

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

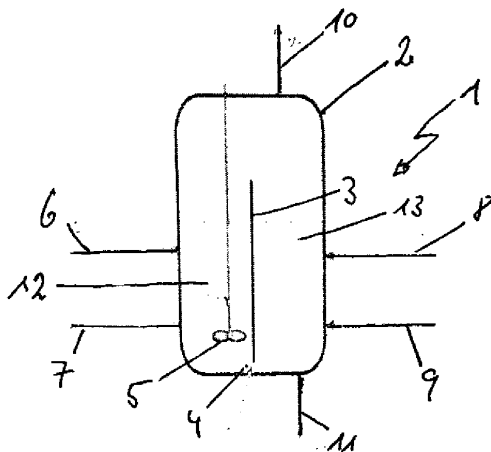
(21) **202090192** (13) **A1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**(43) Дата публикации заявки
2020.05.27(51) Int. Cl. *C08G 63/181* (2006.01)
C08G 63/78 (2006.01)(22) Дата подачи заявки
2017.07.06(54) **СПОСОБ И УСТАНОВКА, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫЕ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ
БИОЛОГИЧЕСКИ РАЗЛАГАЮЩИХСЯ СЛОЖНЫХ ПОЛИЭФИРОВ**

(86) PCT/EP2017/067034

(87) WO 2019/007523 2019.01.10

(71) Заявитель:
ТЕХНИП ЦИММЕР ГМБХ (DE)(72) Изобретатель:
**Райзен Михаэль, Линке Райнер,
Зайдель Экхард, Сарбанди Реза (DE)**(74) Представитель:
**Веселицкая И.А., Веселицкий М.Б.,
Кузенкова Н.В., Каксис Р.А., Белоусов
Ю.В., Куликов А.В., Кузнецова Е.В.,
Соколов Р.А., Кузнецова Т.В. (RU)**

(57) В заявке описан способ получения биологически разлагающегося сложного полиэфира из ароматической дикарбоновой кислоты, алифатической дикарбоновой кислоты и диола, в котором на первой стадии реакции ароматическую кислоту этерифицируют с использованием диола и на второй стадии реакции к реакционной смеси добавляют алифатическую кислоту. Кроме того, в заявке описана установка, предназначенная для проведения этого способа.

**A1****202090192****202090192****A1**

СПОСОБ И УСТАНОВКА, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫЕ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ БИОЛОГИЧЕСКИ РАЗЛАГАЮЩИХСЯ СЛОЖНЫХ ПОЛИЭФИРОВ

5

Настоящее изобретение относится к способу получения биологически разлагающегося сложного полиэфира и к установке, с помощью которой можно провести именно этот способ.

10 Получение биологически разлагающихся сложных полиэфиров основано на этерификации и последующей реакции поликонденсации алифатических дикарбоновых кислот или смеси алифатических и ароматических дикарбоновых кислот с использованием диолов.

15 Примерами имеющихся в продаже соединений являются полибутиленсукцинат (ПБС), полученный из янтарной кислоты и бутандиола, или полибутиленадипат-терефталат (ПБАТ), полученный из адипиновой кислоты, терефталевой кислоты и бутандиола.

При проведении обычной реакции этерификации алифатических и ароматических кислот, описанных в ЕР 2268702, ЕР 1882712 или ЕР2725048, предпочтительной обычно является реакция с использованием алифатической
20 кислоты, поскольку она обладает более низкой температурой плавления и лучшей растворимостью. Реакция ароматической кислоты обычно начинается лишь при более высоких температурах. Постадийное добавление ароматической кислоты к продукту реакции этерификации алифатической кислоты, описанное в ЕР 2881415, затруднительно осуществить при проведении способа в
25 непрерывном режиме и крайне затруднительно регулировать и дозировать смесь диола и ароматической кислоты, которая обычно приготовлена в виде суспензии твердой кислоты в диоле. Получение двух продуктов реакции этерификации или даже двух продуктов реакции преполиконденсации путем проведения отдельных реакций ароматической кислоты с диолом и алифатической кислоты с диолом,
30 как это описано в CN 102443149, может привести к уменьшению количества полученного простого эфира или ТГФ (тетрагидрофуран), однако при этом необходимы два полностью оборудованных реактора для этерификации.

Вследствие более низкой растворимости ароматического соединения кислота дольше остается в продукте реакции этерификации и это может привести к протеканию побочных реакций, таких как образование простого эфира или ТГФ (тетрагидрофуран). Для повышения скорости протекания реакции можно повысить температуру или добавить более значительный избыток диола, однако это также приводит к большему количеству побочных реакций и более высокая температура может привести к разложению алифатического компонента, а также к более высокому содержанию олигомера в выходящих из реактора парах вследствие более низкой температуры кипения алифатического компонента. Использование более значительного избытка диола также требует более значительных затрат энергии для проводимого в заключении выпаривания этого избытка. Побочные реакции могут привести к изменению цвета конечного продукта.

Поэтому технической задачей, лежащей в основе настоящего изобретения, является разработка способа и установки, предназначенных для получения биологически разлагающихся сложных полиэфиров, в которых отсутствуют указанные выше затруднения. В частности, необходимо обеспечить меньшее количество побочных реакций, лучшее регулирование способа, лучшее качество полученного сложного полиэфира и меньшее потребление энергии.

Эта задача решена с помощью предлагаемого в настоящем изобретении способа получения биологически разлагающегося сложного полиэфира из ароматической дикарбоновой кислоты, алифатической дикарбоновой кислоты и диола, в котором на первой стадии реакции ароматическую кислоту этерифицируют с использованием диола, и на второй стадии реакции к реакционной смеси добавляют алифатическую кислоту необязательно вместе с дополнительным количеством диола.

В соответствии с настоящим изобретением реакцию осуществляют путем проведения первой и второй стадий реакции. Это означает, что проведение первой и второй стадий реакции может отличаться, например, тем, что реакции проводят в разных реакционных сосудах и/или тем, что используют разные условия проведения реакций.

На первой стадии реакции отношение количества молей диола к количеству молей ароматической кислоты составляет 1,1-3,0. На второй стадии реакции отношение количества молей диола к количеству молей алифатической кислоты составляет 0,9-2,5.

5 Примерами алифатических дикарбоновых кислот являются линейные кислоты, описываемые молекулярной формулой $C_nH_{2(n-1)}O_4$, в которой n меньше или равно 40, такие как щавелевая, малоновая, янтарная, глутаровая, адипиновая или пимелиновая кислота, а также димерные кислоты или
10 циклогександикарбоновая кислота. Также можно использовать эфиры (предпочтительно метиловые, этиловые, пропиловые или бутиловые эфиры) этих кислот, а также ангидриды кислот (например, ангидрид янтарной кислоты). Можно использовать одну из этих кислот или смесь двух или большего их количества.

15 В качестве ароматических кислот можно использовать например, терефталевую кислоту, изофталевую кислоту, 2,6-нафталиндикарбоновую кислоту, а также кислоты, содержащие фурановое кольцо, например, фурандикарбоновую кислоту, а также их соответствующие эфиры (предпочтительно метиловые, этиловые, пропиловые или бутиловые эфиры).
20 Можно использовать одну из этих кислот или смесь двух или большего их количества.

 В качестве диола можно использовать алифатические или алициклические соединения, содержащие две группы -ОН. Предпочтительными являются алифатические диолы, содержащие 2-10 атомов углерода, например,
25 этиленгликоль, 1,3-пропандиол, 1,4-бутандиол, неопентилгликоль, 1,6-гексаметиленгликоль или 1,4-циклогександиметанол. Можно использовать один из этих диолов или смесь двух или большего количества диолов.

 На обеих стадиях способа, предлагаемого в настоящем изобретении, можно использовать катализаторы. В качестве катализатора можно использовать
30 известные металлы и металлоорганические соединения. Предпочтительными являются катализаторы на основе титана и металлоорганических соединений титана (например, тетрабутилтитанат).

Для улучшения характеристик упругости полиолов, таких как, например, полиэтиленгликоль, полипропиленгликоль или политетраметилен, можно добавить простой эфир гликоля, обладающий молекулярной массой, равной 250-4000 г/моль, при концентрации, равной 0,01-40 мол.% (предпочтительно 0,01-5 мол.%) в пересчете на полное количество кислот и диолов.

Для улучшения или изменения механических характеристик полученного сложного полиэфира можно использовать разветвляющий реагент. Примерами являются трехатомные или содержащие большее количество гидроксигрупп спирты (например, глицерин, пентаэритрит), или соответствующие трехосновные кислоты (например, пропан-1,2,3-трикарбоновая кислота) и/или ангидриды кислот (например, ангидрид тримеллитовой кислоты), или трехосновные или содержащие большее количество карбоксигрупп оксокарбоновые кислоты (например, яблочная кислота, лимонная кислота, гидроксиизофталевая кислота).

В способе, предлагаемом в настоящем изобретении, можно использовать стабилизатор. В качестве стабилизатора можно использовать фосфорсодержащее соединение. Примерами являются фосфорная кислота (H_3PO_4), триэтилфосфоацетат (ТЭФА), трис-три-этиленгликольфосфорная кислота (ТЭГФК) или 3-фосфопропионовая кислота (2-карбоксиэтилфосфоная кислота, КЭФК).

Как отмечено выше, сначала ароматическую кислоту вводят в реакцию с диолом и получают продукт реакции этерификации и затем его смешивают с алифатической кислотой и необходимым дополнительным количеством диола. Это обеспечивает быстрое протекание реакции ароматического компонента при оптимизированных условиях. Добавление алифатической кислоты также обеспечивает быстрое протекание реакции алифатического компонента при условиях проведения реакции, оптимизированных для этой стадии реакции.

В одном варианте осуществления алифатическую кислоту добавляют в виде расплава и/или раствора в диоле для осуществления запуска реакции этерификации без затруднений, связанных с растворимостью, и по возможности при более низкой температуре проведения реакции.

В одном варианте осуществления получение биологически разлагающегося сложного полиэфира можно проводить в периодическом или непрерывном

режиме. Получение в периодическом режиме является подходящим для производства в небольшом масштабе; быстрое изменение составов обеспечивает возможность получения большого количества продуктов. Получение в непрерывном режиме обеспечивает экономически выгодное производство основного сорта полимера в крупном масштабе и его обработки путем экструзии для отдельных случаев применения.

Ниже в настоящем изобретении подробно описаны способ, проводимый в непрерывном режиме, и способ, проводимый в периодическом режиме.

Получение в непрерывном режиме:

Многие ароматические дикарбоновые кислоты обладают высокой температурой плавления и они обычно имеются в продаже в виде твердого кристаллического порошка. Этот порошок часто смешивают с диолом с получением суспензии (или пасты), которую можно прокачать насосом, и суспензию загружают на первую стадию реакции.

Алифатические дикарбоновые кислоты обычно обладают более низкой температурой плавления и их можно непосредственно загрузить в реактор в виде расплава или в виде жидкой смеси, в виде раствора в диоле или расплава с диолом. Это обеспечивает то преимущество, что расплавление/растворение кислоты можно провести, например, с использованием пара вместо использования более дорогостоящей энергии нагретого масла.

Добавление алифатических кислот к этерифицированному ароматическому компоненту можно провести при давлении и/или температуре, отличающихся от использующихся на первой стадии реакции. Предпочтительно поддерживать давление таким же, как давление на первой стадии реакции, или использовать более низкое давление, чтобы избежать установки насоса. Предпочтительно, если давление поддерживают таким же. В таком случае стадию реакции просто можно проводить в двух отделениях, снабженных устройствами для переноса необходимого тепла, разделенных разделительной перегородкой, где продукт может перетекать из первого отделения (стадия 1, стадия этерификации ароматического компонента) во второе отделение (стадия 2, стадия этерификации алифатического компонента), это можно обеспечить с помощью перелива (фиксированный уровень в отделении для первой стадии) или с помощью спускного отверстия (регулирование одинакового уровня).

Температуру в обоих отделениях, а также стекание диола в каждое отделение можно регулировать отдельно в зависимости от требований, предъявляемых к реакции.

5 Летучесть алифатических кислот и их склонность к разложению может накладывать некоторые ограничения на условия проведения реакций, использующихся на второй стадии этерификации, например, на температуру и давление. Предпочтительно поддерживать одинаковое давление в обоих отделениях и при проведении второй стадии понизить температуру.

10 Для обеспечения необходимой степени превращения и для отделения избытка диола может потребоваться последующая стадия этерификации, проводимая при пониженном давлении и, возможно, при повышенной температуре.

15 Пары, образовавшиеся на стадиях этерификации, необязательно вместе с диолом, извлеченным во время преполиконденсации и поликонденсации, можно отделить в обычной колонне для проведения способа. Диол выходит из приемника колонны и необходимое количество направляют обратно на стадии этерификации, что вместе с регулированием уровня, температуры и давления, обеспечивает оптимальное регулирование степени превращения и качества при проведении способа. Оставшийся диол, находящийся в приемнике колонны, 20 можно использовать для получения суспензии ароматического компонента. Выходящий из колонны головной продукт в основном содержит воду, образующуюся при реакции этерификации, и/или низкокипящие спирты, образующуюся при реакции переэтерификации, а также другие низкокипящие соединения (например, уксусный альдегид, тетрагидрофуран).

25 Сложные полиэфиры, содержащие алифатические дикарбоновые кислоты, обычно обладают более низкой температурой плавления, чем чистые ароматические сложные полиэфиры. Это может привести к необходимости более низкой температуре обработки, с целью уменьшения термической деструкции и разложения. В случае более низкой температуры обработки для отделения диола 30 необходимо более низкое давление во время проведения преполиконденсации и поликонденсации. Для обеспечения экономически целесообразной конструкции компонентов реактора и вакуумной системы можно понижать давление до конечного давления в несколько этапов (например, в три этапа).

Последнюю стадию реакции можно провести в реакторе, обеспечивающем большую площадь поверхности полимера и обновление активной поверхности, с целью обеспечения ограниченного переносом вещества испарения продуктов расщепления, таких как диол и вода. Примерами таких реакторов являются

5 дисковый реактор с кольцами или дисковый реактор с цилиндрами, или аналогичные реакторы (описанные, например, в ЕР 1830953 или ЕР 2180987). Для улучшения обновления поверхности и для устранения или очистки пленкообразующих вращающихся элементов можно использовать специальные статоры (описанные, например, в ЕР 1824587).

10 Получение в периодическом режиме:

При получении в непрерывном режиме в реактор можно поместить диол и ароматическую кислоту и для запуска реакции суспензию можно нагреть при соответствующем давлении. С помощью модуля для разделения, расположенного в верхней части реактора, низкокипящие продукты

15 расщепления, образующиеся в ходе реакции (пере-)этерификации (например, низкокипящий спирт или вода), можно извлечь, при этом диол стекает обратно в реактор. В ходе реакции температура повышается и давление медленно понижают для облегчения испарения низкокипящих соединений. После обеспечения заранее заданной степени превращения ароматического компонента

20 к реакционной смеси можно добавить алифатическую дикарбоновую кислоту вместе с необходимым количеством диола и этерификацию алифатического компонента можно провести при таких же или более низких температуре и давлении. После обеспечения необходимой степени превращения давление можно дополнительно понизить и при этом поддерживать или немного повысить

25 температуру и отделить избыток диола до обеспечения конечной вязкости.

Другой задачей этого способа является проводимое с использованием одной и той же установки получение сополимерных сложных эфиров из ароматических и алифатических компонентов, а также ароматических или алифатических сложных полиэфиров, чтобы обеспечить производственную

30 гибкость, дающую возможность быстро реагировать на рыночную ситуацию.

В одном варианте осуществления способа, предлагаемого в настоящем изобретении, давление на второй стадии реакции этерификации является таким же, как давление на первой стадии реакции этерификации, или более низким.

Кроме того, в одном варианте осуществления способа, предлагаемого в настоящем изобретении, температура на стадии второй реакции этерификации является такой же, как температура на стадии первой реакции этерификации, или более низкой.

5 В другом варианте осуществления способа, предлагаемого в настоящем изобретении, продукт, полученный на второй стадии этерификации, может попадать на дополнительную стадию этерификации, которую проводят при более низком давлении, чем предыдущую стадию, и при такой же или более высокой температуре.

10 В другом варианте осуществления способа, предлагаемого в настоящем изобретении, продукт может попадать на стадию преполиконденсации, которую проводят при более низком давлении, чем предыдущую стадию этерификации, и при такой же или более высокой температуре.

В еще одном варианте осуществления способа, предлагаемого в настоящем изобретении, продукт может попадать на вторую стадию преполиконденсации, которую проводят при более низком давлении, чем предыдущую стадию преполиконденсации, и при такой же или более высокой температуре.

В одном варианте осуществления способа, предлагаемого в настоящем изобретении, продукт может попадать на стадию поликонденсации, которую проводят при более низком давлении, чем предыдущую стадию преполиконденсации, и при такой же или более высокой температуре.

В способе, предлагаемом в настоящем изобретении, на стадии поликонденсации используют реактор, обеспечивающий большую площадь поверхности полимера и обновление активной поверхности, такой как, например, дисковый реактор с кольцами или дисковый реактор с цилиндрами.

Кроме того, настоящее изобретение относится к установке, приспособленной для проведения способа, предлагаемого в настоящем изобретении, подробно описанного выше, где установка приспособлена для обеспечения одинакового давления на обеих стадиях реакции.

30 В одном варианте осуществления установка, предлагаемая в настоящем изобретении, может быть разделена на два отделения, в двух отделениях может быть обеспечено регулирование одинакового уровня и/или они могут быть соединены спускным отверстием.

Ниже настоящее изобретение проиллюстрировано и дополнительно разъяснено с помощью чертежа и примеров, причем следует отметить, что чертежи и примеры не следует рассматривать, как ограничивающие настоящее изобретение.

5 На фиг. 1 представлена установка, подходящая для проведения способа получения биологически разлагающегося сложного полиэфира.

 Как показано на фиг. 1, установка 1, предназначенная для получения биологически разлагающегося сложного полиэфира, включает реакционный сосуд 2, снабженный разделительной перегородкой 3, предназначенной для
10 разделения реакционного сосуда 2 на первую зону реакции 12 и вторую зону реакции 13, предназначенные для раздельного проведения первой и второй стадий реакции соответственно. Кроме того, в нижней части находится спускное отверстие 4, которое обеспечивает проход через разделительную перегородку 3 между двумя зонами реакции 12 и 13. Установка 1 дополнительно снабжена
15 перемешивающим устройством 5, которое находится в первой зоне реакции 12, в которой проводят первую стадию реакции. Кроме того, содержится впускное отверстие 6 для ароматической кислоты и впускное отверстие 7 для диола, предназначенные для подачи этих соединений в первую зону реакции 12. Кроме того, содержится впускное отверстие 8 для алифатической кислоты и впускное
20 отверстие 9 для диола, предназначенные для подачи этих соединений во вторую зону реакции 13. Установка 1 также снабжена выпускным отверстием 10 для пара, которое находится в верхней части реакционного сосуда 2, и выпускным отверстием 11 для продукта реакции этерификации, которое находится в нижней части реакционного сосуда 2.

25 Примеры

 В примере 1 представлен способ, предлагаемый в настоящем изобретении, проводимый с использованием реактора объемом 10 л, как для ТФК, так и для адипиновой кислоты.

 Этерификация:

30 Состав:

1385,1 г ТФК (терефталевая кислота)

1051,9 г БД (бутандиол, молярное отношение БД:ТФК = 1,4)

1,554 г катализатора Tyzor TnBT (Dorf Ketal), добавляемого к мономерам (60 част./млн Ti в пересчете на количество конечного полимера)

47,4 г полиэтиленгликоля 400 (400 (ПЭГ 400, 13 кг/т)

2,55 г пентаэритрита (0,7 кг/т)

5 Этерификация ТФК

Мономеры и катализатор помещали в реактор, затем реактор продували азотом. Реакционную смесь нагревали при непрерывном перемешивании. После установления температуры продукта, равной 195°C (начало регистрации времени), давление в течение 15 мин понижали до равного 400 мбар (абс.), при этом температура продукта повышалась до 240°C. Этерификацию завершали через 120 мин.

Получение раствора адипиновой кислоты в БД

Состав:

1319,5 г адипиновой кислоты

15 789,3 г БД (молярное отношение БД:адипиновая кислота = 0,97; полученное молярное отношение БД :обе кислоты = 1,176)

Получение раствора

В сосуд для получения раствора помещали БД и затем добавляли адипиновую кислоту. В сосуде с помощью азота создавали инертную атмосферу. Смесь нагревали до 160°C при небольшом избыточном давлении и перемешивали до завершения этерификации ТФК. В течение этого времени адипиновая кислота растворялась в БД.

Продолжение этерификации:

В реактор для этерификации в течение примерно 5 мин добавляли раствор адипиновая кислота-БД. Вследствие добавления сырья и уменьшения температуры нагревания температура продукта понижалась до 182°C и при продолжении этерификации повышалась до 212°C. Содержание конденсата указывало на целевое завершение реакции этерификации всего через 160 мин после начала регистрации времени (через 40 мин после добавления раствора адипиновой кислоты).

Добавление фосфорсодержащего компонента

Добавляли 1,583 г триэтилфосфоацетата (ТЭФА) (60 част./млн Р в пересчете на количество конечного полимера) и начиналась реакция преполиконденсации.

5 Преполиконденсация:

В установке для конденсации холодильник для этерификации заменяли на охлаждающие ловушки для преполиконденсации и давление в течение 5 мин понижали до равного 150 мбар и затем в течение 5 мин до равного 35 мбар. Это целевое давление поддерживали постоянным в течение 10 мин. Средняя температура расплава составляла 236°C. Полное время проведения реакции преполиконденсации составляло 20 мин.

Добавление катализатора поликонденсации:

Затем добавляли 2,07 г катализатора Tyzor TnBT (Dorf Ketal, 80 част./млн Ti в пересчете на количество конечного полимера) и быстро смывали в реактор с помощью 10 г БД.

Поликонденсация:

В установке для конденсации охлаждающие ловушки для преполиконденсации заменяли на охлаждающие ловушки для поликонденсации. Давление в течение 15 мин понижали до равного < 1 мбар. Температура во время реакции поликонденсации составляла 240°C. Продолжительность поликонденсации составляла всего 380 мин. После устранения вакуума с помощью азота полимер выгружали при воздействии давления и гранулировали. Характеристическая вязкость конечного полимерного продукта составляла 1,580 дл/г.

25 В примере 2 представлен способ, предлагаемый в настоящем изобретении, проводимый с использованием реактора объемом 10 л, как для ТФК, так и для адипиновой кислоты.

Этерификация:

Состав:

30 1385,1 г ТФК
1051,9 г БД (молярное отношение БД:ТФК = 1,4)
1,554 г катализатора Tyzor TnBT (Dorf Ketal), добавляемого к мономерам (60 част./млн Ti в пересчете на количество конечного полимера)

47,4 г полиэтиленгликоля 400 (ПЭГ 400, 13 кг/т)

2,55 г пентаэритрита (0,7 кг/т)

Этерификация ТФК

5 Мономеры и катализатор помещали в реактор, затем реактор продували азотом. Реакционную смесь нагревали при непрерывном перемешивании. После установления температуры продукта, равной 195°C (начало регистрации времени), давление в течение 15 мин понижали до равного 400 мбар (абс.), при этом температура продукта повышалась до 240°C. Этерификацию завершали через 120 мин.

10 Получение раствора адипиновой кислоты в БД

Состав:

1319,5 г адипиновой кислоты

764,9 г БД (молярное отношение БД:адипиновая кислота = 0,94)

Полученное молярное отношение обе кислоты:БД = 1,161

15 Получение раствора

В сосуд для получения раствора помещали БД и затем добавляли адипиновую кислоту. В сосуде с помощью азота создавали инертную атмосферу. Смесь нагревали до 160°C при небольшом избыточном давлении и перемешивали до завершения этерификации ТФК. В течение этого времени адипиновая кислота растворялась в БД.

Продолжение этерификации:

В реактор для этерификации в течение примерно 10 мин добавляли раствор адипиновая кислота-БД. Вследствие добавления сырья и уменьшения температуры нагревания температура продукта понижалась до 185°C и при продолжении этерификации повышалась до 210°C. Содержание конденсата указывало на целевое завершение реакции этерификации всего через 170 мин после начала регистрации времени (через 50 мин после добавления раствора адипиновой кислоты).

Преполиконденсация

30 В установке для конденсации холодильник для этерификации заменяли на охлаждающие ловушки для преполиконденсации и давление в течение 5 мин понижали до равного 150 мбар и затем в течение 5 мин до равного 35 мбар. Это целевое давление поддерживали постоянным в течение 10 мин. Средняя

температура расплава составляла 236°C. Полное время проведения реакции преполиконденсации составляло 20 мин.

Добавление катализатора поликонденсации:

- 5 Затем добавляли 2,07 г катализатора Tuzor TnBT (Dorf Ketol, 80 част./млн Ti в пересчете на количество конечного полимера) и быстро смывали в реактор с помощью 10 г БД.

Поликонденсация:

- 10 В установке для конденсации охлаждающие ловушки для преполиконденсации заменяли на охлаждающие ловушки для поликонденсации. Давление в течение 15 мин понижали до равного < 1 мбар. Температура во время реакции поликонденсации составляла 240°C. Продолжительность поликонденсации составляла 350 мин. После устранения вакуума с помощью азота полимер выгружали при воздействии давления и гранулировали. Характеристическая вязкость конечного полимерного продукта составляла 1,665
- 15 дл/г.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения биологически разлагающегося сложного полиэфира из ароматической дикарбоновой кислоты, алифатической дикарбоновой кислоты и диола, в котором на первой стадии реакции ароматическую кислоту этерифицируют с использованием диола, и на второй стадии реакции к реакционной смеси добавляют алифатическую кислоту.

2. Способ по п. 1, в котором на второй стадии реакции алифатическую кислоту добавляют к реакционной смеси вместе с дополнительным количеством диола.

3. Способ по п. 1 или 2, в котором алифатическую кислоту добавляют в виде расплава или в виде пасты, или в виде сложного эфира диола.

4. Способ по любому из предыдущих пунктов, в котором давление на второй стадии реакции является таким же, как давление на первой стадии, или более низким.

5. Способ по любому из предыдущих пунктов, в котором температура на второй стадии реакции является такой же, как температура на первой стадии, или более низкой.

6. Способ по любому из предыдущих пунктов, где способ проводят в периодическом режиме или в непрерывном режиме.

7. Способ по любому из предыдущих пунктов, в котором продукт, полученный на второй стадии, попадает на дополнительную стадию этерификации, которую проводят при более низком давлении и при такой же или более высокой температуре, чем на второй стадии.

8. Способ по любому из предыдущих пунктов, в котором продукт, полученный на предыдущих стадиях, попадает на стадию преполиконденсации, которую проводят при более низком давлении и при такой же или более высокой температуре, чем на предыдущей стадии.

5

9. Способ по п. 8, в котором продукт, полученный на предыдущих стадиях, попадает на вторую стадию преполиконденсации, которую проводят при более низком давлении и при такой же или более высокой температуре, чем на предыдущей стадии.

10

10. Способ по любому из п.п. 7-9, в котором продукт, полученный на предыдущих стадиях, попадает на стадию поликонденсации, которую проводят при более низком давлении и при такой же или более высокой температуре, чем на предыдущей стадии.

15

11. Способ по п. 10, в котором на стадии поликонденсации используют реактор, обеспечивающий большую площадь поверхности полимера и/или обновление активной поверхности, предпочтительно дисковый реактор с кольцами или дисковый реактор с цилиндрами.

20

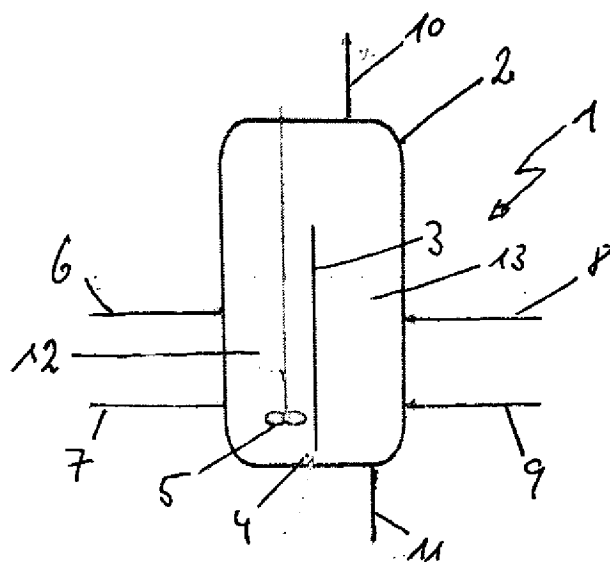
12. Установка (1), приспособленная для проведения способа по любому из п.п. 1-6 и/или п.п. 8-9, где установка (1) приспособлена для обеспечения одинакового давления на обеих стадиях реакции.

25

13. Установка (1) по п. 12, где установка разделена на два отделения, где в двух отделениях обеспечено регулирование одинакового уровня и/или они соединены спускным отверстием (4).

30

14. Установка (1) по п. 13, где установка разделена на два отделения, где два отделения обладают разными уровнями и обеспечен перелив из первого отделения во второе отделение.



ФИГ. 1