



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 270 901**

51 Int. Cl.:
C08G 63/688 (2006.01)
C11D 1/60 (2006.01)
D06C 29/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **00992360 .8**
86 Fecha de presentación : **30.11.2000**
87 Número de publicación de la solicitud: **1252219**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **30.10.2002**

54 Título: **Procedimiento para obtener compuestos sulfonados de poliéster.**

30 Prioridad: **01.12.1999 US 168420 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2007

73 Titular/es: **RHODIA Inc.**
Prospect Plains Road
Cranbury, New Jersey 08512, US

72 Inventor/es: **Wo, Shiming**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 270 901 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

Procedimiento para obtener compuestos sulfonados de poliéster.

5 La presente invención está dirigida a un procedimiento de producción de compuestos sulfonados de poliéster adecuados para el uso como agentes para el desprendimiento de la suciedad y/o agentes para el apresto de tejidos, en el que se hace reaccionar un ácido o éster sulfonado con un compuesto que contiene hidroxilo para formar un éster sulfonado con terminación hidroxilo, el cual se somete después a una reacción de transesterificación con un poliéster basado en poli(tereftalato de etileno), seguido de una policondensación para formar el compuesto sulfonado
10 de poliéster deseado. La presente invención proporciona un coste más bajo, tiempos de ciclo reducidos y rendimientos mejorados sobre los procedimientos convencionales para la producción de compuestos sulfonados de poliéster.

Los compuestos sulfonados de poliéster son conocidos por retirar la suciedad y las manchas de diversos sustratos, que incluyen filamentos, fibras, telas, películas y similares. Los compuestos sulfonados de poliéster de bajo peso molecular se emplean típicamente como agentes para el desprendimiento de la suciedad en detergentes para ropa, mientras que los compuestos sulfonados de poliéster de peso molecular más alto se han usado para el apresto de tejidos.

La patente de EE.UU. N° 3.962.152 describe una composición detergente que contiene polímeros como agentes para el desprendimiento de la suciedad, que se obtienen haciendo reaccionar tereftalato de dimetilo con polietilenglicol.

Las patentes de EE.UU. Nos. 4.863.619, 4.925.577 y 5.041.230 describen, de manera general, métodos de mejorar la procesabilidad de polímeros para el desprendimiento de la suciedad.

La patente de EE.UU. N° 4.999.128 describe copolímeros de poli(tereftalato de etileno/isoftalato de etileno) y copolímeros relacionados que se producen haciendo reaccionar los ésteres con polietilenglicol.

La patente de EE.UU. N° 5.142.020 describe promotores del desprendimiento de la suciedad y detergentes que se obtienen por la polimerización de monómeros tales como ácido/éster/anhídrido dicarboxílico, alcoholes dihidroxilados y polietilenglicoles.

Los compuestos sulfonados de poliéster han recibido una mayor atención como agentes eficaces para el desprendimiento de la suciedad. Por ejemplo, la patente de EE.UU. N° 3.557.039 describe una dispersión acuosa estable que comprende agua y un compuesto polimérico de injerto o de bloques cristizable e insoluble en agua, que contiene segmentos lineales de poli(tereftalato de etileno) que tienen suficientes unidades de tereftalato de etileno para conferir cristalinidad al compuesto. Estos polímeros se preparan haciendo reaccionar monómeros que incluyen sodiosulfoisofalato de dimetilo.

La patente de EE.UU. N° 4.427.557 describe copolímeros sulfonados usados para preparar composiciones aniónicas para el tratamiento de tejidos, en las que los monómeros polimerizables incluyen sulfoisofalato de dimetilo.

La patente de EE.UU. N° 4.702.857 describe copolímeros sulfonados usados como agentes para el desprendimiento de la suciedad en formulaciones de detergentes, en las que los copolímeros se obtienen polimerizando monómeros tales como tereftalato de dimetilo, sulfoisofalato de dimetilo, polietilenglicol y monoéter de polietilenglicol.

La patente de EE.UU. N° 5.599.782 describe también compuestos sulfonados de poliéster útiles como agentes para el desprendimiento de la suciedad. Los monómeros polimerizables que se mencionan en la referencia incluyen ácido m-sodiosulfobenzoico, sodiosulfoisofalato de dimetilo, tereftalato de dimetilo, ácido tereftálico y etilenglicol.

La patente de EE.UU. N° 5.728.671 describe compuestos sulfonados de poliéster útiles como agentes para el desprendimiento de la suciedad, que tienen propiedades blanqueantes.

La patente de EE.UU. N° 5.786.318 describe la polimerización de monómeros tales como ácidos dicarboxílicos aromáticos sulfonados para producir polímeros que desprenden la suciedad para composiciones detergentes. Se describen otros polímeros para el desprendimiento de la suciedad que contienen polímeros sulfonados en las patentes de EE.UU. Nos. 5.789.365, 5.789.366 y 5.789.367.

El mercado de los compuestos de poliéster para el uso como agentes para el desprendimiento de la suciedad y/o agentes para el apresto de tejidos, y particularmente los compuestos sulfonados de poliéster para este fin, se ha incrementado significativamente en los últimos años. Sin embargo, el aumento de la demanda ha incitado esfuerzos para mejorar la capacidad de producción de los compuestos sulfonados de poliéster deseados.

Los métodos tradicionales de producir compuestos sulfonados de poliéster para el uso como agentes para el desprendimiento de la suciedad y/o agentes para el apresto de tejidos son problemáticos, por razones que incluyen materiales de partida caros, ciclo de proceso largo (es decir, el tiempo que transcurre desde la reacción inicial hasta la producción de un producto acabado) y bajos rendimientos del producto deseado, o eficiencia del reactor relativamente baja. A modo de ejemplo, la producción de un compuesto sulfonado de poliéster mediante una reacción de transesteri-

ES 2 270 901 T3

ficación de tereftalato de dimetilo y 5-sulfoisoftalato de dimetilo con exceso de etilenglicol, seguido de esterificación con ácido tereftálico y después policondensación, sufre un tiempo de ciclo típico de aproximadamente 38,5 horas para procesar un lote de 15 toneladas de poliéster. Dado que la reacción produce 35% de destilado, el largo tiempo de ciclo y el bajo rendimiento o eficiencia del reactor hace muy difícil cumplir los requerimientos de la creciente demanda del mercado para tales compuestos sulfonados de poliéster.

La presente invención está dirigida a un procedimiento para la producción de compuestos sulfonados de poliéster en el que los rendimientos de reacción y el tiempo de ciclo están significativamente mejorados sobre los procedimientos convencionales para la producción de los mismos o similares compuestos. El presente método está dirigido, de manera general, a la producción de un compuesto sulfonado de poliéster adecuado para el uso como agente para el desprendimiento de la suciedad y/o agente para el apresto de tejidos, en el que se hace reaccionar un ácido sulfonado o el éster alquílico correspondiente con un compuesto que contiene hidroxilo para producir un compuesto intermedio de éster sulfonado que se hace reaccionar después con un compuesto de poliéster seleccionado para proporcionar el compuesto de poliéster final con un peso molecular deseado.

En un aspecto particular de la presente invención, se proporciona un método de producir un compuesto sulfonado de poliéster adecuado para el uso como agente para el desprendimiento de la suciedad y/o agente para el apresto de tejidos, que comprende:

a) hacer reaccionar al menos un compuesto de Fórmula (I)



en la que

X es un catión,

R es un grupo arilo,

Y se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo, y

n es un número entero positivo de 1 a 4

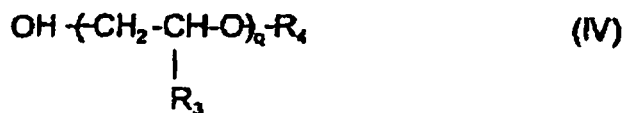
con al menos un compuesto de Fórmula (II)



en la que R₁ se selecciona del grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo y un grupo arilo, que puede estar sustituido con un grupo alquilo o un grupo arilo, y m es un número entero positivo, y opcionalmente con un compuesto de Fórmula (III)



en la que R₂ se selecciona del grupo que consiste en un grupo alquilo y un grupo arilo, Z se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo, y p es un número entero positivo, y opcionalmente con un compuesto de Fórmula (IV)



en la que R₃ y R₄ se seleccionan independientemente cada uno del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo, y q es un número entero positivo, para producir al menos un compuesto intermedio de éster, y b) hacer reaccionar el compuesto intermedio de éster resultante con un homo- o co-poli(tereftalato de etileno) como reaccionante único para producir el poliéster sulfonado, y

c) descargar dicho compuesto sulfonado de poliéster.

El método de producir un compuesto sulfonado de poliéster de acuerdo con la presente invención para el uso como agente para el desprendimiento de la suciedad y/o agente para el apresto de tejidos empieza con la reacción de al menos un compuesto de Fórmula (I)



ES 2 270 901 T3

en la que X es un catión, R es un grupo arilo que puede estar sustituido con un grupo alquilo o un grupo arilo, Y se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo y n es un número positivo de 1 a 4. Los cationes disponibles para X incluyen, por ejemplo, sodio, litio, potasio, NH_4 y tetrabutilfosfonio. El sodio es el catión preferido para el compuesto de Fórmula (I). R es un grupo arilo e incluye, por ejemplo, fenilo y naftilo.

El compuesto sulfonado de partida puede estar en la forma de un ácido, en el que Y es hidrógeno, o en la forma de un éster alquílico. Los grupos alquilo preferidos son metilo, etilo, propilo y butilo, siendo el metilo el grupo alquilo preferido. El número de grupos ácido o éster es de 1 a 4, preferiblemente 1 ó 2. El número más preferido de grupos ácido o éster es 2.

Los ejemplos de compuestos adecuados de Fórmula (I) incluyen 5-sodiosulfotereftalato de dimetilo, ácido 5-sodiosulfotereftálico, ácido 5-litioisoftálico, ácido 3-sodiosulfobenzoico y ácido 4-sodiosulfodifenil-4,4'-dicarboxílico. Los compuestos preferidos de Fórmula (I) son el ácido sodiosulfoisoftálico y el ácido 3-sodiosulfobenzoico.

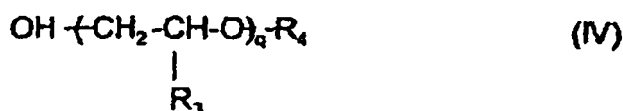
El compuesto de Fórmula (I) se hace reaccionar con un compuesto que contiene hidroxilo de Fórmula (II) $\text{R}_1 - (\text{OH})_m$. El compuesto que contiene hidroxilo se puede seleccionar entre monooles, dioles y polioles. R_1 se selecciona del grupo que consiste en grupos alquilo sin sustituir, cicloalquilo y arilo, que pueden estar sustituidos con un grupo alquilo y un grupo arilo. Los grupos alquilo preferidos son los que tienen 1-8 átomos de carbono, lo más preferiblemente metilo, etilo, propilo y butilo. Los grupos cicloalquilo preferidos son los que tienen de 5 a 8 átomos de carbono, tales como ciclohexanilo. Los grupos arilo preferidos para R_1 incluyen fenilo y naftilo. M está preferiblemente en el intervalo de 1 a 4, lo más preferiblemente 2. Los compuestos preferidos de Fórmula (II) incluyen etilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,3-propanodiol, neopentilglicol, glicerol, 1,2-butilenglicol, 1,4-butanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol, 1,6-hexanodiol y 1,4-ciclohexanodimetanol.

Además de los compuestos de Fórmulas (I) y (II), la reacción también se puede realizar en presencia de un compuesto de Fórmula (III).



dependiendo de la aplicación del polímero final. R_2 se selecciona del grupo que consiste en un grupo alquilo y un grupo arilo, que puede estar sustituido con un grupo alquilo o un grupo arilo. Z se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo, y p es un número entero positivo. Los grupos alquilo preferidos son los que tienen 1-12 átomos de carbono. Los grupos alquilo preferidos para Z son los que tienen 1-4 átomos de carbono. Los valores preferidos para p son 1 y 2. Los compuestos ejemplares donde R_2 es un grupo alquilo incluyen los ácidos adípico, succínico, sebácico, azelaico, glutárico y subérico, y sus correspondientes ésteres alquílicos. Los compuestos ejemplares donde R_2 es un grupo arilo incluyen los ácidos tereftálico, isoftálico, ortoftálico, 1,2-naftalendicarboxílico, 1,4-naftalendicarboxílico, 1,5-naftalendicarboxílico, 1,6-naftalendicarboxílico, 1,7-naftalendicarboxílico, 1,8-naftalendicarboxílico, 2,3-naftalendicarboxílico, 2,7-naftalendicarboxílico y sus correspondientes ésteres alquílicos.

También se puede usar un compuesto de Fórmula (IV) como material de partida opcional:



en la que R_3 y R_4 se seleccionan independientemente cada uno del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo, y q es un número entero positivo.

Los grupos alquilo preferidos para R_3 son los que tienen 1-4 átomos de carbono. Los grupos alquilo preferidos para R_4 son los que tienen 1-12 átomos de carbono, especialmente metilo y laurilo. Los valores preferidos para q son 2-20. Los compuestos ejemplares del material opcional de Fórmula (IV) incluyen polietilenglicol, polipropilenglicol y copolímeros de bloques de polietilenglicol y polipropilenglicol y sus correspondientes monoéteres alquílicos. Los compuestos de Fórmula (IV) tienen preferiblemente un peso molecular de no más que aproximadamente 1.000.

La reacción de los compuestos de Fórmulas (I) y (II) opcionalmente en presencia de al menos un compuesto de Fórmulas (III) y (IV) se realiza típicamente a una temperatura de aproximadamente 120 a 280°C, preferiblemente de aproximadamente 130 a 190°C. La reacción se lleva a cabo típicamente en presencia de un catalizador capaz de catalizar reacciones de esterificación y/o transesterificación, tal como, por ejemplo, (trietanolaminato)isopropóxido de titanio (IV), propóxido de titanio (IV), butóxido de titanio (IV), acetato de manganeso, trióxido de antimonio, óxido de monobutilestano hidratado y óxido de magnesio. Otros catalizadores adecuados serían bien conocidos por los expertos en la técnica. El catalizador preferido es el (trietanolaminato)isopropóxido de titanio (IV).

La reacción de los compuestos de Fórmulas (I) y (II) y opcionalmente al menos un compuesto de las Fórmulas (III) y (IV) produce al menos un compuesto intermedio de éster. El compuesto intermedio de éster se hace reaccionar después, de manera continua o intermitente, con un homo- o co-poli(tereftalato de etileno) para producir el compuesto

ES 2 270 901 T3

sulfonado de poliéster deseado. Esta reacción se realiza típicamente a una temperatura de aproximadamente 150 a 280°C, preferiblemente de aproximadamente 180 a 260°C. Dependiendo del peso molecular deseado, se puede aplicar un vacío de aproximadamente 600 a 0,5 mm de Hg (aproximadamente 79993,2 a 66,66 Pa) después de que se haya fundido todo el poli(tereftalato de etileno).

El compuesto de poli(tereftalato de etileno) preferido para hacerlo reaccionar con el compuesto intermedio de éster es un copolímero de poli(tereftalato de etileno) y comonomeros seleccionados del grupo que consiste en isoftalato, dietilenglicol, propilenglicol y 1,4-ciclohexanodimetanol. La reacción resultante produce un compuesto sulfonado de poliéster en el que la posición y número de grupos sulfonados están determinados por la selección adecuada de los materiales de partida. Seleccionando un compuesto de Fórmula (I) en el que n es 1, al menos algunos de los grupos sulfonados aparecerán como grupo terminal en la cadena de poliéster. Empleando al menos un compuesto de Fórmula (I) en el que n es mayor que 1, al menos algunos de los grupos sulfonados aparecerán de manera intermitente en el compuesto de poliéster y no como grupo terminal.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de las realizaciones de la invención, y no tienen la intención de limitar la invención, abarcada por las reivindicaciones que forman parte de la solicitud.

Ejemplos

Ejemplo 1

A un reactor de resinas de 1 litro, equipado con un agitador mecánico, una columna de reflujo rellena, una entrada de nitrógeno y una fuente de calor, se le añadieron 350 g de etilenglicol, 200 g de ácido 5-sodiosulfoisoftálico, 20 g de ácido isoftálico y 1,2 g de (trietanolamino)isopropóxido de titanio (IV). Se calentó la mezcla hasta 230°C y se mantuvo a esa temperatura durante 30 minutos. Se añadieron 380 g de poli(tereftalato de etileno) y se calentó la mezcla hasta 230°C. Se añadieron otros 440 g de poli(tereftalato de etileno) y se calentó la mezcla hasta 260°C. Cuando la temperatura del lote hubo alcanzado 260°C, se aplicó un vacío a 220 mm de Hg (26664,4 Pa) y el polímero se mantuvo durante 20 minutos y después se enfrió hasta 160°C para la descarga. El polímero resultante exhibió unas excelentes propiedades de desprendimiento de la suciedad.

Ejemplo 2

El procedimiento y materiales expuestos en el Ejemplo 1 fueron repetidos, excepto que se usó una mezcla de 250 g de dietilenglicol y 50 g de etilenglicol como material de partida en lugar de 350 g de etilenglicol. El polímero resultante exhibió unas excelentes propiedades de desprendimiento de la suciedad.

Ejemplo 3

El procedimiento y materiales expuestos en el Ejemplo 1 fueron repetidos, excepto que se usó ácido 5-litiosulfoisoftálico para reemplazar al ácido 5-sodiosulfoisoftálico. El polímero resultante exhibió unas excelentes propiedades de desprendimiento de la suciedad.

Ejemplo 4

El procedimiento y materiales expuestos en el Ejemplo 1 fueron repetidos, excepto que los materiales de partida fueron calentados hasta 185°C y mantenidos durante 30 minutos antes de añadirse el poli(tereftalato de etileno).

Ejemplo 5

Una mezcla de 201 g de ácido 5-sodiosulfoisoftálico, 300 g de etilenglicol y 150 g de un polietilenglicol que tenía un peso molecular de 200 se calentó hasta 185°C y se mantuvo durante 30 minutos. Se añadieron a la mezcla 380 g de un copolímero de poli(tereftalato de etileno-isoftalato de etileno) en una relación de pesos 60:40 y la mezcla resultante fue calentada hasta 235°C. Después de esto, se añadieron 440 g del mismo copolímero a la mezcla y se calentó hasta 250°C bajo presión atmosférica durante dos horas, seguido de un enfriamiento hasta 160°C para descargar. El polímero resultante exhibió unas excelentes propiedades de desprendimiento de la suciedad.

Ejemplo 6

Una mezcla de 140 g de propilenglicol, 350 g de etilenglicol, 175 g de ácido 3-sodiosulfobenzoico y 210 g de ácido 5-sodioisoftálico se calentó hasta 230°C y se mantuvo durante 30 minutos. Se añadieron 380 g de poli(tereftalato de etileno) a la mezcla, que se calentó entonces hasta 230°C. Después de esto se añadieron 440 g del mismo copolímero a la mezcla y se calentó hasta 250°C bajo presión atmosférica durante dos horas, seguido de un enfriamiento hasta 160°C para descargar. El polímero resultante exhibió unas excelentes propiedades de desprendimiento de la suciedad.

Ejemplo 7

Una mezcla de 140 g de propilenglicol, 350 g de etilenglicol, 175 g de ácido 3-sodiosulfobenzoico y 210 g de ácido 5-sodioisoftálico se calentó hasta 230°C y se mantuvo durante 30 minutos. Se añadieron 380 g de poli(tereftalato de

ES 2 270 901 T3

etileno) a la mezcla, que se calentó entonces hasta 230°C. Después de esto se añadieron 440 g adicionales de poli(tereftalato de etileno) y se calentó la mezcla hasta 250°C. Cuando la temperatura alcanzó 250°C, se aplicó un vacío y el lote fue mantenido a 5 mm de Hg (667 Pa) durante cinco horas antes de la descarga. El polímero resultante exhibió unas excelentes propiedades de apresto de tejidos.

5

Ejemplo 8

Se combinaron 450 g de etilenglicol, 160 g de ácido isoftálico, 171 g de ácido 5-sodiosulfoisoftálico, 0,08 g de trióxido de antimonio y 0,6 g de propóxido de titanio, y se calentaron hasta 230°C y se mantuvieron durante 30 minutos. Se añadieron 360 g de poli(tereftalato de etileno) a la mezcla, que fue calentada hasta 240°C. Después de esto, se añadieron 380 g adicionales de poli(tereftalato de etileno) a la mezcla, seguido de un calentamiento hasta 250°C. Cuando la temperatura alcanzó 250°C, se aplicó un vacío y el lote fue mantenido a 5 mm de Hg (667 Pa) durante cinco horas antes de la descarga. El polímero resultante exhibió unas excelentes propiedades de apresto de tejidos.

15 Ejemplo 9

400 g de etilenglicol, 171 g de ácido sodiosulfoisoftálico, 0,08 g de trióxido de antimonio y 0,6 g de (trietanolamino)isopropóxido de titanio (IV) se calentaron hasta 185°C y se mantuvieron durante 30 minutos. Se añadieron 400 g de un poli(tereftalato de etileno) que contenía 20% en moles de isoftalato de etileno y se calentó el lote hasta 240°C. Después de esto, se añadieron 510 g adicionales del mismo poli(tereftalato de etileno) a la mezcla, seguido de un calentamiento hasta 250°C. Cuando la temperatura alcanzó 250°C se aplicó un vacío de 5 mm de Hg (667 Pa) durante tres horas, seguido de la descarga del polímero. El polímero resultante exhibió unas excelentes propiedades de apresto de tejidos.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un método de producir un compuesto sulfonado de poliéster adecuado para el uso como agente para el desprendimiento de la suciedad o agente para el apresto de tejidos, que comprende:

a) hacer reaccionar al menos un compuesto de Fórmula (I)



en la que

X es un catión,

R es un grupo arilo, que puede estar sustituido con un grupo alquilo o un grupo arilo,

Y se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo, y

n es un número entero positivo de 1 a 4

con al menos un compuesto de Fórmula (II)



en la que R₁ se selecciona del grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo y un grupo arilo, grupos que pueden estar sustituidos con un grupo alquilo o un grupo arilo, y m es un número entero positivo, para producir al menos un compuesto intermedio de éster;

b) hacer reaccionar el compuesto intermedio de éster con un homo- o co-poli(tereftalato de etileno) como reactivo único para producir el compuesto sulfonado de poliéster; y

c) descargar dicho compuesto sulfonado de poliéster.

2. El método de la reivindicación 1, en el que X se selecciona del grupo que consiste en sodio, litio, potasio, NH₄ y tetrabutilfosfonio.

3. El método de la reivindicación 2, en el que X es sodio.

4. El método de la reivindicación 1 a 3, en el que R es fenilo o naftilo.

5. El método de la reivindicación 1 a 4, en el que Y es un grupo alquilo del grupo que consiste en metilo, etilo, propilo y butilo, ó Y es hidrógeno.

6. El método de la reivindicación 5, en el que Y es metilo.

7. El método de la reivindicación 1 a 6, en el que n es 2.

8. El método de la reivindicación 1, en el que el compuesto de Fórmula (I) se selecciona del grupo que consiste en 5-sodiosulfotereftalato de dimetilo, ácido 5-sodiosulfosoftálico, ácido 5-litiosulfosoftálico, ácido 3-sodiosulfobenzoico, ácido 4-sodiosulfo-2,2-naftalendicarboxílico, y ácido 4-sodiosulfodifenil-4,4'-dicarboxílico.

9. El método de la reivindicación 1 a 8, en el que R₁ es un grupo alquilo que tiene 1-8 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 8 átomos de carbono o fenilo o naftilo.

10. El método de la reivindicación 9, en el que R₁ es un grupo alquilo seleccionado del grupo que consiste en metilo, etilo, propilo y butilo.

11. El método de la reivindicación 1 a 10, en el que m es de 1 a 4.

12. El método de la reivindicación 11, en el que m es 2.

13. El método de la reivindicación 1 a 8, en el que el compuesto de Fórmula (II) se selecciona del grupo que consiste en etilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,3-propanodiol, neopentilglicol, glicerol, 1,2-butilenglicol, 1,4-butanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol, 1,6-hexanodiol y 1,4-ciclohexanodimetanol.

14. El método de la reivindicación 1 a 13, en el que la reacción de la etapa (a) se realiza a una temperatura de aproximadamente 130 a 190°C.

ES 2 270 901 T3

15. El método de la reivindicación 14, que comprende además realizar la reacción de la etapa (a) en presencia de un catalizador de esterificación o transesterificación.

5 16. El método de la reivindicación 1 a 15, en el que la reacción de la etapa (b) se realiza a una temperatura de aproximadamente 180 a 260°C.

17. El método de la reivindicación 1 a 16, que comprende además realizar la reacción en un vacío de aproximadamente 600 a 0,5 mm de Hg (aproximadamente 79993,2 a 66,66 Pa).

10 18. El método de la reivindicación 1 a 17, en el que el homo- o co-poli(tereftalato de etileno) es un co-polímero de poli(tereftalato de etileno) con un comonómero seleccionado del grupo que consiste en isoftalato, dietilenglicol, propilenglicol, y 1,4-ciclohexanodimetanol.

15 19. El método de la reivindicación 1 a 18, en el que la etapa (a) comprende además hacer reaccionar los compuestos de Fórmulas (I) y (II) en presencia de al menos un compuesto de Fórmula (III)



20 en la que R_2 se selecciona del grupo que consiste en un grupo alquilo y un grupo arilo, que puede estar sustituido con un grupo alquilo o un grupo arilo, Z se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo, y p es un número entero positivo.

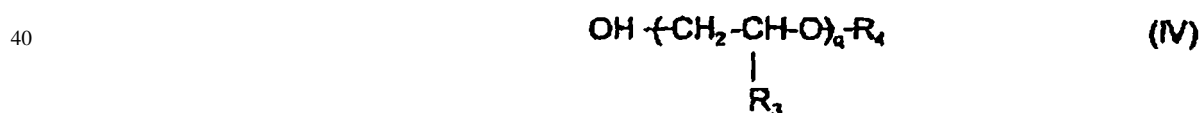
25 20. El método de la reivindicación 19, en el que R_2 es un grupo alquilo que tiene 1-12 átomos de carbono, o fenilo o naftilo.

21. El método de la reivindicación 19 ó 20, en el que Z es un grupo alquilo que tiene 1-4 átomos de carbono.

22. El método de la reivindicación 19 a 21, en el que p es 1 ó 2.

30 23. El método de la reivindicación 19, en el que el compuesto de Fórmula (III) se selecciona del grupo que consiste en los ácidos tereftálico, isoftálico, orto-ftálico, 1,2-naftalendicarboxílico, 1,4-naftalendicarboxílico, 1,5-naftalendicarboxílico, 1,6-naftalendicarboxílico, 1,7-naftalendicarboxílico, 1,8-naftalendicarboxílico, 2,3-naftalendicarboxílico, 2,6-naftalendicarboxílico, 2,7-naftalendicarboxílico y sus correspondientes ésteres alquílicos.

35 24. El método de la reivindicación 1 a 23, en el que la etapa (a) comprende además hacer reaccionar los compuestos de Fórmula (I) y (II) en presencia de al menos un compuesto de Fórmula (IV)



45 en la que R_3 y R_4 se seleccionan independientemente cada uno del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo, y q es un número entero positivo

25. El método de la reivindicación 24, en el que R_3 es un grupo alquilo que tiene 1-4 átomos de carbono.

50 26. El método de la reivindicación 24 ó 25, en el que R_4 es un grupo alquilo que tiene 1-12 átomos de carbono.

27. El método de la reivindicación 26, en el que R_4 es metilo o laurilo.

28. El método de la reivindicación 24 a 27, en el que q es de 2 a 20.

55 29. El método de la reivindicación 24, en el que el compuesto de Fórmula (IV) se selecciona del grupo que consiste en polietilenglicol, polipropilenglicol, copolímeros de bloques de polietilenglicol y polipropilenglicol y sus monoéteres alquílicos.

60 30. El método de la reivindicación 1 a 29, que comprende añadir de manera intermitente o continua el homo- o co-poli(tereftalato de etileno) al compuesto intermedio de éster.

65