



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I510535 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 12 月 01 日

(21)申請案號：103100334

(22)申請日：中華民國 103 (2014) 年 01 月 06 日

(51)Int. Cl. : C08K5/12 (2006.01) C07C67/03 (2006.01)
C08L27/06 (2006.01)

(30)優先權：2013/06/14 南韓 10-2013-0068197
2013/07/03 南韓 10-2013-0077986

(71)申請人：L G 化學股份有限公司 (南韓) LG CHEM, LTD. (KR)

大韓民國 105-721 首爾特別市永登浦汝矣大路 LG 雙子大樓 128

(72)發明人：金顯圭 KIM, HYUN KYU (KR)；鄭茶苑 JUNG, DA WON (KR)；李美然 LEE, MI YEON (KR)；高東鉉 KO, DONG HYUN (KR)

(74)代理人：葉璟宗；詹富閔；鄭婷文

(56)參考文獻：

TW 200421021A

TW 200734300A

CN 1563159A

審查人員：黃凱煜

申請專利範圍項數：12 項 圖式數：2 共 22 頁

(54)名稱

酯類塑化劑之製備方法及其所製備之酯類塑化劑

METHOD FOR PREPARING ESTER PLASTICIZER AND ESTER PLASTICIZER PREPARED BY THE SAME

(57)摘要

本發明揭示一種酯類塑化劑之製備方法、以及一種由該方法所製備之酯類塑化劑。更具體而言，本發明揭示一種酯類塑化劑之製備方法，包括：將 100 重量份的對苯二甲酸二辛酯與 0.1 至 89.9 重量份的丁醇進行轉酯化，以及本發明揭示一種由該方法所製備之酯類塑化劑。

本發明的優點在於提供一種新穎的酯類塑化劑之製備方法、以及一種由該製備方法所製備之具有優異物理性質的酯類塑化劑。

Disclosed are a method for preparing an ester plasticizer and an ester plasticizer prepared by the method. More specifically, disclosed are a method for preparing an ester plasticizer comprising trans-esterifying 100 parts by weight of dioctyl terephthalate with 0.1 to 89.9 parts by weight of butyl alcohol, and an ester plasticizer prepared by the method.

Advantageously, provided are a novel method for preparing an ester plasticizer and an ester plasticizer with superior physical properties, prepared by the method.

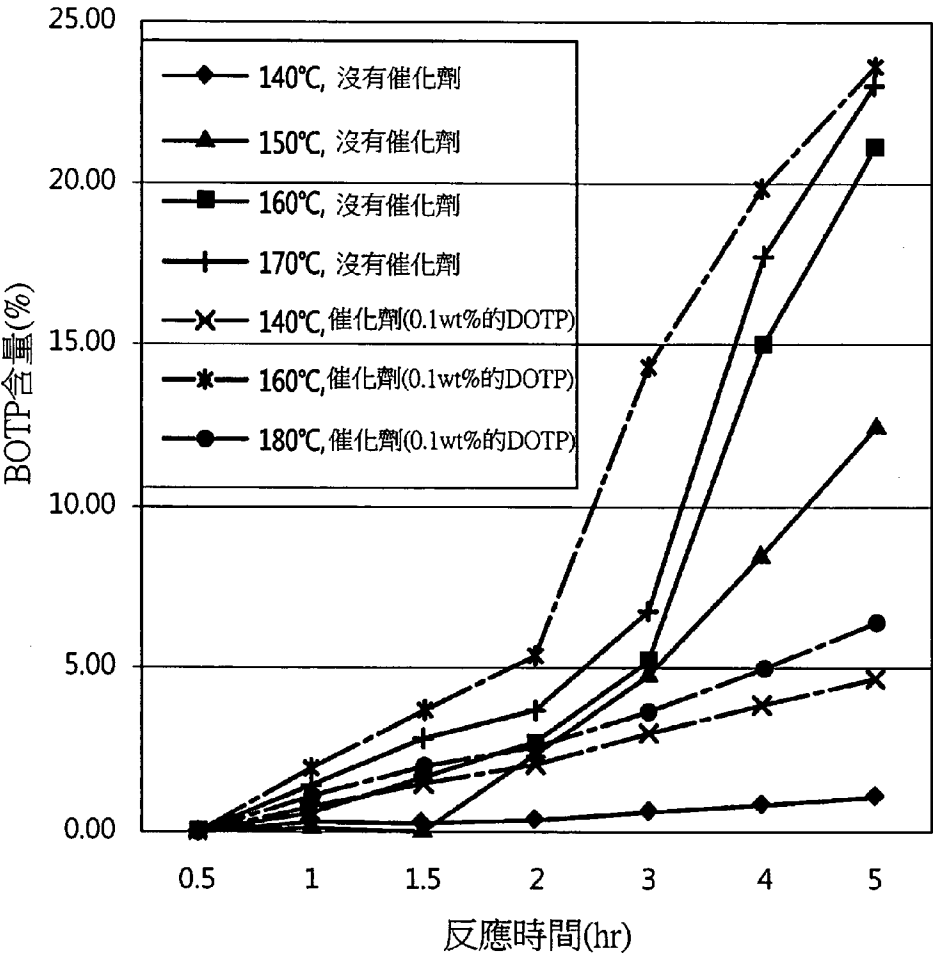


圖 1



發明摘要

※ 申請案號：103100334

※ 申請日：103.1.6

※IPC 分類：

C08K 5/12 (2006.01)

C07C 67/03 (2006.01)

C08L 27/06 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

酯類塑化劑之製備方法及其所製備之酯類塑化劑/
METHOD FOR PREPARING ESTER PLASTICIZER AND ESTER
PLASTICIZER PREPARED BY THE SAME

【中文】

本發明揭示一種酯類塑化劑之製備方法、以及一種由該方法所製備之酯類塑化劑。更具體而言，本發明揭示一種酯類塑化劑之製備方法，包括：將 100 重量份的對苯二甲酸二辛酯與 0.1 至 89.9 重量份的丁醇進行轉酯化，以及本發明揭示一種由該方法所製備之酯類塑化劑。

本發明的優點在於提供一種新穎的酯類塑化劑之製備方法、以及一種由該製備方法所製備之具有優異物理性質的酯類塑化劑。

【英文】

Disclosed are a method for preparing an ester plasticizer and an ester plasticizer prepared by the method. More specifically, disclosed are a method for preparing an ester plasticizer comprising trans-esterifying 100 parts by weight of dioctyl terephthalate with 0.1 to 89.9 parts by weight of butyl alcohol, and an ester plasticizer prepared by the method.

Advantageously, provided are a novel method for preparing an ester plasticizer and an ester plasticizer with superior physical properties, prepared by the method.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：圖（ 1 ）。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無。

發明專利說明書

【發明名稱】(中文/英文)

酯類塑化劑之製備方法及其所製備之酯類塑化劑/
METHOD FOR PREPARING ESTER PLASTICIZER AND
ESTER PLASTICIZER PREPARED BY THE SAME

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種酯類塑化劑之製備方法、以及一種由該方法所製備之酯類塑化劑。更具體而言，本發明係關於一種新穎的酯類塑化劑之製備方法、以及一種由該方法所製備之具有較佳物理性質的酯類塑化劑。

【先前技術】

【0002】 酯類塑化劑通常透過利用醇和酸類的酯化反應所製造。該酯化反應一般於酸或金屬催化劑的存在下進行。

【0003】 一般使用二-2-乙基己基二甲酸酯作為一酯類塑化劑，然而，由於其為一干擾內分泌系統的環境賀爾蒙而對人體有害，且對於改善樹脂的加工性及發泡性上有所限制。

【0004】 據此，目前亟需一種符合環保要求且足以改善樹脂之加工性及發泡性的酯類塑化劑，以及一種該酯類塑化劑的有效製備方法。

【發明內容】

【0005】 因此，有鑑於上述問題而產生出本發明，本發

明之目的係在於提供一種新穎的酯類塑化劑之製備方法、以及一種由該方法所製備之具有較佳物理性質的酯類塑化劑。

【0006】 本發明之目的及其他目的將於下文中闡明。

【0007】 依據本發明之一態樣，藉由提供一種酯類塑化劑之製備方法，包括將 100 重量份的對苯二甲酸二辛酯與 0.1 至 89.9 重量份的丁醇進行轉酯化，可完成上述目的及其他目的。

【0008】 依據本發明之另一態樣，提供一種酯類塑化劑之製備方法，包括 a)將 100 重量份的對苯二甲酸二辛酯與 0.1 至 89.9 重量份的丁醇進行轉酯化，以及 b)藉由共同蒸餾(combination distillation)以移除未反應的丁醇及反應副產物之辛醇。

【0009】 依據本發明之另一態樣，提供一種酯類塑化劑，其包括：30 至 99 重量百分比的對苯二甲酸二辛酯(DOTP)、1 至 70 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯(BOTP)、以及 0 至 20 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯(DBTP)。

【0010】 依據本發明之另一態樣，提供一種樹脂組成物，其包括：該酯類塑化劑、以及一乙烯樹脂或一氯乙烯樹脂。

【0011】 如前所述，本發明有效地提供一種新穎的酯類塑化劑之製備方法、以及一種由該製備方法所製備之具有優異物理性質的酯類塑化劑。

【圖式簡單說明】

【0012】

圖 1 係依據本發明，顯示於轉酯化反應之催化劑的存在下一反應溫度控制對應所製造之對苯二甲酸丁辛酯的含量變化圖(丁醇添加量：對應至 10 重量百分比的對苯二甲酸二辛酯的含量)。

圖 2 係依據本發明，顯示一轉酯化反應之丁醇含量對應所製造之對苯二甲酸丁辛酯的含量變化圖(反應溫度 160°C)。

【實施方式】

【0013】 將於下文中詳述本發明。

【0014】 依據本發明，該酯類塑化劑之製備方法包括：將 100 重量份的對苯二甲酸二辛酯與 0.1 至 89.9 重量份的丁醇進行轉酯化。

【0015】 該酯類塑化劑意旨：一酯類化合物，其用來作為或可作為一塑化劑；一由這類酯類化合物所構成之組成物；或一包括該酯類化合物或該些酯類化合物的組成物。

【0016】 例如，透過該轉酯化反應，將該對苯二甲酸二辛酯轉化成 30 至 99 重量百分比的該對苯二甲酸二辛酯、1 至 70 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及 0 至 20 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。在上述範圍中，可獲得一種展現優異製程效率、極佳的加工性以及高吸收率的酯類塑化劑。

【0017】 在另一實施例中，透過該轉酯化反應，將該對苯二甲酸二辛酯轉化成 39 至 80 重量百分比的該對苯二甲酸二辛酯、10 至 60 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及 1

至 15 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。在上述範圍中，可獲得一種展現優異製程效率、極佳的加工性以及高吸收率的酯類塑化劑。

【0018】 在另一實施例中，透過該轉酯化反應，將該對苯二甲酸二辛酯轉化成 47 至 70 重量百分比的該對苯二甲酸二辛酯、20 至 50 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及 3 至 10 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。在上述範圍中，可獲得一種展現優異製程效率、極佳的加工性以及高吸收率的酯類塑化劑。

【0019】 在另一實施例中，透過該轉酯化反應，將該對苯二甲酸二辛酯轉化成 64.5 至 98.9 重量百分比的對苯二甲酸二辛酯、1 至 32 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及 0.1 至 3.5 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。在上述範圍中，可獲得一種展現優異製程效率、極佳的加工性以及高吸收率的酯類塑化劑。

【0020】 以 100 重量份的該對苯二甲酸二辛酯為基準，該丁醇的添加量可為 0.1 至 89.9 重量份、或 3 至 50 重量份。在上述範圍中，可獲得一種展現優異製程效率以及更佳的加工性及發泡性的酯類塑化劑。

【0021】 該對苯二甲酸二辛酯對該丁醇的莫爾分率為，例如，1：0.005 至 1：5.0、1：0.2 至 1：2.5、或 1：0.3 至 1：0.8。在上述範圍中，可獲得一種展現優異製程效率以及更佳的加工性及發泡性的酯類塑化劑。

【0022】 例如，該轉酯化反應係於 120°C 至 190°C、135°C

至 180°C、或 141°C 至 179°C 的溫度下進行。在上述範圍中，可在一短時間內獲得一種具有所欲組成比率之酯類塑化劑。

【0023】 例如，該轉酯化反應的反應時間係 0.1 至 10 小時、0.5 至 8 小時或 1 至 6 小時。在上述範圍中，可經濟地獲得一種具有所欲組成比率之酯類塑化劑。

【0024】 本發明的反應時間係由將反應物提高溫度進而達到一反應溫度的時間來進行估算。

【0025】 例如，該轉酯化反應可在一酸催化劑或一金屬催化劑的存在下進行。這可有效地減少反應時間。

【0026】 例如，該酸催化劑係硫酸、甲磺酸、或對甲苯磺酸，以及該金屬催化劑例如：一有機金屬催化劑、一金屬氧化物催化劑、一金屬鹽催化劑或一金屬。

【0027】 例如，該金屬成分係錫、鈦、鋅或諸如此類等。

【0028】 此外，例如，該轉酯化反應係一非催化反應。

【0029】 例如，該酯類塑化劑之製備方法可更包括：在轉酯化反應之後，藉由蒸餾移除未反應的丁醇及反應副產物之辛醇。

【0030】 例如，該蒸餾係二段式蒸餾，利用沸點上的差異，將丁醇及辛醇彼此獨立地分離。

【0031】 在另一實施例中，該蒸餾可為共同蒸餾。在此情況下，催化劑具有微小的組成改變從而可相對穩定地確保一種所欲的酯類塑化劑組成物。

【0032】 該共同蒸餾意旨同時進行丁醇及辛醇之蒸

餾。

【0033】 該酯類塑化劑包括 30 至 99 重量百分比的對苯二甲酸二辛酯、1 至 70 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及 0 至 20 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。在上述範圍中，具有優異的樹脂加工性及吸收率之提升效用。

【0034】 例如，該酯類塑化劑包括 39 至 80 重量百分比的對苯二甲酸二辛酯、10 至 60 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及 1 至 15 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。在上述範圍中，具有優異的樹脂加工性及吸收率。

【0035】 在另一實施例中，該酯類塑化劑包括 47 至 70 重量百分比的對苯二甲酸二辛酯、20 至 50 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及 3 至 10 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。在上述範圍中，具有優異的樹脂加工性及吸收率。

【0036】 在另一實施例中，該酯類塑化劑包括 64.5 至 98.9 重量百分比的對苯二甲酸二辛酯、1 至 32 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及 0.1 至 3.5 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。在上述範圍中，具有優異的樹脂加工性及吸收率。

【0037】 例如，該酯類塑化劑係一無醚塑化劑。在此情況下，具有極佳塑化效率及優異操作性之效用。

【0038】 無醚意旨：在該塑化劑中，醚成分存在 1,000 ppm 以下、100 ppm 以下、或 10 ppm 以下。

【0039】 例如，該醚成分可藉由起始物質、反應物間之重量比、反應溫度、反應時間、催化劑的種類、所添加的

催化劑含量以及諸如此類等來進行調控。

【0040】 例如，該辛基係 2-乙基己基。在此情況下，具有極佳加工性及吸收率之效用。

【0041】 依據本發明的樹脂組成物包括該酯類塑化劑、以及一乙烯樹脂或氯乙烯樹脂。

【0042】 可使用任何的乙烯樹脂而沒有特別限制，只要它為所屬技術領域所接受即可。此外，可使用任何的氯乙烯樹脂而沒有特別限制，只要它為所屬技術領域所接受即可。

【0043】 例如，以 100 重量份的該樹脂為基準，該酯類塑化劑的含量係 5 至 100 重量份。

【0044】 例如，該樹脂組成物可包括一填充劑。

【0045】 例如，以 100 重量份的該樹脂為基準，該填充劑的含量係 10 至 300 重量份、50 至 200 重量份、或 100 至 200 重量份。

【0046】 例如，該樹脂組成物更包括擇自一安定劑、一色素、一潤滑劑以及一發泡劑中的至少一者。

【0047】 以 100 重量份的該樹脂為基準，例如，該安定劑、色素、潤滑劑以及發泡劑的含量係 0.1 至 20 重量份或 1 至 15 重量份。

【0048】 於此，為了更理解本發明，下面將提供較佳的實施例。這些實施例僅係為了說明本發明而提供，而熟習此技藝者可清楚知悉，在不背離如同隨文檢附的申請專利範圍中所揭露之本發明的範疇及精神下可進行各種不同的

變化及修飾。

【0049】 實施例

【0050】 實施例 1

【0051】 將 1,000 g 的對苯二甲酸二辛酯及 70 g 的丁醇添加至一配置有一攪拌器、一冷凝器以及一傾析器(decanter)的反應器中，接著於一氮氣氣氛下、沒有任何的催化劑、且於 140°C 的反應溫度下，進行一轉酯化反應歷時 5 小時，以獲得一反應產物，其包括 98.9 重量百分比的對苯二甲酸二辛酯(下文中簡稱 DOTP)、1.0 重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯(下文中簡稱 BOTP)、以及 0.1 重量百分比的對苯二甲酸二丁酯(下文中簡稱 DBTP)。

【0052】 將該反應產物進行共同蒸餾，以移除該丁醇及該 2-乙基己基醇，藉此製備一最終的酯類塑化劑。

【0053】 自所製備的酯類塑化劑中檢測出含量低於 10 ppm 的醚成分。

【0054】 在實施例 1 中，依據轉酯化反應期間之反應時間所製造之 BOTP (%)的含量變化係顯示於圖 1 中。

【0055】 實施例 2

【0056】 使用與實施例 1 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了將實施例 1 中的反應溫度改為 160°C，以獲得一反應產物，其包括 76.5 重量百分比的 DOTP、21.5 重量百分比的 BOTP、以及 2.0 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 1 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0057】 自所製備的酯類塑化劑中檢測出含量低於 10 ppm 的醚成分。

【0058】 在實施例 2 中，依據轉酯化反應期間之反應時間所製造之 BOTP (%) 的含量變化係顯示於圖 1 中。

【0059】 實施例 3

【0060】 使用與實施例 1 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了添加 1.0 g 之有機酸催化劑，其係對應至實施例 1 中所添加的 0.1 重量百分比之 DOTP 含量，以獲得一反應產物，其包括 95.0 重量百分比的 DOTP、4.8 重量百分比的 BOTP、以及 0.2 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 1 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0061】 自所製備的酯類塑化劑中檢測出含量為 300 ppm 的醚成分。

【0062】 在實施例 3 中，依據轉酯化反應期間之反應時間所製造之 BOTP (%) 的含量變化係顯示於圖 1 中。

【0063】 實施例 4

【0064】 使用與實施例 2 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了添加 1.0g 之有機酸催化劑，其係對應至實施例 2 中所添加的 0.1 重量百分比的 DOTP 含量，以獲得一反應產物，其包括 73.6 重量百分比的 DOTP、24.0 重量百分比的 BOTP、以及 2.4 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 2 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0065】 自所製備的酯類塑化劑中檢測出含量為 500

ppm 的醚成分。

【0066】 在實施例 4 中，依據轉酯化反應期間之反應時間所製造之 BOTP (%) 的含量變化係顯示於圖 1 中。

【0067】 實施例 5

【0068】 使用與實施例 1 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了反應溫度為 180°C 並且添加 1.0 g 之有機酸催化劑，其係對應至實施例 1 中所添加的 0.1 重量百分比的 DOTP 含量，以獲得一反應產物，其包括 93.2 重量百分比的 DOTP、6.3 重量百分比的 BOTP、以及 0.5 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 1 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0069】 在實施例 5 中，依據轉酯化反應期間之反應時間所製造之 BOTP (%) 的含量變化係顯示於圖 1 中。

【0070】 實施例 6

【0071】 將 1,000 g 的 DOTP 及 130 g 的 BuOH 添加至一配置有一攪拌器、一冷凝器以及一傾析器的反應器中，接著於一氮氣氣氛下、且於 160°C 的反應溫度下，添加 10.0 g 之有機酸催化劑，其係對應至所添加的 1.0 重量百分比的 DOTP 含量，進行一轉酯化反應歷時 5 小時，以獲得一反應產物，其包括 64.5 重量百分比的 DOTP、32.0 重量百分比的 BOTP、以及 3.5 重量百分比的 DBTP。

【0072】 將該反應產物進行共同蒸餾，以移除該丁醇及該 2-乙基己基醇，藉此製備一最終的酯類塑化劑。

【0073】 在實施例 6 中，依據轉酯化反應期間之反應時

間所製造之 BOTP (%)的含量變化係顯示於圖 2 中。

【0074】 實施例 7

【0075】 使用與實施例 6 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了將在實施例 6 中使用的 BuOH 含量改為 100 g，以獲得一反應產物，其包括 69.9 重量百分比的 DOTP、27.1 重量百分比的 BOTP、以及 3.0 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 6 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0076】 在實施例 7 中，依據轉酯化反應期間之反應時間所製造之 BOTP (%)的含量變化係顯示於圖 2 中。

【0077】 實施例 8

【0078】 使用與實施例 7 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了藉由兩段式蒸餾來移除丁醇及 2-乙基己基醇，來取代在實施例 7 中的共同蒸餾，以獲得具有一比例(DOTP、BOTP 及 DBTP 的重量比為 88.1：10.7：1.2)之一最終的酯類塑化劑。

【0079】 實施例 9

【0080】 使用與實施例 1 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了將在實施例 1 中的反應溫度改為 150°C，以獲得一反應產物，其包括 86.5 重量百分比的 DOTP、12.5 重量百分比的 BOTP、以及 1.0 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 1 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0081】 自所製備的酯類塑化劑中檢測出含量為 200

ppm 的醚成分。

【0082】 在實施例 9 中，依據轉酯化反應期間之反應時間所製造之 BOTP (%) 的含量變化係顯示於圖 1 中。

【0083】 實施例 10

【0084】 使用與實施例 1 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了將在實施例 1 中的反應溫度改爲 170°C，以獲得一反應產物，其包括 74.4 重量百分比的 DOTP、23.1 重量百分比的 BOTP、以及 2.5 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 1 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0085】 在實施例 10 中，依據轉酯化反應期間之反應時間所製造之 BOTP (%) 的含量變化係顯示於圖 1 中。

【0086】 比較例 1

【0087】 使用與實施例 1 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了使用實施例 4 中的 1,000 g 的 DBTP 來替代 DOTP，添加 300 g 的 2-乙基己基醇來替代 BuOH，以及進行該轉酯化反應歷時 5 小時，以獲得一反應產物，其包括 4.3 重量百分比的 DOTP、1.0 重量百分比的 BOTP、以及 94.7 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 1 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾以製備一最終的酯類塑化劑。

【0088】 比較例 2

【0089】 使用與實施例 4 相同的方法來進行一轉酯化反應，除了添加 900 g 之丁醇，其係對應至 90 重量百分比的 DOTP 含量，以獲得一反應產物，其包括 17.20 重量百分比

的 DOTP、72.0 重量百分比的 BOTP、以及 10.8 重量百分比的 DBTP。使用與實施例 1 相同的方法來對該反應產物進行蒸餾，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0090】 比較例 3

【0091】 於一配置有一溫度感測器、一機械攪拌器、一冷凝器、一傾析器以及一氮氣注射器的五頸圓底燒瓶中，使用 32 g 的 70% 甲磺酸作為一有機酸催化劑而將 498.3 g 的對苯二甲酸、111.0 g 的正丁醇、以及 976.5 g 的 2-乙基己醇進行酯化反應，歷時約 5 小時，而溫度緩慢地自 140°C 提高至 180°C，接著冷卻該反應產物並且以水進行清洗一次，以及藉由在減壓下加熱以去除醇類，以製備一最終的酯類塑化劑。

【0092】 所製備的酯類塑化劑包括 19.5 重量百分比的 DOTP、75.5 重量百分比的 BOTP 以及 5.0 重量百分比的 DBTP，以及存在 32,000 ppm 的醚成分。

【0093】 試驗例

【0094】 依據下列方法來測量在實施例 1 至 10 以及比較例 1 及 2 中所製得的塑化劑的物理性質，而所得到的結果係顯示於下面表 1 以及圖 1 及 2 中。

【0095】 *DOTP、BOTP 及 DBTP 的含量(wt%)：使用由 Agilent Technologies 所製造的氣相層析儀(Agilent 7890 GC，管柱：HP-5，載體氣體：氮)來進行測量。

【0096】 *醚含量：使用由 Agilent Technologies 所製造的氣相層析儀(Agilent 7890 GC，管柱：HP-5，載體氣體：

氮)來進行測量。

【0097】 *吸收率：藉由測量在 77°C、60 rpm、PVC (產品名稱：LS 100)400 g 以及塑化劑 200 g 的混合條件下，使用一混合器(產品名稱：Brabender)將樹脂與塑化劑進行混合，而後該混合器的扭矩(torque)穩定下來之時間來進行評估。

【0098】 *發泡性：將 100 重量份的 PVC (產品名稱：PB 900)、75 重量份的塑化劑、130 重量份的填充劑、4 重量份的安定劑、13 重量份的 TiO_2 、以及 3 重量份的發泡劑進行混合以獲得一膠體，將該膠體於一用來作為壁紙的基底紙基板(紙)上塗佈薄薄地一層，接著於 230°C 下進行發泡歷時 70 秒，將該紙基板以剖面切割，使用一光學顯微鏡來測量氣室(cell)的狀態，以 1 (優)至 5 (劣)的等級來評估氣室的大小、形狀及排列一致性。

【0099】 表 1

	催化劑(%)	反應溫度 (°C)	反應時間 (h)	吸收率 (m : s)	發泡性
實施例 1	無添加	140	5	6 : 10	3
實施例 2	無添加	160	5	4 : 30	1
實施例 3	0.1	140	5	6 : 00	4
實施例 4	0.1	160	5	4 : 11	1
實施例 5	0.1	180	5	5 : 48	3
實施例 6	1.0	160	4	3 : 42	1
實施例 7	1.0	160	4	4 : 01	1

實施例 8	1.0	160	4	5 : 58	2
實施例 9	無添加	150	5	5 : 50	3
實施例 10	無添加	170	5	4 : 25	1
比較例 1	0.1	160	5	2 : 13	4
比較例 2	0.1	160	5	2 : 52	3
比較例 3	4.5	140-180	5	2 : 50	3

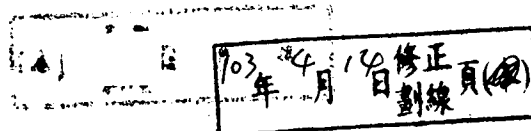
【0100】 *發泡性：1 (優)至 5 (劣)

【0101】 如在上面表 1 中可見，根據本發明的酯類塑化劑之製備方法，可順利地製備具有一所欲的組成物之對苯二甲酸丁辛酯，而由其所製備的酯類塑化劑(實施例 1 至 10)具有 3 : 42 至 6 : 10 (m : s)的高吸收率，並且展現極佳的樹脂加工性及發泡性。

【0102】 然而，可以見得藉由不同於本發明的酯類塑化劑之製備方法所製備的酯類塑化劑(比較例 1 及 2)，由於相當高的吸收率而加重膠凝作用，並且具有相當低的加工性及發泡性。

【0103】 此外，可以見得依據本發明的酯類塑化劑之製備方法具有較短的反應時間，並且消耗易溶於水的丁醇，並且不會產生副產物，因而具有幾乎沒有廢水處理問題之優點。

【0104】 如在圖 1 中可見，在實施例 1 至 5 以及實施例 9 及 10 的情況下，不論催化劑的使用，在高於約 140°C 且



低於約 180°C 的反應溫度下，依據本發明的該轉酯化反應所製造的 BOTP 含量大幅增加，並且能夠輕易地製造一種具有所欲的組成比例之酯類塑化劑。

【0105】 此外，如在圖 2 中可見(實施例 6 及 7)，當所添加的丁醇含量增加，依據本發明的該轉酯化反應導致所製造的 BOTP 含量持續地增加。

【0106】 此外，可以見得，相較於共同蒸餾(實施例 6 及 7)，當在依據本發明的該轉酯化反應之後，藉由其他蒸餾方法來移除殘餘的醇類，兩段式蒸餾(實施例 8)展現所製造的 BOTP 含量大幅減少。

【0107】 此外，可以見得，相較於依據本發明的該轉酯化反應，當藉由酯化反應來製備一酯類塑化劑(比較例 3)，控制一製備製程係相對困難，具有許多與廢水處理有關的問題，並且不易獲得一種所欲的酯類塑化劑組成物。

【符號說明】

無。

申請專利範圍

1. 一種酯類塑化劑之製備方法，包括：將100重量份的對苯二甲酸二辛酯與0.1至89.9重量份的丁醇進行轉酯化。
2. 如申請專利範圍第1項所述之製備方法，其中該轉酯化反應係將該對苯二甲酸二辛酯轉化成30至99重量百分比的對苯二甲酸二辛酯、1至70重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯、以及0至20重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。
3. 如申請專利範圍第1項所述之製備方法，其中該丁醇的含量係1至50重量份。
4. 如申請專利範圍第1項所述之製備方法，其中該對苯二甲酸二辛酯對該丁醇的莫爾分率為1：0.005至1：5.0。
5. 如申請專利範圍第4項所述之製備方法，其中該對苯二甲酸二辛酯對該丁醇的莫爾分率為1：0.2至1：2.5。
6. 如申請專利範圍第1項所述之製備方法，其中該轉酯化反應係於120℃至190℃的溫度下進行。
7. 如申請專利範圍第1項所述之製備方法，其中該轉酯化反應係一非催化反應。
8. 一種酯類塑化劑之製備方法，包括：
 - a)將100重量份的對苯二甲酸二辛酯與0.1至89.9重量份的丁醇進行轉酯化；以及

為第 103100334 號中文專利範圍無劃線修正本

修正日期:104 年 7 月 24 日

b)藉由共同蒸餾以移除未反應的該丁醇及一反應副產物之辛醇。

9. 一種酯類塑化劑，包括：

30至99重量百分比的對苯二甲酸二辛酯；

1至70重量百分比的對苯二甲酸丁辛酯；以及

0至20重量百分比的對苯二甲酸二丁酯。

10. 如申請專利範圍第9項所述之酯類塑化劑，其中該酯類塑化劑係一無醚塑化劑。

11. 如申請專利範圍第9項所述之酯類塑化劑，其中該對苯二甲酸二辛酯及該對苯二甲酸丁辛酯的辛基係2-乙基己基。

12. 一種樹脂組成物，包括：

如申請專利範圍第9至11項中任一項所述之酯類塑化劑；以及

一乙烯樹脂或一氯乙烯樹脂。

圖式

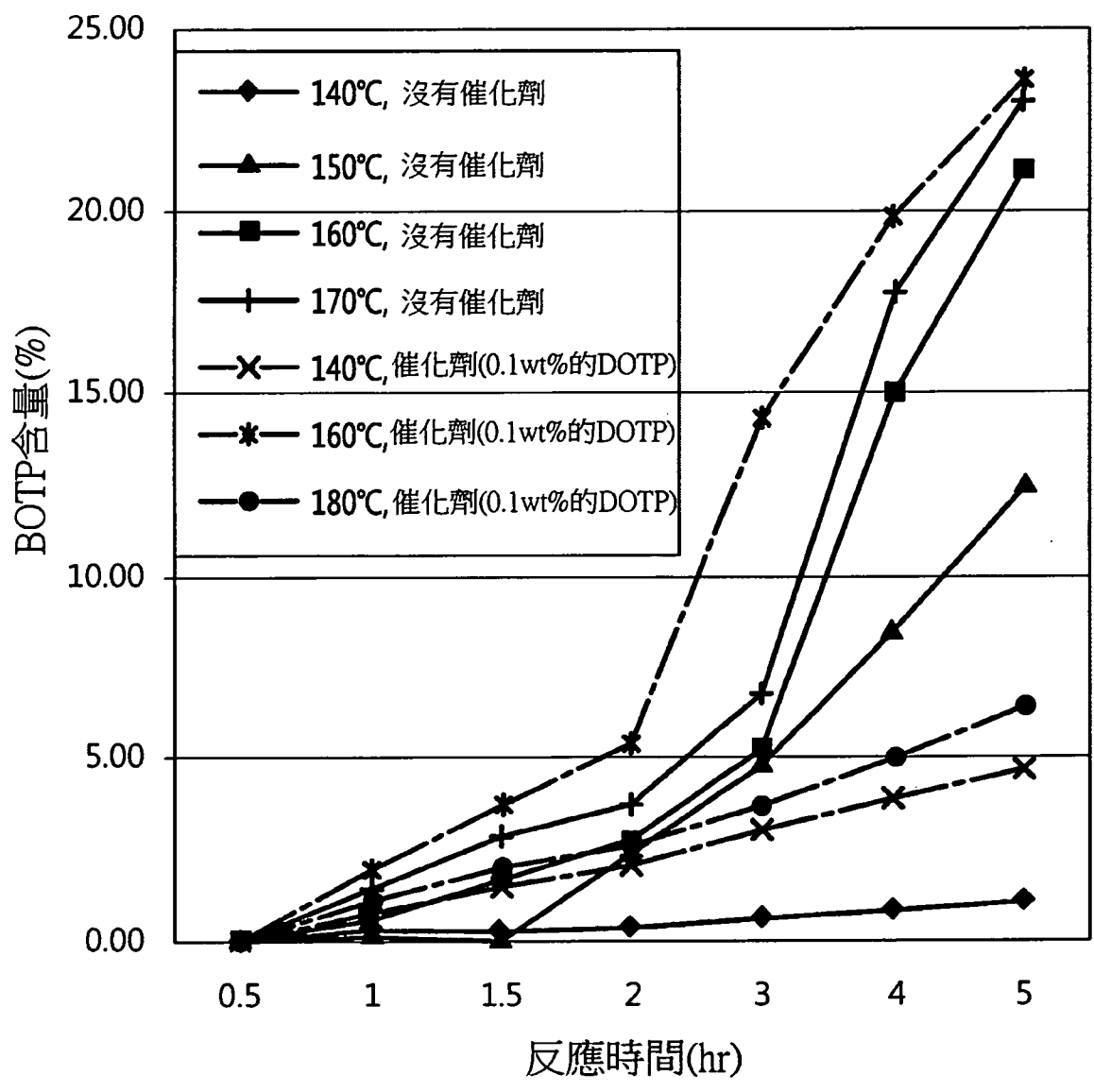


圖 1

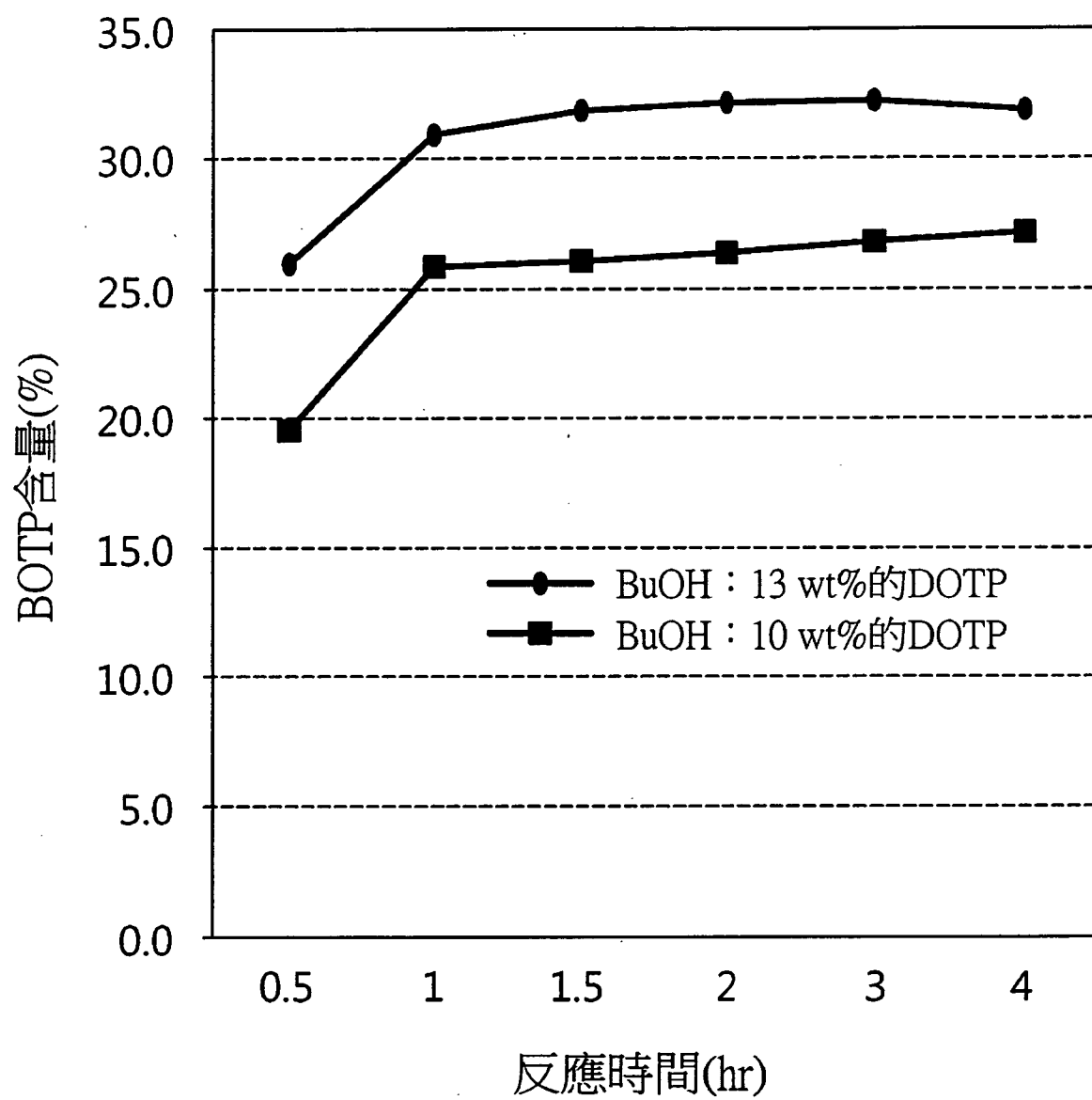


圖 2