

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 651 990**

51 Int. Cl.:

**C08G 63/685** (2006.01)

**C08G 63/91** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.05.2015** E 15166111 (3)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.10.2017** EP 2944663

54 Título: **Poliéster alifático, método de preparación del mismo y organizador de polímero**

30 Prioridad:

**13.05.2014 JP 2014099383**

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

**30.01.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MIYAHARA, KAORI;  
NEMOTO, TAICHI;  
ARAI, YOKO;  
CHIBA, SUSUMU;  
KOBAYASHI, SHOHTA y  
SHIMADA, YOSHIHITO**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 651 990 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**

Poliéster alifático, método de preparación del mismo y organizador de polímero

5 **Antecedentes****Campo técnico**

La presente invención se refiere a un poliéster alifático que tiene un enlace amida.

10

**Descripción de la técnica relacionada**

El poliéster alifático se usa convencionalmente para fibras para suturas, láminas para materiales biocompatibles, partículas para productos cosméticos y películas para bolsas de plástico. Algunos de los poliésteres alifáticos presentan biodegradabilidad, tal como los ácidos polilácticos. Recientemente, la demanda de los mismos ha ido en aumento debido a su baja carga medioambiental y alta funcionalidad. Se conoce como un método de preparación del poliéster alifático un método de hacer reaccionar un monómero polimerizable de apertura de anillo mientras está fundido. Como un método de someter una lactida a una polimerización con apertura de anillo para preparar un ácido poliláctico, la solicitud publicada y no examinada de Japón con n.º JP-H08-259676-A divulga un método de polimerización de lactida mientras está fundida a 195 °C con octilato de estaño como un catalizador. El método obtiene un ácido poliláctico que tiene un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 180.000.

15

20

25

Además, la solicitud publicada y no examinada de Japón con n.º JP-2011-208115-A divulga un método de polimerización de un monómero polimerizable de apertura de anillo en un fluido compresible en presencia de un catalizador orgánico para preparar un ácido poliláctico. El método obtiene un ácido poliláctico que tiene un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 55.000.

30

Cuando se usa un polímero para formar una película delgada, es necesario que el polímero tenga una viscosidad alta o un peso molecular alto. Por lo tanto, el poliéster alifático que se prepara por medio de estos métodos presenta una viscosidad o un peso molecular demasiado bajo para formar una película delgada.

35

Como un método de polimerización de poliéster alifático, se conoce un método de extensión de cadena de poliéster alifático con un extensor de cadena. La publicación internacional con n.º WO2004/033528 divulga la polimerización de un (co)polímero de anillo abierto de éster cíclico con un compuesto de oxazolina y un extensor de cadena para obtener un poliéster alifático polimérico que tiene un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 230.000.

40

45

La publicación internacional con n.º WO2009/110472 divulga la extensión de anillo de una resina de poliéster alifático y un compuesto de isocianato en presencia de un catalizador de amida para polimerizar los mismos. Por lo tanto, se obtiene una resina de poliéster alifático polimérico que tiene un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 150.000. Además, la solicitud publicada y no examinada de Japón con n.º JP-2006-63111-A divulga la extensión de anillo de una resina de poliéster biodegradable con un compuesto de policarbodiimida para obtener un poliéster alifático polimérico que tiene un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 130.000. Cuando el poliéster alifático se somete a extensión de cadena mediante los extensores de cadena, se forma un enlace amida en un punto de enlace entre el poliéster alifático y el extensor de cadena para hacer que el polímero tenga una viscosidad alta.

50

No obstante, cuando el poliéster alifático se somete a extensión de anillo con un enlace amida mediante métodos convencionales, el progreso de la reacción se ve restringido debido al aumento de la viscosidad, dando como resultado una polimerización insuficiente del poliéster alifático. Por lo tanto, las aplicaciones del mismo son limitadas.

**Sumario**

55

Por consiguiente, un objetivo de la presente invención es proporcionar un poliéster alifático aplicable en campos más extensos.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un método de preparación del poliéster alifático.

60

Un objetivo adicional de la presente invención es proporcionar un organizador de polímero que incluye el poliéster alifático.

65

Estos y otros objetivos de la presente invención, de forma o bien individual o bien colectiva, se han visto satisfechos por el descubrimiento de un poliéster alifático que tiene un peso molecular promedio en número de 500.000 a 2.000.000, que comprende un sitio esterático y un sitio amídico, en el que el contenido del sitio amídico es de un  $1 \times 10^{-3} \%$  a un  $1 \times 10^{-1} \%$  en moles sobre la base del peso total del sitio esterático y el sitio amídico.

Estos y otros objetivos, características y ventajas de la presente invención se volverán evidentes tras considerar la siguiente descripción de las formas de realización preferidas de la presente invención tomada junto con los dibujos adjuntos.

5 **Breve descripción de los dibujos**

Diversos otros objetivos, características y ventajas concomitantes de la presente invención se apreciarán más plenamente a medida que la misma se vaya entendiendo mejor a partir de la descripción detallada cuando se considere en conexión con los dibujos adjuntos, en los que caracteres de referencia semejantes designan partes correspondientes semejantes por la totalidad de los mismos, y en los que:

- la figura 1 es un diagrama de fases típico que muestra el estado de una sustancia frente a la temperatura y la presión;
- la figura 2 es un diagrama de fases para definir un rango de fluidos compresibles; y
- la figura 3 es un diagrama de sistema que muestra un ejemplo de un proceso de polimerización continuo.

**Descripción detallada**

La presente invención proporciona un poliéster alifático aplicable en campos más extensos. Más en particular, la presente invención se refiere a un poliéster alifático que tiene un peso molecular promedio en número de 500.000 a 2.000.000, que comprende un sitio esterático y un enlace amida, en el que el contenido del sitio amídico es de un  $1 \times 10^{-3} \%$  a un  $1 \times 10^{-1} \%$  en moles sobre la base del peso total del sitio esterático y el sitio amídico. El sitio esterático es un grupo éster que forma un enlace éster en una cadena principal de poliéster alifático. El sitio amídico es un grupo amida que forma un enlace amida en una cadena principal de poliéster alifático.

Los métodos de preparación de tal poliéster alifático incluyen, pero no se limitan a, un método de hacer reaccionar al menos uno de un compuesto de oxazolina, un compuesto de oxazina, un compuesto de isocianato y un compuesto de carbodiimida con poliéster alifático en un fluido compresible para someter a extensión de cadena el poliéster alifático.

En la presente invención, el poliéster alifático resultante se puede conformar para ser una pieza moldeada.

En lo sucesivo en el presente documento se explican, en este orden, monómeros, iniciadores, otros materiales en bruto, catalizadores, fluido compresible y extensores de cadena.

< Monómero >

Como monómero, se usa preferiblemente éster alifático para impartir una función degradable a la composición de polímero resultante. De entre estos, se usan más preferiblemente monómeros polimerizables de apertura de anillo. El poliéster alifático se usa para obtener poliéster como un producto de polímero.

El monómero polimerizable de apertura de anillo no está particularmente limitado, pero preferiblemente incluye un grupo carbonilo en su anillo. Un oxígeno que tiene una alta electronegatividad se une mediante enlace  $\pi$  con un carbono para formar el grupo carbonilo.

En el grupo carbonilo, un electrón en enlace  $\pi$  se ve atraído para polarizar de forma negativa el oxígeno y para polarizar de forma positiva el carbono. Por lo tanto, el grupo carbonilo presenta una reactividad alta. Cuando el fluido compresible es dióxido de carbono, se supone que el dióxido de carbono y el producto de polímero resultante tienen una alta afinidad entre sí debido a que el grupo carbonilo presenta una estructura similar a la del dióxido de carbono. Por lo tanto, el fluido compresible aumenta el efecto de plastificación del polímero resultante. Un monómero polimerizable de apertura de anillo que tiene un enlace éster se usa más preferiblemente como el monómero polimerizable de apertura de anillo que incluye un grupo carbonilo en su anillo. El anillo no se limita a tener forma de círculo, y puede tener forma de polígono tal como un tetragono. El monómero polimerizable de apertura de anillo incluye un éster cíclico.

- Éster cíclico -

El éster cíclico no está particularmente limitado, pero preferiblemente es un dímero cíclico que se obtiene mediante la deshidratación y la condensación de un cuerpo L y/o un cuerpo D de un compuesto que tiene la siguiente fórmula (1):



en la que R representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono; y C\* representa un carbono asimétrico.

Ejemplos específicos del compuesto que tiene la fórmula (1) incluyen, pero no se limitan a, isómeros de imágenes especulares de ácido láctico, ácido 2-hidroxiбутаноico, ácido 2-hidroxiпentanoico, ácido 2-hidroxihexánico, ácido 2-hidroxiheptánico, ácido 2-hidroxióctánico, ácido 2-hidroxiноnánico, ácido 2-hidroxiđecánico, ácido 2-hidroxiundecánico y ácido 2-hidroxiđodecánico. De entre estos, los isómeros de imágenes especulares de ácido láctico se usan preferiblemente en términos de la reactividad y la disponibilidad.

El éster cíclico incluye lactona alifática. Ejemplos específicos de la lactona alifática incluyen, pero no se limitan a,  $\beta$ -propiolactona,  $\beta$ -butirolactona,  $\gamma$ -butirolactona,  $\gamma$ -hexanolactona,  $\gamma$ -octanolactona,  $\delta$ -valerolactona,  $\delta$ -hexanolactona,  $\delta$ -octanolactona,  $\epsilon$ -caprolactona,  $\beta$ -dodecanolactona,  $\alpha$ -metil- $\gamma$ -butirolactona,  $\beta$ -metil- $\delta$ -valerolactona, glicolida y lactida. En particular, la  $\epsilon$ -caprolactona se usa preferiblemente en términos de la reactividad y la disponibilidad.

Estos monómeros polimerizables de apertura de anillo se pueden usar solos o en combinación.

< Iniciador >

El iniciador se usa para controlar un peso molecular de un producto de polímero que se obtiene mediante una polimerización con apertura de anillo.

El iniciador no está particularmente limitado, y se pueden usar alcoholes, por ejemplo, cualquier alcohol alifático mono-, di-, poli-, saturado e insaturado.

Ejemplos específicos de los alcoholes incluyen monoalcoholes tales como metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, nonanol, decanol, alcohol láurico, alcohol miristílico, alcohol cetílico y alcohol estearílico; dioles tales como etilen glicol, 1,2-propano diol, 1,3-propano diol, 1,3-butano diol, 1,4-butano diol, hexano diol, nonano diol, tetrametilen glicol y polietilen glicol; y polioles tales como glicerol, sorbitol, xilitol, ribitol, eritritol y trietanolamina. El éster lactato incluye lactato de metilo, lactato de etilo, etc. Estos se pueden usar solos o en combinación.

También se pueden usar copolímeros de dibloque y de tribloque que incluyen un polímero que tiene un residuo de alcohol en el extremo tal como policaprolactona diol y politetrametilen glicol.

Una cantidad del iniciador en un proceso de polimerización no está particularmente limitada, y cuando se usa L-lactida como un monómero, es preferiblemente de 0,1 a 0,05 moles por de 99,9 a 99,95 moles de L-lactida, y más preferiblemente 0,083 moles por 99,917 moles de L-lactida. Con el fin de evitar que la polimerización se inicie de manera no uniforme, preferiblemente se mezclan bien un monómero polimerizable de apertura de anillo y un iniciador antes de que el monómero polimerizable de apertura de anillo entre en contacto con un catalizador.

< Otros materiales en bruto >

Otros materiales en bruto no están particularmente limitados, e incluyen un aditivo.

(Aditivo)

La polimerización con apertura de anillo puede incluir un aditivo cuando sea necesario. Ejemplos específicos del mismo incluyen tensioactivos, antioxidantes, estabilizantes, agentes antiempañamiento, absorbedores de UV, pigmentos, colorantes, materiales particulados inorgánicos, cargas, estabilizantes térmicos, retardantes, agentes de nucleación, agentes antiestáticos, mejoradores de la humectación superficial, agentes auxiliares de incineración, lubricantes, productos naturales, agentes de liberación, plastificantes, etc. Cuando sea necesario después de la polimerización, se pueden usar terminadores de polimerización tales como ácido benzoico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido metafosfórico, ácido acético y ácido láctico. La composición de polímero preferiblemente incluye el aditivo en una cantidad de 0 a 5 partes en peso.

En la presente invención, se usa preferiblemente un tensioactivo soluble en el fluido compresible y que tiene afinidad con el fluido compresible y el monómero polimerizable de apertura de anillo. Un tensioactivo de ese tipo hace progresar una reacción de polimerización de manera uniforme, estrecha la distribución de peso molecular del producto, y produce con facilidad polímeros particulados. El tensioactivo se puede incluir en el fluido compresible o el monómero polimerizable de apertura de anillo. Cuando se usa dióxido de carbono como un fluido compresible, se usa un tensioactivo que tiene un grupo que tiene afinidad con el dióxido de carbono y un grupo que tiene afinidad con el monómero en su molécula. Los tensioactivos incluyen tensioactivos de flúor y tensioactivos de silicio.

Los estabilizantes incluyen aceite de soja epoxidado, carbodiimida, etc. Los antioxidantes incluyen 2, 6-di-t-butil-4-metilfenol, butilhidroxianisol, etc. Los agentes antiempañamiento incluyen éster de ácido graso de glicerol, citrato de monoestearilo, etc. Las cargas incluyen arcilla, talco, sílice, etc. que tienen efectos de absorbedor de UV, estabilizante térmico, retardante, agente de liberación interna y agente de nucleación. Los pigmentos incluyen óxido de titanio, negro de carbono, azul ultramarino, etc.

## &lt; Catalizador &gt;

Se explica un catalizador que se usa en la preparación del producto cíclico. El catalizador no está particularmente limitado, e incluye catalizadores orgánicos, catalizadores metálicos, etc.

## - Catalizador orgánico -

El catalizador orgánico no está particularmente limitado, y preferiblemente contribuye a la reacción de polimerización con apertura de anillo del monómero polimerizable de apertura de anillo, se libera y se regenera cuando se hace reaccionar con alcohol después de la formación de un producto intermedio activo con el monómero polimerizable de apertura de anillo sin incluir un átomo metálico.

Cuando se polimeriza el monómero polimerizable de apertura de anillo que tiene un enlace éster, se usa preferiblemente un compuesto de nitrógeno que funciona como un nucleófilo que presenta basicidad, y un compuesto cíclico que incluye un átomo de nitrógeno se usa más preferiblemente como el catalizador orgánico. Ejemplos específicos el compuesto cíclico incluyen monoaminas cíclicas tales como quinuclidina; diaminas cíclicas tales como 1, 4-diazabicyclo-[2.2.2]octano (DABCO) y 1, 5-diazabicyclo(4,3,0)nonano-5; compuestos de diamina cíclica que tienen un esqueleto de amidina tales como 1, 8-diazabicyclo[5.4.0]undeca-7-eno (DBU), diazabicyclononeno; compuestos de triamina cíclica que tienen un esqueleto de guanidina tales como 1, 5, 7-triazabicyclo[4.4.0]deca-5-eno (TBD) y difenilguanidina (DPG); compuestos orgánicos heterocíclicos aromáticos que incluyen un átomo de nitrógeno tales como N, N-dimetil- 4-aminopiridina (DMAP), 4-pirolidinopiridina (PPY), pirrocolina, imidazol, pirimidina y purina; y carbeno N-heterocíclico tal como 1, 3-di-terc-butylimidazol-2-ilideno (ITBU), etc. De entre estos, se usan preferiblemente DABCO, DBU, DPG, TBD, DMAP, PPY e ITBU. También se pueden usar catalizadores catiónicos, pero estos extraen un átomo de hidrógeno de una cadena principal del polímero (transferencia de cadena intramolecular) y el polímero presenta una distribución de peso molecular amplia y es difícil tener un peso molecular alto.

De entre estos catalizadores orgánicos, DBU es un líquido que tiene un punto de ebullición a temperatura ambiente. Cuando se usan tales catalizadores orgánicos, el producto de polímero resultante se despresuriza para retirar del mismo los catalizadores orgánicos de una forma casi cuantitativa. Los catalizadores orgánicos y la retirada de los mismos dependen de un uso previsto del producto.

Ejemplos específicos de los catalizadores metálicos incluyen, pero no se limitan a, compuestos de estaño tales como octilestaño, dibutilestaño y di(2-etilhexano) estaño; compuestos de aluminio tales como acetilacetato de aluminio y acetato de aluminio; compuestos de titanio tales como titanato de tetraisopropilo y titanato de tetrabutilo; compuestos de zirconio tales como isopropóxido de zirconio; y compuestos de antimonio tales como trióxido de antimonio.

El catalizador orgánico y una cantidad usada del mismo dependen de las combinaciones del fluido compresible y el monómero polimerizable de apertura de anillo y no se especifican necesariamente, pero el catalizador orgánico se usa preferiblemente en una cantidad de un 0,01 a un 15 % en moles, más preferiblemente de un 0,1 a un 1 % en moles, y más preferiblemente de un 0,3 a un 0,5 % en moles por 100 % en moles del monómero polimerizable de apertura de anillo. Cuando es menor de un 0,01 % en moles, el catalizador orgánico se desactiva antes de que se complete la polimerización y no se puede obtener un polímero que tenga un peso molecular deseado. Cuando es mayor de un 15 % en moles, la polimerización es difícil de controlar.

El catalizador orgánico (sin incluir un átomo metálico) se usa preferiblemente como un catalizador que se usa en un proceso de polimerización de una aplicación que necesita seguridad y estabilidad del producto.

## &lt; Fluido compresible &gt;

El fluido compresible que se usa en la preparación del producto cíclico se explica haciendo referencia a las figuras 1 y 2. La figura 1 es un diagrama de fases típico que muestra el estado de una sustancia frente a la temperatura y la presión. La figura 2 es un diagrama de fases para definir un rango de fluidos compresibles.

El fluido compresible en la presente invención quiere decir un estado de un material presente en una cualquiera de las regiones (1), (2) y (3) en la figura 2 en el diagrama de fases en la figura 1.

En las regiones, el material presenta una densidad muy alta y se sabe que muestra un comportamiento diferente del que se da a temperatura normal y presión normal. Cuando el material se encuentra presente en la región (1), este es un fluido supercrítico. El fluido supercrítico se encuentra presente como un fluido de alta densidad no condensable a una temperatura y una presión por encima de un límite (punto crítico) en el que pueden coexistir un gas y un líquido, no se condensa ni siquiera cuando se comprime, y se encuentra en un estado de temperatura supercrítica o más y una presión supercrítica o más. Cuando el material se encuentra presente en la región (2), este es un líquido. En la presente invención, este es un gas licuado que se obtiene mediante la compresión de un material que es un gas a temperatura normal (25 °C) y presión normal (1 atmósfera). Cuando el material se encuentra presente en la región

(3), este es un gas. En la presente invención, este es un gas a alta presión que tiene una presión no menor de 1/2 Pc.

Ejemplos específicos de los materiales utilizables en un fluido compresible incluyen monóxido de carbono, dióxido de carbono, monóxido de dinitrógeno, nitrógeno, metano, etano, propano, 2, 3-dimetilbutano, etileno, etc. En particular, el dióxido de carbono que tiene una presión crítica de aproximadamente 7,4 MPa y una temperatura crítica de aproximadamente 31 °C se usa preferiblemente debido a que es fácil que este se vuelva supercrítico, y es inflamable y fácil de manejar. Estos se pueden usar solos o en combinación.

Una presión cuando se polimeriza, es decir, el fluido compresible, que puede ser un gas licuado o un gas a alta presión, tiene preferiblemente una presión para volverse supercrítico para aumentar la solubilidad del monómero en el fluido compresible y para realizar la polimerización de manera uniforme y cuantitativa. Cuando el fluido compresible es dióxido de carbono, este tiene preferiblemente una presión no menor de 3,7 MPa, más preferiblemente no menor de 5 MPa, y más preferiblemente no menor de 7,4 MPa que es una presión crítica en consideración de la reacción eficiente y la relación de conversión de polímero. Además, cuando el fluido compresible es dióxido de carbono, este tiene preferiblemente una temperatura no menor de 25 °C debido a la misma razón. En la presente invención, el fluido compresible no está particularmente limitado en cuanto a su concentración siempre que el mismo sea capaz de disolver o de plastificar el monómero polimerizable de apertura de anillo y un polímero que se produce de ese modo.

< Extensor de cadena >

En la presente invención, un enlace amida en el poliéster alifático se forma mediante una reacción de extensión de cadena. Ejemplos específicos de los extensores de cadena capaces de formar el enlace amida a través de una reacción de extensión de cadena con el poliéster alifático incluyen compuestos de oxazolona, compuestos de oxazina, compuestos de isocianato y compuestos de carbodiimida. Los extensores de cadena pueden ser monómeros o polímeros. De entre estos compuestos, el compuesto de isocianato que tiene un grupo isocianato, el compuesto de oxazolona que tiene un grupo oxazolona y policarbodiimida se usan preferiblemente debido a la reactividad.

Ejemplos específicos de los compuestos de oxazolona incluyen, pero no se limitan a, compuestos de 2-oxazolona, 2-metil-2-oxazolona, 2-isopropil-2-oxazolona, 2-butil-2-oxazolona, 2-fenil-2-oxazolona, 2, 2'-bis-(2-oxazolona), 2, 2'-metileno-bis-(2-oxazolona), 2, 2'-etileno-bis-(2-oxazolona), 2,2'-trimetileno-bis-(2-oxazolona), 2, 2'-tetrametileno-bis-(2-oxazolona), 2, 2'-hexametileno-bis-(2-oxazolona), 2, 2'-octametileno-bis-(2-oxazolona), 2, 2'-etileno-bis-(4, 4'-dimetil-2-oxazolona), 2, 2'-p-2, 2'-bis-(2-oxazolona) tales como fenileno-bis-(2-oxazolona), 2, 2'-m-fenileno-bis-(2-oxazolona), 2, 2'-m-fenileno-bis-(4,4'-dimetil-2-oxazolona), sulfuro de bis-(2-oxazolinilciclohexano), sulfuro de bis-(2-oxazolinilnorbornano), y compuestos poliméricos que tienen un extremo de la cadena molecular o la cadena principal en la que introducen dos o más estructuras de anillo de oxazolona.

El compuesto de oxazolona puede ser un polímero que incluye un grupo oxazolona. Ejemplos específicos del mismo incluyen polímeros acrílicos que incluyen un grupo oxazolona tales como poliestireno que incluye un grupo oxazolona, polímeros acrílicos que incluyen un grupo oxazolona y polímeros de estireno - acrílicos que incluyen un grupo oxazolona. Ejemplos específicos de los polímeros industrialmente disponibles que incluyen un grupo oxazolona incluyen la serie epocros® K, la serie WS y RPS de Nippon Shokubai Co., Ltd.

Ejemplos específicos de los compuestos de oxazina incluyen, pero no se limitan a, 2-metoxi-5, 6-dihidro-4H-1,3-oxazina, 2-hexiloxi-5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazina, 2-deciloxi-5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazina, 2-ciclohexiloxi-5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazina, 2-aliloxi-5, 6-dihidro-4 H-1, 3-oxazina, 2-crotiloxi-5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazina, 2, 2'-bis(5, 6- dihidro-4H-1, 3-oxazina), 2, 2'-metileno bis(5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazina), 2, 2'-etilenobis(5, 6-dihidro-4H-1, 3- oxazina), 2, 2',- hexametileno bis(5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazina), 2, 2'-p-fenileno bis(5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazina), y 2, 2'-P, P'-difenileno bis(5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazina).

Los compuestos de isocianato no están particularmente limitados, e incluyen diisocianato y triisocianato. Se usa preferiblemente diisocianato. Ejemplos específicos del mismo incluyen, pero no se limitan a, tolieno-2, 4-diisocianato, tolieno-2, 6- diisocianato, 2, 2',- difenilmetano diisocianato, 2, 4'-difenilmetano diisocianato, 4, 4'-difenilmetano diisocianato, naftileno-1, 5- diisocianato, xilileno diisocianato, isoforona diisocianato, metileno bis ciclohexil diisocianato, norborneno diisocianato, hexametileno diisocianato y ciclohexano diisocianato.

Ejemplos específicos de la policarbodiimida incluyen poli(1, 6-hexametileno carbodiimida), poli (4, 4'-metileno bis ciclohexil carbodiimida), poli(1, 3-ciclohexileno carbodiimida), poli (1, 4-ciclohexileno carbodiimida), poli(4, 4'-difenilmetano carbodiimida), poli (3, 3'-dimetil-4, 4'-difenilmetano carbodiimida), poli (naftileno carbodiimida), poli (p-fenileno carbodiimida), poli (m-fenileno carbodiimida), poli (tolil carbodiimida), poli (diisopropil carbodiimida), poli (metil-diisopropil fenileno carbodiimida), poli (trietil fenileno carbodiimida), poli (triisopropil fenileno carbodiimida), poli (1, 3, 5-triisopropil benceno) carbodiimida y poli (1, 5-diisopropil benceno) carbodiimida. Además, también se pueden usar uno, o dos o más diisocianatos conocidos descarbonatados y condensados. Ejemplos específicos de los diisocianatos conocidos incluyen, pero no se limitan a, tolueno diisocianato, difenilmetano diisocianato, difenilmetano

diisocianato hidrogenado, isoforona diisocianato, tetrametil xilileno diisocianato, 3, 3'-dimetil-4, 4'-difenilmetano diisocianato, 3, 3'-dietil-4, 4'-difenilmetano diisocianato, 3, 3'-diisopropil-4, 4'-difenilmetano diisocianato, 3, 3',5, 5'-tetrametil-4, 4'-difenilmetano diisocianato, 3, 3',5, 5'-tetraetil-4, 4'-difenilmetano diisocianato y 3, 3',5, 5'-tetraisopropil-4, 4'-difenilmetano diisocianato. Un grupo isocianato puede permanecer en el extremo, y el grupo isocianato se puede modificar con amina o alcohol. Además, también se pueden usar agentes reticulantes ampliamente conocidos para el poliéster como la policarbodiimida. Ejemplos específicos del mismo incluyen LA-1 de Nisshinbo Holdings, Inc. y Stabaxol® de Rhein Chemie Rheinau GmbH.

< Disolvente de baja polaridad >

En la presente invención se puede usar un disolvente de baja polaridad para disminuir la viscosidad de un reactivo cuando se somete a extensión de cadena. El disolvente de baja polaridad presenta una constante dieléctrica relativa de 3 a 10. El disolvente de baja polaridad presenta una afinidad más alta con un poliéster alifático que tiene un enlace amida que el fluido compresible que se usa en un proceso de polimerización. Mientras se disminuye la viscosidad de un reactivo cuando se somete a extensión de cadena, el disolvente de baja polaridad se libera con facilidad del poliéster alifático después de la extensión de cadena. El disolvente de baja polaridad es preferiblemente un gas a temperatura normal para liberarse con facilidad del poliéster alifático. El disolvente de baja polaridad es preferiblemente un fluido compresible bajo la condición de la reacción de extensión de cadena debido a la disminución de la viscosidad.

Ejemplos específicos del disolvente de baja polaridad utilizable como un fluido compresible incluyen, pero no se limitan a, n-pentano, n-heptano, 2-metilhexano, 3-metilhexano, ciclohexano, metil ciclohexano, etil ciclohexano, benceno, tolueno, xileno, isopropilbenceno, 1, 2, 3, 4-tetralina, dimetil éter, dietil éter, isopropil éter, anisol, metil terc-butil éter, etil terc-butil éter y glicol dimetil éter.

Entre los disolventes de baja polaridad, se usa preferiblemente dimetil éter en particular debido a que es económico, fácil de manejar como un fluido compresible con un punto de ebullición bajo y un punto crítico bajo, fácil de deshidratar en el siguiente proceso, de baja toxicidad y de baja carga ambiental.

Los métodos de adición del disolvente de baja polaridad incluyen 1) mezclar previamente el disolvente de baja polaridad en dióxido de carbono, 2) mezclar el disolvente de baja polaridad con un extensor de cadena, y 3) mezclar el disolvente de baja polaridad antes de la adición de un extensor de cadena después de que se haya polimerizado un polímero. El método de 3) se usa preferiblemente en términos de la susceptibilidad de mezclado y la afinidad de una mezcla del disolvente de baja polaridad y el fluido compresible con un polímero que incluye el fluido compresible. El disolvente de baja polaridad preferiblemente incluye dimetil éter en una cantidad de un 10 a un 80 % en moles y dióxido de carbono en una cantidad de un 20 a un 90 % en moles, y más preferiblemente incluye dimetil éter en una cantidad de un 30 a un 70 % en moles y dióxido de carbono en una cantidad de un 30 a un 70 % en moles, sobre la base del número total de moles de dimetil éter y dióxido de carbono.

« Reactor de polimerización »

A continuación, un reactor de polimerización que se usa preferiblemente para preparar el poliéster alifático se explica haciendo referencia a la figura 3. La figura 3 es un diagrama de sistema que muestra un ejemplo de un proceso de polimerización continuo. En la figura 3, un reactor de polimerización 100 incluye una unidad de alimentación 100a que alimenta materiales en bruto y un fluido compresible y un cuerpo principal de reactor de polimerización 100b que polimeriza los materiales en bruto y el fluido compresible que se alimentan mediante la unidad de alimentación 100a.

La unidad de alimentación 100a incluye los depósitos 1, 3, 5, 7, 11, 21 y 27, los alimentadores de dosificación 2, 4 y 22 y las bombas de dosificación 6, 8, 12 y 28.

El depósito 1 de la unidad de alimentación 100a almacena un monómero polimerizable de apertura de anillo como un monómero. El monómero polimerizable de apertura de anillo almacenado puede ser un polvo o un líquido. El depósito 3 almacena un iniciador sólido (en polvo o particulado) y un aditivo sólido. El depósito 5 almacena un iniciador líquido y un aditivo líquido. Una parte o la totalidad del iniciador y el aditivo se pueden mezclar previamente con el monómero polimerizable de apertura de anillo para almacenarse en el depósito 1. El depósito 7 almacena el fluido compresible. El depósito 11 almacena un catalizador. El depósito 21 almacena un extensor de cadena. El depósito 27 almacena un disolvente de baja polaridad. Los depósitos 7 y 27 pueden almacenar un gas, un líquido o un sólido que se vuelve un fluido compresible en el proceso de alimentarse al cuerpo principal de reactor de polimerización 100b o cuando se calienta o se presuriza en el mismo. En este caso, un gas, un líquido o un sólido se calienta o se presuriza para encontrarse en un estado (1), (2) o (3) en la figura 2 en el cuerpo principal de reactor de polimerización 100b.

El alimentador de dosificación 2 pesa el monómero polimerizable de apertura de anillo que está almacenado en el depósito 1 y alimenta de forma continua el mismo al cuerpo principal de reactor de polimerización 100b. El alimentador de dosificación 4 pesa el sólido que está almacenado en el depósito 3 y alimenta de forma continua el mismo al cuerpo principal de reactor de polimerización 100b. El alimentador de dosificación 6 pesa el líquido que

está almacenado en el depósito 5 y alimenta de forma continua el mismo al cuerpo principal de reactor de polimerización 100b. El alimentador de dosificación 8 alimenta de forma continua el fluido compresible que está almacenado en el depósito 7 al cuerpo principal de reactor de polimerización 100b a una presión y una cantidad de flujo constantes. El alimentador de dosificación 12 pesa el catalizador que está almacenado en el depósito 11 y alimenta el mismo al cuerpo principal de reactor de polimerización 100b. El alimentador de dosificación 22 pesa el extensor de cadena que está almacenado en el depósito 21 y alimenta de forma continua el mismo al cuerpo principal de reactor de polimerización 100b. El alimentador de dosificación 22 alimenta de forma continua el disolvente de baja polaridad que está almacenado en el depósito 27 al cuerpo principal de reactor de polimerización 100b a una presión y una cantidad de flujo constantes. En la forma de realización de la presente invención, la alimentación continua va contra la alimentación de cada lote, y quiere decir obtener de forma continua un polímero polimerizado con apertura de anillo. En concreto, siempre que el polímero polimerizado con apertura de anillo se obtenga de forma continua, cada material se puede alimentar de forma intermitente. Cuando el iniciador y el aditivo son ambos sólidos, la unidad de alimentación 100a puede no tener el depósito 5 y la bomba de dosificación 6. De forma similar, cuando el iniciador y el aditivo son ambos líquidos, la unidad de alimentación 100a puede no tener el depósito 3 y la bomba de dosificación 4.

En la forma de realización de la presente invención, el cuerpo principal de reactor de polimerización 100b es una unidad cilíndrica que tiene un orificio de entrada de monómero que introduce el monómero polimerizable de apertura de anillo en un extremo y un orificio de salida de polímero que descarga un polímero que se obtiene mediante la polimerización del monómero en el otro extremo. Además, el cuerpo principal de reactor de polimerización 100b tiene adicionalmente un orificio de entrada de fluido compresible que introduce el fluido compresible en un extremo, un orificio de entrada de catalizador entre un extremo y el otro extremo, y un orificio de entrada de extensor de cadena entre el orificio de entrada de catalizador y el otro extremo. Además, el cuerpo principal de reactor de polimerización 100b tiene una parte de contacto 9 y una parte de reacción 13 ubicada en un extremo, y una parte de reacción 33 ubicada en el otro extremo. Cada parte o unidades del cuerpo principal de reactor de polimerización 100b se conectan entre sí a través de una tubería 30 resistente a la presión que transporta materiales, el fluido compresible o el polímero producido, tal como se muestra en la figura 3. Cada parte o unidades del cuerpo principal de reactor de polimerización 100b tienen unos elementos cilíndricos que pasan los materiales anteriores, etc.

La parte de contacto 9 del cuerpo principal de reactor de polimerización 100b está formada por una unidad resistente a la presión o un tubo que pone en contacto de forma continua los materiales en bruto, es decir, el monómero polimerizable de apertura de anillo, el iniciador y el aditivo alimentado de forma continua a partir de los depósitos 1, 3 y 5, de forma respectiva, y el fluido compresible alimentado de forma continua a partir del depósito 7. Los materiales en bruto se funden o se disuelven en la parte de contacto 9 cuando entran en contacto con el fluido compresible. En la forma de realización de la presente invención, fundir quiere decir que los materiales en bruto o el polímero producido entran en contacto con el fluido compresible para plastificarse mientras se están hinchando y se licúan. Disolver quiere decir que los materiales en bruto se disuelven en el fluido compresible. El monómero polimerizable de apertura de anillo disuelto forma una fase de fluido y el monómero polimerizable de apertura de anillo fundido forma una fase de masa fundida. Una de la fase de fluido y la fase de masa fundida se forma preferiblemente para hacer progresar la reacción de manera uniforme. El monómero polimerizable de apertura de anillo se funde preferiblemente debido a que la reacción progresa con una relación de los materiales en bruto más alta que la del fluido compresible. En la forma de realización de la presente invención, los materiales en bruto y el fluido compresible se alimentan de forma continua para ponerlos en contacto de forma continua en la parte de contacto 9 con una relación de concentración constante. Por lo tanto, los materiales en bruto se funden o se disuelven de forma eficiente.

Un agitador con forma de depósito o un agitador cilíndrico pueden estar ubicados en la parte de contacto 9. Se usa preferiblemente el agitador cilíndrico que tiene un extremo a partir del cual se alimentan materiales en bruto y el otro extremo a partir del cual se extrae una mezcla tal como una fase de masa fundida o una fase de fluido. Ejemplos específicos del agitador incluyen, pero no se limitan a, husillos monoaxiales, husillos biaxiales que están acoplados entre sí, mezcladoras biaxiales que tienen muchos elementos de agitación que están acoplados o superpuestos entre sí; amasadoras que tienen elementos de agitación en espiral que están acoplados entre sí, y mezcladoras estáticas. En particular, los agitadores biaxiales o multiaxiales que están acoplados entre sí se usan preferiblemente debido a que tienen menos adherencia de los reactivos al agitador y un recipiente y capacidad de autolimpieza. Cuando un agitador no está ubicado en la parte de contacto 9, la parte de contacto 9 está formada por una parte de la tubería 30 resistente a la presión. Cuando la parte de contacto 9 está formada por una parte de la tubería 30 resistente a la presión, el monómero polimerizable de apertura de anillo se licua preferiblemente por adelantado antes de alimentarse a la parte de contacto 9 para mezclar los materiales en bruto en la misma sin fallo.

La parte de contacto 9 incluye un orificio de entrada 9a como una forma de realización de un orificio de entrada de fluido compresible que introduce el fluido compresible que se alimenta mediante una bomba de dosificación 8 a partir del depósito 7, un orificio de entrada 9b como una forma de realización de un orificio de entrada que introduce el monómero polimerizable de apertura de anillo que se alimenta mediante el alimentador de dosificación 2 a partir del depósito 1, un orificio de entrada 9c que introduce un polvo que se alimenta mediante el alimentador de dosificación 4 a partir del depósito 3, y un orificio de entrada 9d que introduce un líquido que se alimenta mediante la bomba de dosificación 6 a partir del depósito 5. En la forma de realización de la presente invención, cada uno de los orificios de

entrada 9a, 9b, 9c y 9d está formado por una junta. La junta no está particularmente limitada, y se conocen reductores, acoplamientos, Y, T y salidas. Además, un calentador 9e está ubicado en la parte de contacto 9 para calentar los materiales en bruto y el fluido compresible alimentados.

- 5 Una bomba de alimentación de líquido 10 está ubicada entre la parte de contacto 9 del cuerpo principal de reactor de polimerización 100b. La bomba de alimentación de líquido 10 alimenta los materiales en bruto fundidos o disueltos en la parte de contacto 9 a la parte de reacción 13.

10 La parte de reacción 13 del cuerpo principal de reactor de polimerización 100b está formada por una unidad resistente a la presión o un tubo para mezclar los materiales en bruto fundidos o disueltos que se alimentan mediante la bomba de alimentación de líquido 10 con el catalizador que se alimenta mediante la bomba de dosificación 12 para polimerizar con apertura de anillo de forma continua el monómero polimerizable de apertura de anillo. La parte de reacción 13 polimeriza con apertura de anillo el monómero polimerizable de apertura de anillo para obtener de forma continua un polímero como un producto intermedio.

15 Una mezcladora con forma de depósito o una mezcladora cilíndrica pueden estar ubicadas en la parte de reacción 13, y se usa preferiblemente la mezcladora cilíndrica que tiene menos espacio muerto. Cuando la mezcladora está ubicada en la parte de reacción 13, se evita que precipiten partículas de polímero debido a una diferencia de densidad entre los materiales en bruto y el polímero y, por lo tanto, la polimerización se hace progresar de manera más uniforme y cuantitativa. Husillos que están acoplados entre sí, elementos de agitación tales como de 2 tramos (elípticos) y de 3 tramos (triangulares), y mezcladoras biaxiales o multiaxiales que tienen una hélice circular o de múltiples hojas (de trébol) se usan preferiblemente en términos de la autolimpieza. Cuando los materiales en bruto que incluyen el catalizador se han mezclado plenamente, también se pueden usar mezcladoras estáticas que dividen y que unen los flujos con una unidad de guía en múltiples fases. Ejemplos específicos de las mezcladoras estáticas incluyen mezcladoras de disposición en múltiples capas que se divulgan en las solicitudes publicadas y no examinadas de Japón con n.º JP-S47-15526-B, JP-S47-15527-B, JP-S-47-15528 y JP-S47-15533; mezcladoras de tipo Kenix que se divulgan en la solicitud publicada y no examinada de Japón con n.º JP-S47-33166-A; y mezcladoras similares sin partes móviles. Cuando un agitador no está ubicado en la parte de reacción 13, la parte de reacción 13 está formada por una parte de la tubería 30 resistente a la presión. En este caso, la tubería 30 no está particularmente limitada en cuanto a su forma, pero tiene preferiblemente forma de espiral.

20 La parte de reacción 13 incluye un orificio de entrada 13a que introduce los materiales en bruto disueltos o fundidos en la parte de contacto 9 y un orificio de entrada 13b como una forma de realización de orificio de entrada de catalizador que introduce el catalizador que se alimenta mediante la bomba de dosificación 12 a partir del depósito 11. En la forma de realización de la presente invención, cada uno de los orificios de entrada 13a y 13b está formado por una junta. La junta no está particularmente limitada, y se conocen reductores, acoplamientos, Y, T y salidas. La parte de reacción 13 puede incluir un orificio de salida de gas para eliminar la exhalación. Además, la parte de reacción 13 incluye un calentador 13c que calienta los materiales en bruto alimentados.

35 El cuerpo principal de reactor de polimerización 100b incluye una parte de contacto 29. La parte de contacto 29 es una unidad resistente a la presión o tubo que pone en contacto de forma continua el extensor de cadena que se alimenta a partir del depósito 21 con el disolvente de baja polaridad que se alimenta a partir del depósito 27 para fundir o disolver el extensor de cadena. Por lo tanto, el extensor de cadena fundido o disuelto se alimenta a una parte de reacción 33. La parte de contacto 29 incluye un orificio de entrada 29a que introduce el disolvente de baja polaridad que se alimenta mediante la bomba de dosificación 28 a partir del depósito 27 y un orificio de entrada 29b que introduce el extensor de cadena que se alimenta mediante el alimentador de dosificación 22 a partir del depósito 21. En la forma de realización de la presente invención, cada uno de los orificios de entrada 29a y 29b está formado por una junta. La junta no está particularmente limitada, y se conocen reductores, acoplamientos, Y, T y salidas. En la forma de realización de la presente invención, debido a que la parte de contacto 29 tiene unas configuraciones similares a las de la parte de contacto 9, se omiten explicaciones detalladas de la misma.

40 La parte de reacción 33 está formada por una unidad resistente a la presión o un tubo que ponen en contacto el polímero fundido o disuelto como un producto intermedio que se obtiene en la parte de reacción 13 con el extensor de cadena fundido o disuelto en la parte de contacto 29 para realizar de forma continua una reacción de extensión de cadena en presencia del disolvente de baja polaridad. La parte de reacción 33 incluye un orificio de entrada 33a para introducir el polímero como un producto intermedio y un orificio de entrada 33b para introducir el extensor de cadena fundido o disuelto y el disolvente de baja polaridad. En la forma de realización de la presente invención, cada uno de los orificios de entrada 33a y 33b está formado por una junta. La junta no está particularmente limitada, y se conocen reductores, acoplamientos, Y, T y salidas. En la forma de realización de la presente invención, debido a que la parte de reacción 33 tiene unas configuraciones similares a las de la parte de reacción 13, se omiten explicaciones detalladas de la misma.

45 La parte de reacción 33 incluye una válvula de regulación de presión 34 en un extremo. La válvula de regulación de presión 34 usa una diferencia de presión entre el exterior y el interior para expulsar de la misma un producto de polímero P polimerizado en la parte de reacción 33.

## « Método de polimerización »

Se explica un método de polimerización del monómero polimerizable de apertura de anillo con el reactor de polimerización 100. El método incluye un proceso de polimerización que alimenta de forma continua al menos el monómero polimerizable de apertura de anillo y el fluido compresible para ponerlos en contacto entre sí y polimerizar con apertura de anillo el monómero polimerizable de apertura de anillo para obtener de forma continua un polímero como un producto intermedio. El método de la presente invención incluye un proceso de extensión de cadena de poner en contacto el producto intermedio con el extensor de cadena para que reaccionen entre sí para someter a extensión de cadena el producto intermedio.

[Proceso de polimerización]

En primer lugar, se explica un proceso de polimerización de la presente invención. Se activan los alimentadores de dosificación 2 y 4 y las bombas de dosificación 6 y 8. Entonces, el monómero polimerizable de apertura de anillo, el iniciador, el aditivo y el fluido compresible en cada uno de los depósitos 1, 3, 5 y 7 se introducen de forma continua a partir de cada uno de los orificios de entrada 9a, 9b, 9c y 9d en el tubo de la parte de contacto 9. Los materiales en bruto sólidos (en polvo o particulados) de forma ocasional presentan una precisión de dosificación menor que los materiales en bruto líquidos. En este caso, el material sólido se puede licuar y almacenar previamente en el depósito 5, y ser introducido por la bomba de dosificación 6 en el tubo de la parte de contacto 9. El orden de activación de los alimentadores de dosificación 2 y 4, y las bombas de dosificación 6 y 8 no está particularmente limitado, pero la bomba de dosificación 8 se activa preferiblemente en primer lugar debido a que posiblemente los materiales en bruto iniciales se solidifican cuando se alimentan a la parte de reacción 13 sin entrar en contacto con el fluido compresible.

La tasa de alimentación del material de cada uno de los alimentadores de dosificación 2 y 4 y la bomba de dosificación 6 se ajusta para tener una relación constante, sobre la base de la relación de cantidades especificada del monómero polimerizable de apertura de anillo, el iniciador y el aditivo. El peso total (la tasa de alimentación del material (g/min)) de cada uno de los materiales en bruto que se alimentan mediante cada uno de los alimentadores de dosificación 2 y 4 y la bomba de dosificación 6 por unidad de tiempo se ajusta, sobre la base del tiempo de reacción y las propiedades deseadas del polímero, etc. De forma similar, el peso (la tasa de alimentación (g/min)) del fluido compresible que se alimenta mediante la bomba de dosificación 8 por unidad de tiempo se ajusta, sobre la base del tiempo de reacción y las propiedades deseadas del polímero, etc. Una relación de la tasa de alimentación de los materiales en bruto con respecto a la tasa de alimentación del fluido compresible (la tasa de alimentación de los materiales en bruto/tasa de alimentación del fluido compresible) es preferiblemente no menor de 1, más preferiblemente no menor de 3, más preferiblemente no menor de 5, y lo más preferiblemente no menor de 10. La relación de la tasa de alimentación tiene preferiblemente un valor máximo no mayor de 1.000, más preferiblemente no mayor de 100, y lo más preferiblemente no mayor de 50.

La relación de la tasa de alimentación no menor de 1 hace progresar la reacción mientras los materiales en bruto y el polímero resultante tienen una concentración alta, es decir, una concentración de contenido de sólidos cuando los materiales en bruto y el fluido compresible se alimentan a la parte de reacción 13. La concentración de contenido de sólidos en la polimerización es entonces muy diferente de la que se da cuando una pequeña cantidad del monómero polimerizable de apertura de anillo se disuelve convencionalmente en una cantidad excesiva del fluido compresible. En la forma de realización de la presente invención, la polimerización progresa de forma eficiente y estable incluso cuando la concentración de contenido de sólidos en el mismo es alta. En la forma de realización de la presente invención, la relación de la tasa de alimentación puede ser menor de 1. Incluso en este caso, el polímero resultante no presenta problema alguno de calidad, pero su eficiencia económica se deteriora. Cuando es mayor de 1.000, es posible que el fluido compresible funda de forma insuficiente el monómero polimerizable de apertura de anillo, y la reacción deseada no progresa de manera uniforme de forma ocasional.

Los materiales en bruto y el fluido compresible se introducen de forma continua en el tubo de la parte de contacto 9, y entonces entran en contacto entre sí de forma continua. El monómero polimerizable de apertura de anillo, el iniciador y el aditivo se funden o se disuelven en la parte de contacto 9. Cuando la parte de contacto 9 incluye un agitador, los materiales en bruto y el fluido compresible se pueden agitar. Con el fin de evitar que el fluido compresible cambie a un gas, la temperatura y la presión en el tubo de la parte de reacción 13 se controlan para tener al menos no menos que el punto triple del fluido compresible. Esto se controla por medio de una salida del calentador 9e o una cantidad de alimentación del fluido compresible. En la forma de realización de la presente invención, el monómero polimerizable de apertura de anillo se puede fundir a una temperatura no más alta que un punto de fusión del mismo a presión normal. Se cree que esto es debido a que la parte de contacto 9 presenta una presión alta en el interior y el monómero polimerizable de apertura de anillo presenta un punto de fusión menor que el que se da a presión normal. Por lo tanto, incluso cuando una cantidad del fluido compresible es pequeña en relación con la del monómero polimerizable de apertura de anillo, este se funde en la parte de contacto 9.

La temporización del calentamiento o la agitación de los materiales en bruto y el fluido compresible se puede controlar en la parte de contacto 9 de tal modo que los materiales en bruto se funden o se disuelven de forma eficiente. Los materiales en bruto y el fluido compresible se pueden calentar o agitar después de o mientras se ponen en contacto entre sí. El monómero polimerizable de apertura de anillo y el fluido compresible se pueden poner

en contacto entre sí después de que el monómero polimerizable de apertura de anillo se haya calentado a una temperatura no menor que el punto de fusión para fundirse con mayor certeza. Cuando una mezcladora biaxial está ubicada en la parte de contacto 9, la disposición de los husillos, las posiciones de los orificios de entrada 9a, 9b, 9c y 9d, el calentador 9e de la parte de contacto 9 se controlan de forma apropiada para lograr esto. En la forma de realización de la presente invención, el aditivo se alimenta a la parte de contacto 9 por separado del monómero polimerizable de apertura de anillo. El aditivo se puede alimentar junto con el monómero polimerizable de apertura de anillo. Además, el aditivo se puede alimentar después de la reacción de polimerización. En este caso, el aditivo se puede añadir mientras se amasa después de que se haya extraído un polímero a partir de la parte de reacción 13. Los materiales en bruto fundidos o disueltos en la parte de contacto 9 se alimentan mediante la bomba de alimentación de líquido 10 a la parte de reacción 13 a través del orificio de entrada 13a. Mientras tanto, el catalizador en el depósito 11 se pesa mediante el bombeo de dosificación 12, y se alimenta a la parte de reacción 13 a través del orificio de entrada 13b. Debido a que el catalizador se puede activar incluso a temperatura ambiente, el catalizador se añade después de que los materiales en bruto se hayan fundido o disueltos en la forma de realización de la presente invención. Cuando el catalizador se añade mientras los materiales en bruto no se han fundido o disuelto plenamente, la reacción progresa de manera no uniforme de forma ocasional.

Los materiales en bruto que se alimentan mediante la bomba de alimentación de líquido 10 y el catalizador que se alimenta mediante la bomba de dosificación 12 son plenamente mezclados por la mezcladora de la parte de reacción 13 o calentados por el calentador 13c para tener una temperatura especificada cuando sea necesario. Por lo tanto, el monómero polimerizable de apertura de anillo se polimeriza con apertura de anillo en presencia del catalizador para producir de forma continua un polímero como un producto intermedio en la parte de reacción 13.

La mínima temperatura (de reacción de polimerización) en la polimerización con apertura de anillo del monómero polimerizable de apertura de anillo no está particularmente limitada, y es preferiblemente de 40 °C, más preferiblemente de 50 °C, y más preferiblemente de 60 °C. Cuando es menor de 40 °C, de forma ocasional lleva un largo tiempo que el fluido compresible funda o no funda plenamente el monómero polimerizable de apertura de anillo, o el catalizador no se activa plenamente de forma ocasional. Por lo tanto, de forma ocasional baja la velocidad de reacción o la reacción cuantitativa de la polimerización.

La máxima temperatura de reacción de polimerización no está particularmente limitada, pero preferiblemente es de 150 °C o una temperatura 50 °C más alta que un punto de fusión del monómero polimerizable de apertura de anillo, la que quiera que sea la más alta, más preferiblemente 100 °C o una temperatura 30 °C más alta que el punto de fusión del mismo, la que quiera que sea la más alta, más preferiblemente 90 °C o el punto de fusión del mismo, la que quiera que sea la más alta, y lo más preferiblemente 80 °C o una temperatura 20 °C menor que el punto de fusión del mismo, la que quiera que sea la más alta. La temperatura de reacción de polimerización 30 °C más alta que el punto de fusión del mismo tiende a dar lugar, paralelamente, a una despolimerización contraria a la polimerización con apertura de anillo, y es difícil hacer progresar la polimerización de forma cuantitativa. Debido a que un monómero de apertura de anillo que tiene un punto de fusión bajo tal como el monómero polimerizable de apertura de anillo que es un líquido a temperatura ambiente aumenta la activación del catalizador, la temperatura de reacción de polimerización puede ser 50 °C más alta que el punto de fusión del mismo. Incluso en este caso, la temperatura de reacción de polimerización es preferiblemente no más alta que 150 °C. La temperatura de reacción de polimerización se controla por medio del calentador 13c que está ubicado en la parte de reacción 13 o un calor desde el exterior de la misma. Un polímero que se obtiene a partir de la reacción de polimerización se puede usar para medir la temperatura de reacción de polimerización.

En la forma de realización de la presente invención, el tiempo de reacción de polimerización (el tiempo de retención promedio en la parte de reacción 13) depende de un peso molecular determinado como objetivo, pero preferiblemente es no superior a 1 h, más preferiblemente no superior a 45 min, y más preferiblemente no superior a 30 min. El tiempo de reacción de polimerización puede ser no superior a 20 min en la forma de realización de la presente invención.

La presión de polimerización, es decir, una presión del fluido compresible puede ser una presión para convertir el fluido compresible que se alimenta a partir del depósito 7 en un gas licuado (la figura 2 (2)) o un gas a alta presión (la figura 2 (3)), pero preferiblemente es una presión para convertir el fluido compresible 7 en un fluido supercrítico (la figura 2 (1)). El fluido compresible en el estado del fluido supercrítico promueve la fusión del monómero polimerizable de apertura de anillo para hacer progresar la reacción de polimerización de manera uniforme y cuantitativa. El dióxido de carbono, cuando se usa como el fluido compresible, tiene preferiblemente una presión no menor de 3,7 MPa, más preferiblemente no menor de 5 MPa, y más preferiblemente una presión supercrítica de 7,4 MPa en consideración de la eficiencia de la reacción y la relación de conversión de polímero. Además, el dióxido de carbono, cuando se usa como el fluido compresible, tiene preferiblemente una temperatura no menor de 25 °C por la misma razón.

La parte de reacción 13 preferiblemente incluye un contenido de humedad en una cantidad no mayor de un 4 % en moles, más preferiblemente no mayor de un 1 % en moles, y más preferiblemente no mayor de un 0,5 % en moles por 100 % en moles. Un contenido de humedad mayor de un 4 % en moles funciona en sí mismo como un iniciador, y que de forma ocasional hace difícil controlar el peso molecular. Con el fin de controlar un contenido de humedad

en la polimerización, la humedad incluida en el monómero polimerizable de apertura de anillo y los otros materiales en bruto se puede retirar por adelantado cuando sea necesario.

Un polímero antes de que se añada al mismo un extensor de cadena, es decir, un polímero que se obtiene a partir de un proceso de polimerización como un producto intermedio tiene preferiblemente un peso molecular promedio en número ( $M_n$ ) no menor de 250.000, y más preferiblemente no menor de 300.000. Cuando es menor de 250.000, de forma ocasional la viscosidad es demasiado baja para formar una película delgada. Además, el polímero como un producto intermedio tiene preferiblemente un peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) no menor de 500.000, y más preferiblemente no menor de 600.000. Cuando es menor de 500.000, de forma ocasional la viscosidad es demasiado baja para formar una película delgada.

[Proceso de extensión de cadena]

A continuación, se explica el proceso de extensión de cadena en el método de preparación del polímero en la forma de realización de la presente invención. En primer lugar, el alimentador de dosificación 22 y la bomba de dosificación 28 se activan para alimentar de forma continua el extensor de cadena y el disolvente de baja polaridad en los depósitos 21 y 27 respectivos al tubo de la parte de contacto 29 a través de los orificios de entrada 29a y 29b respectivos. El extensor de cadena y el disolvente de baja polaridad se introducen de forma continua en el tubo de la parte de contacto 29 para ponerlos en contacto entre sí de forma continua. Entonces, el extensor de cadena se funde o se disuelve en la parte de contacto 29. Se omiten explicaciones detalladas de los procedimientos de introducción y las condiciones del extensor de cadena y el disolvente de baja polaridad en el proceso de extensión de cadena debido a que los mismos son similares a los del monómero polimerizable de apertura de anillo y el fluido compresible en el proceso de polimerización.

En la presente invención, el disolvente de baja polaridad se añade cuando el extensor de cadena se añade al polímero después de haberse polimerizado en el fluido compresible para evitar que el polímero aumente rápidamente la viscosidad, lo que hace más fácil la polimerización continua. De forma ocasional, la viscosidad del polímero aumenta rápidamente para dar lugar a una obstrucción de la tubería o una diferencia del caudal en la tubería sin el disolvente de baja polaridad, dando como resultado la incapacidad de una producción con estabilidad.

En la forma de realización de la presente invención, una relación de la cantidad (de alimentación) del monómero polimerizable de apertura de anillo que se alimenta mediante el alimentador de dosificación 2 por unidad de tiempo en el proceso de polimerización con respecto a la del extensor de cadena mediante el alimentador de dosificación 22 por unidad de tiempo en el proceso de extensión de cadena se puede determinar en función de un peso molecular deseado. Más en concreto, el extensor de cadena se añade preferiblemente al polímero como un producto intermedio en una cantidad de 0,1 a 10,0 moles, y más preferiblemente de 0,3 a 6,0 moles por 100 moles del monómero polimerizable de apertura de anillo. Cuando es menor de 0,1 moles, de forma ocasional la viscosidad es demasiado baja para formar una película delgada. Cuando es mayor de 10 moles, el polímero se gelifica de forma ocasional, dando como resultado una película delgada defectuosa. Cuando se usa policarbodiimida como el extensor de cadena, esta se añade preferiblemente al polímero en una cantidad de 0,1 a 40,0 moles, y más preferiblemente de 1,0 a 20,0 moles por 100 moles del monómero polimerizable de apertura de anillo. Cuando es menor de 0,1 moles, el extensor de cadena es difícil de mezclar con el polímero y la distribución de peso molecular tiende a ser amplia. Cuando es mayor de 40,0 moles, el extensor de cadena sin reaccionar funciona como un plastificante, y el polímero no tiene la suficiente viscosidad para formar una película y el coste aumenta.

Producido en la parte de reacción 13, el polímero fundido o disuelto como un producto intermedio se alimenta de forma continua a la parte de reacción 33 a través del orificio de entrada 33a. Mientras tanto, el extensor de cadena fundido o disuelto en la parte de contacto 29 se alimenta de forma continua a la parte de reacción 33 con el disolvente de baja polaridad a través del orificio de entrada 33b. Entonces, el polímero como un producto intermedio y el extensor de cadena entran en contacto entre sí de forma continua en la parte de reacción 33. El polímero como un producto intermedio y el extensor de cadena son agitados plenamente por el agitador de la parte de reacción 33 y calentados por el calentador 33c para tener una temperatura especificada. Entonces, el polímero como un producto intermedio y el extensor de cadena se hacen reaccionar entre sí en presencia del disolvente de baja polaridad en la parte de reacción 33 para formar un polímero como el producto final.

La mínima temperatura (de extensión de cadena) en la parte de reacción 33 no está particularmente limitada, pero es preferiblemente de 40 °C. Cuando es menor de 40 °C, es posible que lleve tiempo que el fluido compresible funda o no funda plenamente o el catalizador no se activa plenamente. Esto tiende a bajar la tasa de reacción de polimerización y de forma ocasional no hace progresar la reacción de polimerización de forma cuantitativa. La máxima temperatura de reacción de polimerización no está particularmente limitada, pero preferiblemente es de 100 °C. Cuando es más alta que 100 °C, la despolimerización contraria a la polimerización con apertura de anillo tiende a tener lugar paralelamente, y la reacción de polimerización no progresa de forma cuantitativa de forma ocasional.

En la forma de realización de la presente invención, el tiempo de reacción de extensión de cadena en la parte de reacción 33 (un tiempo de retención promedio en la parte de reacción 33) depende de un peso molecular deseado,

pero preferiblemente es no superior a 1 h, más preferiblemente no superior a 45 min, y más preferiblemente no superior a 30 min.

5 Una presión (de reacción de extensión de cadena) en la parte de reacción 33, es decir, una presión del disolvente de baja polaridad puede ser una presión a la cual el fluido compresible y el disolvente de baja polaridad que se alimentan a partir de los depósitos 7 y 27 respectivos se vuelven un gas licuado (la figura 2 (2)) o un gas a alta presión (la figura 2 (3)), pero es preferiblemente una presión a la cual estos se vuelven un fluido supercrítico ((la figura 2 (1)).

10 Un producto de polímero P que ha pasado la reacción de extensión de cadena en la parte de reacción 33 se expulsa de la misma a partir de la válvula de regulación de presión 34. Una tasa de expulsión del producto de polímero P a partir de la válvula de regulación de presión 34 es preferiblemente constante para fijar una presión en la polimerización cargada con el fluido compresible y obtener un polímero uniforme. Por lo tanto, las tasas de alimentación del mecanismo de alimentación de líquido interior de las partes de reacción 13 y 33, el mecanismo de alimentación de líquido interior de las partes de contacto 9 y 29, el alimentador de dosificación 2, 4 y 22 y las bombas de dosificación 6, 8 y 28 se controlan para fijar una contrapresión de la válvula de regulación de presión 34. El método de control puede ser un tipo de alimentación intermitente, pero en muchos casos se usa preferiblemente un método continuo o escalonado que aumenta y disminuye de forma gradual las tasas de rotación de las bombas. De cualquier modo, tal control produce de forma estable un producto de polímero uniforme.

20 Si es necesario, se retira un catalizador que permanece en el poliéster alifático obtenido en la forma de realización de la presente invención. Ejemplos específicos de los métodos de retirada incluyen, pero no están particularmente limitados a, retiradas a presión reducida, un método de uso de un material que disuelve un catalizador como un agente de separación para una destilación azeotrópica para extraer y retirar el catalizador, y un método de adsorción del catalizador con una columna para la retirada cuando el catalizador es un compuesto que tiene un punto de ebullición. En este caso, el catalizador se puede retirar después de que se haya extraído el poliéster alifático a partir de la parte de reacción 33 (un método por lotes) o sin extraer de la misma el poliéster alifático. Las condiciones de reducción de la presión dependen de un punto de ebullición del catalizador en retiradas a presión reducida. Una temperatura cuando se reduce la presión para retirar un catalizador es de 100 a 120 °C, que es menor que una temperatura a la que se despolimeriza el poliéster alifático. Cuando se usa un disolvente orgánico para extraer el catalizador, de forma ocasional es necesario que el disolvente orgánico se retire después de la extracción del catalizador. Por lo tanto, un fluido compresible se usa preferiblemente como un disolvente para extraer un catalizador. El catalizador se puede extraer mediante métodos conocidos tales como métodos de extracción de perfumes, etc.

35 < Producto de polímero >

A continuación, se explican las propiedades del poliéster alifático como un producto de polímero.

40 El poliéster alifático que se obtiene mediante el método anterior tiene preferiblemente un peso molecular promedio en número (Mn) de 500.000 a 2.000.000, y más preferiblemente de 1.000.000 a 2.000.000. El poliéster alifático que tiene un peso molecular promedio en número (Mn) de 500.000 a 2.000.000 puede formar preferiblemente una película delgada. Cuando es menor de 500.000, baja la viscosidad del polímero, dando como resultado una incapacidad ocasional de formar una película delgada. Cuando es más grande que 2.000.000, el polímero se gelifica, dando como resultado unos defectos ocasionales de la película delgada.

50 El poliéster alifático que se obtiene mediante el método anterior tiene preferiblemente un peso molecular promedio en peso (Mw) de 1.200.000 a 5.000.000, y más preferiblemente de 2.000.000 a 5.000.000. El poliéster alifático que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 1.200.000 a 5.000.000 puede formar preferiblemente una película delgada. Cuando es menor de 1.200.000, baja la viscosidad del polímero, dando como resultado una incapacidad ocasional de formar una película delgada. Cuando es más grande que 5.000.000, el polímero se gelifica, dando como resultado unos defectos ocasionales de la película delgada.

55 El poliéster alifático que se obtiene mediante el método anterior es un poliéster alifático que tiene un enlace amida, que incluye un enlace amida en una cantidad de un  $1 \times 10^{-3}$  a un  $1 \times 10^{-1}$  % en moles y más preferiblemente de un  $3 \times 10^{-3}$  a un  $6 \times 10^{-2}$  % en moles sobre la base de la cantidad total del enlace éster y el enlace amida. El poliéster alifático que incluye un enlace amida en una cantidad de un  $1 \times 10^{-3}$  a un  $1 \times 10^{-1}$  % en moles puede formar con facilidad una película delgada que tiene un espesor no mayor de 10  $\mu\text{m}$ . Cuando es menor de un  $1 \times 10^{-3}$  % en moles, el polímero presenta una viscosidad demasiado baja para formar una película delgada. Cuando es más grande que un  $1 \times 10^{-1}$  % en moles, el polímero se gelifica, dando como resultado unos defectos ocasionales de la película delgada. Los métodos de pesado del enlace amida no están particularmente limitados, sino que incluyen un método de uso de RMN (resonancia magnética nuclear) que se menciona más adelante en un ejemplo.

65 El producto de polímero preferiblemente incluye un monómero polimerizable de apertura de anillo residual en una cantidad, pero no se limita a, no mayor de 5.000 ppm en peso, más preferiblemente no mayor de 1.000 ppm en peso, y más preferiblemente no mayor de 500 ppm en peso. El producto de polímero que incluye un monómero

polimerizable de apertura de anillo residual en una cantidad no mayor de 5.000 ppm en peso no solo se deteriora en cuanto a su estabilidad térmica sino que también hace progresar la descomposición de forma ocasional debido a que un ácido carboxílico que se produce cuando el monómero polimerizable de apertura de anillo residual abre el anillo tiene la capacidad de un catalizador que promueve la hidrólisis.

5 El contenido del monómero polimerizable de apertura de anillo residual se representa por medio de una relación [peso del monómero polimerizable de apertura de anillo residual/peso total del monómero polimerizable de apertura de anillo (= peso del producto de polímero que incluye el monómero polimerizable de apertura de anillo residual)]. El contenido del monómero polimerizable de apertura de anillo residual se pesa en función del documento "*Voluntary standards about the food container packing made by a synthetic resin such as polyolefin*", edición revisada de la tercera edición, suplemento de junio de 2004, Parte 3, "*hygienic test method*".

15 De acuerdo con el método anterior, se producen menos componentes de bajo peso molecular tales como el monómero polimerizable de apertura de anillo residual y se obtiene un producto de polímero que tiene un índice de amarillo (YI, *yellow index*) pequeño. El índice de amarillo (YI) del producto de polímero no está particularmente limitado, pero preferiblemente es no mayor de 15, más preferiblemente no mayor de 10, y más preferiblemente no mayor de 5. Cuando es mayor de 15, la apariencia presenta un problema de forma ocasional. Esto se puede percibir de forma ocasional, en particular, cuando se usa como un recipiente para envolver alimentos.

20 El índice de amarillo (YI) del producto de polímero se determina mediante la preparación de una placa de resina formada por el producto de polímero que tiene un espesor de 2 mm, y la medición de la placa de acuerdo con la norma JIS-K7103 usando un ordenador a color SM de Suga Test Instruments Co., Ltd.

25 Como una forma de realización de la presente invención, el producto de polímero se conforma para dar un material particulado, una película, una lámina, una pieza moldeada y una fibra a usar de forma generalizada en aplicaciones tales como productos básicos, materiales industriales, artículos agrícolas, equipo sanitario, productos farmacéuticos, productos cosméticos, tóner para electrofotografía, materiales para envolver, materiales de electrodomésticos, carcasas eléctricas domésticas y materiales para automóviles.

30 « Pieza moldeada »

Una pieza moldeada que es una forma de realización de la presente invención está formada por el producto de polímero.

35 La pieza moldeada incluye un material particulado, una película, un artículo moldeado, una fibra, etc.

< Material particulado >

40 Los métodos de formación del producto de polímero para dar un material particulado incluyen un método de pulverización del producto de polímero mediante métodos convencionales. Por lo general, el material particulado tiene un diámetro de partícula, pero no se limita particularmente a, de 1 a 50 µm. Un colorante y un material particulado hidrófobo se mezclan en el producto de polímero para formar un tóner para electrofotografía. Además del colorante y el material particulado hidrófobo, se pueden incluir otros aditivos tales como un agente de liberación y un agente de control de carga. Los aditivos se pueden mezclar mientras se realiza la polimerización, después de la polimerización o añadirse al producto polimerizado resultante mientras está fundido y se amasa. Otros materiales particulados incluyen DDS (*drug delivery system*, sistema de administración de fármacos), etc.

< Película >

50 El producto de polímero se conforma para dar una película delgada como una forma de realización de la presente invención, que tiene un espesor no mayor de 10 µm. El producto de polímero se estira para formar la película.

55 Los métodos de estirar el producto de polímero no están particularmente limitados, sino que incluyen un método de formación de extensión monoaxial aplicable para estirar un plástico de propósito general, y un método de formación de extensión biaxial de forma simultánea o secuencial, tal como métodos tubulares y métodos de estiramiento en rama tensora.

60 Por lo general, la película se forma a de 150 a 280 °C. La película formada se somete a una extensión mono o biaxial mediante métodos de laminación, métodos de estiramiento en rama tensora, métodos tubulares, etc. Por lo general, la película se estira a de 30 a 110 °C, y preferiblemente de 50 a 100 °C. Por lo general, una relación de extensión es de 0,6 a 10 veces en sentido vertical y horizontal. Después de estirarse, la película se puede calentar soplando aire caliente, irradiando infrarrojos, irradiando microondas hacia la misma o poniendo en contacto la película sobre un cilindro de calor. Estos métodos de formación de extensión forman diversas películas estiradas tales como una lámina estirada, un hilo plano, una banda o cinta estirada, una cinta listada y un hilo dividido.

65

La película estirada se puede someter a una fabricación secundaria para el fin de tener capacidades superficiales tales como la capacidad química, la capacidad magnética, la capacidad mecánica, la capacidad de fricción/abrasión/lubricidad, la capacidad óptica, la capacidad térmica y la biocompatibilidad. Ejemplos específicos de las fabricaciones secundarias incluyen, pero no se limitan a, estampado, revestimiento, adhesión, impresión, metalización (electrodeposición), mecanizado y tratamiento superficial tal como procesamiento antiestático, procesamiento mediante descarga por efecto corona, procesamiento por plasma, procesamiento de fotocromía, deposición física en fase de vapor, deposición química en fase de vapor, revestimiento.

La película estirada que se obtiene en la forma de realización de la presente invención puede incluir, o no, un disolvente orgánico. La película estirada sin un disolvente orgánico es segura y se usa de forma generalizada en aplicaciones tales como aplicaciones médicas, aplicaciones para envolver alimentos, productos básicos, materiales de electrodomésticos, carcasas eléctricas domésticas y materiales para automóviles. En particular, esta se usa de forma eficaz para envolver materiales que incluyen alimentos vulnerables al oxígeno o que se pueden deteriorar. La durabilidad de la película estirada se puede aumentar y la coloración del mismo se puede reducir incluso cuando se incluye el monómero residual si el contenido del mismo es de 5.000 ppm o menos en peso.

< Lámina/pieza moldeada >

En la forma de realización de la presente invención, la lámina es el producto de polímero que tiene la forma de una película delgada y un espesor no menor de 250  $\mu\text{m}$ . La lámina se forma a partir del producto de polímero mediante métodos convencionalmente conocidos que se usan para resinas termoplásticas. Ejemplos específicos de los métodos incluyen, pero no se limitan a, un método de boquilla en T, un método de inflación y un método de calandria. Las condiciones de fabricación del producto de polímero para dar una lámina dependen del producto de polímero y los aparatos. Cuando un ácido poliláctico se fabrica mediante el método de boquilla en T, preferiblemente el mismo se calienta para tener una temperatura de 150 a 250  $^{\circ}\text{C}$  y se extruye por medio de una extrusora a partir de una boquilla en T que está acoplada a la salida de la misma para formar una lámina.

En la forma de realización de la presente invención, la pieza moldeada es un artículo moldeado. El concepto de pieza moldeada incluye no solo productos acabados sino también una parte formada por la pieza moldeada tal como un agarre de una bandeja y un producto equipado con el agarre.

Los métodos de fabricación para fabricar el poliéster alifático como el producto de polímero no están particularmente limitados, y métodos convencionalmente conocidos que se usan para resinas termoplásticas tales como moldeo por eyección, moldeo en vacío, moldeo por aire comprimido, moldeo por presión en vacío y moldeo por prensado. El producto de polímero se puede fundir y expulsar de un moldeador para formar una pieza moldeada. Además, la lámina que se obtiene mediante el método anterior se puede someter al moldeo por prensado para formar una pieza moldeada. Las condiciones de fabricación del producto de polímero para dar una lámina dependen del producto de polímero y los aparatos. Cuando una lámina de ácido poliláctico se somete al moldeo por prensado mediante un moldeador, el moldeador puede tener una temperatura de 100 a 150  $^{\circ}\text{C}$ . Además, el producto de polímero calentado para tener una temperatura de 150 a 250  $^{\circ}\text{C}$  se puede expulsar de un moldeador que tiene una temperatura de 20 a 80  $^{\circ}\text{C}$  para formar una pieza moldeada. El ácido poliláctico que ha sido para uso general presenta una relación residual alta de un catalizador metálico, un disolvente orgánico y un monómero. Cuando un ácido poliláctico de ese tipo se calienta y se conforma para tener forma de lámina, residuos tales como un catalizador metálico, un disolvente orgánico y un monómero tienen forma de ojo de pez de modo que se afecta de forma ocasional la apariencia y se baja la resistencia. Además, cuando un ácido poliláctico de ese tipo se moldea mediante moldeo de metal o moldeo por eyección, la apariencia se ve afectada y la resistencia también se baja de forma ocasional.

La lámina y la pieza moldeada en la forma de realización de la presente invención puede incluir, o no, un disolvente orgánico. La lámina y la pieza moldeada sin un disolvente orgánico son seguras y se usan de forma generalizada en aplicaciones tales como materiales industriales, productos básicos, artículos agrícolas, láminas para alimentos, productos farmacéuticos y productos cosméticos, materiales para envolver y bandejas. Cuando el producto de polímero es un polímero que tiene biodegradabilidad tal como ácido poliláctico y policaprolactona, estos se usan de forma eficaz en aplicaciones que posiblemente entran en cuerpos humanos, tales como materiales para envolver para alimentos y láminas médicas tales como productos cosméticos y productos farmacéuticos debido a que los mismos no incluyen un disolvente o un metal. La durabilidad del producto se puede aumentar y la coloración del mismo se puede reducir incluso cuando se incluye el monómero residual si el contenido del mismo es de 5.000 ppm o menos en peso.

< Fibra >

El producto de polímero es aplicable a fibras tales como monofilamento y multifilamento. En la forma de realización de la presente invención, el concepto de fibra incluye no solo una única fibra tal como monofilamento, sino también productos intermedios formados por una fibra tal como material textil tejido o no tejido y máscaras que tienen materiales textiles tejidos o no tejidos.

En la forma de realización de la presente invención, el producto de polímero se hila en fundido, se enfría, se estira y se fibra mediante métodos convencionalmente conocidos para formar un monofilamento. Una capa de revestimiento se puede formar mediante métodos convencionalmente conocidos sobre el monofilamento de acuerdo con la aplicación, y la capa de revestimiento puede incluir un agente antibacteriano, un colorante, etc. Además, el producto de polímero se hila en fundido, se enfría, se estira, se abre, se dispone formando una capa y se calienta mediante métodos convencionalmente conocidos para formar un material textil no tejido. El producto de polímero puede incluir aditivos tales como un antioxidante, un retardante, un absorbedor de UV, un agente antiestático, un agente antibacteriano y una resina aglutinante. Los aditivos se pueden mezclar en la polimerización, después de la polimerización o en el producto polimerizado mientras está fundido y se amasa.

La fibra que se obtiene en la forma de realización de la presente invención puede incluir, o no, un disolvente orgánico. La fibra sin un disolvente orgánico es segura y se usa de forma generalizada en aplicaciones tales como una línea de pesca, una red de pesca, una sutura para operaciones quirúrgicas, materiales de electrodomésticos, materiales para automóviles y materiales industriales cuando es un monofilamento. La fibra de la forma de realización se usa de forma generalizada en aplicaciones tales como industria pesquera, materiales agrícolas, construcciones, materiales para trabajos de ingeniería, interiores, elementos de automóviles, materiales para envolver, productos básicos y materiales sanitarios cuando se trata de un material textil no tejido. La durabilidad de la fibra se puede aumentar y la coloración del mismo se puede reducir incluso cuando se incluye el monómero residual si el contenido del mismo es de 5.000 ppm o menos en peso.

### Ejemplos

Habiendo descrito en general la presente invención, se puede obtener una comprensión adicional por referencia a determinados ejemplos específicos que se proporcionan en el presente documento solo por razones de ilustración y no se tiene por objeto que sean limitantes. En las descripciones en los siguientes ejemplos, los números representan relaciones en peso en partes, a menos que se especifique lo contrario.

Se evaluaron un peso molecular, una distribución de peso molecular, un contenido de enlace amida en una resina de ácido poliláctico, un contenido de un monómero polimerizable de apertura de anillo residual, un índice de amarillo (valor de YI, *yellow index*) y una fluidez de masa fundida del poliéster alifático (producto de polímero) que se obtiene en cada uno de los ejemplos y los ejemplos comparativos. Además, se observó si una película obtenida mediante el moldeo del producto de polímero tenía un objeto que tiene forma de ojo de pez.

< Determinación del peso molecular de polímero >

Un peso molecular de un polímero se midió mediante CPG.

Medidor: GPC-8020 de Tosoh Corp.  
 Columna: TSK G2000HXL y G4000HXL de Tosoh Corp.  
 Temperatura: 40 °C  
 Disolvente: THF (tetrahidrofurano)  
 Caudal: 1,0 ml/min

A partir de una distribución de peso molecular de un polímero medido mediante las condiciones mencionadas anteriormente, a partir de 1 ml de una muestra que tiene una concentración de un 0,5 % en peso, se determinaron un peso molecular promedio en número (Mn) y un peso molecular promedio en peso (Mw) del tóner usando una curva de corrección del peso molecular que se prepara por medio de una muestra convencional de poliestireno en monodispersión. La distribución de peso molecular es Mw/Mn.

< Determinación del contenido de enlace amida en resina de ácido poliláctico >

Se determinó la RMN de <sup>13</sup>C (aparato: ECA500 de JEOL Ltd., patrón interno cloroformo-d: δ = 77 ppm) de un poliéster alifático (tal como resinas de ácido poliláctico, etc.) obtenido mediante una reacción de extensión de cadena usando un extensor de cadena tal como una oxazolina.

En este espectro, a partir de una relación entre δ = 170 y 180 ppm: δ = 150 a 170 ppm a partir del carbono en el enlace éster de la cadena principal de ácido poliláctico: se determinó un valor integrado de dos o más de carbono de enlace amida, el contenido del enlace amida sobre la base de la cantidad total del enlace éster y el enlace amida en la resina de ácido poliláctico y el número de unidades de enlace amida por un mol de la resina de ácido poliláctico con un peso molecular promedio en número del ácido poliláctico en bruto. El enlace éster es un grupo éster que forma un enlace éster en la cadena principal de poliéster alifático. El enlace amida es un grupo amida que forma un enlace amida en la cadena principal de poliéster alifático.

## &lt; Contenido de monómero residual &gt;

El contenido del monómero residual de la composición de poliéster alifático tal como la composición de ácido poliláctico se determinó mediante el método de medición de cantidad de lactida que se divulga en el documento "Voluntary standards about the food container packing made by a synthetic resin such as polyolefin", edición revisada de la tercera edición, suplemento de junio de 2004, Parte 3, "hygienic test method". En concreto, la composición de poliéster alifático tal como la composición de ácido poliláctico se disolvió de manera uniforme en diclorometano para preparar una solución. Una solución mezclada de acetona y ciclohexano se añadió a la misma para preparar un líquido sobrenadante en el que volvió a precipitar la composición de poliéster alifático de la composición de ácido poliláctico. El líquido sobrenadante se proporcionó a un cromatógrafo de gases (GC, *gas chromatograph*) con un detector de ionización a la llama (FID, *flame ionization detector*) para separar el monómero residual (lactida y glicolida) del líquido. Entonces, la cantidad del monómero residual se determinó mediante un método de patrón interno.

## « Condiciones de medición de GC »

Columna: columna capilar (DB-17ms de J&W que tiene una longitud de 30 m, un diámetro interior de 0,25 mm y un espesor de 0,25 µm)

Patrón interno: 2, 6-dimetil-γ-pirona

Cantidad de flujo de columna: 1,8 ml/min

Temperatura de columna: mantener 1 min a 50 °C.

Calor a 25 °C/min y mantener 5 min a 320 °C.

Detector: Detector de ionización a la llama (FID)

## &lt; Índice de amarillo (valor de YI) &gt;

La composición de polímero se conformó para dar un microgránulo de resina que tiene un espesor de 2 mm, y el valor de YI se determinó de acuerdo con la norma JIS-K7103 usando un ordenador a color SM de Suga Test Instruments Co., Ltd.

## &lt; Fluidez de masa fundida &gt;

La composición poliláctica se sometió a un caudal de metilo (MFR, *methyl flow rate*) de acuerdo con la norma JIS-K7210. El caudal de metilo (MFR) se midió a 210 °C y una carga de 2,16 kg.

## &lt; Método de evaluación de película &gt;

Se examinó visualmente una muestra de 1.000 mm x 1.000 mm para ver si había objetos con forma de ojo de pez.

## [Norma de evaluación]

Excelente: Sin objetos que tienen forma de ojo de pez

Bueno: de 1 a 2 objetos que tienen forma de ojo de pez

Razonable: 3 o más objetos que tienen forma de ojo de pez

## (Ejemplo 1-1)

Se llevó a cabo una polimerización con apertura de anillo de L-lactida usando el reactor de polimerización 100 en la figura 3. La configuración del reactor de polimerización 100 fue tal como sigue.

(1) Al igual que para el depósito 1 y el alimentador de dosificación 2 (bomba de pistón NP-S462 de Nihon Seimitsu Co., LTD), el depósito 1 se cargó con una mezcla que incluye L-lactida como un monómero polimerizable de apertura de anillo que tiene un punto de fusión de 100 °C de Purac Inc. y etilen glicol como un iniciador de polimerización a una relación molar de 99,900/0,100, de forma respectiva. La L-lactida se calentó en el depósito 1 a una temperatura más alta que el punto de fusión de la misma para que se encontrara en estado líquido.

(2) El depósito 3 y el alimentador de dosificación 4 no se usaron.

(3) El depósito 5 y el alimentador de dosificación 6 no se usaron.

(4) Un cilindro de dióxido de carbono se usó como depósito 7.

(5) El depósito 27 incluía dimetil éter.

(6) Al igual que para el depósito 21 y el alimentador de dosificación 22 (bomba de pistón NP-S462 de Nihon Seimitsu Co., LTD), el depósito 21 se cargó con 2, 2'-m-fenileno-bis-(2-oxazolona) de Wako Pure Chemical Industries, Ltd. como un extensor de cadena. 2, 2'-m-fenileno-bis-(2-oxazolona) se calentó a 170 °C para que se encontrara en estado líquido.

(7) Al igual que para el depósito 11 y la bomba de dosificación 12 (bomba de HPLC inteligente PU-2080 de JASCO Corp), el depósito 11 se cargó con di(ácido de 2-etilhexilo) estaño como un catalizador.

(8) Un agitador biaxial que está equipado con husillos que están acoplados entre sí, que tiene un diámetro interior de cilindro de 30 mm y dos ejes que rotan en el mismo sentido a 30 rpm se usó como la parte de contacto 9.

5 (9) Un agitador biaxial que está equipado con husillos que están acoplados entre sí, que tiene un diámetro interior de cilindro de 30 mm y dos ejes que rotan en el mismo sentido a 30 rpm se usó como la parte de contacto 29.

(10) Una amasadora biaxial TME-18 de Toshiba Corp. que tiene un diámetro interior de cilindro de 40 mm y dos ejes que rotan en el mismo sentido a 60 rpm se usó como la parte de reacción 13.

10 (11) Una amasadora biaxial TME-18 de Toshiba Corp. que tiene un diámetro interior de cilindro de 40 mm y dos ejes que rotan en el mismo sentido a 60 rpm se usó como la parte de reacción 33.

15 En primer lugar, se activó el alimentador de dosificación 2 para alimentar de forma continua los materiales en bruto (lactida y etilen glicol) en el depósito 1 a una cantidad de alimentación constante y una tasa de 4 g/min al agitador biaxial de la parte de contacto 9. Además, se activó la bomba de dosificación 8 para alimentar de forma continua el dióxido de carbono en el depósito 7 al agitador biaxial de la parte de contacto 9 con el fin de compartir 10 partes en peso por 100 partes en peso de los materiales en bruto. Entonces, en el agitador biaxial de la parte de contacto 9, los materiales en bruto, es decir, lactida y etilen glicol, y un fluido compresible se pusieron en contacto entre sí de forma continua, y se disolvieron los materiales en bruto.

20 Los materiales en bruto disueltos en la parte de contacto 9 se alimentaron mediante la bomba de alimentación de líquido 10 a la amasadora biaxial de la parte de reacción 13. Mientras tanto, la bomba de dosificación 12 se activó para alimentar el di(ácido de 2-etilhexilo) estaño como un catalizador de polimerización a la parte de reacción 13 en una cantidad de 500 ppm en peso sobre la base del peso total de la lactida. Entonces, la polimerización con apertura de anillo de la lactida se realizó de forma continua en la parte de reacción 13 en presencia de di(ácido de 2-etilhexilo) estaño (un proceso de polimerización) para obtener de forma continua un polímero de anillo abierto (ácido poliláctico) como un producto intermedio en la parte de reacción 13.

25 Se activó la bomba de dosificación 28 para alimentar de forma continua dimetil éter en el depósito 27 al agitador biaxial de la parte de contacto 29 en una cantidad de un 70 % en moles sobre la base del % total en moles de dimetil éter y dióxido de carbono (un 30 % en moles). Entonces, en la parte de contacto 9, dióxido de carbono, el polímero de anillo abierto (ácido poliláctico) y dimetil éter se pusieron en contacto entre sí de forma continua, y se disolvió dimetil éter en dióxido de carbono y el polímero de anillo abierto.

30 Se activó el alimentador de dosificación 22 para alimentar de forma continua 2, 2'-m-fenileno-bis-(2-oxazolona) como un extensor de cadena que está almacenado en el depósito 21 a una cantidad de alimentación constante y una tasa de 0,18 g/min al agitador biaxial de la parte de contacto 29. Se añadió 2, 2'-m-fenileno-bis-(2-oxazolona) como un extensor de cadena, en una cantidad de 4 moles, a 100 moles del monómero polimerizable de apertura de anillo (L-lactida).

35 El polímero de anillo abierto (ácido poliláctico) polimerizado y fundido como un producto intermedio en la parte de reacción 13, dimetil éter que es tanto un disolvente de baja polaridad como un fluido compresible, y 2, 2'-m-fenileno-bis-(2-oxazolona) como un extensor de cadena, se alimentaron de forma continua a la amasadora biaxial de la parte de reacción 33, en la que los mismos se mezclaron de forma continua (un proceso de mezclado).

40 En el ejemplo 1-1, una presión en cada una de las partes de contacto 9 y 29 y las partes de reacción 13 y 33 fue de 15 MPa mediante el control de la apertura y el cierre de la válvula de regulación de presión 34. La temperatura de la vía de alimentación de líquido del agitador biaxial de cada una de las partes de contacto 9 y 29 es de 150 °C en la entrada y en la salida. La temperatura de la vía de alimentación de líquido del agitador biaxial de cada una de las partes de reacción 13 y 33 es de 170 °C en la entrada y en la salida.

45 Un tiempo de retención promedio de los materiales en bruto en las partes de contacto 9 y la parte de reacción 13 fue de 60 min mediante el control de las tuberías y la longitud de las mismas en las partes de contacto 9 y la parte de reacción 13. Además, un tiempo de retención promedio de los materiales en bruto en las partes de contacto 29 y la parte de reacción 33 fue de 20 min mediante el control de las tuberías y la longitud de las mismas en las partes de contacto 29 y la parte de reacción 33.

50 La válvula de regulación de presión 34 se equipa en el extremo de la parte de reacción 33, a partir de la cual se expulsó de forma continua una composición de ácido poliláctico P como el producto de polímero.

55 El producto de polímero se moldeó mediante un moldeador de inflación de propósito general a 200 °C para dar una película que tiene un espesor de 25 µm.

60 El peso molecular, la distribución del mismo, el contenido del enlace amida en una resina de ácido poliláctico, el contenido del monómero polimerizable de apertura de anillo residual, el índice de amarillo (valor de YI, *yellow index*) y la fluidez de masa fundida de la composición de ácido poliláctico se midieron y se evaluaron como en lo que antecede. Se observó como en lo que antecede si la película estirada tenía un objeto que tiene forma de ojo de pez.

Los resultados se muestran en la tabla 1, en la que "E" del contenido de enlace amida representa una notación exponencial.

(Ejemplos 1-2 a 1-5 y ejemplos comparativos 1-1 a 1-5)

5 Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 1-1 para preparar composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 1-2 a 1-5 y los ejemplos comparativos 1-1 a 1-5 excepto por el cambio del iniciador de polimerización y la cantidad del mismo, la cantidad del disolvente de baja polaridad, el extensor de cadena y la cantidad del mismo y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 1 o 4.

10 Las propiedades de cada una de las composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 1-2 a 1-5 y los ejemplos comparativos 1-1 a 1-5 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 1-1. Los resultados se muestran en la tabla 1 o 4.

15 (Ejemplo 1-6)

Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 1-1 para preparar la composición de ácido poliláctico del ejemplo 1-6 excepto por el cambio del monómero polimerizable de apertura de anillo a glicolida, la cantidad del iniciador de polimerización, la cantidad del disolvente de baja polaridad, la cantidad del extensor de cadena y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 1.

Las propiedades de la composición de ácido poliláctico del ejemplo 1-6 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 1-1. Los resultados se muestran en la tabla 1.

25 (Ejemplos 1-7 y 1-8)

Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 1-1 para preparar composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 1-7 y 1-8 excepto por el cambio del extensor de cadena a un compuesto de oxazina o un polímero que incluye un grupo oxazolina, la cantidad del iniciador de polimerización, la cantidad del disolvente de baja polaridad, la cantidad del extensor de cadena y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 1. En el ejemplo 1-8, un polímero que incluye un grupo oxazolina EPOCROS K-2020E de Nippon Shokubai Co., Ltd. se usó como el extensor de cadena.

Las propiedades de las composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 1-7 y 1-8 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 1-1. Los resultados se muestran en la tabla 1.

(Ejemplo 2-1)

40 L-lactida se polimerizó con apertura de anillo usando el mismo reactor de polimerización 100 que en el ejemplo 1-1. No obstante, el depósito 1 se cargó con una mezcla que incluye L-lactida como un monómero polimerizable de apertura de anillo que tiene un punto de fusión de 100 °C de Purac Inc. y etilen glicol como un iniciador de polimerización a una relación molar de 99,920/0,080, de forma respectiva. Se calentó la L-lactida en el depósito 1 a una temperatura más alta que el punto de fusión de la misma para que se encontrara en estado líquido. El depósito 21 se cargó con isoforona diisocianato como un extensor de cadena, que se calentó a 170 °C para que se encontrara en estado líquido.

50 En primer lugar, se activó el alimentador de dosificación 2 para alimentar de forma continua los materiales en bruto (lactida y etilen glicol) en el depósito 1 a una cantidad de alimentación constante y una tasa de 4 g/min al agitador biaxial de la parte de contacto 9. Además, la bomba de dosificación 8 se activó para alimentar de forma continua el dióxido de carbono en el depósito 7 al agitador biaxial de la parte de contacto 9 con el fin de compartir 10 partes en peso por 100 partes en peso de los materiales en bruto. Entonces, en el agitador biaxial de la parte de contacto 9, los materiales en bruto, es decir, lactida y etilen glicol, y un fluido compresible se pusieron en contacto entre sí de forma continua, y los materiales en bruto se disolvieron.

55 Los materiales en bruto disueltos en la parte de contacto 9 se alimentaron mediante la bomba de alimentación de líquido 10 a la amasadora biaxial de la parte de reacción 13. Mientras tanto, la bomba de dosificación 12 se activó para alimentar el di(ácido de 2-etilhexilo) estaño como un catalizador de polimerización a la parte de reacción 13 en una cantidad de 500 ppm en peso sobre la base del peso total de la lactida. Entonces, la polimerización con apertura de anillo de la lactida se realizó de forma continua en la parte de reacción 13 en presencia de di(ácido de 2-etilhexilo) estaño (un proceso de polimerización) para obtener de forma continua un polímero de anillo abierto (ácido poliláctico) como un producto intermedio en la parte de reacción 13.

60 Se activó la bomba de dosificación 28 para alimentar de forma continua dimetil éter en el depósito 27 al agitador biaxial de la parte de contacto 29 en una cantidad de un 70 % en moles sobre la base del % total en moles de dimetil éter y dióxido de carbono (un 30 % en moles). Entonces, en la parte de contacto 9, dióxido de carbono, el polímero

65

de anillo abierto (ácido poliláctico) y dimetil éter se pusieron en contacto entre sí de forma continua, y se disolvió dimetil éter en dióxido de carbono y el polímero de anillo abierto.

5 Se activó el alimentador de dosificación 22 para alimentar de forma continua isoforona diisocianato como un extensor de cadena que está almacenado en el depósito 21 a una cantidad de alimentación constante y una tasa de 0,11 g/min al agitador biaxial de la parte de contacto 29. Se añadió isoforona diisocianato como un extensor de cadena, en una cantidad de 4 moles, a 100 moles del monómero polimerizable de apertura de anillo (L-lactida).

10 El polímero de anillo abierto (ácido poliláctico) polimerizado y fundido como un producto intermedio en la parte de reacción 13, dimetil éter que es tanto un disolvente de baja polaridad como un fluido compresible, e isoforona diisocianato como un extensor de cadena se alimentaron de forma continua a la amasadora biaxial de la parte de reacción 33, en la que los mismos se mezclaron de forma continua (un proceso de mezclado).

15 En el ejemplo 2-1, una presión en cada una de las partes de contacto 9 y 29 y las partes de reacción 13 y 33 fue de 15 MPa mediante el control de la apertura y el cierre de la válvula de regulación de presión 34. La temperatura de la vía de alimentación de líquido del agitador biaxial de cada una de las partes de contacto 9 y 29 es de 150 °C en la entrada y en la salida. La temperatura de la vía de alimentación de líquido del agitador biaxial de cada una de las partes de reacción 13 y 33 es de 170 °C en la entrada y en la salida.

20 Un tiempo de retención promedio de los materiales en bruto en las partes de contacto 9 y la parte de reacción 13 fue de 60 min mediante el control de las tuberías y la longitud de las mismas en las partes de contacto 9 y la parte de reacción 13. Además, un tiempo de retención promedio de los materiales en bruto en las partes de contacto 29 y la parte de reacción 33 fue de 20 min mediante el control de las tuberías y la longitud de las mismas en las partes de contacto 29 y la parte de reacción 33.

25 La válvula de regulación de presión 34 va montada en el extremo de la parte de reacción 33, a partir de la cual se expulsó de forma continua una composición de ácido poliláctico P como el producto de polímero.

30 El producto de polímero se moldeó mediante un moldeador de inflación de propósito general a 200 °C para dar una película que tiene un espesor de 25 µm.

35 El peso molecular, la distribución del mismo, el contenido del enlace amida en una resina de ácido poliláctico, el contenido del monómero polimerizable de apertura de anillo residual, el índice de amarillo (valor de YI, *yellow index*) y la fluidez de masa fundida de la composición de ácido poliláctico se midieron y se evaluaron como en lo que antecede. Se observó como en lo que antecede si la película estirada tenía un objeto que tiene forma de ojo de pez. Los resultados se muestran en la tabla 2.

(Ejemplos 2-2 a 2-5 y ejemplos comparativos 2-1 a 2-5)

40 Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 2-1 para preparar composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 2-2 a 2-5 y los ejemplos comparativos 2-1 a 2-5 excepto por el cambio del iniciador de polimerización y la cantidad del mismo, la cantidad del disolvente de baja polaridad, el extensor de cadena y la cantidad del mismo y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 2 o 4.

45 Las propiedades de cada una de las composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 2-2 a 2-5 y los ejemplos comparativos 2-1 a 2-5 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 2-1. Los resultados se muestran en la tabla 2 o 4.

(Ejemplo 2-6)

50 Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 2-1 para preparar la composición de ácido poliláctico del ejemplo 2-6 excepto por el cambio del monómero polimerizable de apertura de anillo a glicolida, la cantidad del iniciador de polimerización, la cantidad del disolvente de baja polaridad, la cantidad del extensor de cadena y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 2.

55 Las propiedades de la composición de ácido poliláctico del ejemplo 2-6 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 2-1. Los resultados se muestran en la tabla 2.

(Ejemplos 2-7 y 2-8)

60 Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 2-1 para preparar composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 2-7 y 2-8 excepto por el cambio del extensor de cadena a hexametileno diisocianato y tolieno diisocianato, la cantidad del iniciador de polimerización, la cantidad del disolvente de baja polaridad, la cantidad del extensor de cadena y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 2.

65

Las propiedades de las composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 2-7 y 2-8 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 2-1. Los resultados se muestran en la tabla 2.

(Ejemplo 3-1)

5 L-lactida se polimerizó con apertura de anillo usando el mismo reactor de polimerización 100 que en el ejemplo 1-1. No obstante, el depósito 21 se cargó con Stabaxol P de Rhine Chemie GmbH que es un compuesto de carbodiimida como una polimerización de extensor de cadena. Se disolvió Stabaxol P en una solución de cloruro de metileno que tiene una concentración de un 20 % en peso para usarse en el estado líquido.

10 Se activó la bomba de dosificación 28 para alimentar de forma continua dimetil éter en el depósito 27 al agitador biaxial de la parte de contacto 29 en una cantidad de un 70 % en moles sobre la base del % total en moles de dimetil éter y dióxido de carbono (un 30 % en moles). Entonces, en la parte de contacto 9, dióxido de carbono, el polímero de anillo abierto (ácido poliláctico) y dimetil éter se pusieron en contacto entre sí de forma continua, y se disolvió dimetil éter en dióxido de carbono y el polímero de anillo abierto.

15 Se activó el alimentador de dosificación 22 para alimentar de forma continua Stabaxol P como un extensor de cadena que está almacenado en el depósito 21 a una cantidad de alimentación constante y una tasa de 0,15 g/min al agitador biaxial de la parte de contacto 29. Se añadió isoforona diisocianato como un extensor de cadena en una cantidad de 5 partes en peso a 100 partes en peso del monómero polimerizable de apertura de anillo (L-lactida).

20 El polímero de anillo abierto (ácido poliláctico) polimerizado y fundido como un producto intermedio en la parte de reacción 13, dimetil éter que es tanto un disolvente de baja polaridad como un fluido compresible, y Stabaxol P como un extensor de cadena se alimentaron de forma continua a la amasadora biaxial de la parte de reacción 33, en la que los mismos se mezclaron de forma continua (un proceso de mezclado).

25 En el ejemplo 3-1, una presión en cada una de las partes de contacto 9 y 29 y las partes de reacción 13 y 33 fue de 15 MPa mediante el control de la apertura y el cierre de la válvula de regulación de presión 34. La temperatura de la vía de alimentación de líquido del agitador biaxial de cada una de las partes de contacto 9 y 29 es de 150 °C en la entrada y en la salida. La temperatura de la vía de alimentación de líquido del agitador biaxial de cada una de las partes de reacción 13 y 33 es de 170 °C en la entrada y en la salida.

30 Un tiempo de retención promedio de los materiales en bruto en las partes de contacto 9 y la parte de reacción 13 fue de 60 min mediante el control de las tuberías y la longitud de las mismas en las partes de contacto 9 y la parte de reacción 13. Además, un tiempo de retención promedio de los materiales en bruto en las partes de contacto 29 y la parte de reacción 33 fue de 20 min mediante el control de las tuberías y la longitud de las mismas en las partes de contacto 29 y la parte de reacción 33.

35 La válvula de regulación de presión 34 se equipa en el extremo de la parte de reacción 33, a partir de la cual se expulsó de forma continua una composición de ácido poliláctico P como el producto de polímero.

40 El producto de polímero se moldeó mediante un moldeador de inflación de propósito general a 200 °C para dar una película que tiene un espesor de 25 µm.

45 El peso molecular, la distribución del mismo, el contenido del enlace amida en una resina de ácido poliláctico, el contenido del monómero polimerizable de apertura de anillo residual, el índice de amarillo (valor de YI, *yellow index*) y la fluidez de masa fundida de la composición de ácido poliláctico se midieron y se evaluaron como en lo que antecede. Se observó como en lo que antecede si la película estirada tenía un objeto que tiene forma de ojo de pez. Los resultados se muestran en la tabla 3.

50 (Ejemplos 3-2 a 3-5 y ejemplos comparativos 3-1 a 3-5)

55 Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 3-1 para preparar composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 3-2 a 3-5 y los ejemplos comparativos 3-1 a 3-5 excepto por el cambio del iniciador de polimerización y la cantidad del mismo, la cantidad del disolvente de baja polaridad, el extensor de cadena y la cantidad del mismo y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 3 o 4.

60 Las propiedades de cada una de las composiciones de ácido poliláctico de los ejemplos 3-2 a 3-5 y los ejemplos comparativos 3-1 a 3-5 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 3-1. Los resultados se muestran en la tabla 3 o 4.

(Ejemplo 3-6)

65 Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 3-1 para preparar la composición de ácido poliláctico del ejemplo 3-6 excepto por el cambio del monómero polimerizable de apertura de

anillo a glicolida, la cantidad del iniciador de polimerización, la cantidad del disolvente de baja polaridad, la cantidad del extensor de cadena y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 3.

5 Las propiedades de la composición de ácido poliláctico del ejemplo 3-6 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 3-1. Los resultados se muestran en la tabla 3.

(Ejemplo 3-7)

10 Se repitió el procedimiento para preparar la composición de ácido poliláctico en el ejemplo 3-1 para preparar la composición de ácido poliláctico del ejemplo 3-7 excepto por el cambio del extensor de cadena a CARBODILITE LA-1 de Nisshinbo Chemical Inc., la cantidad del iniciador de polimerización, la cantidad del disolvente de baja polaridad, la cantidad del extensor de cadena y la temperatura, tal como se muestra en la tabla 3.

15 Las propiedades de la composición de ácido poliláctico del ejemplo 3-7 se evaluaron como lo fueron las del ejemplo 3-1. Los resultados se muestran en la tabla 3.

Tabla 1 (1)

	Ejemplo 1-1	Ejemplo 1-2	Ejemplo 1-3	Ejemplo 1-4
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Hexanol	Etilen glicol	Etilen glicol	Alcohol láurico
Cant. (% en moles)	0,100	0,050	0,080	0,080
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño			
Disolvente de baja polaridad	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	70	70	50	30
Extensor de cadena	2, 2'-m-fenileno-bis-(2-oxazolina)	2, 2'-m-fenileno-bis-(3-oxazolina)	2, 2'-m-fenileno-bis-(4-oxazolina)	2, 2'-m-fenileno-bis-(5-oxazolina)
Cant. (% en moles)	1,5	1,0	4,0	3,0
Presión (MPa)	15	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)	170	210	170	210
Tiempo de extensión de cadena (min)	20	20	20	20
Temp. de formación de película (°C)	200	200	200	200
Mn de polímero	653000	962000	1370000	816000
Mw/Mn de polímero	2,1	2,5	3,6	3,1
Contenido de enlace amida (% en moles)	1,7E-03	7,5E-03	2,1E-02	2,6E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)	430	1300	680	570
Valor de YI	2,6	6,8	3,1	8,2
Fluidez de masa fundida (g/10 min)	2,4	3,6	1,8	2,7
Objeto gelificado	Ninguno	Ninguno	Ninguno	Ninguno

Tabla 1 (2)

	Ejemplo 1-5	Ejemplo 1-6	Ejemplo 1-7	Ejemplo 1-8
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Alcohol láurico	Hexanol
Cant. (% en moles)	0,050	0,100	0,050	0,100
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño
Disolvente de baja polaridad	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	30	50	50	50
Extensor de cadena	2, 2'-m-fenileno-bis-(6-oxazolina)	2, 2'-m-fenileno-bis-(9-oxazolina)	2, 2'-p-fenileno-bis(5, 6-dihidro-4H-1, 3-oxazolina)	EPOCROS K-2020E
Cant. (% en moles)	2,0	1,5	1,0	3,0
Presión (MPa)	15	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)	170	170	210	170
Tiempo de extensión de cadena (min)	20	20	20	20
Temp. de formación de película (°C)	200	250	200	200
Mn de polímero	1130000	686000	893000	645000
Mw/Mn de polímero	3,2	2,1	2,8	1,9
Contenido de enlace amida (% en moles)	1,3E-02	1,6E-02	8,1E-03	3,3E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)	1600	570	5200	520
Valor de YI	4,7	2,4	15,3	2,1
Fluidez de masa fundida (g/10 min)	1,9	2,6	3,1	2,7
Objeto gelificado	Ninguno	Ninguno	Ninguno	Ninguno

Tabla 1 (3)

	Ejemplo comparativo 1-1	Ejemplo comparativo 1-2	Ejemplo comparativo 1-3
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Etilen glicol
Cant. (% en moles)	0,040	0,100	0,050
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño
Disolvente de baja polaridad	-	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	0	50	50
Extensor de cadena	2, 2'-m-fenileno-bis-(7-oxazolina)	2, 2'-m-fenileno-bis-(8-oxazolina)	2, 2'-m-fenileno-bis-(9-oxazolina)
Cant. (% en moles)	1,0	0,2	5,8
Presión (MPa)	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)		170	170

ES 2 651 990 T3

Tiempo de extensión de cadena (min)	Solidificado de forma no producible	20	20
Temp. de formación de película (°C)		200	200
Mn de polímero		286000	2350000
Mw/Mn de polímero		1,5	4,9
Contenido de enlace amida (% en moles)		5,0E-03	1,8E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)		410	2100
Valor de YI		2,8	3,6
Fluidez de masa fundida (g/10 min)		5,8	3,2
Objeto gelificado		Ninguno	Observado

Tabla 2 (1)

	Ejemplo 2-1	Ejemplo 2-2	Ejemplo 2-3	Ejemplo 2-4
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Hexanol	Alcohol láurico
Cant. (% en moles)	0,080	0,050	0,100	0,080
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño			
Disolvente de baja polaridad	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	70	70	50	30
Extensor de cadena	Isoforona diisocianato	Isoforona diisocianato	Isoforona diisocianato	Isoforona diisocianato
Cant. (% en moles)	4,0	1,0	1,5	3,0
Presión (MPa)	15	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)	170	210	170	210
Tiempo de extensión de cadena (min)	20	20	20	20
Temp. de formación de película (°C)	200	200	200	200
Mn de polímero	1250000	932000	510000	751000
Mw/Mn de polímero	3,4	2,5	2,2	2,9
Contenido de enlace amida (% en moles)	2,30E-02	7,70E-03	2,10E-02	2,90E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)	380	1200	750	490
Valor de YI	2,1	4,3	2,8	9,3
Fluidez de masa fundida (g/10 min)	2,1	3,2	1,6	3,2
Objeto gelificado	Ninguno	Ninguno	Ninguno	Ninguno

Tabla 2 (2)

	Ejemplo 2-5	Ejemplo 2-6	Ejemplo 2-7	Ejemplo 2-8
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Alcohol láurico	Hexanol
Cant. (% en moles)	0,050	0,100	0,050	0,100
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño			
Disolvente de baja polaridad	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	30	50	50	50
Extensor de cadena	Isoforona diisocianato	Isoforona diisocianato	Hexametileno diisocianato	Tolileno diisocianato
Cant. (% en moles)	2,0	1,5	1,0	3,0
Presión (MPa)	15	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)	170	170	210	170
Tiempo de extensión de cadena (min)	20	20	20	20
Temp. de formación de película (°C)	200	250	200	200
Mn de polímero	1130000	584000	821000	594000
Mw/Mn de polímero	3,4	2,3	2,5	1,8
Contenido de enlace amida (% en moles)	1,30E-02	1,80E-02	8,80E-03	3,60E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)	1560	630	4300	480
Valor de YI	6,2	2,8	14,3	5,2
Fluidez de masa fundida (g/10 min)	2,0	2,1	2,8	2,4
Objeto gelificado	Ninguno	Ninguno	Ninguno	Ninguno

Tabla 2 (3)

	Ejemplo comparativo 2-1	Ejemplo comparativo 2-2	Ejemplo comparativo 2-3
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Etilen glicol
Cant. (% en moles)	0,040	0,100	0,050
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño
Disolvente de baja polaridad	-	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	0	50	50
Extensor de cadena	Isoforona diisocianato	Isoforona diisocianato	Isoforona diisocianato
Cant. (% en moles)	1,0	0,2	5,8
Presión (MPa)	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60

ES 2 651 990 T3

Temp. de extensión de cadena (°C)	Solidificado de forma no producible	170	170
Tiempo de extensión de cadena (min)		20	20
Temp. de formación de película (°C)		200	200
Mn de polímero		256000	2140000
Mw/Mn de polímero		1,4	4,5
Contenido de enlace amida (% en moles)		5,60E-03	2,00E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)		380	1800
Valor de YI		2,4	4,6
Fluidez de masa fundida (g/10 min)		4,9	2,8
Objeto gelificado			Ninguno

Tabla 3 (1)

	Ejemplo 3-1	Ejemplo 3-2	Ejemplo 3-3	Ejemplo 3-4
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Hexanol	Etilen glicol	Etilen glicol	Alcohol láurico
Cant. (% en moles)	0,050	0,025	0,040	0,040
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño			
Disolvente de baja polaridad	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	70	70	50	30
Extensor de cadena	Stabaxol P	Stabaxol P	Stabaxol P	Stabaxol P
Cant. (% en moles)	5	5	10	5
Presión (MPa)	15	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)	170	210	170	210
Tiempo de extensión de cadena (min)	20	20	20	20
Temp. de formación de película (°C)	200	200	200	200
Mn de polímero	604000	1034	1250000	842000
Mw/Mn de polímero	2,1	2,4	3,7	3,1
Contenido de enlace amida (% en moles)	3,00E-02	1,70E-02	2,90E-02	2,10E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)	400	1500	800	500
Valor de YI	2,6	7,5	3,1	8,2
Fluidez de masa fundida (g/10 min)	2,2	3,5	1,9	2,7
Objeto gelificado	Ninguno	Ninguno	Ninguno	Ninguno

Tabla 3 (2)

	Ejemplo 3-5	Ejemplo 3-6	Ejemplo 3-7
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Alcohol láurico
Cant. (% en moles)	0,025	0,050	0,025
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño
Disolvente de baja polaridad	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	30	50	50
Extensor de cadena	Stabaxol P	Stabaxol P	LA-1
Cant. (% en moles)	3	3	3
Presión (MPa)	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)	170	170	210
Tiempo de extensión de cadena (min)	20	20	20
Temp. de formación de película (°C)	200	250	200
Mn de polímero	1080000	702000	855000
Mw/Mn de polímero	3,3	2,2	3,0
Contenido de enlace amida (% en moles)	1,00E-02	1,50E-02	1,30E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)	2000	500	5200
Valor de YI	4,7	2,2	15,2
Fluidez de masa fundida (g/10 min)	2,0	2,4	3,3
Objeto gelificado	Ninguno	Ninguno	Ninguno

Tabla 3 (3)

	Ejemplo comparativo 3-1	Ejemplo comparativo 3-2	Ejemplo comparativo 3-3
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Etilen glicol
Cant. (% en moles)	0,020	0,050	0,025
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño
Disolvente de baja polaridad	-	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	0	50	50
Extensor de cadena	Stabaxol P	Stabaxol P	Stabaxol P
Cant. (% en moles)	3	1	20
Presión (MPa)	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)		170	170
Tiempo de extensión de cadena (min)		20	20
Temp. de formación de película (°C)		200	200

ES 2 651 990 T3

Mn de polímero	Solidificado de forma no producible	277000	2220000
Mw/Mn de polímero		1,5	4,9
Contenido de enlace amida (% en moles)		1,30E-02	3,20E-02
Contenido de monómero residual (peso en ppm)		400	2200
Valor de YI		3,0	3,9
Fluidez de masa fundida (g/10 min)		6,0	3,3
Objeto gelificado		Ninguno	Observado

Tabla 4 (1)

	Ejemplo comparativo 1-4	Ejemplo comparativo 1-5	Ejemplo comparativo 2-4
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Alcohol láurico
Cant. (% en moles)	0,050	0,050	0,050
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño
Disolvente de baja polaridad	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	30	50	50
Extensor de cadena	2, 2'-m-fenileno-bis-(8-oxazolina)	2, 2'-m-fenileno-bis-(9-oxazolina)	Isoforona diisocianato
Cant. (% en moles)	0,04	50,0	0,04
Presión (MPa)	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)	170	170	170
Tiempo de extensión de cadena (min)	20	20	20
Temp. de formación de película (°C)	200	200	200
Mn de polímero	294000	3470000	273000
Mw/Mn de polímero	1,4	4,9	1,3
Contenido de enlace amida (% en moles)	8,0E-04	1,2E-01	9,0E-04
Contenido de monómero residual (peso en ppm)	560	3700	630
Valor de YI	2,5	4,3	3,2
Fluidez de masa fundida (g/10 min)	7,8	2,1	8,4
Objeto gelificado	Ninguno	Observado	Ninguno

Tabla 4 (2)

	Ejemplo comparativo 2-5	Ejemplo comparativo 3-4	Ejemplo comparativo 3-5
Monómero	Lactida	Lactida	Lactida
Iniciador	Etilen glicol	Etilen glicol	Alcohol láurico
Cant. (% en moles)	0,050	0,050	0,050
Catalizador	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño	di(ácido de 2-etilhexilo) estaño

ES 2 651 990 T3

Disolvente de baja polaridad	Dimetil Éter	Dimetil Éter	Dimetil Éter
Cant. (% en moles)	30	50	50
Extensor de cadena	Isoforona diisocianato	Stabaxol P	Stabaxol P
Cant. (% en moles)	50,00	0,50	50,00
Presión (MPa)	15	15	15
Temp. de polimerización (°C)	150	150	150
Tiempo de polimerización (min)	60	60	60
Temp. de extensión de cadena (°C)	170	170	170
Tiempo de extensión de cadena (min)	20	20	20
Temp. de formación de película (°C)	200	200	200
Mn de polímero	316000	266000	328000
Mw/Mn de polímero	5,1	1,5	4,7
Contenido de enlace amida (% en moles)	1,3E-01	7,0E-04	1,1E-01
Contenido de monómero residual (peso en ppm)	2700	370	4100
Valor de YI	5,3	2,8	5,1
Fluidez de masa fundida (g/10 min)	1,9	8,6	1,6
Objeto gelificado	Observado	Ninguno	Observado

Habiendo descrito ahora plenamente la invención, será evidente a un experto en la materia que se pueden hacer muchos cambios y modificaciones a la misma sin apartarse del alcance de la invención tal como se reivindica.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un poliéster alifático que tiene un peso molecular promedio en número de 500.000 a 2.000.000, determinado tal como se indica en la descripción, que comprende un sitio de enlace éster y un sitio de enlace amida, en el que el contenido del enlace amida determinado tal como se indica en la descripción es de un  $1 \times 10^{-3} \%$  a un  $1 \times 10^{-1} \%$  en moles sobre la base del peso total del sitio de enlace éster y el sitio de enlace amida.
- 10 2. El poliéster alifático de la reivindicación 1, que comprende adicionalmente un monómero residual en una cantidad no mayor de 5.000 ppm en peso.
3. El poliéster alifático de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que tiene un valor de índice de amarillo (YI) no mayor de 15 determinado tal como se indica en la descripción.
- 15 4. Un producto de moldeo de polímero, que comprende el poliéster alifático de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.

FIG. 1

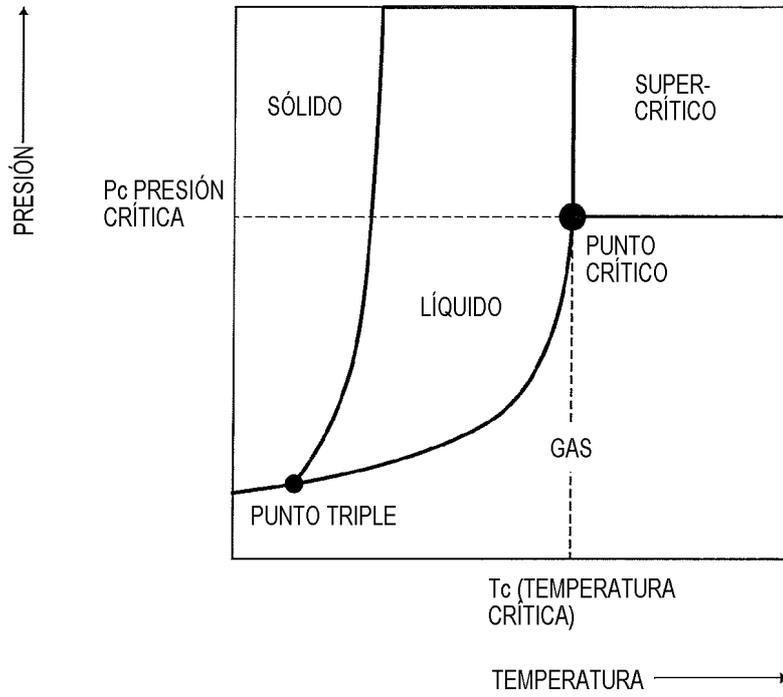


FIG. 2

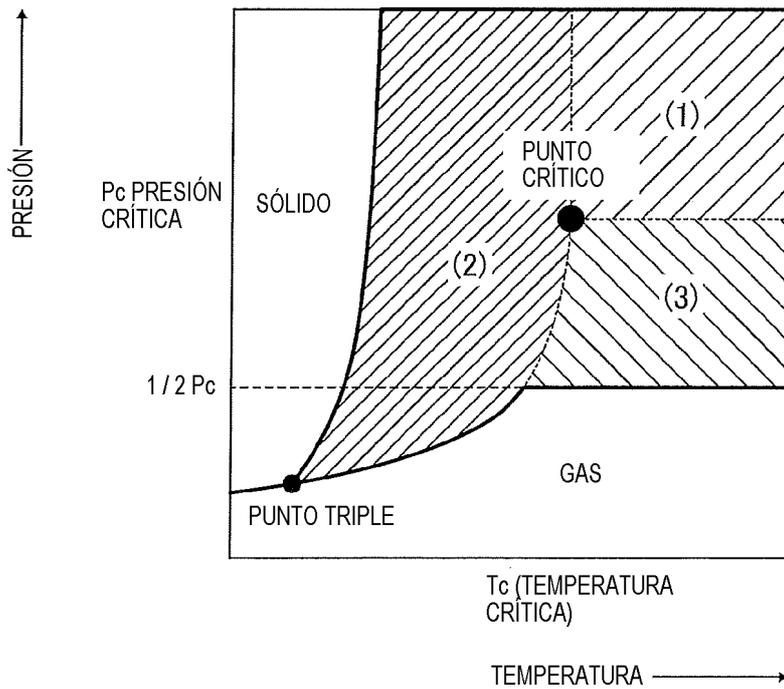


FIG. 3

