

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 788 733**

51 Int. Cl.:

**C08J 3/18** (2006.01)

**C08K 5/11** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.02.2016 PCT/KR2016/001261**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.08.2016 WO16129876**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.02.2016 E 16749416 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.04.2020 EP 3130631**

54 Título: **Composición plastificante, composición de resina y métodos de preparación de las mismas**

30 Prioridad:

**12.02.2015 KR 20150021783**

**25.03.2015 KR 20150041794**

**12.08.2015 KR 20150113875**

**16.10.2015 KR 20150144889**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**22.10.2020**

73 Titular/es:

**LG CHEM, LTD. (100.0%)**

**128 Yeoui-daero, Youngdungpo-gu**

**Seoul 07336, KR**

72 Inventor/es:

**KIM, HYUN KYU;**

**LEE, MI YEON;**

**MOON, JEONG JU;**

**KIM, JOO HO y**

**JEONG, SEOK HO**

74 Agente/Representante:

**LÓPEZ CAMBA, María Emilia**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 788 733 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**

Composición plastificante, composición de resina y métodos de preparación de las mismas

5 **CAMPO TÉCNICO****Referencia cruzada a solicitudes relacionadas**

10 Esta solicitud reivindica el beneficio de las Solicitudes de Patente de Corea N. ° 10-2015-0021783, presentada el 12 de febrero de 2015, 10-2015-0041794, presentada el 25 de marzo de 2015, 10-2015-0113875, presentada el 12 de agosto de 2015, y 10-2015-0144889, presentada el 16 de octubre de 2015, en la Oficina de Propiedad Intelectual de Corea.

**Campo técnico**

15 La presente invención se refiere a una composición plastificante y una composición de resina, y a un método de preparación de la misma.

**ANTECEDENTES DE LA TÉCNICA**

20 Típicamente, con respecto a un plastificante, el alcohol reacciona con ácido policarboxílico, tal como ácido ftálico y ácido adípico, para formar un éster correspondiente al mismo. Además, en consideración de las regulaciones nacionales y extranjeras que limitan los plastificantes a base de ftalato que son dañinos para el cuerpo humano, la investigación de las composiciones plastificantes, que pueden reemplazar a los plastificantes a base de ftalato tales como los plastificantes a base de tereftalato, los plastificantes a base de adipato y otros plastificantes a base de polímeros, ha continuado.

30 Para fabricar materiales para suelo, papel tapiz, productos de lámina, se debe usar un plastificante apropiado considerando la decoloración, migración y procesabilidad. Un plastificante, un relleno, un estabilizador, un agente reductor de la viscosidad, un dispersante, un agente antiespumante y un agente espumante se mezclan con una resina de PVC según las propiedades requeridas por la industria en diversas áreas de uso, por ejemplo, resistencia a la tracción, tasa de alargamiento, resistencia a la luz, migración, propiedades gelificantes o procesabilidad.

35 Por ejemplo, en un caso en el que se usa tereftalato de dioctilo económico entre las composiciones plastificantes que son aplicables al PVC, su viscosidad es alta, la velocidad de absorción del plastificante es relativamente baja y la migración tampoco es buena.

40 Por lo tanto, existe una necesidad continua de investigar técnicas mediante las cuales un producto mejor que el tereftalato de dioctilo o un producto de composición nuevo que incluya tereftalato de dioctilo se desarrolle y se utilice de manera óptima como plastificante para una resina a base de cloruro de vinilo.

**DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION****PROBLEMA TÉCNICO**

45 Como resultado de la investigación continua en plastificantes, los presentes inventores encontraron una composición plastificante que puede mejorar las malas propiedades físicas que se han atribuido a limitaciones estructurales, lo que conduce a la finalización de la presente invención.

50 La presente invención proporciona un plastificante que puede mejorar las propiedades físicas, tales como la eficacia de plastificación, la migración y la propiedad gelificante, requeridas para una formulación de lámina cuando se usa como plastificante de una composición de resina, un método de preparación de la misma y una composición de resina que incluye el plastificante.

**SOLUCIÓN TÉCNICA**

55 Según un aspecto de la presente invención, se proporciona una composición plastificante que incluye un material a base de tereftalato; y un material a base de citrato, en el que una relación en peso del material a base de tereftalato al material a base de citrato está en un intervalo de 8: 2 a 6: 4,

60 en el que el material a base de citrato es uno en el que no se incluye un grupo acetilo, y en el que el material a base de tereftalato y el material a base de citrato son, respectivamente,

65 (a) di(2-etilhexil)tereftalato (DEHTP o DOTP) y citrato de triisobutilo (TiBC), o  
(b) tereftalato de diisononilo (DINTP) y citrato de tributilo (TBC), o  
(c) tereftalato de diisononilo (DINTP) y citrato de triisobutilo (TiBC).

La composición plastificante puede incluir además un aceite epoxidado.

5 El aceite epoxidado puede incluirse en una cantidad de 1 partes en peso a 100 partes en peso en base a 100 partes en peso de la composición plastificante.

10 El aceite epoxidado puede incluir al menos uno seleccionado del grupo que consiste en aceite de soja epoxidado, aceite de ricino epoxidado, aceite de linaza epoxidado, aceite de palma epoxidado, éster de ácido esteárico epoxidado, éster de ácido oleico epoxidado, aceite de pino epoxidado y éster de ácido linoleico epoxidado.

15 Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método para preparar una composición plastificante que incluye la preparación de un material a base de tereftalato y un material a base de citrato como se definió anteriormente y la obtención de un compuesto plastificante mediante la mezcla del material a base de tereftalato y el material a base de citrato en una relación en peso de 8: 2 a 6: 4.

20 Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de resina que incluye 100 partes en peso de una resina; y 5 partes en peso a 150 partes en peso de la composición plastificante como se definió anteriormente.

La resina puede incluir al menos uno seleccionado del grupo que consiste en acetato de vinilo de etileno , polietileno, polipropileno, cloruro de polivinilo, poliestireno, poliuretano y un elastómero termoplástico.

25 La composición de resina puede ser un material de al menos un producto seleccionado del grupo que consiste en cables eléctricos, materiales para suelo, materiales para interiores de automóviles, películas, láminas, papel tapiz y tubos.

### **EFFECTOS VENTAJOSOS**

30 Una composición plastificante según una realización de la presente invención puede proporcionar excelentes propiedades físicas, tales como resistencia a la migración y resistencia a la volatilidad, así como excelente eficacia plastificante, resistencia a la tracción y tasa de alargamiento cuando se usa en una composición de resina.

### **BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

35 Los siguientes dibujos adjuntos a la especificación ilustran ejemplos preferidos de la presente invención por ejemplo, y sirven para permitir que los conceptos técnicos de la presente invención se entiendan mejor junto con la descripción detallada de la invención que se proporciona a continuación, y por lo tanto, la presente invención no debe interpretarse solo con aspectos en tales dibujos.

40 La figura 1 es una imagen que ilustra los resultados de las pruebas de resistencia al calor para resinas que incluyen composiciones plastificantes según la presente invención;

La figura 2 es una imagen que ilustra los resultados de las pruebas de resistencia al calor para las resinas que incluyen las composiciones plastificantes según la presente invención; y

45 La figura 3 es una imagen que ilustra los resultados de las pruebas de estabilidad térmica para las resinas que incluyen las composiciones plastificantes según la presente invención.

### **MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCION**

50 En lo sucesivo, la presente invención se describirá en detalle.

Primero, la presente invención tiene características técnicas que proporcionan una composición plastificante que puede mejorar las malas propiedades físicas que se han atribuido a limitaciones estructurales.

55 En esta invención, el material a base de tereftalato y el material a base de citrato en la composición plastificante se incluyen en una relación en peso de 8: 2 a 6: 4.

60 La composición plastificante que incluye el material a base de tereftalato y el material a base de citrato puede incluir además aceite epoxidado. El aceite epoxidado puede estar incluido en una cantidad de 1 partes en peso a 100 partes en peso, preferentemente, 1 partes en peso a 80 partes en peso, basado en 100 partes en peso de la composición plastificante.

65 Con respecto a la composición plastificante mixta del material a base de tereftalato y el material a base de citrato, las propiedades de resistencia al calor entre varias propiedades físicas pueden ser relativamente escasas, y las escasas propiedades de resistencia al calor pueden compensarse incluyendo adicionalmente el aceite epoxidado. En un caso en el que la cantidad de aceite epoxidado es mayor de 100 partes en peso, las propiedades físicas, tales como resistencia a la migración, resistencia a la volatilidad o resistencia a la tracción, de la composición plastificante mixta

5 pueden estar relativamente deterioradas y, en un caso en el que la cantidad de aceite epoxidado incluido sea inferior a 1 parte en peso, puede que no se compensen las escasas propiedades de resistencia al calor. Sin embargo, si el aceite epoxidado se incluye en el intervalo de 1 parte en peso a 80 partes en peso, se pueden optimizar propiedades tales como la resistencia al calor, la resistencia a la tracción o la resistencia a la volatilidad. Pero, la composición plastificante puede tener excelentes propiedades a menos que el aceite epoxidado sea mayor de 100 partes en peso.

10 Ejemplos de aceite epoxidado pueden ser aceite de soja epoxidado, aceite de ricino epoxidado, aceite de linaza epoxidado, aceite de palma epoxidado, ácido esteárico epoxidado, ácido oleico epoxidado, aceite de pino epoxidado, ácido linoleico epoxidado o una mezcla de los mismos. Por ejemplo, se puede usar el aceite de soja epoxidado (ESO) o el aceite de linaza epoxidado (ELO), pero la presente invención no se limita a estos.

Se puede usar un método de mezcla como método de preparación de la composición plastificante en la presente invención, en la que el método de mezcla, por ejemplo, es el siguiente:

15 Se preparan un material a base de tereftalato y un material a base de citrato, y la composición plastificante se puede preparar mezclando el material a base de tereftalato y el material a base de citrato identificado anteriormente en una relación en peso de 8:2 a 6:4,

20 La composición plastificante preparada de este modo puede proporcionar una composición de resina que sea eficaz para la formulación de compuestos, la formulación en lámina y la formulación de plastisol al incluirse en una cantidad de 5 partes en peso a 150 partes en peso, 40 partes en peso a 100 partes en peso, o 40 partes en peso a 50 partes en peso basadas en 100 partes en peso de una resina seleccionada del grupo que consiste en acetato de vinilo de etileno, polietileno, polipropileno, cloruro de polivinilo, poliestireno, poliuretano y un elastómero termoplástico.

25 Por ejemplo, la composición plastificante puede usarse en la fabricación de cables eléctricos, materiales para suelo, materiales para interiores de automóviles, películas, láminas, papel tapiz o tubos.

### Ejemplos

30 En lo sucesivo, la presente invención se describirá en detalle según ejemplos específicos. Sin embargo, la invención puede realizarse de muchas formas diferentes y no debe interpretarse como limitada a las realizaciones establecidas en esta invención. Más bien, estas realizaciones se proporcionan de modo que esta descripción sea exhaustiva y completa, y transmitirá completamente el alcance de la presente invención a los expertos en la materia.

#### 35 **Ejemplo de preparación 1: Preparación de DOTP**

40 498,0 g de ácido tereftálico purificado (TPA), 1,170 g de alcohol 2-etilhexílico (2-EH) (relación molar de TPA: 2- EH = 1.0:3.0) y 1,54 g (0,31 partes en peso basadas en 100 partes en peso del TPA) de un catalizador a base de titanio (titanato de tetra isopropilo, TIPT) como catalizador se pusieron en un reactor de cuatro cuellos de 3 litros equipado con un refrigerador, un condensador, un decantador, una bomba de reflujo, un controlador de temperatura y un agitador, y la temperatura se aumentó lentamente a aproximadamente 170 °C. La generación de agua se inició a aproximadamente 170 °C, y se realizó una reacción de esterificación durante aproximadamente 4,5 horas mientras se introducía continuamente gas nitrógeno a una temperatura de reacción de aproximadamente 220 °C bajo una condición de presión atmosférica. La reacción se terminó cuando un valor de acidez alcanzó 0,01.

45 Después de que terminó la reacción, se realizó una extracción de destilación durante 0,5 horas a 4 horas a presión reducida para eliminar las materias primas sin reaccionar. La extracción de vapor se realizó durante 0,5 horas a 3 horas a presión reducida mediante el uso de vapor para eliminar las materias primas sin reaccionar por debajo de un nivel de cantidad predeterminado. La temperatura de una solución de reacción se enfrió a aproximadamente 90 °C para realizar un tratamiento de neutralización usando una solución alcalina. Además, también se puede realizar el lavado y, posteriormente, se eliminó el agua deshidratando la solución de reacción. Los medios filtrantes se introdujeron en la solución de reacción deshidratada y se agitaron durante un tiempo predeterminado. A continuación, la solución se filtró para obtener finalmente 1.326,7 g (rendimiento: 99,0%) de tereftalato de di-2-etilhexilo.

#### 50 **Ejemplo de preparación 2: Preparación de DINTP**

Se preparó DINTP de la misma manera que en el Ejemplo de preparación 1, excepto que se usó alcohol isononílico en lugar de usar alcohol 2-etilhexílico durante la reacción de esterificación.

#### 60 **Ejemplo de preparación 3: Preparación de la mezcla de DOTP/BOTP/DBTP (primera mezcla) (GL 500)**

65 Se introdujeron 2.000 g de tereftalato de dioctilo obtenidos en el Ejemplo de preparación 1 y 340 g de n-butanol (17 partes en peso basadas en 100 partes en peso de DOTP) en un reactor equipado con un agitador, un condensador y un decantador, y se realizó una reacción de transesterificación a una temperatura de reacción de 160 °C durante 2 horas bajo una atmósfera de nitrógeno para obtener una composición plastificante de éster que incluye el 4,0% en peso de tereftalato de dibutilo (DBTP), el 35,0% en peso de tereftalato de butilisononilo (BINTP) y el 61,0 % en peso

de tereftalato de diisononilo (DINTP).

Se llevó a cabo una destilación mixta del producto de reacción para eliminar el butanol y el alcohol 2-etilhexílico y para preparar finalmente una primera mezcla.

5

#### **Ejemplo de preparación 4: Preparación de la mezcla de DXNTP/OIHTP/DOTP (tercera mezcla) (GL 100)**

498,0 g de ácido tereftálico purificado (TPA), 975 g de alcohol 2-etilhexílico (2-EH) (relación molar de TPA:2- EH = 1.0:2.5), 216,5 g de alcohol isononílico (INA) (relación molar de TPA:INA = 1.0:0.5), y un catalizador a base de titanio (titanato de tetra isopropilo, TIPT) como catalizador se colocaron en un reactor de cuatro cuellos de 3 litros equipado con un refrigerador, un condensador, un decantador, una bomba de reflujo, un controlador de temperatura y un agitador, y la temperatura se incrementó lentamente a aproximadamente 170 °C. La generación de agua se inició a aproximadamente 170 °C, y se realizó una reacción de esterificación durante aproximadamente 4,5 horas mientras se introducía continuamente gas nitrógeno a una temperatura de reacción de aproximadamente 220 °C bajo una condición de presión atmosférica. La reacción se terminó cuando un valor de acidez alcanzó 0,01.

10

15

Después de que terminó la reacción, se realizó una extracción de destilación durante 0,5 horas a 4 horas a presión reducida para eliminar las materias primas sin reaccionar. La extracción de vapor se realizó durante 0,5 horas a 3 horas a presión reducida mediante el uso de vapor para eliminar las materias primas sin reaccionar por debajo de un nivel de cantidad predeterminado. La temperatura de una solución de reacción se enfrió a aproximadamente 90 °C para realizar un tratamiento de neutralización usando una solución alcalina. Además, también se puede realizar el lavado y, posteriormente, se eliminó el agua deshidratando la solución de reacción. Los medios filtrantes se introdujeron en la solución de reacción deshidratada y se agitaron durante un tiempo predeterminado. A continuación, la solución se filtró para obtener finalmente una tercera mezcla.

20

25

#### **Ejemplo de preparación 5: Preparación de TBC**

706 g (rendimiento: 98%) de citrato de tributilo se obtuvo finalmente usando 384 g de ácido cítrico y 580 g de butanol como materia prima de reacción.

30

#### **Ejemplo de preparación 6: Preparación de TOC**

1,029 g (rendimiento: 98%) de citrato de tri-2-etilhexilo se obtuvo finalmente usando 384 g de ácido cítrico y 1,014 g de 2-etilhexanol como materias primas de reacción.

35

#### **Ejemplo de preparación 7: Preparación de TPC**

796 g (rendimiento: 98%) de citrato de tripentil se obtuvo finalmente usando 384 g de ácido cítrico y 688 g de 1-pentanol como materias primas de reacción.

40

#### **Ejemplo de preparación 8: Preparación de THC**

878 g (rendimiento: 98%) de citrato de trihexilo se obtuvo finalmente usando 384 g de ácido cítrico y 797 g de n-hexanol como materias primas de reacción.

45

#### **Ejemplo de preparación 9: Preparación de TiBC**

706 g (rendimiento: 98%) de citrato de triisobutilo se obtuvo finalmente usando 384 g de ácido cítrico y 580 g de isobutanol como materias primas de reacción.

50

#### **Ejemplo de preparación 10: Preparación de TiNC**

1,111 g (rendimiento: 98%) de citrato de triisobutilo se obtuvo finalmente usando 384 g de ácido cítrico y 1,123 g de isononanol como materias primas de reacción.

55

#### **Ejemplo de preparación 11: Preparación de BOC-A**

Se llevó a cabo una reacción de transesterificación usando 1.000 g del TOC preparado en el Ejemplo de preparación 6 y 300 g de n-butanol como materias primas de reacción, y finalmente se obtuvieron 840 g de citrato de butiloctilo. Como referencia, el producto es una composición, en la que los componentes principales están unidos por BOC a dos grupos butilo, unidos por BOC a un grupo butilo y no unidos por TOC a un grupo butilo, que se clasificaron por el grupo alquilo unido a tres grupos de éster del compuesto de citrato, y las relaciones en peso de los componentes principales fueron aproximadamente del 20%, el 50% y el 30%, respectivamente.

60

65

#### **Ejemplo de preparación 12: Preparación de BOC-B**

Se llevó a cabo una reacción de transesterificación usando 1.000 g del TOC preparado en el Ejemplo de preparación 6 y 150 g de n-butanol como materias primas de reacción, y finalmente se obtuvieron 940 g de citrato de butiloctilo. Como referencia, el producto es una composición, en la que los componentes principales están unidos por BOC a dos grupos butilo, unidos por BOC a un grupo butilo y no unidos por TOC a un grupo butilo, que se clasificaron por el grupo alquilo unido a tres grupos de éster del compuesto de citrato, y las relaciones en peso de los componentes principales fueron aproximadamente del 10%, el 40% y el 50%, respectivamente.

Las composiciones plastificantes de los ejemplos 1 a 17 se prepararon mezclando los materiales preparados en los Ejemplos

de preparación 1 a 12, y las composiciones se resumen en las siguientes Tablas 1 a 5. Las composiciones plastificantes para las cuales la relación de mezcla está fuera del intervalo 8: 2 a 6: 4 o que implican diferentes combinaciones de materiales a base de tereftalato y materiales a base de citrato se mencionan solo para comparación. Los ejemplos 5-1, 5-2, 9-1, 9-2, 11-1 y 11-2 son, por lo tanto, según la invención. Las propiedades físicas de las composiciones plastificantes se evaluaron según los siguientes elementos de prueba.

[Tabla 1]

	Material a base de tereftalato	Material a base de citrato	Relación de peso de mezcla
Ejemplo 1-1	Ejemplo de preparación 1 (DOTP)	Ejemplo de preparación 5 (TBC)	95:5
Ejemplo 1-2			7:3
Ejemplo 1-3			5:5
Ejemplo 1-4			3:7
Ejemplo 1-5			1:9
Ejemplo 2-1		Ejemplo de preparación 6 (TOC)	95:5
Ejemplo 2-2			7:3
Ejemplo 2-3			5:5
Ejemplo 2-4			3:7
Ejemplo 2-5			1:9
Ejemplo 3-1		Ejemplo de preparación 7 (TPC)	9:1
Ejemplo 3-2			7:3
Ejemplo 3-3			5:5
Ejemplo 4-1		Ejemplo de preparación 8 (THC)	9:1
Ejemplo 4-2			7:3
Ejemplo 4-3			5:5
Ejemplo 5-1		Ejemplo de preparación 9 (TiBC)	8:2
Ejemplo 5-2			6:4

ES 2 788 733 T3

(continuación)

	Material a base de tereftalato	Material a base de citrato	Relación de peso de mezcla
		Ejemplo de preparación 9 (TiBC)	
Ejemplo 5-3			4:6
Ejemplo 5-4			2:8
Ejemplo 6-1		Ejemplo de preparación 10 (TiNC)	9:1
Ejemplo 6-2			7:3
Ejemplo 6-3			5:5
Ejemplo 6-4			3:7
Ejemplo 6-5			1:9
Ejemplo 7-1		Ejemplo de preparación 11 (BOC-A)	85:15
Ejemplo 7-2			7:3
Ejemplo 7-3			6:4
Ejemplo 8-1		Ejemplo de preparación 12 (BOC-B)	85:15
Ejemplo 8-2			7:3
Ejemplo 8-3			6:4

[Tabla 2]

	Material a base de tereftalato	Material a base de citrato	Relación de peso de mezcla
Ejemplo 9-1	Ejemplo de preparación 2 (DINTP)	Ejemplo de preparación 5 (TBC)	8:2
Ejemplo 9-2			6:4
Ejemplo 9-3			4:6
Ejemplo 9-4			2:8
Ejemplo 10-1		Ejemplo de preparación 6 (TOC)	8:2
Ejemplo 10-2			6:4
Ejemplo 10-3			4:6
Ejemplo 10-4			2:8
Ejemplo 11-1		Ejemplo de preparación 9 (TiBC)	8:2
Ejemplo 11-2			6:4
Ejemplo 11-3			4:6
Ejemplo 11-4			2:8

[Tabla 3]

	Material a base de tereftalato	Material a base de citrato	Relación de peso de mezcla
Ejemplo 12-1	Ejemplo de preparación 3	Ejemplo de preparación 11 (BOC-A)	85:15
Ejemplo 12-2			7:3
Ejemplo 12-3			6:4

(continuación)

	Material a base de tereftalato	Material a base de citrato	Relación de peso de mezcla
Ejemplo 13-1		Ejemplo de preparación 12 (BOC-B)	85:15
Ejemplo 13-2			7:3
Ejemplo 13-3			6:4

[Tabla 4]

	Material a base de tereftalato	Material a base de citrato	Relación de peso de mezcla
Ejemplo 14-1	Ejemplo de preparación 4	Ejemplo de preparación 5 (TBC)	95:5
Ejemplo 14-2			7:3
Ejemplo 14-3			5:5
Ejemplo 14-4			1:9
Ejemplo 15-1		Ejemplo de preparación 6 (TOC)	7:3

5

[Tabla 5]

	Material a base de tereftalato	Material a base de citrato	Aceite epoxidado	Relación de peso de mezcla
Ejemplo 16-1	Ejemplo de preparación 1 (DOTP)	Ejemplo de preparación 5 (TBC)	ESO	(3:5) :2
Ejemplo 16-2				(6:3):1
Ejemplo 16-3				(6:2):2
Ejemplo 16-4				(5:3):2
Ejemplo 16-5				(4:4):2
Ejemplo 17-1				Ejemplo de preparación 6 (TOC)
Ejemplo 17-2			(4:3):3	
Ejemplo 17-3			(5:3):2	

<Elementos de prueba>

Medición de dureza

10

La dureza Shore (3T, 10s) se midió a 25 °C de acuerdo con ASTM D2240.

Medición de resistencia a la tracción

15

Se midió el punto de ruptura de una muestra después de extraer la muestra a una velocidad de cruceta de 200 mm/min (1T) utilizando un instrumento de prueba, U.T.M (4466, Instron) por el método de ASTM D638. La resistencia a la tracción se calculó de la siguiente manera.

$$\text{Resistencia a la tracción (kgf/mm}^2\text{)} = \text{valor de carga (kgf)/espesor (mm) x anchura (mm)}$$

20

Medición de tasa de alargamiento

Se midió el punto de ruptura de una muestra después de extraer la muestra a una velocidad de cruceta de 200 mm/min (1T) usando el U.T.M por el método de ASTM D638, y la tasa de alargamiento se calculó de la siguiente manera.

25

$$\text{Tasa de alargamiento (\%)} = [\text{longitud después de la longitud inicial/alargamiento}] \times 100$$

Medición de pérdida de migración

30

Se obtuvo una muestra con un espesor de 2 mm o más de acuerdo con KSM-3156. Las placas PS se unieron

respectivamente a ambos lados de la muestra, y el peso de 1 kgf/cm<sup>2</sup> se aplicó a la misma a continuación. La muestra se dejó en reposo durante 72 horas en un horno de circulación de aire caliente (80 °C) y se enfrió a temperatura ambiente durante 4 horas. Posteriormente, se retiraron las placas PS unidas a ambos lados de la muestra. A continuación, se midieron los pesos de la muestra antes y después de dejarlos en el horno, y la pérdida de migración se calculó mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Pérdida de migración (\%)} = \left[ \frac{\text{peso inicial de una muestra a temperatura ambiente} - \text{peso de la muestra después de dejarla en reposo en el horno}}{\text{peso inicial de la muestra a temperatura ambiente}} \right] \times 100$$

#### 10 Medición de pérdida volátil

La muestra preparada de este modo se calentó a 80 °C durante 72 horas, y se midió el peso de la muestra.

$$\text{Pérdida volátil (\%)} = \left[ \frac{\text{peso inicial de una muestra} - \text{peso de la muestra después del calentamiento}}{\text{peso inicial de la muestra}} \right] \times 100$$

#### 15 Prueba de tensión

Después de que la muestra, en estado de flexión, se dejó en reposo durante un tiempo predeterminado a temperatura ambiente, se observó el grado de migración y el grado se expresó como un valor numérico. Las características fueron mejores ya que el valor estaba más cerca de 0.

#### 20 Medición de resistencia a la luz

Se montó una muestra en un aparato de meteorización acelerada (QUV) y se irradió con luz ultravioleta (UV) durante 200 horas por el método de ASTM 4329-13 y, a continuación, se calcularon los cambios de color mediante el uso de un reflectómetro.

#### 30 Medida de resistencia al calor

Un grado de decoloración de la muestra inicial de acuerdo con el método de medición de pérdida volátil y la muestra después de que se midió la prueba de pérdida volátil. El valor de medición se determinó mediante cambios en el valor E con respecto a los valores L, a, b mediante el uso de un colorímetro.

### 35 **Ejemplo experimental 1: Composiciones plastificantes a base de DOTP**

#### 1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC

40 DOTP y TBC se mezclaron en proporciones de mezcla de los Ejemplos 1-1 a 1-5 enumerados en la Tabla 1 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales.

45 Con referencia a ASTM D638, las muestras se prepararon de tal manera que 40 partes en peso de la composición plastificante mixta, 2,5 partes en peso de un estabilizador auxiliar (ESO) y 3 partes en peso de un estabilizador (LOX-430) se mezclaron con 100 partes en peso de PVC en un supermezclador de 3 L a 700 rpm y una temperatura de 98 °C, se preparó una lámina de 5 mm de espesor utilizando un molino de rodillos a 160 °C durante 4 minutos, y una lámina que tiene un espesor de 1 mm a 3 mm se preparó a continuación presionando a baja presión durante 2,5 minutos y presionando a alta presión durante 2 minutos a una temperatura de 180 °C. Las propiedades físicas de cada muestra se evaluaron para los elementos de prueba descritos anteriormente, y los resultados de los mismos se resumen en la Tabla 6 a continuación.

[Tabla 6]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)	Tiempo de absorción (s)	Prueba de tensión (24 horas)
Ejemplo 1-1	95:5	86,5	222,6	321,7	0,20	2,32	2,14	392	0,5
Ejemplo 1-2	7:3	86,0	221,3	315,5	0,23	2,88	1,76	372	0,5
Ejemplo 1-3	5:5	84,8	216,5	313,2	0,24	2,90	1,35	341	0,5
Ejemplo 1-4	3:7	83,9	198,3	280,2	2,21	11,01	1,22	235	0,5
Ejemplo 1-5	1:9	83,1	190,3	278,5	2,45	12,31	1,19	214	0,5
Ejemplo comparativo 1	DOP	88,2	203,4	289,6	3,56	6,64	1,13	408	1,0
Ejemplo comparativo 2	DOTP	89,4	222,1	324,9	0,25	2,75	2,71	465	3,0

5 Como se ilustra en la Tabla 6, cuando se compararon los Ejemplos 1-1 a 1-5 y los Ejemplos comparativos 1 y 2 usando plastificantes DOP y DOTP, como productos comerciales ampliamente vendidos, se puede confirmar que los Ejemplos 1-1 a 1-5 tenían todas las propiedades físicas, tales como dureza, tiempo de absorción, resistencia a la tracción, tasa de alargamiento, resistencia a la tensión y migración, iguales o mejores que los Ejemplos comparativos 1 y 2. Además, puede entenderse que los Ejemplos 1-1 a 1-5 mejoraron las malas propiedades físicas de los productos plastificantes convencionales.

10 En un caso en el que el tiempo de absorción del plastificante fue corto, la procesabilidad puede mejorarse. Sin embargo, dado que pueden producirse limitaciones debido a la gelificación durante el procesamiento, incluso en el caso de que el tiempo de absorción sea excesivamente corto, puede ser necesario mantener un tiempo de absorción apropiado. Desde este punto de vista, con respecto a los Ejemplos 1-4 y 1-5 en los que se mezcló una cantidad excesiva de TBC, el tiempo de absorción parecía ser relativamente corto y, por lo tanto, existe la posibilidad de que las limitaciones debido a la gelificación puedan ocurrir durante el procesamiento cuando se usó la composición plastificante. Sin embargo, con respecto a los Ejemplos 1-1 a 1-3 en los que la cantidad de TBC se ajustó apropiadamente, dado que la absorción se realizó durante un período de tiempo apropiado, se confirmó que las limitaciones no ocurrían. Además, se puede confirmar que una diferencia en las propiedades físicas, tales como la pérdida volátil, fue grande de acuerdo con el ajuste de la relación de mezcla. Por lo tanto, puede entenderse que se puede obtener una mejor composición plastificante cuando la relación de mezcla se ajustó apropiadamente.

20

## **2. Composición plastificante mixta de DOTP y TOC**

25 DOTP y TOC se mezclaron en relaciones de mezcla de los Ejemplos 2-1 a 2-5 enumerados en la Tabla 1 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. La preparación de las muestras y la evaluación de las propiedades físicas se realizaron de la misma manera que en [1. Composición de plastificante mixta de DOTP y TBC], y sus resultados se presentan en la Tabla 7 a continuación.

[Tabla 7]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Luz resistencia (E)	Tiempo de absorción (s)	Prueba de tensión (24 horas)
Ejemplo 2-1	95:5	89,4	230,8	326,8	0,15	0,77	2,23	450	0,5
Ejemplo 2-2	7:3	89,5	231,6	328,1	0,13	0,60	1,90	475	0
Ejemplo 2-3	5:5	89,7	235,9	332,5	0,10	0,32	1,45	482	0
Ejemplo 2-4	3:7	91,2	235,5	340,2	0,11	0,31	1,33	586	0
Ejemplo 2-5	1:9	91,6	237,0	342,1	0,10	0,28	1,18	604	0
Ejemplo comparativo 1	DOP	88,4	205,8	282,3	3,77	6,80	1,13	420	1,0
Ejemplo comparativo 2	DOTP	89,4	226,0	320,0	0,23	2,05	2,71	445	3,0

5 Como se ilustra en la Tabla 7, cuando se compararon los Ejemplos 2-1 a 2-5 y los Ejemplos comparativos 1 y 2 mediante el uso de plastificantes DOP y DOTP, como productos comerciales ampliamente vendidos, se puede confirmar que los Ejemplos 2-1 a 2-5 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DOTP convencional. Además, puede entenderse que los Ejemplos 2-1 a 2-5 mejoraron las malas propiedades físicas de los productos plastificantes convencionales.

10 Con respecto al tiempo de absorción, puede entenderse que los ejemplos 2-1 a 2-3 tuvieron un tiempo de absorción apropiado, pero los ejemplos 2-4 y 2-5 requirieron un tiempo de absorción relativamente largo. Dado que esto puede causar el deterioro de la capacidad de procesamiento y la productividad, también se puede confirmar que, en algunos casos, se debe tener cuidado cuando se mezcla una cantidad excesiva de TOC.

### 3. Composición plastificante mixta de DOTP y TPC

15 El DOTP y el citrato de tripentil (TPC) o el citrato de triamilo se mezclaron en las relaciones de mezcla de los Ejemplos 3-1 a 3-3 enumerados en la Tabla 1 para obtener composiciones de plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. Las muestras se prepararon de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC] excepto que se usó un estabilizador, BZ153T, durante la formulación de la lámina, se evaluaron de manera similar las propiedades físicas y sus resultados se presentan en la Tabla 8 a continuación.

20

[Tabla 8]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)	Prueba de tensión (7 días)
Ejemplo 3-1	9:1	90,6	225,3	326,1	1,57	0,70	2,30	1,0
Ejemplo 3-2	7:3	89,8	223,4	324,9	1,37	0,92	1,68	0
Ejemplo 3-3	5:5	88,7	220,0	320,4	1,09	1,08	1,12	0
Ejemplo comparativo 1	DOP	88,4	205,8	282,3	3,77	6,80	1,13	1,0
Ejemplo comparativo 2	DOTP	91,8	226,3	318,2	1,65	0,76	2,56	2,0

5 Como se ilustra en la Tabla 8, cuando se compararon los Ejemplos 3-1 a 3-3 y los Ejemplos comparativos 1 y 2 mediante el uso de plastificantes DOP y DOTP, como productos comerciales ampliamente vendidos, se puede confirmar que los Ejemplos 3-1 a 3-3 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DOTP convencional. Además, puede entenderse que los Ejemplos 3-1 a 3-3 mejoraron las malas propiedades físicas de los productos plastificantes convencionales.

#### **4. Composición plastificante mixta de DOTP y THC**

10 El DOTP y el citrato de trihexilo (THC) se mezclaron en relaciones de mezcla de los Ejemplos 4-1 a 4-3 enumerados en la Tabla 1 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. Las muestras se prepararon de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC], excepto que se usó un estabilizador, BZ153T, durante la formulación de la lámina, se evaluaron de manera similar las propiedades físicas y los resultados de la misma se presentan en la Tabla 9 a continuación.

15

[Tabla 9]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)	Prueba de tensión (7 días)
Ejemplo 4-1	9:1	91,1	221,9	319,8	0,98	0,69	2,35	1,0
Ejemplo 4-2	7:3	90,4	217,4	315,1	0,75	0,74	1,77	1,0
Ejemplo 4-3	5:5	89,9	210,6	311,5	0,62	0,73	1,23	0,5
Ejemplo comparativo 1	DOP	88,4	205,8	282,3	3,77	6,80	1,13	1,0
Ejemplo comparativo 2	DOTP	91,8	226,3	318,2	1,65	0,76	2,56	2,0

5 Como se ilustra en la Tabla 9, cuando se compararon los Ejemplos 4-1 a 4-3 y los Ejemplos comparativos 1 y 2 mediante el uso de plastificantes DOP y DOTP, como productos comerciales ampliamente vendidos, se puede confirmar que los Ejemplos 4-1 a 4-3 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DOTP convencional. Además, puede entenderse que los Ejemplos 4-1 a 4-3 mejoraron las malas propiedades físicas de los productos plastificantes convencionales.

### 10 5. Composición plastificante mixta de DOTP y TiBC

10 El DOTP y el citrato de triisobutilo (TiBC) se mezclaron en las relaciones de mezcla de los Ejemplos 5-1 a 5-4 enumerados en la Tabla 1 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. La preparación de las muestras y la evaluación de las propiedades físicas se realizaron de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC] excepto que la temperatura de trabajo durante la evaluación de la pérdida volátil se ajustó a 100 °C, y los resultados de la misma se presentan en la Tabla 15 10 a continuación.

[Tabla 10]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)
Ejemplo 5-1	8:2	86,0	228,6	311,2	0,82	2,35
Ejemplo 5-2	6:4	85,4	221,3	308,5	1,02	4,62
Ejemplo 5-3	4:6	84,0	217,9	302,5	1,37	6,88
Ejemplo 5-4	2:8	83,0	211,6	294,6	1,88	7,85
Ejemplo comparativo 2	DOTP	89,6	230,7	315,7	0,70	0,84
Ejemplo comparativo 3	TiBC	82,5	200,3	282,5	3,56	11,57

20 Como se ilustra en la Tabla 10, cuando se compararon los Ejemplos 5-1 a 5-4 y el Ejemplo Comparativo 2 usando un plastificante DOTP, como un producto comercial ampliamente vendido, se puede confirmar que los Ejemplos 5-1 a 5-4 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DOTP convencional. Además, puede entenderse que los Ejemplos 5-1 a 5-4 mejoraron las malas propiedades físicas del producto plastificante convencional.

25 Con respecto a los Ejemplos 5-3 y 5-4 en los que se incluyó una cantidad relativamente excesiva de TiBC en comparación con los Ejemplos 5-1 y 5-2, se puede confirmar que la resistencia a la tracción y la tasa de alargamiento se redujeron y la pérdida de migración y la pérdida de volatilidad se redujeron significativamente. Es decir, también se puede confirmar que, en algunos casos, se debe tener cuidado cuando se mezcla una cantidad excesiva de TiBC.

### 30 6. Composición plastificante mixta de DOTP y TiNC

35 El DOTP y el citrato de triisononilo (TiNC) se mezclaron en las relaciones de mezcla de los Ejemplos 6-1 a 6-5 enumerados en la Tabla 1 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. Las muestras se prepararon de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC], excepto que se usó un estabilizador, BZ153T, durante la formulación de la lámina, se evaluaron de manera similar las propiedades físicas y los resultados de la misma se presentan en la Tabla 11 a continuación.

[Tabla 11]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)
Ejemplo 6-1	9:1	92,2	238,0	326,9	1,04	0,56	1,95

(continuación)

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)
Ejemplo 6-2	7:3	92,5	244,8	335,5	0,85	0,48	1,68
Ejemplo 6-3	5:5	92,8	249,2	346,6	0,62	0,42	1,39
Ejemplo 6-4	3:7	94,1	257,5	360,3	0,54	0,50	1,02
Ejemplo 6-5	1:9	94,8	261,4	369,3	0,58	0,43	0,88
Ejemplo comparativo 2	DOTP	92,0	227,5	315,1	1,51	0,79	2,71

5 Como se ilustra en la Tabla 11, cuando se compararon los Ejemplos 6-1 a 6-4 y el Ejemplo Comparativo 2 usando un plastificante DOTP, como un producto comercial ampliamente vendido, se puede confirmar que los Ejemplos 6-1 a 6-4 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DOTP convencional. Además, puede entenderse que los Ejemplos 6-1 a 6-4 mejoraron las malas propiedades físicas del producto plastificante convencional.

10 Con respecto a los Ejemplos 6-3 y 6-4 en los que se incluyó una cantidad relativamente excesiva de TiNC en comparación con los Ejemplos 6-1 y 6-2, se puede confirmar que la eficiencia de plastificación se redujo a medida que se aumentó significativamente la dureza. Es decir, también se puede confirmar que, en algunos casos, se debe tener cuidado cuando se mezcla una cantidad excesiva de TiNC.

### 15 3. Composición plastificante mixta de DOTP y BOC

15 El DOTP y el citrato de butiloxitilo (BOC) se mezclaron en relaciones de mezcla de los Ejemplos 7-1 a 7-3 (BOC-A) y los Ejemplos 8-1 a 8-3 (BOC-B) enumerados en la Tabla 1 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. Las muestras se prepararon de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC], excepto que se usó un estabilizador, BZ153T, durante la formulación de la lámina, las propiedades físicas se evaluaron de manera similar, y los resultados de la misma se presentan en la Tabla 12 a continuación.

[Tabla 12]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)
Ejemplo 7-1	85:15	88,3	228,0	334,7	0,22	0,85
Ejemplo 7-2	7:3	88,0	222,6	331,6	0,18	0,42
Ejemplo 7-3	6:4	87,9	225,5	336,4	0,15	0,35
Ejemplo 8-1	85:15	88,2	222,8	332,7	0,20	0,59
Ejemplo 8-2	7:3	88,7	225,8	338,6	0,16	0,46
Ejemplo 8-3	6:4	89,8	229,7	339,4	0,12	0,32
Ejemplo comparativo 2	DOTP	89,5	228,8	318,1	0,24	1,08

25 Como se ilustra en la Tabla 12, cuando se compararon los Ejemplos 7-1 a 7-3, los Ejemplos 8-1 a 8-3 y el Ejemplo comparativo 2 mediante el uso de un plastificante DOTP, como un producto comercial ampliamente vendido, se puede confirmar que los Ejemplos 7-1 a 7-3 y los Ejemplos 8-1 a 8-3 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DOTP convencional. En particular, puede entenderse que la tasa de alargamiento y las características de pérdida volátil se mejoraron significativamente.

### 30 Ejemplo experimental 2: Composiciones plastificantes a base de DINTP

[Tabla 13]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)	Prueba de tensión (24 horas)
Ejemplo 9-1	8:2	91,0	232,1	342,0	2,38	1,03	1,74	1,5
Ejemplo 9-2	6:4	89,3	232,8	335,7	2,30	1,23	1,56	1,0
Ejemplo 9-3	4:6	87,7	225,0	316,2	2,30	1,88	1,31	0,5
Ejemplo 9-4	2:8	87,0	215,3	317,2	2,39	2,56	1,30	0,5
Ejemplo comparativo 4	DINTP	92,7	230,2	314,4	2,72	0,89	3,56	2,5
Ejemplo comparativo 5	TBC	86,3	202,4	301,4	6,99	15,38	1,33	0

5 Como se ilustra en la Tabla 13, cuando se compararon los Ejemplos 9-1 a 9-4, el Ejemplo Comparativo 4 mediante el uso de un plastificante DINTP, como un producto comercial ampliamente vendido, y el Ejemplo Comparativo 5, en el que no se incluyó un material a base de tereftalato, se puede confirmar que los ejemplos 9-1 a 9-4 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DINTP convencional. Además, puede entenderse que los Ejemplos 9-1 a 9-4 mejoraron las malas propiedades físicas de los productos plastificantes convencionales.

10 Con respecto a los Ejemplos 9-3 y 9-4 en los que se incluyó una cantidad relativamente excesiva de TBC en comparación con los Ejemplos 9-1 y 9-2, se puede confirmar que los efectos de mejorar la resistencia a la tracción y la tasa de alargamiento fueron insignificantes. Es decir, también se puede confirmar que, en algunos casos, se debe tener cuidado cuando se mezcla una cantidad excesiva de TBC.

## 2. Composición plastificante mixta de DINTP y TOC

15 Se mezclaron DINTP y citrato de trioctilo (TOC) en relaciones de mezcla de los Ejemplos 10-1 a 10-4 enumerados en la Tabla 2 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. Las muestras se prepararon de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC] excepto que se usó un estabilizador, BZ153T, durante la formulación de la lámina y la temperatura de trabajo durante la evaluación de la pérdida volátil se ajustó a 100 °C, y los resultados de la misma se presentan en la Tabla  
20 14 a continuación.

[Tabla 14]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (MPa/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)	Prueba de tensión (2,4 horas)
Ejemplo 10-1	8:2	92,0	231,9	374,5	1,82	0,83	1,89	1,5
Ejemplo 10-2	6:4	91,7	229,8	369,9	1,61	0,81	1,75	1,0
Ejemplo 10-3	4:6	91,5	228,1	370,3	1,41	0,80	1,45	0,5
Ejemplo 10-4	2:8	91,3	230,2	373,4	1,24	0,81	1,46	0,5
Ejemplo comparativo 4	DINTP	92,3	217,0	341,3	2,82	1,36	3,56	2,0
Ejemplo comparativo 6	TOC	91,3	230,1	369,0	0,82	0,82	1,35	0,5

Como se ilustra en la Tabla 14, cuando se compararon los Ejemplos 10-1 a 10-4, el Ejemplo Comparativo 4 mediante el uso de un plastificante DINTP, como un producto comercial ampliamente vendido, y el Ejemplo Comparativo 6, en el que no se incluyó un material a base de tereftalato, se puede confirmar que los ejemplos 10-1 a 10-4 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DINTP convencional. Además, puede entenderse que los Ejemplos 10-1 a 10-4 mejoraron las malas propiedades físicas del producto plastificante convencional.

### 3. Composición plastificante mixta de DINTP y TiBC

Se mezclaron DINTP y citrato de triisobutilo (TiBC) en relaciones de mezcla de los Ejemplos 11-1 a 11-4 enumerados en la Tabla 2 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. Las muestras se prepararon de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC], excepto que se usó un estabilizador, BZ153T, durante la formulación de la lámina y la temperatura de trabajo durante la evaluación de la pérdida volátil se ajustó a 100 °C, y los resultados de la misma se presentan en la Tabla 15 a continuación.

[Tabla 15]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)
Ejemplo 11-1	8:2	90,8	236,1	348,5	2,12	1,83	1,82
Ejemplo 11-2	6:4	89,5	237,5	332,8	2,00	2,11	1,46
Ejemplo 11-3	4:6	87,3	228,9	320,9	2,86	2,59	1,25
Ejemplo 11-4	2:8	87,1	221,0	315,1	3,26	3,44	1,11
Ejemplo comparativo 4	DINTP	92,5	235,7	318,7	2,99	0,89	3,56
Ejemplo comparativo 7	TiBC	86,0	210,3	296,7	7,56	14,23	1,09

Como se ilustra en la Tabla 15, cuando se compararon los Ejemplos 11-1 a 11-4, el Ejemplo Comparativo 4 mediante el uso de un plastificante DINTP, como un producto comercial ampliamente vendido, y el Ejemplo Comparativo 7, en el que no se incluyó un material a base de tereftalato, se puede confirmar que los ejemplos 11-1 a 11-4 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto DINTP convencional. Además, puede entenderse que los Ejemplos 11-1 a 11-4 mejoraron las malas propiedades físicas de los productos plastificantes convencionales.

Con respecto a los Ejemplos 11-3 y 11-4 en los que se incluyó una cantidad relativamente excesiva de TiBC en comparación con los Ejemplos 11-1 y 11-2, se puede confirmar que los efectos de mejorar las características de resistencia a la tracción y tasa de alargamiento fueron insignificantes. Es decir, también se puede confirmar que, en algunos casos, se debe tener cuidado cuando se mezcla una cantidad excesiva de TiBC.

### Ejemplo experimental 3: Composiciones plastificantes mixtas de primera mezcla y BOC

La primera mezcla (DOTP/BOTP/DBTP) del Ejemplo de preparación 3 y el citrato de butiloxilato (BOC) se mezclaron en las relaciones de mezcla de los Ejemplos 12-1 a 12-3 (BOC-A) y los Ejemplos 13-1 a 13-3 (BOC -B) enumerados en la Tabla 3 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. Las muestras se prepararon de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC], excepto que se añadieron 50 partes en peso de la composición plastificante mixta, no se agregó un estabilizador auxiliar (ESO) y se usó un estabilizador, BZ153T, durante la formulación de la lámina, las propiedades físicas se evaluaron de manera similar, y sus resultados se presentan en las Tablas 16 y 17 a continuación.

[Tabla 16]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)
Ejemplo 12-1	85:15	82,3	208,04	344,68	3,94	1,62

(continuación)

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)
Ejemplo 12-2	7:3	81,0	202,56	341,64	3,69	1,42
Ejemplo 12-3	6:4	80,9	205,51	346,35	3,21	1,28
Ejemplo 13-1	85:15	81,2	202,84	342,71	3,71	1,59
Ejemplo 13-2	7:3	81,7	205,76	348,63	3,32	1,36
Ejemplo 13-3	6:4	82,8	209,66	348,12	2,90	1,19
Ejemplo comparativo 8	Primera mezcla	81,8	212,82	349,42	4,24	1,79

[Tabla 17]

Prueba de tensión	24 horas	72 horas	168 horas
Ejemplo 12-1	1,0	1,5	2,0
Ejemplo 12-2	1,0	0,5	2,0
Ejemplo 12-3	0,5	1,0	1,5
Ejemplo 13-1	1,0	1,5	2,0
Ejemplo 13-2	1,0	1,0	1,5
Ejemplo 13-3	1,0	1,5	1,5
Ejemplo comparativo 8	1,5	2,0	2,5

5 Como se ilustra en las Tablas 16 y 17, cuando los Ejemplos 12-1 a 12-3, los Ejemplos 13-1 a 13-3 y el Ejemplo comparativo 8 que usan la composición de plastificante mixta, como una composición mixta de DOTP, BOTP y DBTP, se compararon, se puede confirmar que los ejemplos 12-1 a 12-3 y los Ejemplos 13-1 a 13-3 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto convencional.

#### 10 **Ejemplo experimental 4: Composiciones plastificantes mixtas de tercera mezcla y TBC o TOC**

La tercera mezcla (DINTP/OINTP/DOTP) del Ejemplo de preparación 4 y citrato de tributilo (TBC) o citrato de trioctilo

15 (TOC) se mezclaron en relaciones de mezcla de los Ejemplos 14-1 a 14-4 y el Ejemplo 15-1 enumerados en la Tabla 4 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. La preparación de las muestras y la evaluación de las propiedades físicas se realizaron de la misma manera que antes, y los resultados de las mismas se presentan en las Tablas 18 y 19 a continuación.

[Tabla 18]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)
Ejemplo 14-1	95:5	92,0	254,5	308,2	1,90	0,73	3,21
Ejemplo 14-2	7:3	91,1	246,0	303,6	1,71	0,85	2,85
Ejemplo 14-3	5:5	88,2	241,0	297,0	1,63	0,93	2,12
Ejemplo 14-4	1:9	86,5	216,3	264,6	1,68	2,12	2,01
Ejemplo 15-1	7:3	92,5	257,5	299,3	1,48	0,65	2,94

(continuación)

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a la luz (E)
Ejemplo comparativo 2	DOTP	91,6	246,4	296,6	1,68	0,72	5,67
Ejemplo comparativo 9	Tercera mezcla	92,8	254,4	309,0	2,03	0,72	5,23

[Tabla 19]

Prueba de tensión	24 horas	72 horas	168 horas
Ejemplo 14-1	0,5	1,5	1,5
Ejemplo 14-2	0	0,5	1,0
Ejemplo 14-3	0	0,5	0
Ejemplo 14-4	0	0	0
Ejemplo 15-1	0,5	1,0	1,5
Ejemplo comparativo 2	0,5	1,0	1,5
Ejemplo comparativo 9	0,5	1,5	1,5

5

Como se ilustra en las Tablas 18 y 19, cuando se compararon los Ejemplos 14-1 a 14-4, el Ejemplo 15-1 y el Ejemplo comparativo 9 que usan la composición plastificante mixta, como una composición mixta de DINTP, OINTP y DOTP, puede confirmarse que los Ejemplos 14-1 a 14-4 y el ejemplo 15-1 tenían todas las propiedades físicas iguales o mejores que el producto convencional.

10

Con respecto al Ejemplo 14-4 en el que se incluyó una cantidad relativamente excesiva de TBC en comparación con los Ejemplos 14-1 a 14-3, se puede confirmar que las características de resistencia a la tracción y tasa de alargamiento se redujeron y la pérdida volátil también fue escasa. Es decir, también se puede confirmar que, en algunos casos, se debe tener cuidado cuando se mezcla una cantidad excesiva de TBC.

15

**Ejemplo experimental 5: Composiciones plastificantes mixtas de DOTP, TBC y aceite epoxidado**

**1. Composición plastificante mixta de DOTP, TBC y ESO**

20

DOTP, TBC y ESO se mezclaron en proporciones de mezcla de los Ejemplos 16-1 a 16-5 enumeradas en la Tabla 5 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales. Las muestras se prepararon de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC], excepto que se añadieron 30 partes en peso de la composición plastificante mixta, no se agregó un estabilizador auxiliar (ESO), y se usaron adicionalmente 0,5 partes en peso de dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) durante la formulación de la lámina, las propiedades físicas se evaluaron de manera similar y los resultados de la misma se presentan en la Tabla 20 a continuación, y los resultados de la prueba de resistencia al calor se presentan en las Figs. 1 y 2.

25

[Tabla 20]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)
Ejemplo 1-2	7:3	94,2	246,7	300,8	0,92	1,57
Ejemplo 16-1	3:5:2	93,0	247,8	313,9	0,59	1,55
Ejemplo 16-2	6:3:1	94,0	252,5	322,3	0,68	1,14
Ejemplo 16-3	6:2:2	94,3	252,5	322,2	0,62	0,80

30

(continuación)

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)
Ejemplo 16-4	5:3:2	94,0	247,9	310,1	0,64	1,00
Ejemplo 16-5	4:4:2	93,5	243,2	316,4	0,53	1,17
Ejemplo comparativo 2	DOTP	95,5	268,5	311,0	0,78	0,61

5 Como se ilustra en la Tabla 20, cuando se compararon los Ejemplos 16-1 a 16-5 y el Ejemplo comparativo 2, la composición plastificante DOTP como un producto usado convencionalmente, se puede confirmar que las composiciones plastificantes de los ejemplos tenían propiedades iguales o mejores que el producto convencional.

10 Con referencia a las imágenes de las Figs. 1 y 2 como resultados de la prueba de resistencia al calor, se puede confirmar que, dado que el Ejemplo 1-2, en el que no se añadió aceite epoxidado, era vulnerable al calor, se ennegreció. Sin embargo, se puede confirmar que no hubo cambios cuando se agregó una cantidad predeterminada de aceite epoxidado. Es decir, en un caso en el que se agregó un material a base de citrato para mejorar las propiedades físicas de DOTP como producto convencional, se puede confirmar que las características de resistencia al calor pueden ser relativamente escasas, pero incluso la resistencia al calor también se mantuvo y mejoró cuando el aceite epoxidado se añadió al mismo tiempo.

## 15 2. Composición plastificante mixta de DOTP, TOC y ESO

DOTP, TOC y ESO se mezclaron en relaciones de mezcla de los Ejemplos 17-1 a 17-3 enumerados en la Tabla 5 para obtener composiciones plastificantes mixtas, y las composiciones se usaron como muestras experimentales.

20 Con referencia a ASTM D638, las muestras se prepararon de tal manera que 50 partes en peso de la composición plastificante mixta, 40 partes en peso de un relleno (OMYA1T), 5 partes en peso de un estabilizador (RUP-144) y 0,3 partes en peso de un lubricante (St-A) se mezclaron con 100 partes en peso de PVC en un supermezclador de 3 L a 700 rpm y a una temperatura de 98 °C, se preparó una lámina de 5 mm de espesor utilizando un molino de rodillos a 160 °C durante 4 minutos y, a continuación, se preparó una lámina con un espesor de 1 mm a 3 mm presionando a 25 baja presión durante 2,5 minutos y presionando a alta presión durante 2 minutos a una temperatura de 180 °C.

30 Las propiedades físicas de cada muestra se evaluaron para los elementos de prueba descritos anteriormente, y las muestras se evaluaron de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC] excepto que la temperatura de trabajo se ajustó a 121 °C y la evaluación se llevó a cabo durante 168 horas durante la medición de pérdida volátil. Los siguientes elementos se evaluaron adicionalmente y sus resultados se presentan en las Tablas 21 y 22 a continuación, y los resultados de la prueba de resistencia al calor se presentan en la FIG. 3)

### <Elementos de prueba adicionales>

#### 35 Resistencia a la tracción residual

La medición se realizó de la misma manera que la medición de resistencia a la tracción descrita anteriormente, y se usaron muestras expuestas a 121 °C durante 168 horas.

#### 40 Alargamiento residual

La medición se realizó de la misma manera que la medición de la tasa de alargamiento descrita anteriormente, y se usaron muestras expuestas a 121 °C durante 168 horas.

#### 45 Resistencia a baja temperatura

Cinco muestras preparadas se dejaron reposar a una temperatura específica durante 3 minutos y, a continuación, se alcanzaron. La temperatura se midió cuando tres de las cinco muestras se rompieron.

50

[Tabla 21]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Resistencia a la tracción residual (%)	Tasa de alargamiento (%)	Alargamiento residual (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)	Resistencia a baja temperatura (°C)	Resistencia al calor (E)
Ejemplo 17-1	3:3:4	86,8	184,3	96,4	292,6	89,5	0,48	8,63	-24,0	35,53
Ejemplo 17-2	4:3:3	87,0	185,3	96,5	297,8	92,5	0,63	7,04	-24,5	31,46
Ejemplo 17-3	5:3:2	86,8	183,0	103,7	314,8	93,9	0,91	7,06	-26,0	51,13
Ejemplo comparativo 10	DIDP	87,5	175,6	94,5	317,9	91,3	0,99	8,36	-25,5	49,18
Ejemplo comparativo 11	DINIP	88,0	181,3	94,9	310,2	89,5	1,60	10,49	-28,5	47,02

Como se ilustra en la Tabla 21, cuando se compararon los Ejemplos 17-1 a 17-3 y los Ejemplos comparativos 10 y 11, las composiciones plastificantes DIDP y DINIP como productos usados convencionalmente, se puede confirmar que las composiciones plastificantes de los ejemplos tenían propiedades iguales o mejores que los productos convencionales. En particular, puede confirmarse que las propiedades de resistencia a baja temperatura fueron casi las mismas que las de los productos convencionales, pero las propiedades de resistencia al calor mejoraron significativamente.

Con referencia a una imagen de la FIG. 3 como resultados de la prueba de estabilidad térmica, se puede confirmar que, dado que los Ejemplos comparativos 10 y 11, como los productos convencionales, eran vulnerables al calor, los Ejemplos comparativos 10 y 11 se ennegrecieron. Sin embargo, se puede confirmar que no hubo cambios cuando se añadió una cantidad predeterminada de aceite epoxidado. Es decir, en un caso en el que se añadió aceite epoxidado así como un material a base de citrato para mejorar las propiedades físicas de los productos plastificantes convencionales tales como DIDP y DINIP, se confirmó que incluso la estabilidad térmica también se puede mantener y mejorar.

#### **Ejemplo experimental 6: Comparación con el material a base de citrato de acetilo**

Para comparar las diferencias en las propiedades físicas entre un caso, en el que se incluyó un grupo acetilo en el material a base de citrato, y un caso en el que no se incluyó un grupo acetilo en el material a base de citrato, los Ejemplos 1-2, 2 -2, y 5-2 y el Ejemplo Comparativo 12, una composición plastificante en la que se mezclaron citrato de acetil 2-etilhexilo y DOTP, se usaron como muestras experimentales. La preparación de las muestras y la evaluación de las propiedades físicas se realizaron de la misma manera que en [1. Composición plastificante mixta de DOTP y TBC], y sus resultados se presentan en la Tabla 22 a continuación.

[Tabla 22]

	Plastificante	Dureza (Shore "A")	Resistencia a la tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tasa de alargamiento (%)	Pérdida de migración (%)	Pérdida volátil (%)
Ejemplo 1-2	DOTP+TBC (70:30)	86,0	221,3	315,5	0,23	2,88
Ejemplo 2-2	DOTP+TOC (70:30)	89,5	231,6	328,1	0,13	0,60
Ejemplo 5-2	DOTP+TIBC (60:40)	85,4	221,3	308,5	1,02	4,62
Ejemplo comparativo 12	DOTP+ATOC (70:30)	91,2	237,9	284,6	0,25	0,54

Como se ilustra en la Tabla 22, en un caso en el que se mezcló y usó citrato de acetil 2-etilhexilo, se puede confirmar que, dado que la dureza se incrementó significativamente, la eficiencia de plastificación, como una propiedad física altamente requerida para un producto plastificante, puede deteriorarse y las características de la tasa de alargamiento también se redujeron. En consecuencia, dado que las pérdidas económicas y de proceso pueden ocurrir secundariamente debido al hecho de que se necesitaba más plastificante en comparación con otros productos, se puede entender que, en algunos casos, puede afectar negativamente a la calidad del producto según la presencia de grupo acetilo.

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición plastificante que comprende:
- 5 un material a base de tereftalato; y  
un material a base de citrato,  
en la que una relación en peso del material a base de tereftalato al material a base de citrato está en un intervalo de 8:2 a 6:4, en la que el material a base de citrato es uno en el que no se incluye un grupo acetilo, y  
10 en la que el material a base de tereftalato y el material a base de citrato son, respectivamente,
- (a) di(2-etilhexil)tereftalato (DEHTP o DOTP) y citrato de triisobutilo (TiBC), o  
(b) tereftalato de diisononilo (DINTP) y citrato de tributilo (TBC), o  
(c) tereftalato de diisononilo (DINTP) y citrato de triisobutilo (TiBC).
- 15 2. La composición plastificante de la reivindicación 1, que comprende además un aceite epoxidado.
3. La composición plastificante de la reivindicación 2, en la que el aceite epoxidado se incluye en una cantidad de 1 partes en peso a 100 partes en peso basada en 100 partes en peso de la composición plastificante.
- 20 4. La composición plastificante de la reivindicación 2, en la que el aceite epoxidado comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en aceite de soja epoxidado, aceite de ricino epoxidado, aceite de linaza epoxidado, aceite de palma epoxidado, éster de ácido esteárico epoxidado, éster de ácido oleico epoxidado, aceite de pino epoxidado y éster de ácido linoleico epoxidado.
- 25 5. Un método de preparación de una composición plastificante, comprendiendo el método:
- la preparación de un material a base de tereftalato y un material a base de citrato; y  
la obtención de una composición plastificante mediante el mezclado del material a base de tereftalato y el material  
30 a base de citrato  
en una relación en peso de 8:2 a 6:4,  
en el que el material a base de citrato es uno en el que no se incluye un grupo acetilo, y  
en el que el material a base de tereftalato y el material a base de citrato son, respectivamente,
- (a) di(2-etilhexil)tereftalato (DEHTP o DOTP) y citrato de triisobutilo (TiBC), o  
35 (b) tereftalato de diisononilo (DINTP) y citrato de tributilo (TBC), o  
(c) tereftalato de diisononilo (DINTP) y citrato de triisobutilo (TiBC).
6. Una composición de resina que comprende:
- 40 100 partes en peso de una resina; y  
5 partes en peso a 150 partes en peso de la composición plastificante de la reivindicación 1.
7. La composición de resina de la reivindicación 6, en la que la resina comprende al menos uno  
45 seleccionado del grupo que consiste en acetato de vinilo de etileno, polietileno, polipropileno, cloruro de polivinilo,  
poliestireno, poliuretano y un elastómero termoplástico.
8. La composición de resina de la reivindicación 6, en la que la composición de resina es un material de al  
menos un producto seleccionado del grupo que consiste en cables eléctricos, materiales para suelo, materiales para  
interiores de automóviles, películas, láminas, papel tapiz y tubos.

FIG. 1

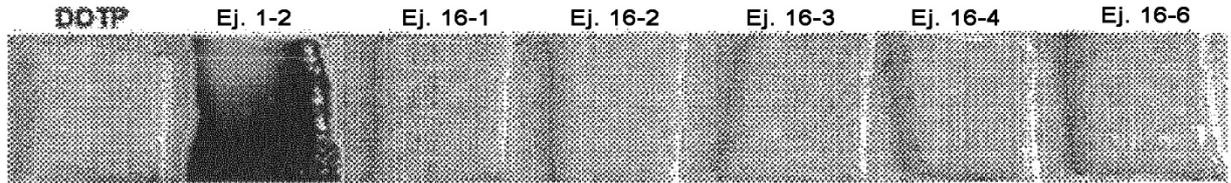


FIG. 2

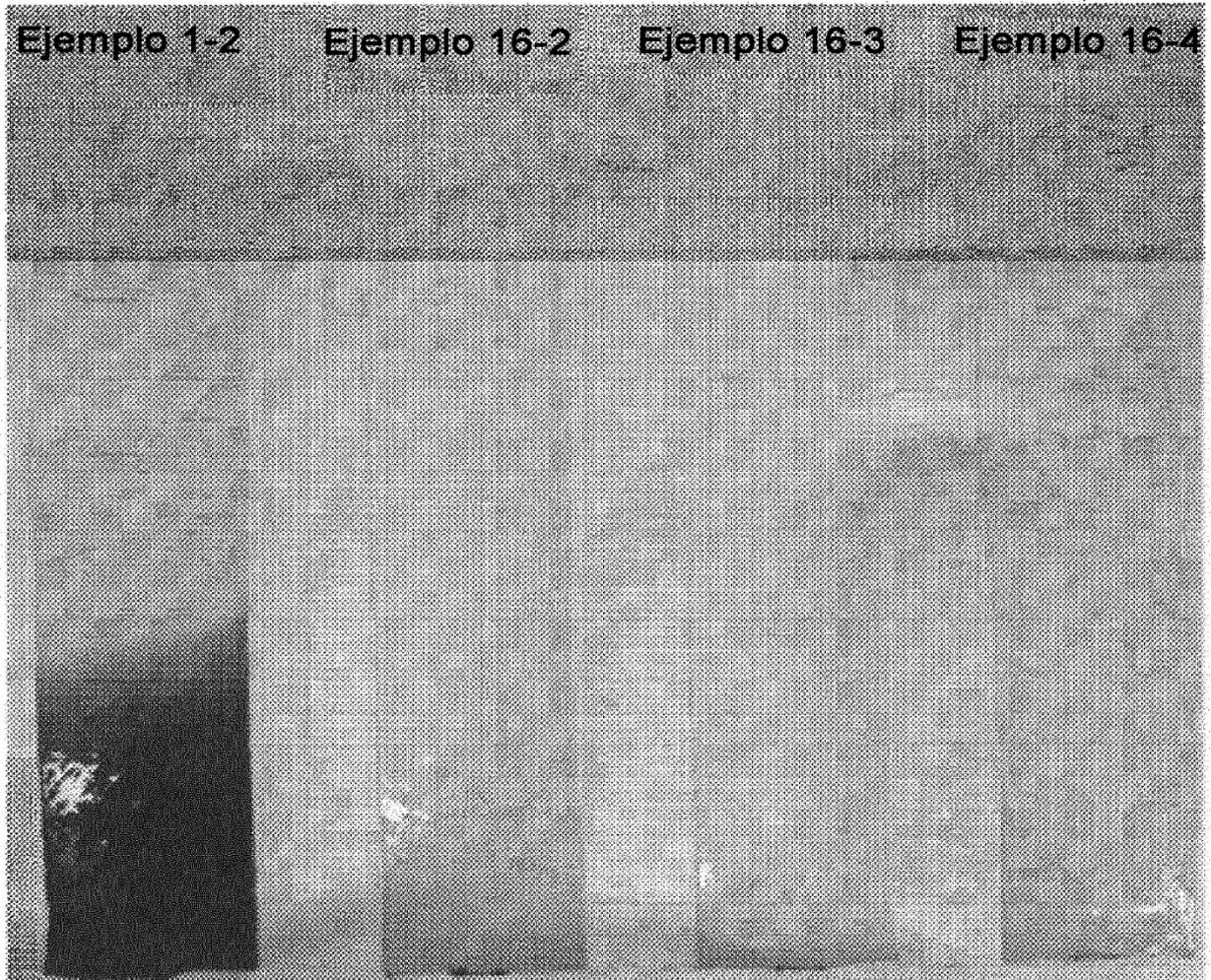


FIG. 3

