agitación impulsado	dispositivo de refrigeración	sin circulación		
n.º 15	mezcladora estática		sin circulación		
n.º 16	dispositivo de agitación impulsado		sin circulación	bomba de engranaje	dispositivo de agitación impulsado
n.º 17	dispositivo de agitación impulsado		sin circulación		

Las estructuras específicas de los Dispositivos A a E son las que siguen a continuación:

- 5 Dispositivo de agitación impulsado: dispositivo idéntico al Dispositivo A del Ejemplo 1
 Dispositivo de refrigeración: dispositivo idéntico al Dispositivo B del Ejemplo 1
 Bomba de engranaje: SBJ50, fabricada por Shimadzu Mectem, Inc.
 Cantidad de expulsión: 50 cc/rev
 Velocidad rotacional: ajustada de modo que la presión en el puerto de entrada de la bomba fuera de 15 MPa
- 10 Extrusora de doble husillo: TEX30, fabricada por The Japan Steel Works, Ltd. Los husillos engranan cada uno entre sí
 Diámetro de cilindro: 30 mm
 Direcciones rotacionales biaxiales idénticas
 Velocidad rotacional: 100 rpm
- 15 Extrusora de husillo individual: extrusora MFC, fabricada por Kawata Mfg Co., Ltd.
 Diámetro de cilindro: 30 mm
 Velocidad rotacional: 100 rpm
 Agitador de doble husillo: los husillos engranan entre sí

Diámetro de cilindro: 30 mm
 Direcciones rotacionales biaxiales idénticas
 Velocidad rotacional: 30 rpm
 Mezcladora estática: mezcladora N10, fabricada por Noritake Co., Limited
 5 Número de elementos: 12
 Dispositivo de reacción de amasado biaxial: amasadora KRC, fabricada por KURIMOTO, LTD.

Los husillos engranan entre sí
 Diámetro de cilindro: 25 mm
 Direcciones rotacionales biaxiales opuestas
 10 Velocidad rotacional: 60 rpm
 Dispositivo de reacción de tubo:

Diámetro interno: 14,3 mm

15 Dispositivo de reacción de tubo de diámetro ancho:

Diámetro interno: 32,9 mm

A continuación, la realización de la unidad 14a de circulación se describe posteriormente.

20 <Realización de la unidad de circulación>

A: el segundo conducto 31b se proporcionó para conseguir $\theta = 90^\circ$ en la Figura 7.
 B: como en la Figura 6, el segundo conducto 31b se proporcionó para conseguir $\theta = 0^\circ$ en la Figura 7.
 25 C: el segundo conducto 31b se proporcionó para conseguir $\theta = 45^\circ$ en la Figura 7.
 D: como se ilustra en la Figura 8, parte del segundo conducto 31b se dispuso de forma espiral.

Se ha de observar que en las Figuras 6 a 8, las descripciones del Dispositivo A, el Dispositivo B, y el Dispositivo C de la Figura 3B se omiten. Sin embargo, en realidad, el Dispositivo A, el Dispositivo B, y el Dispositivo C se proporcionan en las mismas basándose en la Tabla 2.

A continuación, cada uno de los productos de polímero obtenido en los Ejemplos 2 a 13 se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en las Tablas 3 a 5.

Además, cada uno de los productos de polímero obtenido en los Ejemplos Comparativos 1 a 5 se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 12.

Ejemplo 14

El producto de polímero del Ejemplo 14 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que el catalizador y el monómero se midieron y se mezclaron en el tanque de monómero. El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 6.

Ejemplo 15

El producto de polímero del Ejemplo 15 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que la temperatura de reacción se cambió como se representa en la Tabla 6. El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 6.

Ejemplo 16

El producto de polímero del Ejemplo 16 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que la presión de reacción se cambió como se representa en la Tabla 6. El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 6.

Ejemplo 17

5 El producto de polímero del Ejemplo 17 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que el catalizador para uso y la temperatura de reacción se cambiaron como se representa en la Tabla 6. El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 6.

Ejemplo 18

10 El producto de polímero del Ejemplo 18 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que el monómero para uso se cambió como se representa en la Tabla 6. El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 6.

Ejemplo 19

20 El producto de polímero del Ejemplo 19 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que el monómero para uso se cambió como se representa en la Tabla 6. El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 6.

Ejemplo 20

25 El producto de polímero del Ejemplo 20 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que la unidad 14a de circulación se cambió por la unidad 14a de circulación que incluye el vector de dirección horizontal (Realización B de la unidad de circulación) ilustrada en la Figura 6. El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 7.

Ejemplo 21

35 El producto de polímero del Ejemplo 21 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que la unidad 14a de circulación se cambió por la unidad 14a de circulación (Realización C de la unidad de circulación) que incluye el vector de dirección de $\theta = 45^\circ$ ilustrada en la Figura 7.

40 El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 7.

Ejemplo 22

45 El producto de polímero del Ejemplo 22 se sintetizó retirando el monómero residual por medio del aparato de producción de polímero equipado con el dispositivo 400 de retirada de monómero ilustrado en la Figura 9.

A continuación se describe la estructura del dispositivo 400 de retirada de monómero.

50 Peletizador 18: peletizador de corte en caliente aéreo

Dispositivo de recuperación de monómero: intercambiador de calor de placas de 2,0 m²

Bomba de vacío: bomba de vacío rotatoria de aceite

55 y su inicial para refrigerar el dispositivo de recuperación de monómero, se usó refrigeración con agua a 10 °C. El grado de vacío del peletizador se confirmó que fuera 1,0 Torr (0,13 kPa) o inferior por medio de un manómetro de mercurio.

60 El producto de polímero se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que se usó el dispositivo 400 de retirada de monómero mencionado anteriormente conectado a la tapa 15 de extrusión. El producto de polímero obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 7.

Ejemplo 23

Se produjo un producto complejo por medio del sistema 300 de producción de complejo ilustrado en la Figura 5. Uno de los aparatos 100 de producción de polímero del sistema 300 de producción de complejo se denomina aparato 5 100 de producción de polímero del Sistema 1, y el otro se denomina aparato 100 de producción de polímero del Sistema 2.

A continuación se describe la estructura del sistema 300 de producción de complejo.

10 Aparato 100 de producción de polímero (Sistema 1, 2): se usó un aparato de producción de polímero idéntico al usado en el Ejemplo 1.

Dispositivo 41 de mezcla: dispositivo de agitación biaxial equipado con husillos engranados entre sí

Diámetro interno de cilindro: 40 mm

15 Direcciones rotacionales biaxiales idénticas

Velocidad rotacional: 30 rpm

Se polimerizó L-lactida en el aparato 100 de producción de polímero del Sistema 1 de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que el monómero para uso y la tasa de alimentación de monómero se cambiaron como se representa en la Tabla 8. Se ha de observar que la tasa de alimentación de monómero es una velocidad de suministro con la que el monómero se suministra desde el tanque 1 a la unidad 9 de contacto. Al mismo tiempo, se polimerizó D-lactida en el aparato 100 de producción de polímero del Sistema 2 de la misma forma que en el Ejemplo 1, con la condición de que el monómero para uso y la tasa de alimentación de monómero se cambiaron como se representa en la Tabla 8. Cada producto de polímero (poli L-lactida, poli D-lactida) obtenido en cada 20 aparato 100 de producción de polímero se suministró de forma continua directamente al dispositivo 41 de mezcla mediante la respectiva bomba de medición en estado fundido en presencia de fluido compresivo. Los productos de polímero se mezclaron de forma continua en el dispositivo 41 de mezcla en las condiciones que se representan en la Tabla 8, para obtener ese modo un producto complejo PP (ácido poliláctico formando un estereocomplejo).

30 El producto complejo obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 8.

Ejemplo 24

35 El producto complejo del Ejemplo 24 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 23, con la condición de que el monómero para uso y la velocidad de alimentación de monómero se cambiaron como se representa en la Tabla 8.

40 El producto complejo obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 8.

Ejemplo 25

45 El producto complejo del Ejemplo 25 se obtuvo de la misma forma que en el Ejemplo 23, con la condición de que el catalizador para uso y la temperatura de reacción se cambiaron como se representa en la Tabla 9.

50 El producto complejo obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 9.

Ejemplo 26

55 El producto complejo del Ejemplo 26 se obtuvo por medio del sistema de producción de complejo que se ilustra en la Figura 10B de la misma forma que en el Ejemplo 25, con la condición de que el monómero se retiró por medio del mismo dispositivo 400 de retirada de monómero que el usado en el Ejemplo 22.

60 El producto complejo obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (M_n , M_w/M_n , tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 9.

Ejemplo 27

65 El complejo se produjo por medio del sistema 200 de producción de complejo que se ilustra en las Figuras 4A y 4B. El sistema 200 de producción de complejo de la Figura 4A tiene una estructura en la que los aparatos de producción de polímero de la Figura 3A están conectados en serie, y el aparato 100 de producción de polímero de la Figura 4B

es el aparato de producción de polímero de la Figura 3A. A continuación se describe la estructura del sistema 200 de producción de complejo.

Tanque 1, Alimentador 2 de medición:

5 Bomba de émbolo NP-S462, fabricada por Nihon Seimitsu Kagaku Co., Ltd.

El tanque 1 se cambió con una mezcla que contenía L-lactida, que sirvió como monómero polimerizable por apertura de anillo, en estado fundido, y alcohol laurílico que sirvió como iniciador en una proporción molar de 99,85:0,15.

Tanque 3, Alimentador 4 de medición: no se usa en el Ejemplo 27

10 Tanque 5, Bomba 6 de medición: no se usa en el Ejemplo 27

Tanque 7: cilindro de ácido carbónico gaseoso

Tanque 127: cilindro de ácido carbónico gaseoso

Tanque 121, Alimentador 122 de medición: bomba de émbolo NP-S462, fabricada por Nihon Seimitsu Kagaku Co., Ltd.

15 El tanque 121 se cargó con D-lactida en estado fundido como segundo monómero polimerizable por apertura de anillo.

Tanque 11, Bomba 12 de medición: bomba de HPLC inteligente (PU-2080), fabricada por JASCO Corporation

20 El tanque 11 se cargó con DBU (catalizador orgánico).

Unidad 9 de contacto: dispositivo de agitación biaxial equipado con husillos engranados entre sí

Diámetro interno de cilindro: 30 mm

Direcciones rotacionales biaxiales idénticas

Velocidad rotacional: 30 rpm

25 Unidad 29 de contacto: dispositivo de agitación biaxial equipado con husillos engranados entre sí

Diámetro interno de cilindro: 30 mm

Direcciones rotacionales biaxiales idénticas

Velocidad rotacional: 30 rpm

Puerto de entrada 9e: no se usa en el Ejemplo 27

30 Unidad 14 de reacción: se usó una unidad idéntica a la usada en el Ejemplo 1.

Unidad 33 de reacción: se usó una unidad idéntica a la unidad 14 de reacción del Ejemplo 1.

El alimentador 2 de medición se operó para suministrar la mezcla de L-lactida y alcohol laurílico en el tanque 1 al vaso de la unidad 9 de contacto con un caudal de 4 g/min (tasa de alimentación de monómero). La bomba 8 de medición se operó para suministrar continuamente el ácido carbónico gaseoso en el tanque 7 a la unidad 9 de contacto de una forma tal que la proporción de alimentación fuera de 10. Como resultado, las materias primas, tales como la L-lactida y el alcohol laurílico, y el fluido compresivo se pusieron en contacto entre sí de forma continua en la unidad 9 de contacto, y se fundieron las materias primas.

40 Las materias primas fundidas en la unidad 9 de contacto se enviaron a la unidad 14a de circulación de la unidad 14 de reacción mediante la bomba 10 de alimentación. Mientras tanto, la bomba 12 de medición se operó para suministrar el catalizador de polimerización (DBU) almacenado en el tanque 11 a la unidad 14 la reacción de una forma tal que la cantidad del mismo fuera de 99,9:0,1 (proporción molar) con respecto a la cantidad suministrada de la L-lactida. Como resultado, la L-lactida se polimerizó a través de polimerización por apertura de anillo en presencia de DBU en la unidad 14 de reacción.

Además, el alimentador 122 de medición se operó para suministrar constantemente D-lactida que sirvió como el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo en el tanque 121 al vaso de la unidad 29 de contacto con una tasa de 4 g/min (tasa de alimentación de monómero). Además, la bomba 128 de medición se operó para suministrar de forma continua el ácido carbónico gaseoso en el tanque 127 al vaso de la unidad 29 de contacto de una forma tal que la cantidad de ácido carbónico gaseoso fuera de 5 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de la cantidad suministrada de la D-lactida. Como resultado, la D-lactida y el fluido compresivo se pusieron en contacto entre sí de forma continua en la unidad 29 de contacto, para fundir la D-lactida.

55 El producto de polímero (ácido L-poliláctico) en estado fundido, que fue un producto intermedio, y se obtuvo a través de la polimerización en la unidad 14 de reacción, y la D-lactida fundida en la unidad 29 de contacto se introdujeron en la unidad 33 de reacción. Como resultado, el producto de polímero (ácido L-poliláctico) que sirvió como producto intermedio, y el segundo monómero polimerizable por apertura de anillo (D-lactida) se polimerizaron en la unidad 33 de reacción.

60 Se ha de observar que, en el Ejemplo 27, la presión interna se ajustó a 15 MPa por ajuste de la apertura y el cierre de la válvula 34 de control. La temperatura del vaso de la unidad (9, 29) de contacto fue 100 °C en el puerto de entrada de la misma, y 100 °C en el puerto de salida de la misma. La temperatura de la unidad (14, 33) de reacción fue 100 °C tanto en el puerto de entrada como en el puerto de salida. Además, el tiempo de retención promedio de cada material en la unidad (9, 29) de contacto, o la unidad (14, 33) de reacción se ajustó a 60 minutos mediante el ajuste del sistema de conductos de la unidad (9, 29) de contacto o la unidad (14, 33) de reacción y la longitud del

mismo.

La válvula 34 de control de presión se proporcionó en el margen de la unidad 33 de reacción. El producto complejo PP (ácido poliláctico que forma un estereocomplejo) se descargó de forma continua desde la válvula 34 de control de presión.

El producto complejo obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (Mn, Mw/Mn, tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 10.

Ejemplo 28

El producto complejo del Ejemplo 28 se obtuvo como producto de polímero final de la misma forma que en el Ejemplo 27, con la condición de que el monómero para uso se cambió como se representa en la Tabla 10. El producto complejo obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (Mn, Mw/Mn, tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 10.

Ejemplo 29

El producto complejo del Ejemplo 29 se obtuvo como producto de polímero final de la misma forma que en el Ejemplo 27, con la condición de que el catalizador para uso y la temperatura de reacción se cambiaron como se representa en la Tabla 11. El producto complejo obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (Mn, Mw/Mn, tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 11.

Ejemplo 30

El producto complejo del Ejemplo 30 se obtuvo como producto de polímero final de la misma forma que en el Ejemplo 29, con la condición de que se usó el sistema de producción de complejo que se ilustra en la Figura 10A, y el monómero se retiró por medio del mismo dispositivo 400 de retirada del monómero que el del Ejemplo 22.

El producto complejo obtenido se sometió a la medición de las propiedades físicas del mismo (Mn, Mw/Mn, tasa de polimerización) y la cantidad de monómero residual, y las evaluaciones de la productividad continua y el índice de amarillo de la misma forma que en el Ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 11.

Tabla 3

	Ej.1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida
Catalizador	DBU	DBU	DBU	DBU	DBU	DBU
Iniciador	Alcohol laurílico					
Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Proporción de alimentación	10	10	10	10	10	10
Temp. de reacción (°C)	100	100	100	100	100	100
Presión de reacción (MPa)	15	15	15	15	15	15
Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60	60	60	60	60	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)	1	2	3	4	5	6
Realización de unidad de circulación	A	A	A	A	A	A
Mn	80.000	80.000	82.000	82.000	82.000	84.000
Mw/Mn	1,7	1,8	1,7	1,6	1,6	1,5

ES 2 598 352 T3

	Ej.1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6
Cantidad de monómero residual (ppm)	21.000	20.000	13.000	9.000	10.000	4.000
Tasa de polimerización (%)	98	98	99	99	99	100
Productividad continua	B	B	B	B	B	B
Índice de amarillo	B	B	B	B	B	A
Retirada de monómero	No	No	No	No	No	No

Tabla 4

	Ej. 7	Ej. 8	Ej.9	Ej. 10	Ej. 11	Ej. 12
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida
Catalizador	DBU	DBU	DBU	DBU	DBU	DBU
Iniciador	Alcohol laurílico					
Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Proporción de alimentación	10	10	10	10	10	10
Temp. de reacción (°C)	100	100	100	100	100	100
Presión de reacción (MPa)	15	15	15	15	15	15
Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60	60	60	60	60	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)	7	8	9	10	11	12
Realización de unidad de circulación	A	A	A	A	A	A
Mn	84.000	81.000	82.000	85.000	88.000	82.000
Mw/Mn	1,5	1,5	1,5	1,4	1,4	1,5
Tasa de polimerización (%)	99	100	100	99	100	99
Cantidad de monómero residual (ppm)	14.000	4.500	4.500	9.000	4.000	13.000
Productividad continua	B	B	B	B	A	B
Índice de amarillo	B	A	B	A	A	B
Retirada de monómero	No	No	No	No	No	No

Tabla 5

	Ej. 13
Monómero	Lactida
Catalizador	DBU
Iniciador	Alcohol laurílico
Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15
Proporción de alimentación	10
Temp. de reacción (°C)	100
Presión de reacción (MPa)	15

	Ej. 13
Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)	1
Realización de unidad de circulación	D
Mn	80.000
Mw/Mn	1,6
Tasa de polimerización (%)	100
Cantidad de monómero residual (ppm)	4.000
Productividad continua	B
Índice de amarillo	B
Retirada de monómero	No

Tabla 6

	Ej. 14	Ej. 15	Ej. 16	Ej. 17	Ej. 18	Ej.19
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida	ϵ -caprolactona	Carbonato de etileno
Catalizador	DBU	DBU	DBU	Estaño	DBU	DBU
Iniciador	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico				
Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Proporción de alimentación	10	10	10	10	10	10
Temp. de reacción (°C)	100	80	100	150	100	100
Presión de reacción (MPa)	15	15	10	15	15	15
Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60	60	60	60	60	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)	1	1	1	1	1	1
Realización de unidad de circulación	A	A	A	A	A	A
Mn	81.000	80.000	80.000	81.000	80.000	82.000
Mw/Mn	1,6	1,6	1,7	1,6	1,5	1,5
Tasa de polimerización (%)	98	98	99	98	99	98
Cantidad de monómero residual (ppm)	19.000	20.000	12.000	17.500	8.000	17.000
Productividad continua	B	B	B	B	B	B
Índice de amarillo	B	B	A	B	B	B
Retirada de monómero	No	No	No	No	No	No

Tabla 7

	Ej. 20	Ej. 21	Ej. 22
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida
Catalizador	DBU	DBU	DBU
Iniciador	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico
Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15
Proporción de alimentación	10	10	10
Temp. de reacción (°C)	100	100	100
Presión de reacción (MPa)	15	15	15
Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60	60	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)	1	1	1
Realización de unidad de circulación	B	C	A
Mn	80.000	80.000	80.000
Mw/Mn	1,7	1,6	1,7
Tasa de polimerización (%)	95	96	100
Cantidad de monómero residual (ppm)	51.000	38.000	400
Productividad continua	B	B	B
Índice de amarillo	B	B	B
Retirada de monómero	No	No	Sí

Tabla 8

		Ej.23		Ej.24	
		Sistema 1	Sistema 2	Sistema 1	Sistema 2
Monómero		Lactida (L-)	Lactida (D-)	Lactida (L-)	ϵ -caprolactona
Etapa de polimerización	Catalizador	DBU	DBU	DBU	DBU
	Iniciador	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico
	Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15	0,15
	Proporción de alimentación	10	10	10	10
	Temp. de reacción (°C)	100	100	100	100
	Presión de reacción (MPa)	15	15	15	15
	Velocidad de alimentación de monómero (g/min)	200	200	600	200
	Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60	60	60	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)		1	1	1	1
Realización de unidad de circulación		A	A	A	A

		Ej.23		Ej.24	
		Sistema 1	Sistema 2	Sistema 1	Sistema 2
Monómero		Lactida (L-)	Lactida (D-)	Lactida (L-)	ε-caprolactona
Etapa de mezcla	Temp. de mezcla (°C)	100	100	100	100
	Presión interna de cilindro (MPa)	15		15	
	Tiempo de retención promedio (min)	10		10	
Mn		80.000		81.000	
Mw/Mn		1,8		1,7	
Tasa de polimerización (%)		100		100	
Cantidad de monómero residual (ppm)		4.500		4.000	
Productividad continua		B		B	
Índice de amarillo		B		B	
Retirada de monómero		No		No	

Tabla 9

		Ej.25		Ej.26	
		Sistema 1	Sistema 2	Sistema 1	Sistema 2
Monómero		Lactida (L-)	Lactida (D-)	Lactida (L-)	ε-caprolactona
Etapa de polimerización	Catalizador	Estaño	Estaño	Estaño	Estaño
	Iniciador	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico
	Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15	0,15
	Proporción de alimentación	10	10	10	10
	Temp. de reacción (°C)	150	150	150	150
	Presión de reacción (MPa)	15	15	15	15
	Velocidad de alimentación de monómero (g/min)	200	200	200	200
	Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60	60	60	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)		1	1	1	1
Realización de unidad de circulación		A	A	A	A
Etapa de mezcla	Temp. de mezcla (°C)	150	150	150	150
	Presión interna de cilindro (MPa)	15		15	
	Tiempo de retención promedio (min)	10		10	

ES 2 598 352 T3

	Ej.25		Ej.26	
	Sistema 1	Sistema 2	Sistema 1	Sistema 2
Monómero	Lactida (L-)	Lactida (D-)	Lactida (L-)	ϵ -caprolactona
Mn	81.500		81.000	
Mw/Mn	1,7		1,8	
Tasa de polimerización (%)	98		100	
Cantidad de monómero residual (ppm)	22.000		400	
Productividad continua	B		B	
Índice de amarillo	B		B	
Retirada de monómero	No		Sí	

Tabla 10

		Ej.27		Ej.28	
		Sistema 1	Sistema 2	Sistema 1	Sistema 2
Monómero		Lactida (L-)	Lactida (D-)	Lactida (L-)	ϵ -caprolactona
Etapa de polimerización	Catalizador	DBU	DBU	DBU	DBU
	Iniciador	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico
	Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15	0,15
	Proporción de alimentación	10	10	10	10
	Temp. de reacción (°C)	100	100	100	100
	Presión de reacción (MPa)	15	15	15	15
	Velocidad de alimentación de monómero (g/min)	4	4	4	4
	Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60	60	60	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)		1	1	1	1
Realización de unidad de circulación		A	A	A	A
Mn		82.000		80.000	
Mw/Mn		1,7		1,8	
Tasa de polimerización (%)		100		100	
Cantidad de monómero residual (ppm)		3.500		4.500	
Productividad continua		B		B	
Índice de amarillo		B		B	
Retirada de monómero		No		No	

Tabla 11

		Ej.29		Ej.30	
		Sistema 1	Sistema 2	Sistema 1	Sistema 2
Monómero		Lactida (L-)	Lactida (D-)	Lactida (L-)	ϵ -caprolactona
Etapa de polimerización	Catalizador	Estaño	Estaño	Estaño	Estaño
	Iniciador	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico	Alcohol laurílico
	Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15	0,15
	Proporción de alimentación	10	10	10	10
	Temp. de reacción (°C)	150	150	150	150
	Presión de reacción (MPa)	15	15	15	15
	Velocidad de alimentación de monómero (g/min)	4	4	4	4
	Tiempo de retención de reacción promedio (min)	60	60	60	60
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)		1	1	1	1
Realización de unidad de circulación		A	A	A	A
Mn		80.000		80.000	
Mw/Mn		1,7		1,8	
Tasa de polimerización (%)		98		100	
Cantidad de monómero residual (ppm)		19.000		600	
Productividad continua		B		B	
Índice de amarillo		B		B	
Retirada de monómero		No		Sí	

Tabla 12

	Ej. Comp. 1	Ej. Comp. 2	Ej. Comp. 3	Ej. Comp. 4	Ej. Comp. 5
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida
Catalizador	DBU	DBU	DBU	DBU	DBU
Iniciador	Alcohol laurílico				
Cantidad de iniciador (% en moles)	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Proporción de alimentación	10	10	10	10	1500
Temp. de reacción (°C)	100	100	100	100	100
Presión de reacción (MPa)	10 a 20	10 a 20	15	10 a 20	10 a 20
Tiempo de retención de reacción promedio (min)	50 a 70	50 a 70	60	50 a 70	50 a 70
n.º de Realización de unidad de reacción (Tabla 2)	13	14	15	17	16

	Ej. Comp. 1	Ej. Comp. 2	Ej. Comp. 3	Ej. Comp. 4	Ej. Comp. 5
Realización de unidad de circulación	No	No	No	No	No
Mn	60.000	67.000	74.000	71.000	70.000
Mw/Mn	3,2	1,9	1,7	2,1	2,1
Tasa de polimerización (%)	72	78	86	87	87
Cantidad de monómero residual (ppm)	383.000	317.000	136.000	129.000	131.000
Productividad continua	C	C	C	C	C
Índice de amarillo	C	C	C	C	C
Retirada de monómero	No	No	No	No	No

En los Ejemplos Comparativos 1 a 5, la pérdida de presión aumentó junto con un aumento en el peso molecular del producto de reacción, y por lo tanto la presión de reacción y el tiempo de retención no se pudieron controlar de forma apropiada. Como resultado, la tasa de polimerización se volvió un 90 % por inferior, o se produjo un fallo, tal como obstrucción, de modo que las condiciones de producción no se pudieron llevar a cabo de forma excelente, ya que se usó el aparato que no tenía una unidad de circulación.

Se descubrió, a partir de los resultados representados en las Tablas 3 a 12, que los Ejemplos 1 a 30 pudieron producir un excelente polímero con menos deposición, y menos tintado, en comparación con los Ejemplos Comparativos 1 a 5. Como se ha descrito anteriormente, el uso del aparato de producción de polímero de la presente invención realizó una operación estable del aparato y mejoras en la tasa de polimerización y la productividad continua sin aumentar la presión interna del aparato debido al aumento en la viscosidad causado por el aumento de peso molecular, incluso cuando se produjo un polímero de alto peso molecular que tenía un peso molecular promedio en número de 80.000 o mayor.

Las realizaciones de la presente invención son, por ejemplo, como siguen a continuación:

<1> Un aparato de producción de polímero, que contiene:

una unidad de suministro que contiene una primera unidad de suministro configurada para suministrar materias primas que contienen al menos un monómero, y una segunda unidad de suministro configurada para suministrar un fluido compresivo; una unidad de contacto configurada para poner en contacto entre sí el monómero suministrado desde la primera unidad de suministro y el fluido compresivo suministrado desde la segunda unidad de suministro; y un puerto de salida configurado para descargar el producto de reacción del monómero, en el que la unidad de reacción se proporciona entre la unidad de contacto y el puerto de salida, donde la unidad de reacción se configura para hacer pasar el monómero desde el lado de la unidad de contacto al lado del puerto de salida, mientras se permite que el monómero lleve a cabo una reacción de polimerización en presencia del fluido compresivo suministrado desde la segunda unidad de suministro, y en el que la unidad de reacción contiene al menos una unidad de circulación que contiene un primer conducto y un segundo conducto, donde el primer conducto es un conducto a través del que se hace pasar un fluido que contiene el monómero y el fluido compresivo desde el lado de la unidad de contacto al lado del puerto de salida, y el segundo conducto se configura para devolver el fluido desde un puerto de retorno proporcionado en un lado aguas arriba de una unidad de extrusión a un puerto de entrada proporcionado en un lado aguas arriba del puerto de retorno.

<2> El aparato de producción de polímero de acuerdo con <1>, en el que la unidad de reacción contiene la unidad de extrusión proporcionada más adyacente al puerto de salida que la unidad de circulación.

<3> El aparato de producción de polímero de acuerdo con <1> o <2>, en el que se proporciona un dispositivo de refrigeración configurado para refrigerar el fluido que pasa a través del segundo conducto.

<4> El aparato de producción de polímero de acuerdo con una cualquiera de <1> a <3>, en el que el primer conducto se dispone de una forma tal que el fluido que pasa a través del segundo conducto tiene una componente de vector de dirección vertical.

<5> El aparato de producción de polímero de acuerdo con una cualquiera de <1> a <4>, en el que el segundo conducto se dispone de una forma tal que el fluido que pasa a través del segundo conducto tiene una componente de vector de dirección vertical.

<6> El aparato de producción de polímero de acuerdo con una cualquiera de <1> a <5>, en el que se proporciona una unidad de retirada de monómero en un lado aguas abajo del puerto de salida, donde la unidad de retirada de monómero está compuesta por un peletizador al vacío.

<7> Un método de producción de polímero, que contiene:

- 5 hacer pasar un fluido compresivo y materias primas que incluyen un monómero, poniéndose en contacto entre sí de forma continua el fluido compresivo y las materias primas, desde un lado aguas arriba a un lado aguas abajo, mientras se permite que el monómero lleve a cabo una reacción de polimerización, y hacer pasar desde el lado aguas abajo al lado aguas arriba, al menos una parte de un fluido que contiene las materias primas y el fluido compresivo, que se hace fluir hacia abajo al lado aguas abajo, para hacer circular de ese modo el fluido.
- 10 <8> El método de producción de polímero de acuerdo con <7>, que contiene además retirar un monómero del producto de polímero obtenido por medio de un peletizador al vacío.

REIVINDICACIONES

1. Un aparato de producción de polímero, que comprende:

5 una unidad de suministro que contiene una primera unidad de suministro configurada para suministrar materias primas que contienen al menos un monómero,
y una segunda unidad de suministro configurada para suministrar un fluido compresivo;
una unidad de contacto configurada para poner en contacto entre sí el monómero suministrado desde la primera
10 unidad de suministro y el fluido compresivo suministrado desde la segunda unidad de suministro; y
un puerto de salida configurado para descargar el producto de reacción del monómero,
en el que la unidad de reacción se proporciona entre la unidad de contacto y el puerto de salida, donde la unidad
de reacción se configura para hacer pasar el monómero desde el lado de la unidad de contacto al lado del puerto
de salida, mientras se permite que el monómero lleve a cabo una reacción de polimerización en presencia del
15 fluido compresivo suministrado desde la segunda unidad de suministro, y
en el que la unidad de reacción contiene al menos una unidad de circulación que contiene un primer conducto y
un segundo conducto, donde el primer conducto es un conducto a través del que se hace pasar un fluido que
contiene el monómero y el fluido compresivo desde el lado de la unidad de contacto al lado del puerto de salida,
y el segundo conducto se configura para devolver el fluido desde un puerto de retorno proporcionado en un lado
20 aguas arriba de una unidad de extrusión a un puerto de entrada proporcionado en un lado aguas arriba del
puerto de retorno.

2. El aparato de producción de polímero de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la unidad de reacción contiene la unidad de extrusión proporcionada más adyacente al puerto de salida que la unidad de circulación.

25 3. El aparato de producción de polímero de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que se proporciona un dispositivo de refrigeración configurado para refrigerar el fluido que pasa a través del segundo conducto.

4. El aparato de producción de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el primer conducto se dispone de una forma tal que el fluido que pasa a través del segundo conducto tiene una
30 componente de vector de dirección vertical.

5. El aparato de producción de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el segundo conducto se dispone de una forma tal que el fluido que pasa a través del segundo conducto tiene una
35 componente de vector de dirección vertical.

6. El aparato de producción de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se proporciona una unidad de retirada de monómero en un lado aguas abajo del puerto de salida, donde la unidad de retirada de monómero está compuesta por un peletizador al vacío.

40 7. Un método de producción de polímero, que comprende:

hacer pasar un fluido compresivo y materias primas que incluyen un monómero, poniéndose en contacto entre sí de forma continua el fluido compresivo y las materias primas, desde un lado aguas arriba a un lado aguas abajo, mientras se permite que el monómero lleve a cabo una reacción de polimerización, y hacer pasar desde el lado
45 aguas abajo al lado aguas arriba, al menos una parte de un fluido que contiene las materias primas y el fluido compresivo, que se hace fluir hacia abajo al lado aguas abajo, para hacer circular de ese modo el fluido.

8. El método de producción de polímero de acuerdo con la reivindicación 7, que comprende además retirar un monómero del producto de polímero obtenido por medio de un peletizador al vacío.

50

FIG. 1

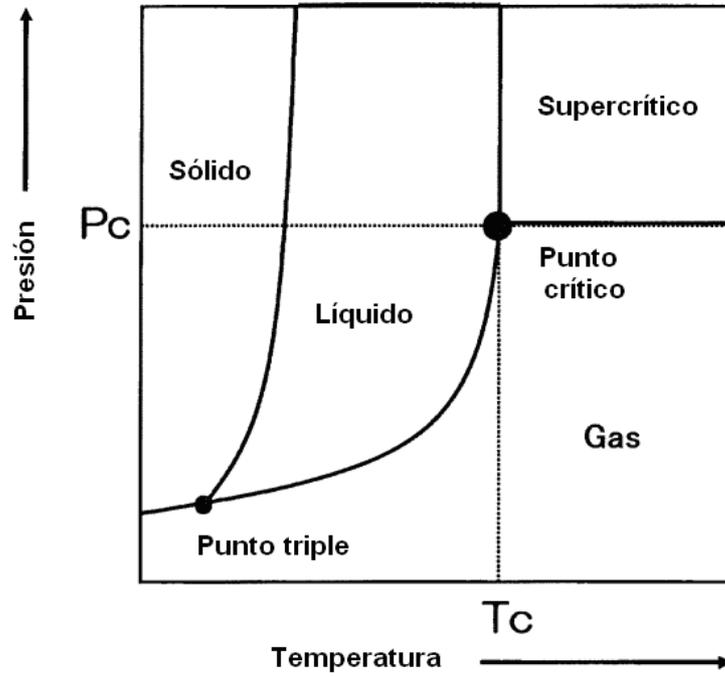


FIG. 2

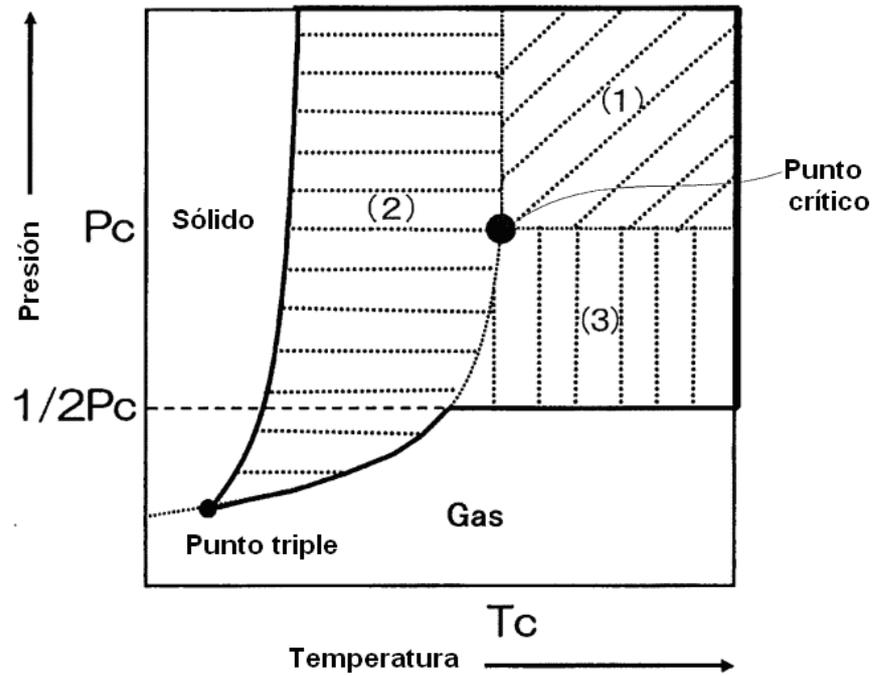


FIG. 3A

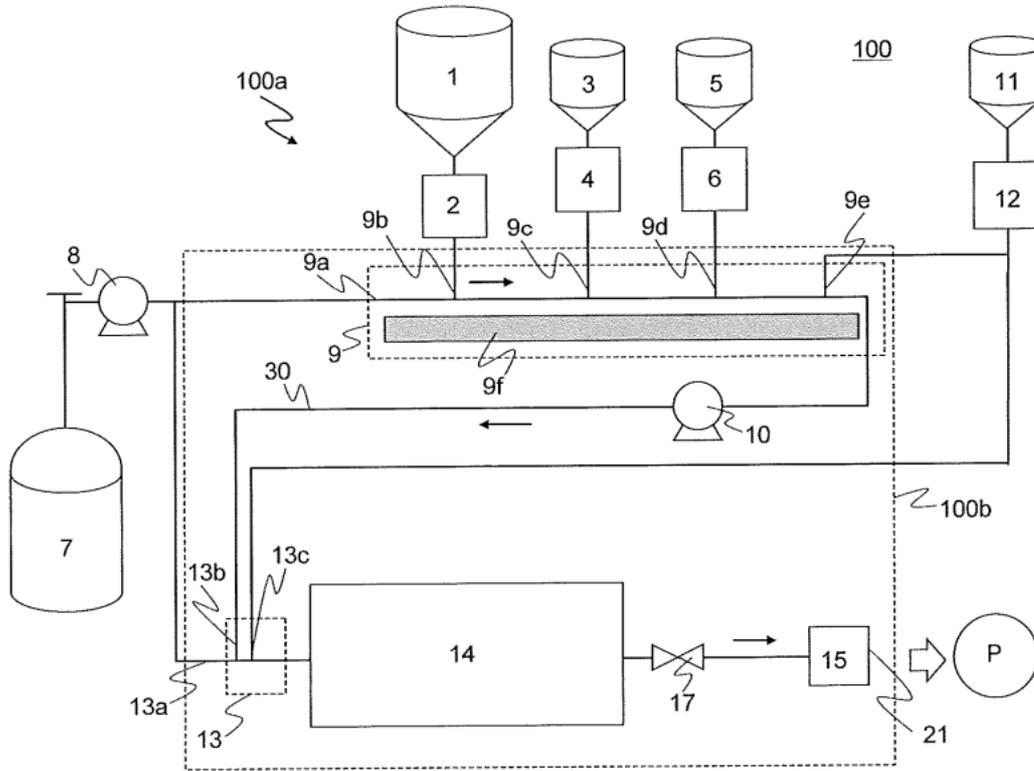


FIG. 3B

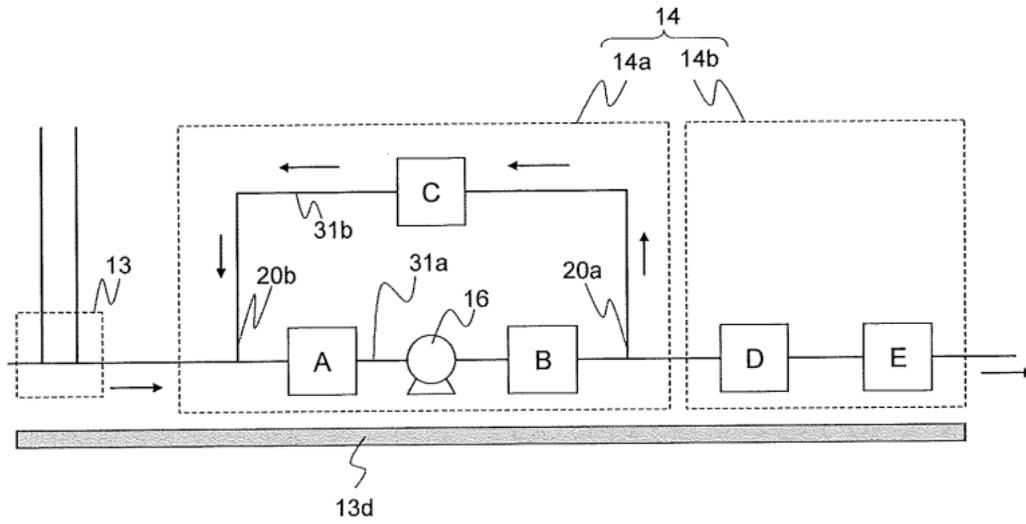


FIG. 4A

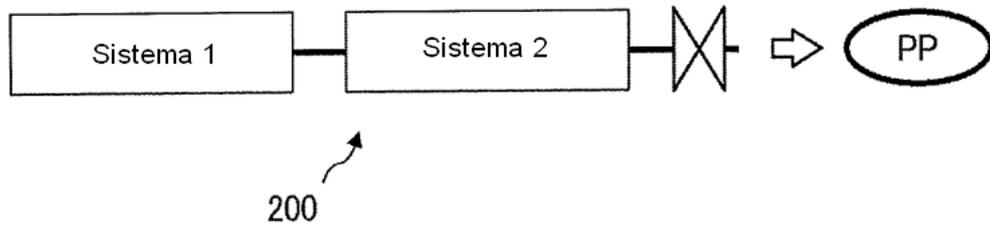


FIG. 4B

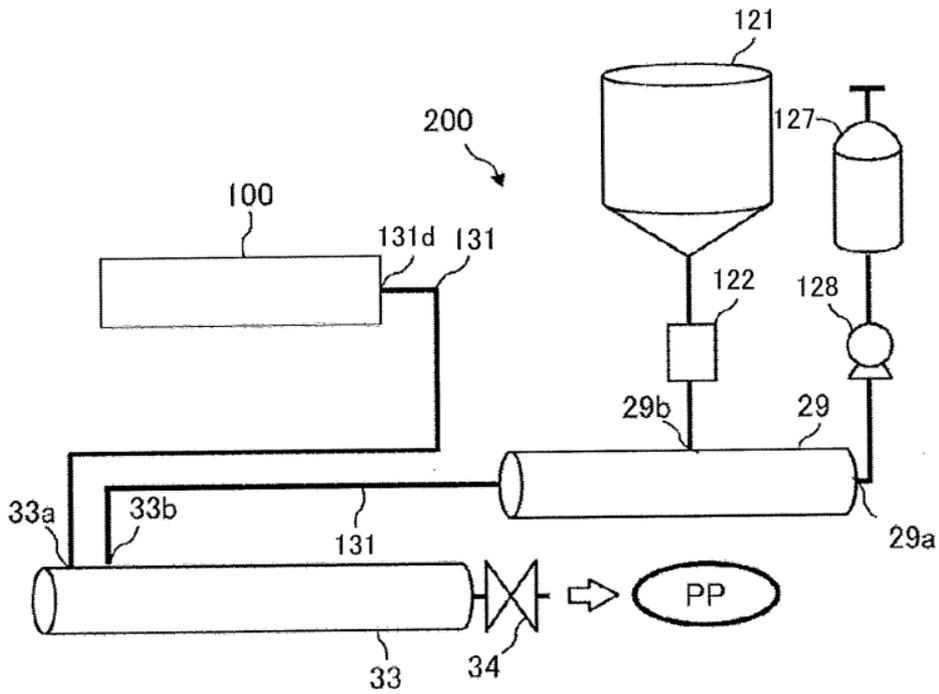


FIG. 5

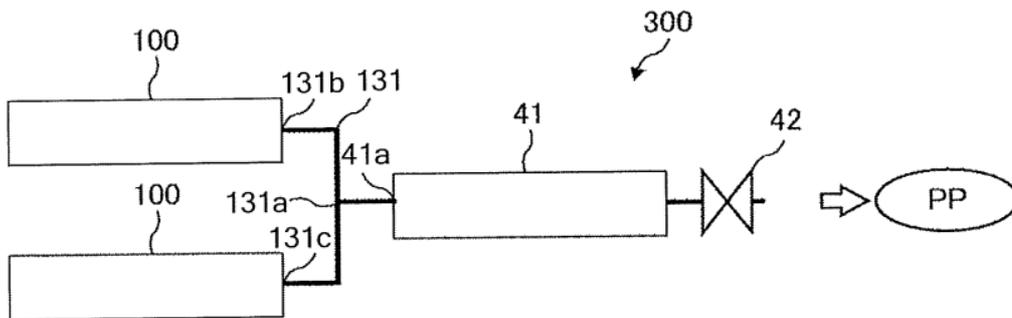


FIG. 6

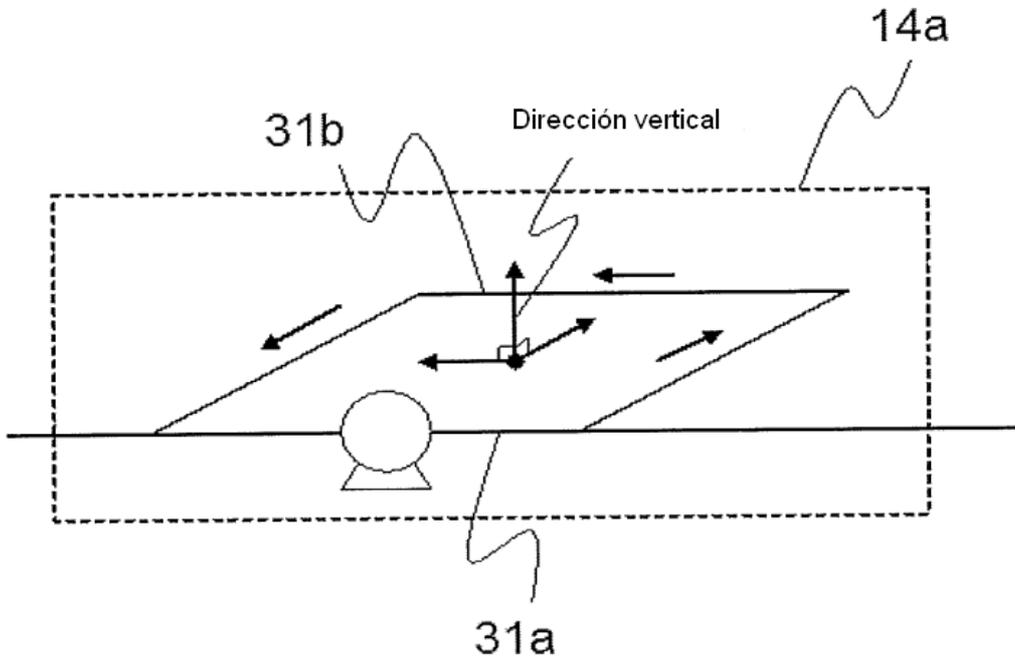


FIG. 7

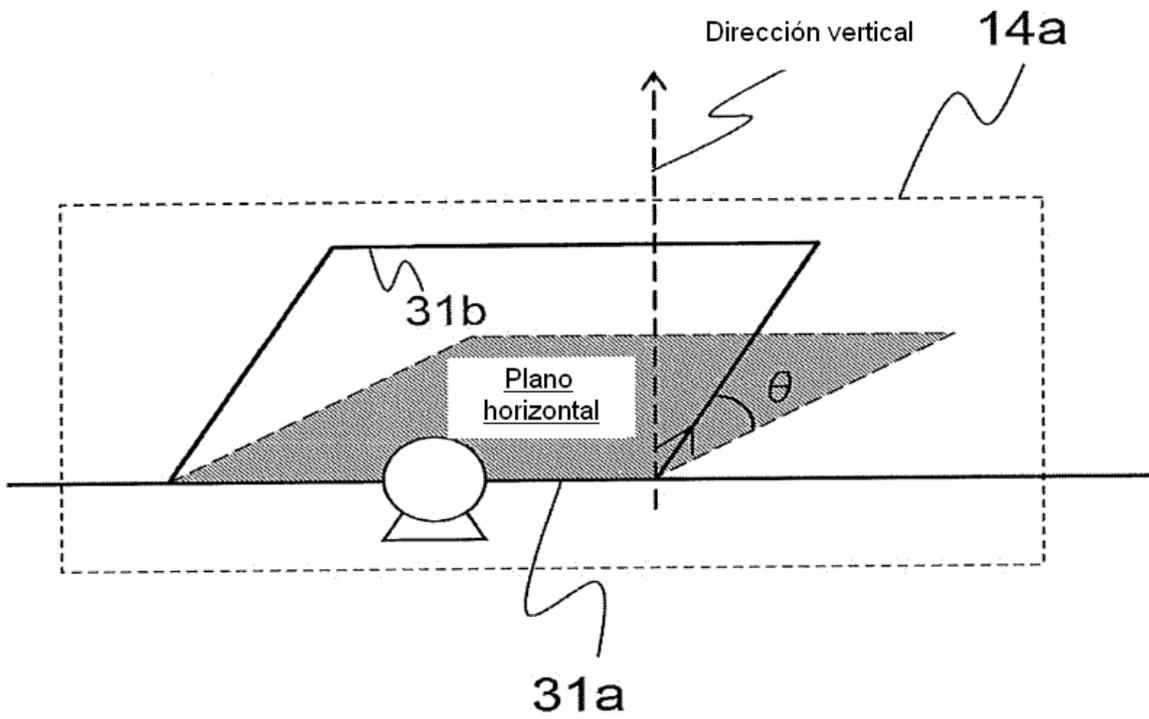


FIG. 8

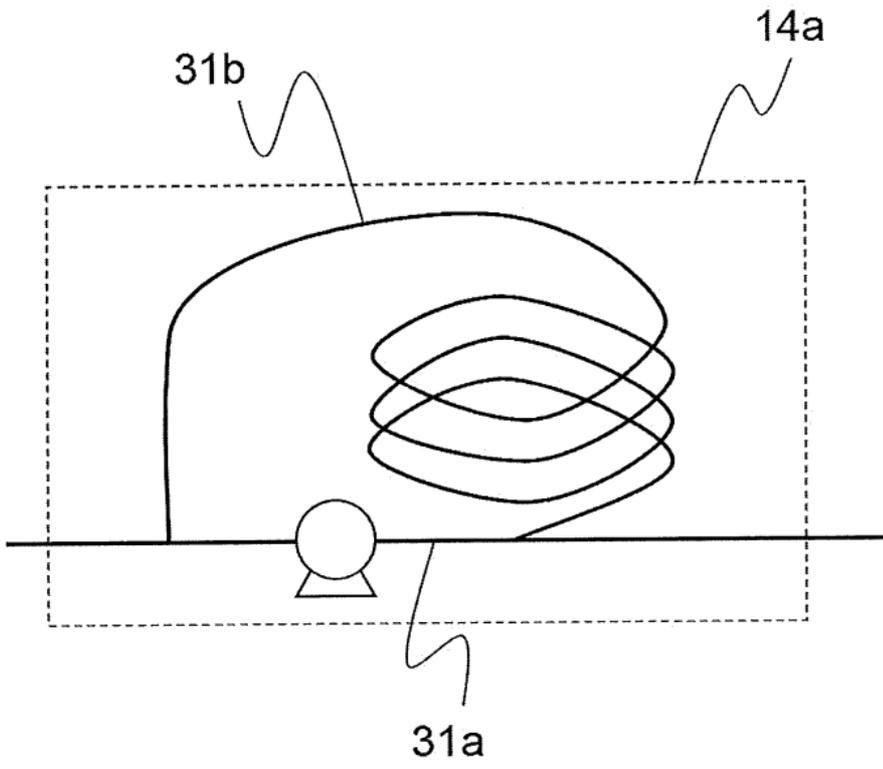


FIG. 9

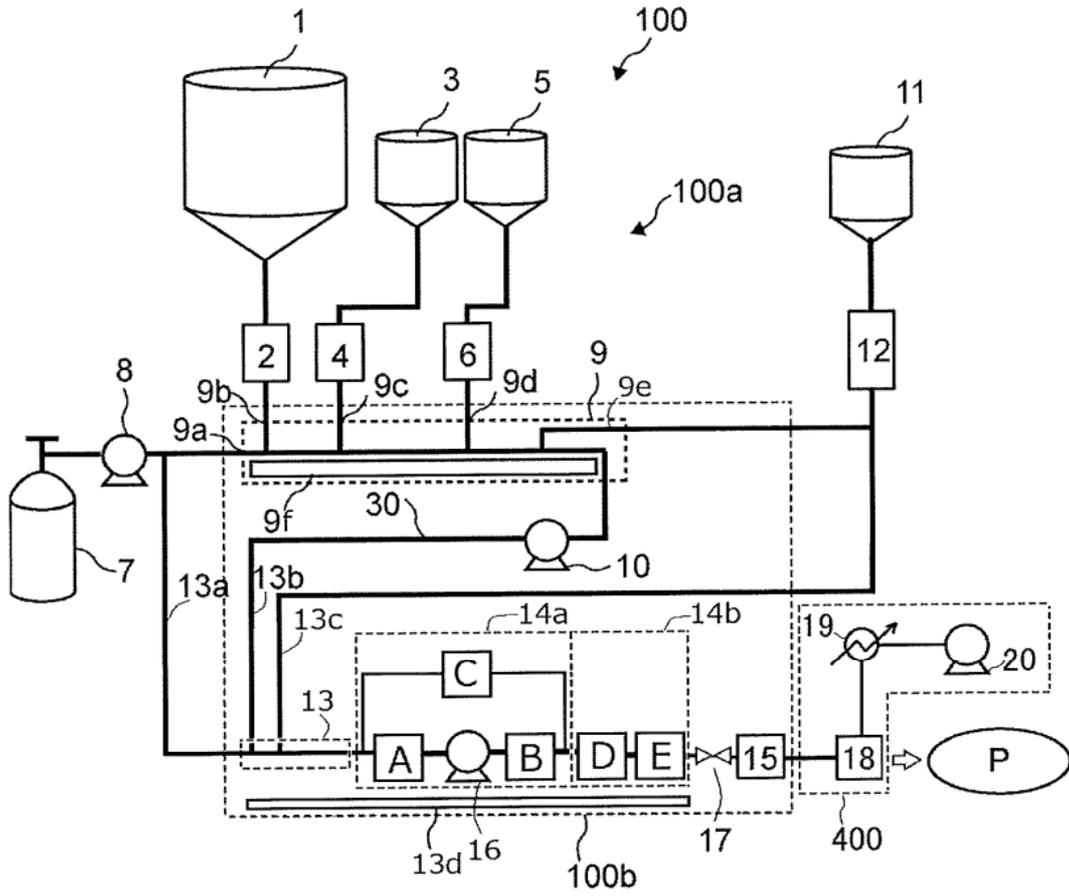


FIG. 10A

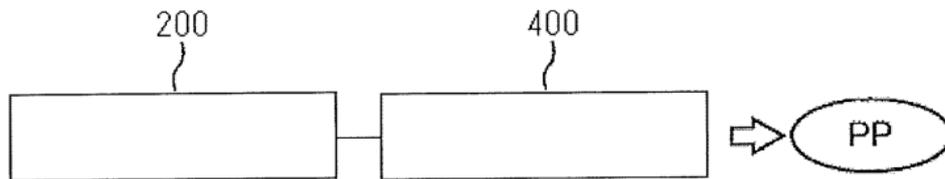


FIG. 10B

