



(21) 申請案號：100121061

(22) 申請日：中華民國 100 (2011) 年 06 月 16 日

(51) Int. Cl. : C08F4/16 (2006.01)

(71) 申請人：高雄醫學大學 (中華民國) KAOHSIUNG MEDICAL UNIVERSITY (TW)

高雄市三民區十全一路 100 號

(72) 發明人：陳喧應 CHEN, HSUAN YING (TW) ; 方欣柔 FANG, HSIN JOU (TW)

(74) 代理人：陳啟舜

(56) 參考文獻：

CN 1129478C

CN 1610580A

EP 0634435A1

US 4439597A

審查人員：陳衍任

申請專利範圍項數：9 項 圖式數：6 共 0 頁

(54) 名稱

含錫催化劑用於聚酯化反應之方法

A METHOD FOR POLYESTERIFICATION BY TIN CATALYSTS

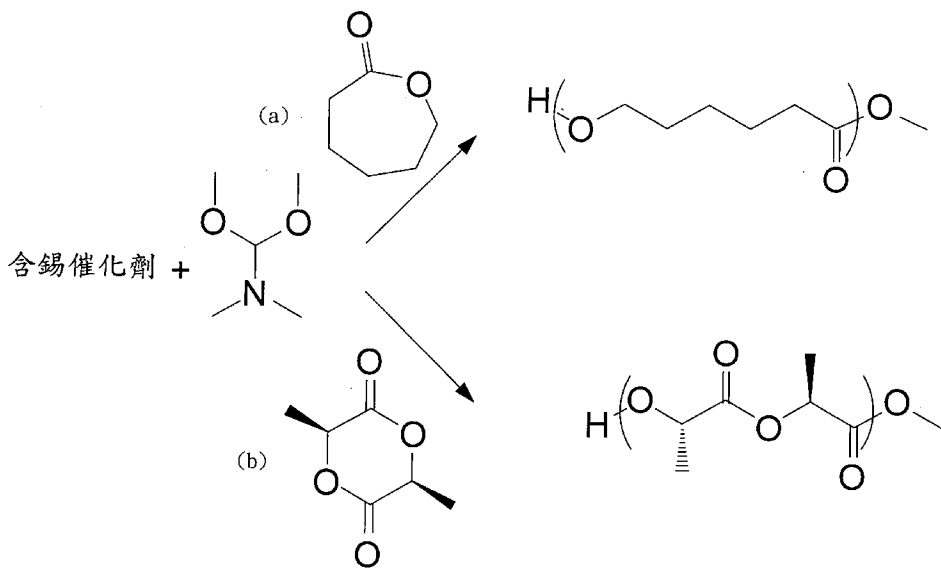
(57) 摘要

本發明之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，係包含：一混合步驟，係將一 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑混合一含錫催化劑，使該 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑所鍵結之烷氧基轉移至該含錫催化劑，以獲得一含錫催化劑錯合物；及一聚合步驟，係透過該含錫催化劑錯合物催化一酯類化合物進行開環聚合反應，以生成一聚酯類高分子聚合物；其中，該 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係如化學式一所示之化合物，且該化學式中的 R 係為烷基。

(RO)<sub>2</sub> CHNR<sub>2</sub> [化學式一]

A method for polyesterification by tin catalysts includes: mixing N-N-dialkylmethanamide dialkyl acetal reagents with tin catalyst, and marking alkoxy of the N-N-dialkylmethanamide dialkyl acetal reagent shift to the tin catalyst, and obtained a tin catalyst complexes; promoting the polyesterification of ester by the tin catalyst complexes and to formed a polyester. In which, the chemical compound of N-N-dialkylmethanamide dialkyl acetal reagents is shown as follows, and R of the chemical compound is alkyl.

(RO)<sub>2</sub> CHNR<sub>2</sub> [化學式一]



第 4 圖

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100121661

※申請日：

100. 6. 16

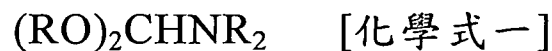
※IPC 分類：C08F 4/16 (2006.01)

## 一、發明名稱：(中文/英文)

含錫催化劑用於聚酯化反應之方法 / A Method for Polyesterification by Tin Catalysts

## 二、中文發明摘要：

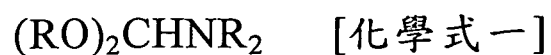
本發明之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，係包含：一混合步驟，係將一 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑混合一含錫催化劑，使該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑所鍵結之烷氧基轉移至該含錫催化劑，以獲得一含錫催化劑錯合物；及一聚合步驟，係透過該含錫催化劑錯合物催化一酯類化合物進行開環聚合反應，以生成一聚酯類高分子聚合物；其中，該 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係如化學式一所示之化合物，且該化學式中的 R 係為烷基。



## 三、英文發明摘要：

A method for polyesterification by tin catalysts includes: mixing N-N-dialkylmethanamide dialkyl acetal regents with tin catalyst, and marking alkoxy of the N-N-dialkylmethanamide dialkyl acetal reagent shift to the tin catalyst, and obtained a tin

catalyst complexes; promoting the polyesterification of ester by the tin catalyst complexes and to formed a polyester. In which, the chemical compound of N-N-dialkylmethanamide dialkyl acetal regents is shown as follows, and R of the chemical compound is alkyl.



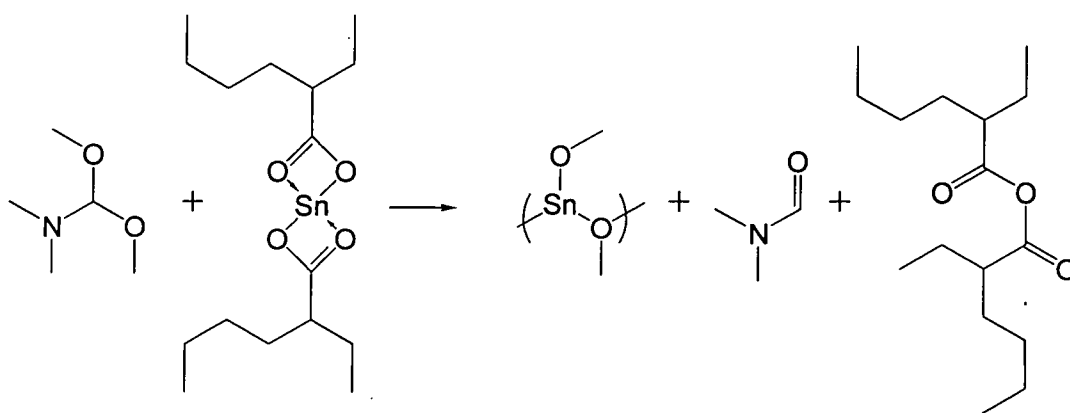
#### 四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(4)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

(無)

#### 五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



## 六、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，特別是一種改善含錫催化劑之催化效率，以加速聚酯類高分子聚合物生成之方法。

### 【先前技術】

目前工業上操作酯化及聚酯化反應的進行，大多採用含金屬之化合物作為催化劑，如鋁、鈦、鋰或錫等化合物，藉以縮短酯化及聚酯化反應所需耗費的時間。

其中，更以錫化合物較常作為催化劑廣泛使用，該錫化合物包含有異辛酸亞錫、氯化亞錫、硫酸亞錫及二丁基氧化錫等。以該異辛酸亞錫為例，其係能於較少用量下，以高轉化率獲得較高分子量的聚合物。然而，該異辛酸亞錫本身的催化活性較低，必須經由長時間的高溫反應，才能發揮該異辛酸亞錫的完整催化效果，來獲得具有所需高分子量之聚合物，故於該異辛酸亞錫催化聚酯化反應的過程，往往需耗費大量能源與時間，而相對提高後續製成產品的成本負擔。

於此，多數業者係積極開發除了上述錫化合物之外，更能夠足以取代該異辛酸亞錫的催化劑，以期望於該聚酯化反應中獲得較佳的催化效果。

如中華民國公開第 200301273 號「用於聚酯化反應之甲基錫觸媒」專利案，其係揭示一種甲基錫化合物，以於高溫酯化及聚酯化反應中作為催化劑，藉由該甲基錫化合

物催化所獲得之酯及聚酯係具有極佳的物理/化學性質，以改進該酯及聚酯的色澤及熱穩定性，而適用於多階段聚酯化反應。然而，該習知專利案所揭示的甲基錫化合物，僅能改變後續聚酯化反應所生成之產品的物理及化學性質，甚至須以攝氏 200 度以上的高溫長時間作用，才能達到聚酯化反應過程的較佳催化效果，故該習知專利案仍舊無法改善如上所述之問題，更因反應溫度的提升相對增加整體聚酯化反應過程所需耗費的成本。

此外，儘管如上述習知專利案以其他含金屬之化合物作為聚酯化反應的催化劑，至今仍然無法於催化效率上有明顯的突破。甚至，多數催化劑往往容易於空氣的作用下，先行與空氣中的氧或水氣產生反應，而降低該催化劑的催化效果。不僅沒有如該異辛酸亞錫般具有較低的空氣敏感度，甚至無法於空氣下對未高度純化的酯類化合物進行開環聚合，以致於該些催化劑於進行聚酯化反應的過程係明顯存在有較多的限制。於是，現階段於業界操作聚酯化反應生成聚酯類高分子聚合物的過程，始終係以該異辛酸亞錫等錫化合物為主要催化劑，以至目前為止仍舊無法改善如上所述含錫催化劑催化效率不彰之困擾。

有鑑於此，確實有必要發展一種含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，以期望提升該含錫催化劑於該聚酯化反應的催化效率，而解決如上所述的各種問題。

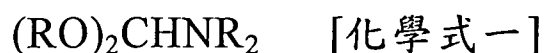
### 【發明內容】

本發明之主要目的乃改良上述缺點，以提供一種含錫

催化劑用於聚酯化反應之方法，其係能夠提高該含錫催化劑的催化活性，以提升該含錫催化劑於該聚酯化反應之催化效率者。

本發明之次一目的提供一種含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，係能夠維持該含錫催化劑對空氣的低敏感度，以確保該含錫催化劑於該聚酯化反應之催化效果者。

為達到前述發明目的，本發明之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法之方法，係包含：一混合步驟，係將一 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑混合一含錫催化劑，使該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑所鍵結之烷氧基轉移至該含錫催化劑，以獲得一含錫催化劑錯合物；及一聚合步驟，係透過該含錫催化劑錯合物催化一酯類化合物進行開環聚合反應，以生成一聚酯類高分子聚合物；其中，該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係如化學式一所示之化合物，且該化學式一中的 R 係為烷基。



其中，該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係為 N,N-二甲基甲醯胺二甲基縮醛或 N,N-二甲基甲醯胺二乙基縮醛，該含錫催化劑係為異辛酸亞錫、硫酸亞錫、氯化亞錫或二丁基氧化錫。再者，該含錫催化劑的重量莫耳濃度係為 0.0025~0.08M，且該含錫催化劑與該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑的混合比例係為 1：1。

### 【實施方式】

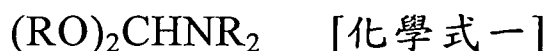
為讓本發明之上述及其他目的、特徵及優點能更明顯



易懂，下文特舉本發明之較佳實施例，並配合所附圖式，作詳細說明如下：

請參照第 1 圖所示，其係為本發明一較佳實施例，該含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，其係包含一混合步驟 S1 及一聚合步驟 S2。

該混合步驟 S1 係將一 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛試劑混合一含錫催化劑，使該 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑所鍵結之烷氧基轉移至該含錫催化劑，以獲得一含錫催化劑錯合物。其中，該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係如化學式一所示之化合物，且該化學式一中的 R 係為烷基。



更詳言之，該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑與該含錫催化劑混合後，係生成該含錫催化劑錯合物，該含錫催化劑錯合物係容易釋出類似聚合起始劑的物質，而不需額外添加苯甲醇等聚合起始劑，即可將該含錫催化劑錯合物應用於後續之聚合步驟 S2，以進行一酯類化合物的開環聚合反應。其中，該含錫催化劑係可以選擇為異辛酸亞錫、氯化亞錫、硫酸亞錫及二丁基氧化錫等，且該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係可以選擇為 N,N-二甲基甲醯胺二甲基縮醛(DMF-DMA)或 N,N-二甲基甲醯胺二乙基縮醛(DMF-DEA)等。

本實施例較佳係選擇為 N,N-二甲基甲醯胺二甲基縮醛，使得該 N,N-二甲基甲醯胺二甲基縮醛上的甲氧基更可以輕易轉移至該含錫催化劑上，以形成結構較為穩定之含

錫催化劑錯合物。又，由於該酯類化合物的開環聚合反應主要係以甲氧基為聚合起始端，故鍵結於該含錫催化劑錯合物末端的甲氧基係可以作為聚合起始劑，而於後續之聚合步驟 S2 中發揮較佳的酯類化合物開環聚合之效果。

本發明係以 DMF-DMA 作為該 N,N-二甲基甲醯胺二甲基縮醛於下述內容中的簡稱。舉例而言，本實施例係先以 1:1 之比例，將該 DMF-DMA 試劑與異辛酸亞錫於甲苯溶劑中混合，且逐漸加熱至攝氏 100 度反應半小時，待真空抽乾反應後的揮發性物質後，加入正己烷洗去反應後的有機溶劑層，以生成油狀的該異辛酸亞錫錯合物。以此進行光譜分析，其結果係如第 2a~2b 圖所示，將該異辛酸亞錫錯合物(C)與該異辛酸亞錫(B)、DMF-DMA 試劑(A)之光譜進行比較，明顯看出原本存在於(A)光譜中的 a 及 c 訊號皆於(C)光譜中消失，僅保留有該 DMF-DMA 試劑中的甲氧基訊號(如(C)圖所示之 b 訊號)，以及(B)光譜的異辛酸亞錫訊號。其中，該 DMF-DMA 試劑(A)之光譜所顯現之 a、b 及 c 訊號，係詳見於第 2b 圖所示，a 代表氮基上鍵結之碳原子所鍵結之氫；b 代表氧基上鍵結之碳原子所鍵結之氫；c 代表主結構碳原子所鍵結之氫。

為更了解該 DMF-DMA 試劑係如何改變該含錫催化劑的結構，請再參再照第 2a 及 2c 圖所示，另以二氯化錫混合 DMF-DMA 進行光譜之分析(D)，明顯看出(D)光譜中僅顯現二組甲氧基 d、e 的訊號，可能係由其一甲氧基參與架橋鍵結(如第 2c 圖所示之 e 部分)，而以另一甲氧基懸掛鍵結於該二氯化錫之錫元素上(如第 2c 圖所示之 d 部分)；

且，再輔以  $\text{Sn}^{119}$  NMR 光譜圖得知，混合該 DMF-DMA 試劑後所生成之異辛酸亞錫錯合物，相較於該異辛酸亞錫於該 NMR 光譜圖上的偏移變化不大，故該異辛酸亞錫錯合物中的錫元素依然維持二價狀態，證實該異辛酸亞錫錯合物僅係以該 DMF-DMA 試劑所鍵結的甲氧基，與該異辛酸亞錫所鍵結的異辛酸基相互替換所形成之寡聚物，其化學反應式詳見第 3 圖所示。藉此，經由該 DMF-DMA 試劑的作用，係可以將該異辛酸亞錫合成為富含甲氧基的該異辛酸亞錫錯合物，以提升該異辛酸亞錫本身的催化活性。

該聚合步驟 S2 係透過該含錫催化劑錯合物催化該酯類化合物進行開環聚合反應，以生成一聚酯類高分子聚合物。更詳言之，該含錫催化劑錯合物係具有烷氧基端，以透過該烷氧基端為該酯類化合物的聚合起始點，將該酯類化合物開環，以改變該酯類化合物的鍵連接順序，而可以由原本的環狀單體轉變為線性單體，且逐步聚合成高分子量的該聚酯類高分子聚合物。

舉例而言，本實施例係將該混合步驟 S1 所生成之異辛酸亞錫錯合物混合 25 倍的環己內酯，使得該環己內酯能夠於足量的該異辛酸亞錫錯合物催化下，打開該環己內酯的環狀結構，以使該環己內酯的各元素、離子或分子間產生新的鍵連接順序，並轉變為線狀的環己內酯單體，再透過該異辛酸亞錫錯合物所富含的甲氧基為聚合起始劑，開始進行連續且逐步性的聚合反應，以此達到加速該環己內酯開環聚合生成高分子量之聚環己內酯的較佳效果。另外，更於該混合步驟 S1 中以該 DMF-DMA 試劑混合不同

的該含錫催化劑，以生成各種該含錫催化劑錯合物，以對該環己內酯及乳酸交酯進行聚酯化反應，其化學反應式詳見於第4圖之(A)及(B)，其中(A)係指該環己內酯的聚酯化反應，而(B)係指該乳酸交酯的聚酯化反應。此外，該聚合步驟 S2 較佳係於一溶劑中進行反應，該溶劑特別係選擇為甲苯(toluene)，藉以達到較佳的酯類化合物聚合效果。

由上述得知，本發明之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，係可以藉由該 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑與該含錫催化劑的先行反應，而生成具有新鍵結結構的該含錫催化劑錯合物，且該含錫催化劑錯合物係具有足以啟動該酯類化合物進行開環聚合的烷氧基端，藉此大幅提升該含錫催化劑的催化活性，而可以在不添加聚合起始劑的情況下，快速進行該酯類化合物的聚酯化反應，以便於較低溫環境下，生成高分子量的聚酯類高分子聚合物，達到提升該聚酯化反應效率之功效。

再且，該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑的添加僅具有鍵結結構的改變，而能維持該含錫催化劑本身錫元素的二價態樣，也不會影響該含錫催化劑對空氣的敏感度，故本發明混合該 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑與含錫催化劑所生成的該含錫催化劑錯合物，係能保有該含錫催化劑較佳的物理及化學性質，以確保該含錫催化劑錯合物仍然具有較低的空氣敏感度，而可以暴露於空氣下，進行酯類化合物的聚酯化反應，而不至於在聚酯化反應的進行過程存在過多的限制。

為了證實本發明之含錫催化劑用於聚酯化反應之方

法，確實可以提高該含錫催化劑的活性，而於短時間內以較佳的催化效率，加速該酯類化合物的開環聚合反應，以於較低溫的反應過程，獲得高分子量的聚酯類高分子聚合物。

本發明係針對環己內酯及乳酸交酯的聚合情形，個別進行下述實驗及分析，藉此觀察該含錫催化劑的催化反應時間(分)及轉化率(%)，且透過凝膠滲透層析法(GPC)分析該聚酯類高分子聚合物的分子量及分子量分佈度(PDI)。

請參照表 1-1 所示，其係為含錫催化劑催化環己內酯生成聚合物之情形，本實施例之 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係選擇為 N,N-二甲基甲醯胺二甲基縮醛(DMF-DMA)；該含錫催化劑係包含異辛酸亞錫、硫酸亞錫、氯化亞錫及二丁基氧化錫，且該含錫催化劑之重量莫耳濃度較佳係為 0.08M。於此，依照不同比例將該 DMF-DMA 試劑個別與該些含錫催化劑混合後，再選擇性添加苯甲醇(benzyl alcohol, BnOH)作為聚合起始劑，來與未添加 DMF-DMA 的反應作比較，且於攝氏 100 度的環境下，同時添加 10 毫升的甲苯(toluene)作為溶劑，以進行環己內酯( $\epsilon$ -caprolactone, CL)的開環聚合反應。其中，該環己內酯的重量莫耳濃度較佳係選擇為 2M。

表 1-1：含錫催化劑催化環己內酯生成聚合物之情形。

催化劑	CL:Sn:DMF-DMA:BnOH	時間(分)	轉化率(%)	分子量	PDI
A1.異辛酸亞錫	25:1:1:0	10	92	4500	1.10
A2.異辛酸亞錫	25:1:0:1	120	95	5000	1.19
B1.硫酸亞錫	25:1:1:0	90	87	3800	1.20

B2. 硫酸亞錫	25:1:0:1	90	4	-	-
C1. 氯化亞錫	25:1:1:0	10	>99	9200	1.42
C2. 氯化亞錫	25:1:0:1	10	17	-	-
D1. 二丁基氧化錫	25:1:1:0	10	93	9100	1.72
D2. 二丁基氧化錫	25:1:0:1	10	0	-	-

由表 1-1 之結果得知，無論選擇之含錫催化劑係為上述何者，於該環己內酯開環聚合之過程中添加有該 DMF-DMA 試劑之組別(A1、B1、C1 及 D1)，相較於僅添加有該苯甲醇作為聚合起始劑未添加有該 DMF-DMA 試劑之組別(A2、B2、C2 及 D2)，於相同時間下，該環己內酯的轉化率係具有顯著性的提升，藉以證明該 DMF-DMA 試劑的添加，係能夠大幅增強該含錫催化劑本身的活性。且僅於攝氏 100 度的低溫，即可達到加速該環己內酯開環聚合生成聚環己內酯之功效。

此外，請參照表 1-2 所示，其係為含錫催化劑催化環己內酯生成高分子量聚合物之情形，本實施例係選擇以異辛酸亞錫作為催化劑，於攝氏 140 度之環境下，加入 2500 倍的環己內酯，且選擇性混合該 DMF-DMA 試劑，以進行該環己內酯的開環聚合反應。其中，該異辛酸亞錫的重量莫耳濃度較佳係為 0.01M，且該環己內酯的重量莫耳濃度較佳係為 25M。本實施例係於混合有該 DMF-DMA 試劑之情況下，添加 20 毫升之二甲苯，且於未混合該 DMF-DMA 試劑之情況下，添加 5 毫升之二甲苯，以同時反應 1.2 小時。

表 1-2：含錫催化劑催化環己內酯生成高分子量聚合物之情形。

催化劑	CL:Sn:DMF-DMA:BnOH	時間(分)	轉化率(%)	分子量	PDI
E1. 異辛酸亞錫	2500:1:1:0	70	76	74000	3.70
E2. 異辛酸亞錫	2500:1:0:1	70	23	13900	1.25

由表 1-2 之結果得知，以該 DMF-DMA 試劑混合該含錫催化劑所生成之含錫催化劑錯合物，係可以對 2500 倍的環己內酯進行開環聚合反應，於相同時間下，相較於僅添加該含錫催化劑，而未混合有該 DMF-DMA 試劑時，該環己內酯的轉化率明顯自 23% 提升至 76%，且其生成聚環己內酯後的分子量更可以高達 74000，分子量分佈度為 3.7。於此，證實本發明以該 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑先行與該含錫催化劑作用後，的確可以獲得具有高催化活性的該含錫催化劑錯合物，以提升該含錫催化劑之催化效率，而於攝氏 140 度的低溫下，達到快速合成高分子量聚環己內酯之功效。

請參照表 2-1 所示，其係為含錫催化劑催化乳酸交酯生成聚合物之情形，本實施例之 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係選擇為 N,N-二甲基甲醯胺二甲基縮醛 (DMF-DMA)；該含錫催化劑係包含異辛酸亞錫、硫酸亞錫、氯化亞錫及二丁基氧化錫，且該含錫催化劑之重量莫耳濃度較佳係為 0.01M。於此，依照不同比例將該 DMF-DMA 試劑個別與該些含錫催化劑混合後，再選擇性添加苯甲醇(benzyl alcohol, BnOH)作為聚合起始劑，來與未添加 DMF-MDA 的反應作比較，且於攝氏 100 度的環境下，同時添加 10 毫升的甲苯(toluene)作為溶劑，以進行乳酸交酯(L-lactide, LA)的開環聚合反應。其中，該乳酸交酯

的重量莫耳濃度較佳係選擇為 0.5M。

表 2-1：含錫催化劑催化乳酸交酯生成聚合物之情形。

催化劑	LA:Sn:DMF-DMA:BnOH	時間(分)	轉化率(%)	分子量	PDI
a1.異辛酸亞錫	50:1:1:0	20	87	7600	1.10
a2.異辛酸亞錫	50:1:0:1	180	86	4400	1.18
b1.硫酸亞錫	50:1:1:0	20	59	3800	1.14
b2.硫酸亞錫	50:1:0:1	20	0	-	-
c1.氯化亞錫	50:1:1:0	120	80	7200	1.22
c2.氯化亞錫	50:1:0:1	120	0	-	-
d1.二丁基氧化 錫	50:1:1:0	60	88	7200	1.38
d2.二丁基氧化 錫	50:1:0:1	60	0	-	-

由表 2-1 之結果得知，無論選擇之含錫催化劑係為上述何者，於該乳酸交酯開環聚合之過程中添加有該 DMF-DMA 試劑之組別(a1、b1、c1 及 d1)，相較於僅添加有該苯甲醇作為聚合起始劑未添加有該 DMF-DMA 試劑之組別(a2、b2、c21 及 d2)，於相同時間下，該乳酸交酯的轉化率係具有顯著性的提升，藉以證明該 DMF-DMA 試劑的添加，係能夠大幅增強該含錫催化劑本身的活性，同樣於攝氏 100 度的低溫下，達到加速該乳酸交酯開環聚合生成聚乳酸交酯之功效。

此外，請參照表 2-2 所示，其係為含錫催化劑催化乳酸交酯生成高分子量聚合物之情形，本實施例係選擇以異



辛酸亞錫作為催化劑，於攝氏 140 度之環境下，加入 4000 倍的乳酸交酯，且選擇性混合該 DMF-DMA 試劑，以進行該乳酸交酯的開環聚合反應。其中，該異辛酸亞錫的重量莫耳濃度較佳係為 0.0025M，且該乳酸交酯的重量莫耳濃度較佳係為 10M。本實施例係於混合有該 DMF-DMA 試劑之情況下，添加 40 毫升之二甲苯，且於未混合該 DMF-DMA 試劑之情況下，添加 20 毫升之二甲苯，以同時反應 2.8 小時。

表 2-2：含錫催化劑催化乳酸交酯生成高分子量聚合物之情形。

催化劑	LA:Sn:DMF-DMA:BnOH	時間(分)	轉化率(%)	分子量	PDI
e1.異辛酸亞錫	4000:1:1:0	170	-	405000	2.87
e2.異辛酸亞錫	4000:1:0:1	170	9	-	-

由表 2-2 之結果得知，以該 DMF-DMA 試劑混合該異辛酸亞錫所生成之異辛酸亞錫錯合物，係可以對 4000 倍的乳酸交酯進行開環聚合反應，於相同時間下，相較於僅添加該含錫催化劑，而未混合有該 DMF-DMA 試劑時，經由該異辛酸亞錫錯合物催化之乳酸交酯係聚合為塊狀，且其生成聚乳酸交酯後的分子量更可以高達 405000，分子量分佈度為 2.87。於此，證實本發明以該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑先行與該含錫催化劑作用後，的確可以獲得具有高催化活性的該含錫催化劑錯合物，以提升該含錫催化劑之催化效率，而於攝氏 140 度的低溫下，達到快速合成高分子量聚乳酸交酯之功效。

本發明之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，其係能夠提高該含錫催化劑的催化活性，以提升該含錫催化劑於

該聚酯化反應的催化效率，以達到該酯類化合物快速聚合之功效。

本發明之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，係能夠維持該含錫催化劑對空氣的低敏感度，以確保該含錫催化劑於該聚酯化反應的催化效果，達到生成高分子量酯類聚合物之功效。

雖然本發明已利用上述較佳實施例揭示，然其並非用以限定本發明，任何熟習此技藝者在不脫離本發明之精神和範圍之內，相對上述實施例進行各種更動與修改仍屬本發明所保護之技術範疇，因此本發明之保護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

### 【圖式簡單說明】

第 1 圖：本發明之操作流程圖。

第 2a 圖：本發明之光譜分析圖。

第 2b~2c 圖：本發明之化學結構示意圖。

第 3 圖：本發明之化學結構反應式一。

第 4 圖：本發明之化學結構反應式又一。

### 【主要元件符號說明】

〔本發明〕

S1 混合步驟

S2 聚合步驟

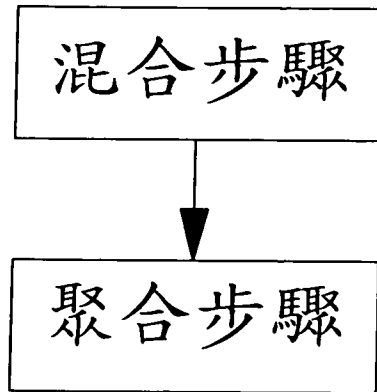
## 七、申請專利範圍：

- 1、一種含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，係包含：  
一混合步驟，係將一 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑混合一含錫催化劑，使該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑所鍵結之烷氧基轉移至該含錫催化劑，以獲得一含錫催化劑錯合物；及  
一聚合步驟，係透過該含錫催化劑錯合物催化一酯類化合物進行開環聚合反應，以生成一聚酯類高分子聚合物；  
其中，該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係如化學式一所示之化合物，且該化學式一中的 R 係為烷基。  
$$(RO)_2CHNR_2 \quad \text{[化學式一]}$$
- 2、依申請專利範圍第 1 項所述之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，其中該 N,N 二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑係為 N,N-二甲基甲醯胺二甲基縮醛或 N,N-二甲基甲醯胺二乙基縮醛。
- 3、依申請專利範圍第 1 或 2 項所述之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，其中該含錫催化劑與該 N,N-二烷基甲醯胺二烷基縮醛類試劑的混合比例係為 1：1。
- 4、依申請專利範圍第 1 或 2 項所述之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，其中該含錫催化劑係為異辛酸亞錫、硫酸亞錫、氯化亞錫或二丁基氧化錫。
- 5、依申請專利範圍第 1 或 2 項所述之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，其中該含錫催化劑的重量莫耳濃度係為

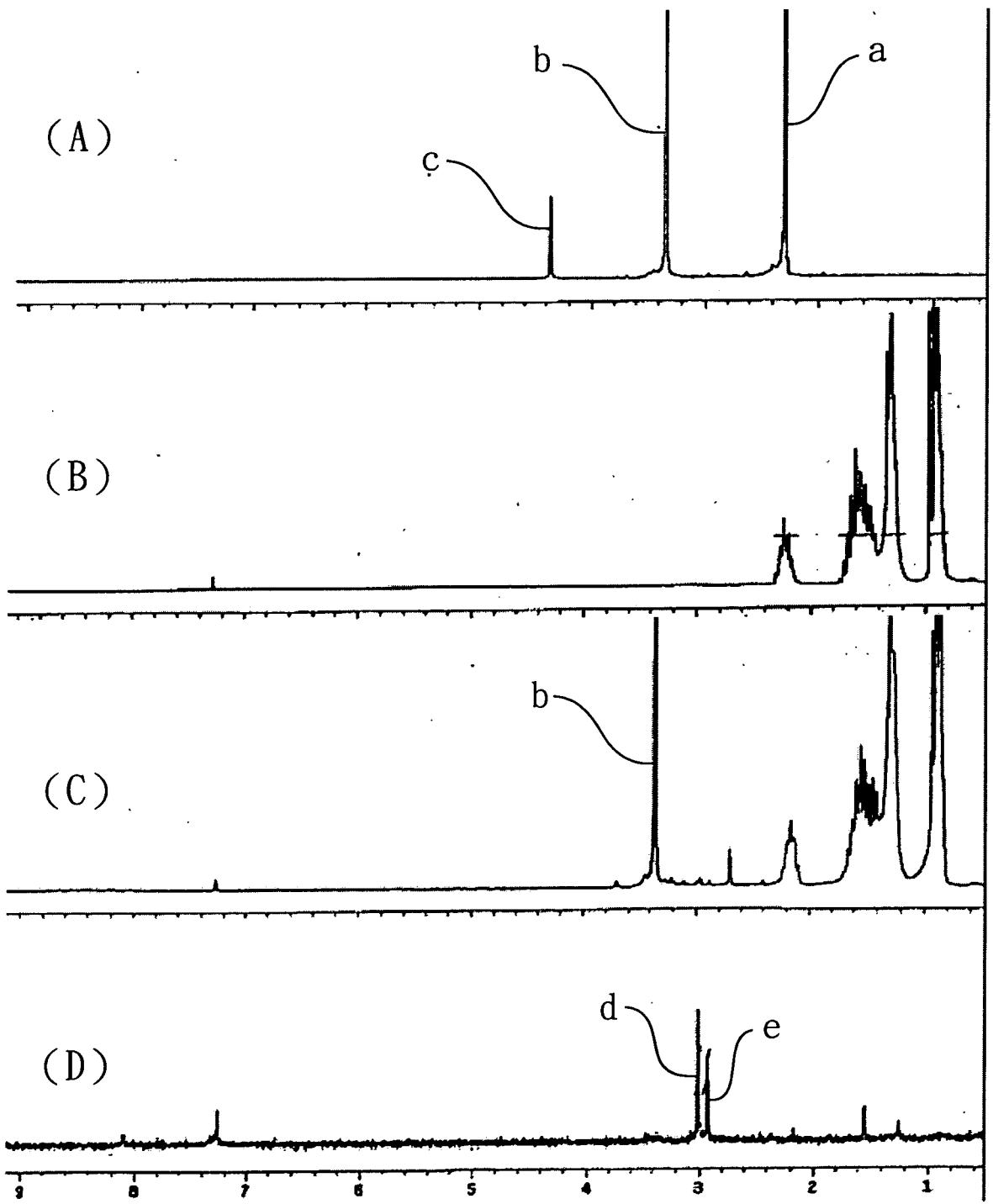
0.0025~0.08M。

- 6、依申請專利範圍第1或2項所述之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，於該聚合步驟中，該含錫催化劑錯合物催化該酯類化合物的反應溫度係為攝氏100~140度。
- 7、依申請專利範圍第1或2項所述之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，其中該酯類化合物係為環己內酯，且該環己內酯的重量莫耳濃度係為2~25M。
- 8、依申請專利範圍第1或2項所述之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，其中該酯類化合物係為乳酸交酯，且該乳酸交酯的重量莫耳濃度係為0.5~10M。
- 9、依申請專利範圍第1或2項所述之含錫催化劑用於聚酯化反應之方法，於混合該含錫催化劑錯合物與該酯類化合物進行開環聚合反應時，另添加有一溶劑，該溶劑係為10毫升的甲苯。

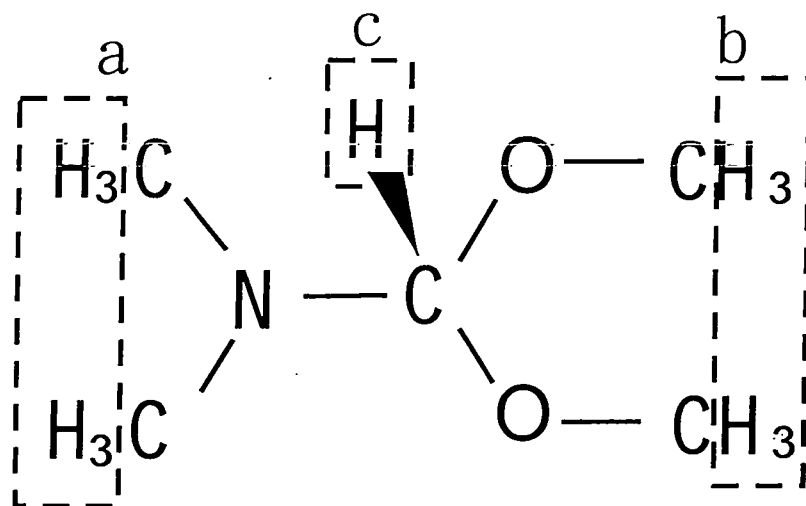
八、圖式：



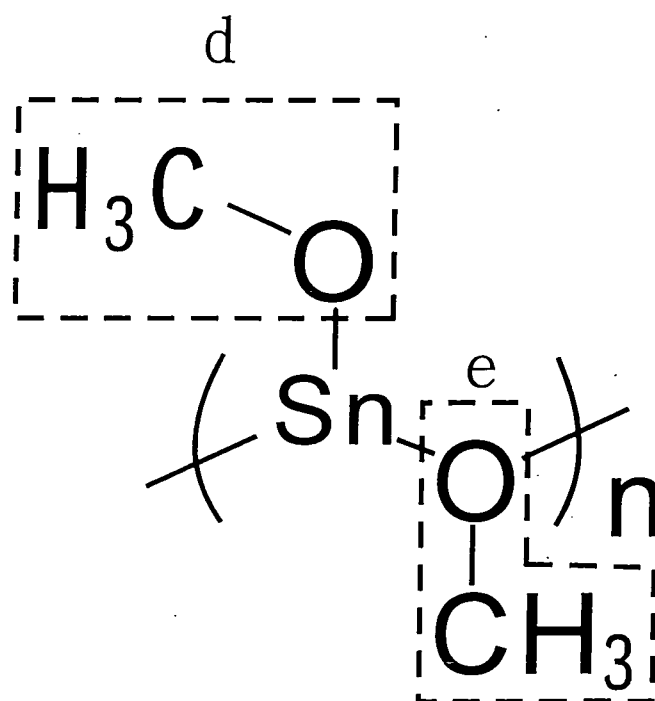
第 1 圖



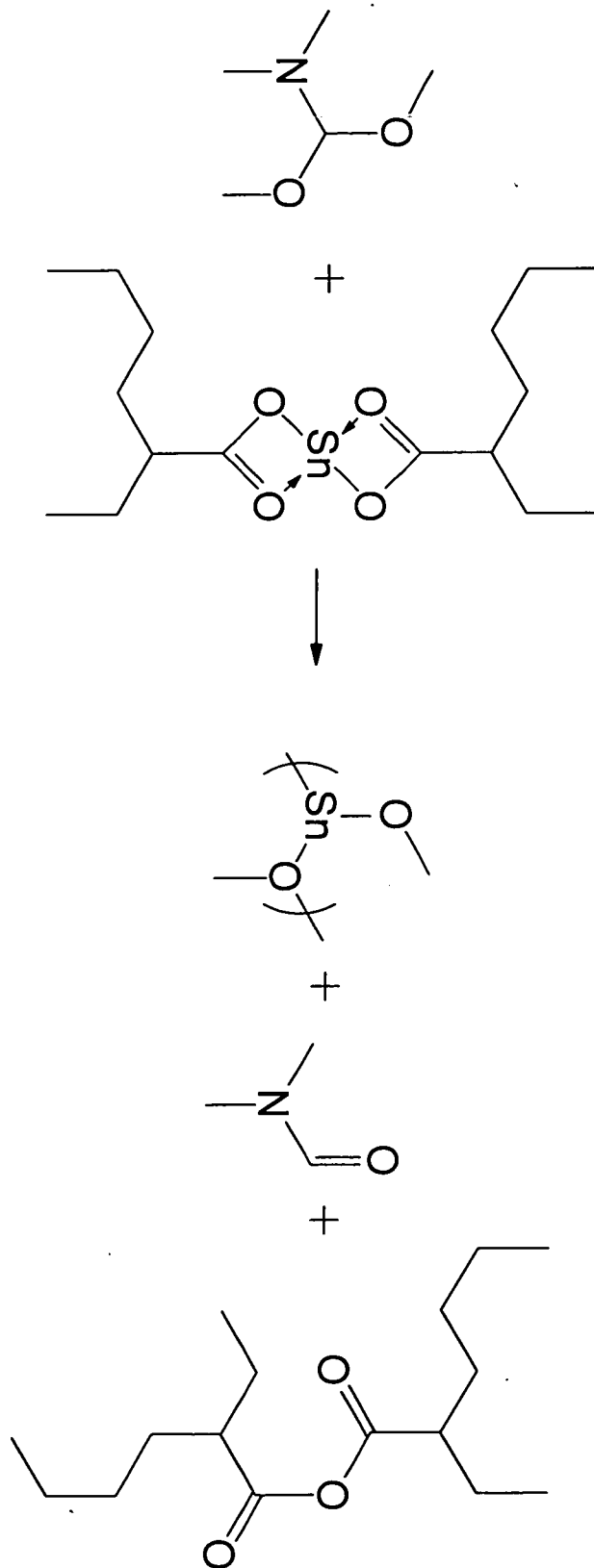
第 2a 圖



第 2b 圖

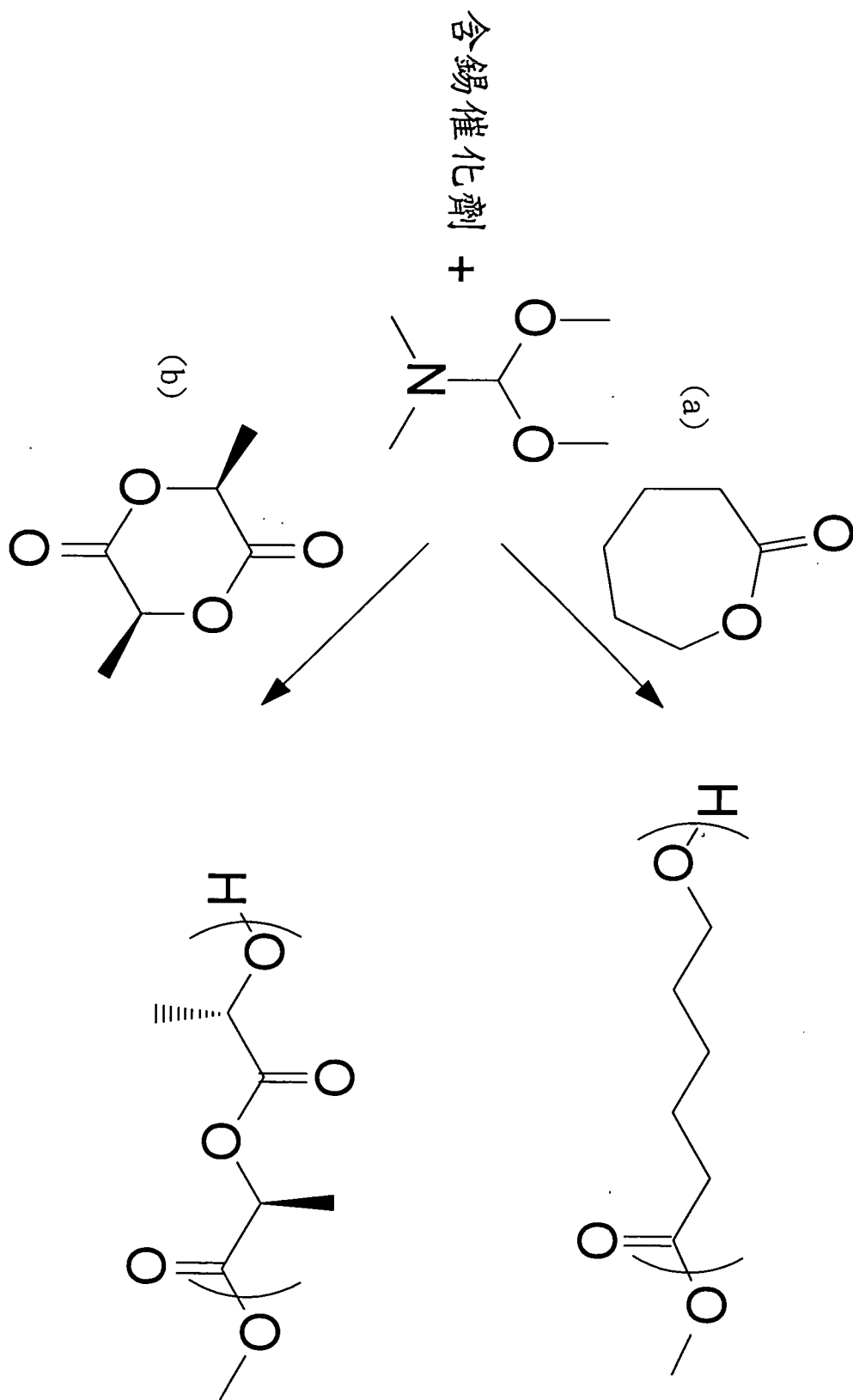


第 2c 圖



第 3 圖





第 4 圖