



發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：95115736

※ 申請日期：95-5-7

※IPC 分類：C07F3/06 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

苯二甲酸鋅之製法

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

宏遠興業股份有限公司

代表人：(中文/英文)

席家宜

住居所或營業所地址：(中文/英文)

(743)台南縣山上鄉明和村 256 號

國 籍：(中文/英文)

中華民國

三、發明人：(共 3 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 葉清來

2. 林文信

3. 江武洲

國 籍：(中文/英文)

1~3. 中華民國

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☐ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☐ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明是關於一種苯二甲酸鋅之製法，特別是指一種在苯二甲酸上直接架接鋅原子的苯二甲酸鋅之製法。

【先前技術】

氧化鋅是一種多用途之陶瓷材料及半導體材料，因此，廣泛被應用在變阻器、壓電元件以及氣體感測器等領域中，此外，由於氧化鋅也具有可吸收紫外線之能帶間隙，因此，當氧化鋅加入織物中，也可以使織物具有抗紫外線的功效。

為了使氧化鋅得以運用在聚酯織物的生產上，在已知的技藝中乃直接將氧化鋅粉置入添加劑中，或直接將含氧化鋅的分散液加入聚酯製程中進行反應，利用吸附及機械力將氧化鋅微粒分散在原料中，此種製法雖然可以使製成的織物具有抗紫外線而具有耐日光牢度的功效，但該製法需要特殊的分散技術才能將氧化鋅分散於添加劑或者分散液中，故其製程較為費時、不便。

【發明內容】

本發明之目的係在提供一種操作簡單之苯二甲酸鋅的製法，所製得之苯二甲酸鋅並可以直接運用在聚酯樹脂中，同時提高運用該聚酯樹脂之染色織物的耐日光牢度。

本發明之苯二甲酸鋅的製法包含以下步驟：

- (1)皂化：將苯二甲酸粉末溶解在水中，並加入氫氧化鈉(NaOH)攪拌，以進行皂化反應。

(2)調配合鋅水溶液：將含鋅之化合物溶解於水中形成含鋅水溶液。

(3)混合：將含鋅水溶液倒入步驟(1)中，以進行離子交換反應，即可製得含有苯二甲酸鋅的水溶液。

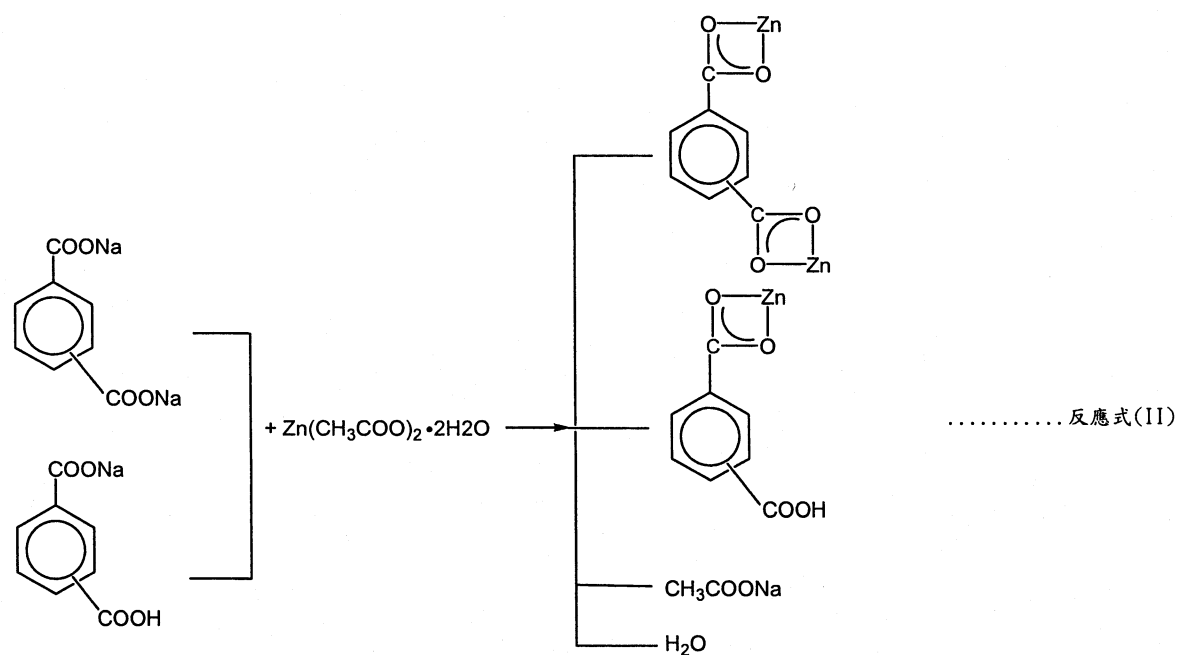
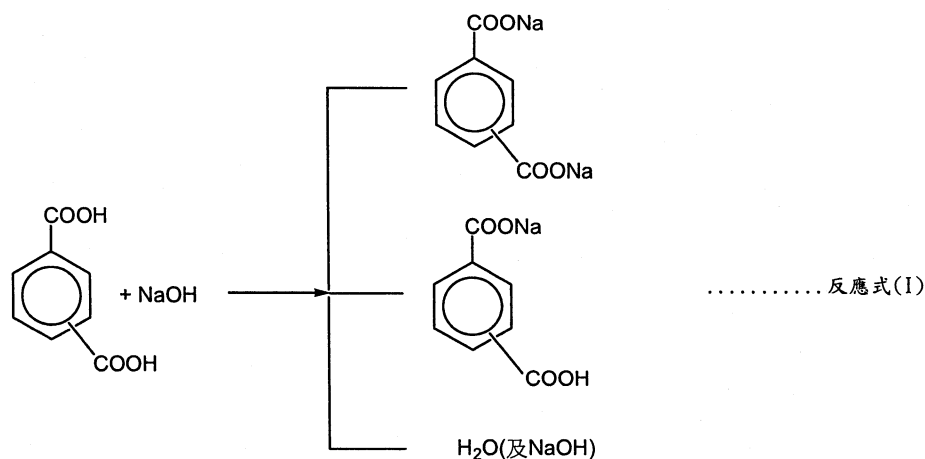
(4)取出苯二甲酸鋅：取出沉澱在水溶液中的苯二甲酸鋅，即完成該苯二甲酸鋅的製備。

為了利於利用該苯二甲酸鋅，本發明之製法更包含以下步驟：

(5)水洗：以清水來清洗步驟(4)中製得之苯二甲酸鋅，目的在於去除成份中的離子。

(6)乾燥：將前述步驟所取得的粉末乾燥，即可製得粉末狀之苯二甲酸鋅產物。

更具體而言，本發明所述的苯二甲酸是選擇一般酯化反應中常見的二羧酸，具體例如：間苯二甲酸及對苯二甲酸，而含鋅化合物之具體例為：醋酸鋅 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 。當採用醋酸鋅為含鋅之化合物時，本發明之皂化步驟可以下列的反應式(I)來表示，而該混合的步驟可以下列反應式(II)來表示：



本發明所製得之苯二甲酸鋅由於含有 O-Zn-O 之抗紫外線功能的結構，因此可以運用在酯化聚合反應中製成聚酯酯粒，最後織造成具有耐日光牢度良好的織物，其中酯化聚合反應係採用有機酸、醇類，以及苯二甲酸鋅為原料，並進行後述的製漿、酯化及聚合反應，其中：

製漿步驟：係將反應所需要的醇類、苯二甲酸鋅粉末，以及有機酸混合攪拌，以製備成糊狀漿料。

酯化步驟：係將製漿步驟中的糊狀漿料送入酯化槽中進行酯化反應，以形成酯化中間產物。

聚合步驟：則是將前述步驟中製成之酯化中間產物送入聚合槽中進行聚合反應，即可製得酯化物。亦即，經前述步驟所製得之酯化物中大部份係由有機酸及醇類聚合而成的聚苯二甲酸酯，少部份則是含氧化鋅結構之酯化物，根據發明人以 X-ray 繞射儀、NMR、MS、IR 及同步輻射儀測定結果，本發明所製得之粉末及酯化物均含有鋅的成份。

上述製漿步驟中所使用之有機酸為一般酯化聚合反應中常見的二羧酸類，特別是含有羧基(COO-)的有機酸類，例如：對苯二甲酸及間苯二甲酸，該步驟中所使用的醇類，亦為一般酯化聚合反應中常見的二醇類，具體例如：乙二醇、聚乙二醇、丁二醇及 1,3-丁二醇。上述酯化反應的溫度在 220~260℃ 間，聚合反應的溫度一般控制在 260~280℃。

而當採用丁二醇、對苯二甲酸鋅及對苯二甲酸為原料時，可製造出聚苯二甲酸丁二酯，以及含氧化鋅結構之聚對苯二甲酸丁二酯。亦即，隨著使用之醇類及有機酸種類的不同，本發明所製成之含氧化鋅結構之酯化物的種類也不同。

【實施方式】

有關本發明之前述及其他技術內容、特點與功效，在以下之較佳實施例的詳細說明中，將可清楚的呈現。

【對苯二甲酸鋅的製備】

首先，將 1.0 公斤的對苯二甲酸溶於 2.5 公斤的水中，然後加入 0.02 公斤且濃度為 1M 之氫氧化鈉進行皂化反應 1 小時，製得之溶液稱為「溶液 A」。

另外，將 0.5 莫耳的醋酸鋅溶解於 1.0 公斤的水中，然後攪拌直到完全溶解為止，前述溶液稱為「溶液 B」。

將溶液 B 加入溶液 A 中，並加入 0.0015 公斤的次磷酸鈉為催化劑，並且在室溫下攪拌 4 天，即可製得對苯二甲酸鋅的水溶液。取出該水溶液中粉末部份，再經數次水洗以去除離子，最後於室溫或在烤箱中乾燥，即可製得本發明所述粉末狀之對苯二甲酸鋅。

【酯化物的製備】

將 0.558 公斤之對苯二甲酸、0.309 公斤由前述製法所製得之對苯二甲酸鋅粉末，以及 0.42 公斤的乙二醇一起加入攪拌槽中攪拌成糊狀，以進行製漿的步驟，之後將該糊狀物倒入酯化槽中，並將酯化槽的溫度控制在 260°C，同時進行 3 小時的酯化反應。當酯化反應到達設定值時，將該酯化產物送到一聚合槽中進行聚合，同時加入適量的 Sb_2O_3 作為觸媒，此時再加入 0.36 公斤之間苯二甲酸磺酸鈉(英文名稱為 Dimethyl sodiosulfo-isophthalate)，以及 0.095 公斤之聚乙二醇[英文名稱為 poly(ethylene glycol-2000)，簡稱 PEG2000]，其中，間苯二甲酸磺酸鈉可以提高聚酯之染色性，而聚乙二醇可以增加紡織的拉伸性。然後攪拌數分鐘後，即可開始進行聚合抽真空的步驟，前述聚合溫度控制

在 280℃ 左右可加速反應進行。當聚合反應完成後，可以得到熔融的聚酯原料，前述原料再利用切粒機切粒，即可製得鋅含量 1.0% 之含氧化鋅結構之酯化物酯粒。

【織造織物】

將前述鋅含量 1.0% 之含鋅酯化物的酯粒與陽離子可染性 (Cationic Dye, 簡稱 CD) 酯粒進行共混，混合後的鋅含量濃度為 0.2%，並於紡絲裝置中進行融熔紡絲，紡絲的溫度範圍在 255~285℃ 間，即可得到原絲。以假撚的方將前述原絲再加工形成加工紗，將加工紗織造成胚布，即可進行耐日光牢度測試，本發明測試結果為 4 級，而一般沒有添加氧化鋅之織物都介於 2~3 級，不再舉例說明。前述耐日光牢固測試是採用 AATCC 16E 為基準，至少照光 20 個小時，前述胚布在織造的過程中通常需要經過上漿、退漿及水洗的步驟。

惟以上所述者，僅為本發明之較佳實施例而已，當不能以此限定本發明實施之範圍，即大凡依本發明申請專利範圍及發明說明內容所作之簡單的等效變化與修飾，皆仍屬本發明專利涵蓋之範圍內。

【圖式簡單說明】

無

【主要元件符號說明】

無

五、中文發明摘要：

一種苯二甲酸鋅之製法，其主要係以對(間)苯二甲酸以及含鋅化合物為原料，製造時首先將苯二甲酸粉末溶解在水中，並加入氫氧化鈉攪拌進行皂化反應，另外將含鋅化合物溶解於水中形成含鋅水溶液備用，再將兩個水溶液混合，即可製得含有粉末狀苯二甲酸鋅的水溶液，其中粉末狀苯二甲酸鋅再經過水洗及乾燥，即可製得粉末狀的苯二甲酸鋅。由於氧化鋅具有抗紫外線的功效，因此，當本發明苯二甲酸鋅運用在酯化聚合反應中，可以得到具有良好耐日光牢度之含氧化鋅結構之酯化物。

六、英文發明摘要：

十、申請專利範圍：

1. 一種苯二甲酸鋅之製法，包含以下步驟：

- (1)將苯二甲酸粉末溶解在水中，並加入氫氧化鈉攪拌進行皂化反應；
- (2)將含鋅化合物溶解於水中形成含鋅水溶液；
- (3)將含鋅水溶液倒入步驟(1)中進行離子交換反應，以製得含有苯二甲酸鋅的水溶液；及
- (4)取出沉澱在水溶液中的苯二甲酸鋅。

2. 依據申請專利範圍第 1 項所述之苯二甲酸鋅之製法，更包含去除苯二甲酸鋅中離子之水洗步驟，以及將水洗後產物乾燥成粉末狀之乾燥步驟。

3. 依據申請專利範圍第 1 項所述之苯二甲酸鋅之製法，其中，該苯二甲酸係選自：間苯二甲酸及對苯二甲酸，而含鋅化合物為醋酸鋅。

4. 依據申請專利範圍第 1 項所述之苯二甲酸鋅之製法，其中，在進行離子交換反應的步驟中進一步加入催化劑。

5. 依據申請專利範圍第 4 項所述之苯二甲酸鋅之製法，其中，該催化劑為次磷酸鈉。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 () 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無