



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 88104409.1

[51] Int.Cl⁴
C08G 69/32

[43] 公开日 1989年2月1日

[22] 申请日 88.7.15

[30] 优先权

[32] 87.7.15 [33] JP [31] 177420 / 1987

[71] 申请人 三井石油化学工业株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 田口透 钱谷百合正 池田秋夫
西村利治

[74] 专利代理机构 上海专利事务所

代理人 徐志奇

说明书页数: 13 附图页数:

[54] 发明名称 聚酰胺及其应用

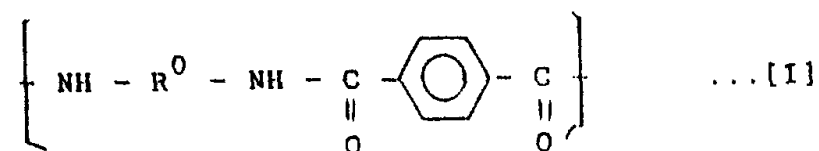
[57] 摘要

一种聚酰胺, 包括 60 至 100% 摩尔三价对苯二甲酰亚烷基二胺组成单元(a), 0 至 40% 摩尔三价二酰基亚烷基二胺组成单元(b) 及 0.1 至 5% 摩尔三价二酰基亚烷基二胺组成单元(c), 所述的组成单元(a)、(b) 和(c) 任意排列以提供支链成型结构且在浓硫酸中可溶, 并具有: 0.5 至 3 分升/克的特性粘度(η), 280℃ 至 370℃ 的熔点及 100℃ 至 160℃ 的玻璃化温度, 10 至 30% 的结晶度。聚酰胺具有极好的不透性, 因此它在特别需要不透性性的单独或并用或与其他可溶融模塑的聚合物形成复合材料的应用中

有用。

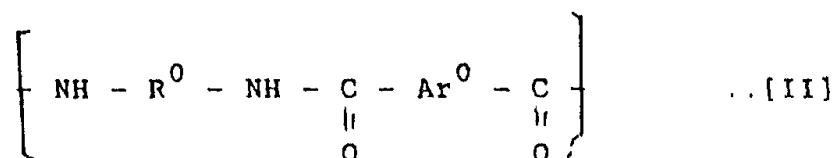
1. 一种聚酰胺，包括：

(a) 通式[I]：



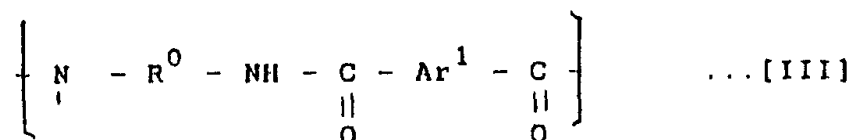
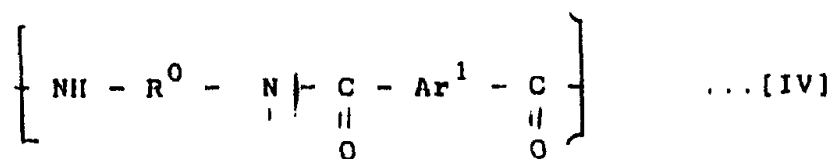
的60至100%摩尔对苯二甲酰亚烷基二胺组成单元(a)，

(b) 通式[II]：



的0至40%摩尔二酰基(diacloyl)亚烷基二胺组成单元(b)，及

(c) 通式[III] 或 [IV]：



的0.1至5%摩尔三价的二酰基亚烷基二胺单元(c)，其中 R^0 为一种含有6至18个碳原子的亚烷基， Ar^0 为一种含有6至12个碳原子，除了1,4-苯撑之外的二价芳族烃基， Ar^1 为一种选自1,4-苯撑和 Ar^0 的二价芳族烃基，所述的组成单元(a)、(b)和(c)任意排列以提供一种支链线型结构，所述的聚酰胺没有(或不含)一种胶凝交联结构，且在浓硫酸中可溶，并具有：

(i) 特性粘质[η] 为0.5 至3 分升/ 克, 系在30℃ 温度下、在浓硫酸中测定,

(ii) 熔点为280 °C 至370 °C , 及玻璃化温度为100 ~160 °C , 系通过一种差示扫描量热计、在10°C / 分的加热速率下测定, 及

(iii) 结晶度为10至30%,系通过 X- 射线衍射法测定。

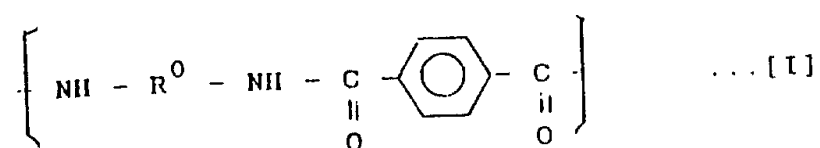
2.根据权利要求1 所述的聚酰胺, 其特征在于其中所述的对苯二甲酰亚烷基二胺组成单元通过对苯二甲酸与至少一种含有6 至18个碳原子的脂族亚烷基二胺的反应而衍生。

3.根据权利要求1 所述的聚酰胺, 其特征在于其中所述的二酰基亚烷基二胺组成单元(b) 通过除了对苯二甲酸以外的至少一种含有6 至18个碳原子的芳族二羧酸与至少一种脂族亚烷基二胺的反应而衍生。

4.根据权利要求1 所述的聚酰胺, 其特征在于其中所述的三价二酰基亚烷基二胺组成单元(c) 通过在熔融条件下, 由所述的组成单元(a) 和(b) 构成的低聚物缩聚而衍生。

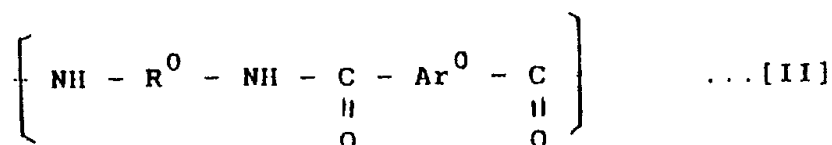
5.一种制备聚酰胺的方法, 该聚酰胺包括:

(a) 通式[I]:



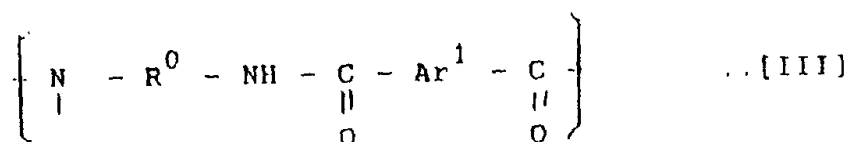
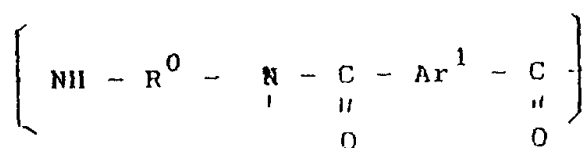
的60至100%摩尔对苯二甲酰亚烷基二胺组成单元(a),

(b) 通式[II]:



的0 至40% 摩尔二酰基亚烷基二胺组成单元(b),及

(c) 通式[III] 或[IV]:



的0.1 至5%摩尔三价的二酰基亚烷基二胺单元(c),其中 R^0 为一种含有6 至18个碳原子的亚烷基, Ar^0 为一种含有6 至12个碳原子,除了1,4-苯撑之外的二价芳族烃基, Ar^1 为一种选自1,4-苯撑和 Ar^0 的二价芳族烃基,所述的组成单元(a)、(b)和(c)任意排列以提供一种支链线型结构,所述的聚酰胺没有(或不含)一种胶凝交联结构,且在浓硫酸中可溶,并具有:

(i) 特性粘度 $[\eta]$ 为0.5 至3 分升/克,系在30℃温度下、在浓硫酸中测定,

(ii) 熔点为280℃至370℃及玻璃化温度为100℃至160℃,系通过一种差示扫描量热计、在10℃/分的加热速率下测定,及

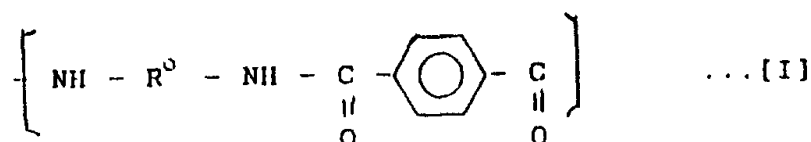
(iii) 结晶度为10至30%,系通过X-射线衍射法测定。

该方法包括对苯二甲酸和除了对苯二甲酸以外的至少一种芳族二羧酸,与至少一种含有6 至18个碳原子的脂族亚烷基二胺的缩聚步骤,在它们处于熔融的温度下,使在熔融条件下所产生的低聚物,且在施加剪切应力的条件下对低聚物进行缩聚。

6.根据权利要求5 所述的方法,其特征在于其中所述的低聚物具有的分子量为300 至2,000。

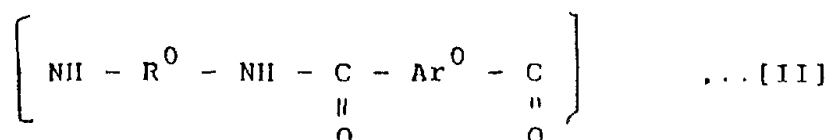
7.一种给予不透气性质的试剂,它包括一中聚酰胺,该聚酰胺包括:

(a) 通式[I]:



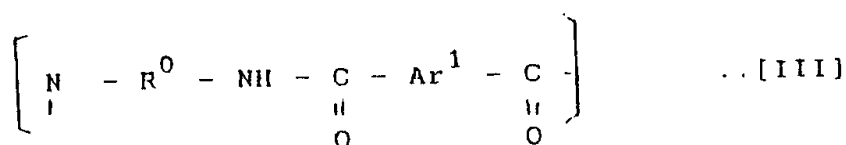
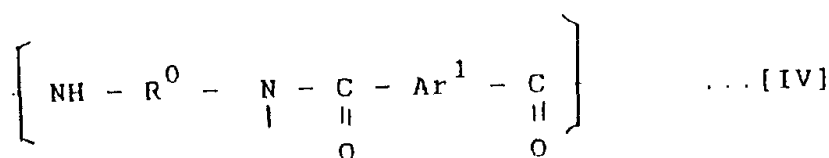
的60至100%摩尔对苯二甲酰亚烷基二胺组成单元(a),

(b) 通式[II]:



的0 至40% 摩尔二酰基亚烷基二胺组成单元(b),及

(c) 通式[III] 或[IV]:



的0.1 至5%摩尔三价的二酰基亚烷基二胺组成单元(c),其中 R^0 为一种含有6 至18个碳原子的亚烷基, Ar^0 为一种含有6 至12个碳原子,除了1,4-苯撑之外的二价芳族烃基, Ar^1 为一种选自1,4-苯撑和 Ar^0 的二价芳族烃基团,所述的组成单元(a)、(b)和(c)任意排列以提供一种支链线型结构,所述的聚酰胺没有(或不含)一种胶凝交联结构,且在浓硫酸中可溶,并具有:

(i) 特性粘度[η] 为0.5 至3 分升/ 克,系在30℃ 温度下、在浓硫酸中测定,

(ii) 熔点为280 ℃ 至370 ℃, 及玻璃化温度为100 ℃ 至160 ℃, 系通过一种差示扫描量热计、在10℃/ 分的加热速率下测定, 及

(iii) 结晶度为10至30%,系采用 X- 射线衍射法测定。

聚酰胺及其应用

本发明涉及一种聚酰胺，它具有极优良的低的吸水性、熔融模塑性能、耐热性、机械性质及特别高的不透气性，且它作为容器或器皿的一种原料特别有用。本发明也涉及这样一种聚酰胺的用途。

玻璃已广泛地被用作为用于调味品、油、啤酒、（葡萄）酒、冷冻饮料如充（碳酸）气饮料、化妆品和洗涤剂的容器或器皿的一种原料。当玻璃器皿就其不透气性极优良时，由于它们较高的制造费用，它们在使用和重复使用之后一般要回收。然而，玻璃器皿由于它们的相当重的重量而造成运输费用昂贵，且它们易于破裂并不便于加工。

为了解决上述包括在玻璃器皿中的问题，塑料容器或器皿已开始运用而代替玻璃器皿。根据将包含在塑料器皿中的原料的性质，运用各种塑料制造器皿。另外，由于其良好的透明度和不透气性，聚对苯二甲酸乙酯已被采用作为用于调味品、冷冻饮料、洗涤剂和化妆品的器皿的原料。

然而，在用于啤酒和充（碳酸）气饮料的器皿情况下，当对于不透气性要求最严时，聚对苯二甲酸乙酯在这方面并不一定令人满意（或良好），且因此，为达到要求，它必需制造厚壁器皿。

另一方面，脂族聚酰胺如尼龙6和尼龙66在干燥状态下显示一种比聚对苯二甲酸乙酯要好的不透气性。这种聚酰胺一般具有一种大约10%的吸水性，且造成一个问题，在于当弄湿时，它们的不透气性比聚对苯二甲酸乙酯的差。为了改进脂族聚酰胺的吸水性，日本专利公开号60—195126(1985)揭示了含有环烷基的结晶性聚酰胺。尽管所揭示的聚酰胺具有极好的不透气性，但在该领域中需要含有一种进

一步改进的不透气性的树脂。

本发明的一个目的在于提供一种聚酰胺，它具有极高的不透气性，还有了较低的吸水性、熔融模塑性、耐热性和机械性能，且它作为可含有或长期贮藏含有气体的液态物质如啤酒和充（碳酸）气饮料而不使物质变性的容器或器皿的一种原料制别有用。

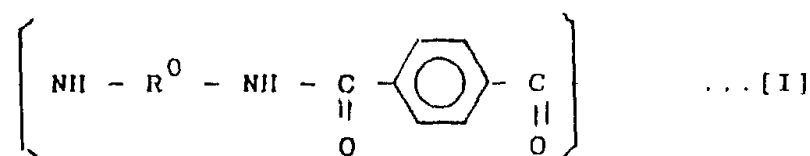
本发明的另一目的在于提供一种制备这样一种聚酰胺的方法。

本发明的再一目的在于提供用于给与一种包括这样一种聚酰胺的不透气性的一种试剂或原料。

现在已发现一种特殊的聚酰胺，其中在聚合物链中的部分仲胺键(-NH-)用一种叔胺键(-N-)代替以致它具有有一种支链线型结构，具有包括较低的吸水性、熔融模塑性能、耐热性、机械性质及特别高的不透气的极优良性质一种组合。

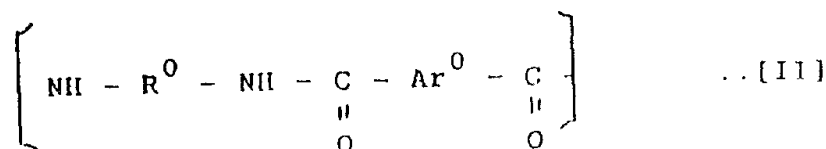
因此，根据本发明的一个方面，提供了一种聚酰胺，包括：

(a) 通式 [I]：



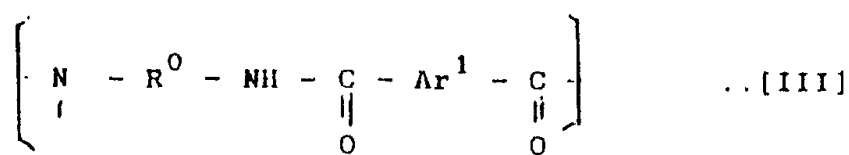
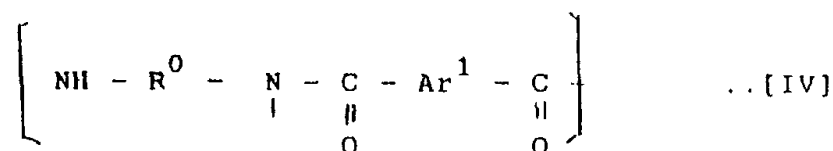
的60至100%，最好是60至85% 摩尔对苯二甲酰亚烷基二胺组成单元 (a)，

(b) 通式 [II]：



的 0至40%，最好是15至40% 摩尔二酰基(diacloyl) 亚烷基二胺组成单元 (b)，及

(c) 通式 [III] 或 [IV]:



的0.1 至5%，最好是0.1 至3%摩尔三价的二酰基亚烷基二胺单元(c)，其中 R^0 为一种含有6 至18个碳原子的亚烷基， Ar^0 为一种含有 6至12个碳原子，除了1,4-亚苯基之外的三价芳族烃基， Ar^1 为一种选自1,4-苯撑和 Ar^0 的二价芳族烃基，在分子中出现的 R^0 、 Ar^0 和 Ar^1 可分别相同或不同，所述的组成单元(a)、(b) 和(c) 可任意排列以提供一种支链线型结构，所述的聚酰胺没有（或不含）胶凝交联结构，且在浓硫酸中可溶，并具有：

(i) 特性粘度 $[\eta]$ 为0.5 至3 毫升/ 克，系在30℃ 温度下、在浓硫酸中测定，

(ii) 熔点为280 ℃ 至370 ℃ 及玻璃转化温度为100 ℃ 至160 ℃，系通过一种差示扫描量热计、在10℃ / 分的加热速率下测定，及

(iii) 一种结晶度为10至30% 的，系通过X- 射线衍射法测定。

根据本发明的另一方面，提供了一种制备上述特殊聚酰胺的方法，它包括步骤：将对苯二甲酸和除了对苯二甲酸以外的至少一种芳族二羧酸与至少一种含 6~18个碳原子的脂族亚烷基二胺在熔融温度下进行缩聚，在剪切条件下熔融制得缩聚低聚物

根据本发明的再一方面，提供包括上述特殊的聚酰胺的一种不透性给予剂。

本文中所述的新颖的聚酰胺具有包括较低的吸水性、熔融模塑性

能、耐热性、机械性质及特别高的不透气的极好性质的一种组合，且作为用于贮藏啤酒和充（碳酸）气饮料的容器或器皿的一种原料特别有用。

现在将详细描述本发明。

根据本发明，聚酰胺包括组成单元（a）、（b）和（c）。组成单元（a）通过具有至少一种含有 6 至 8 个碳原子的脂族亚烷基二胺与对苯二甲酸的反应而导入聚酰胺的聚合物链中。

脂族亚烷基二胺的实例包括，例如，1,4-二氨基-1,1-二甲基丁烷，1,4-二氨基-1-乙基丁烷，1,4-二氨基-1,2-二甲基丁烷，1,4-二氨基-1,3-二甲基丁烷，1,4-二氨基-1,4-二甲基丁烷，1,4-二氨基-2,3-二甲基丁烷，1,2-二氨基-1-丁基乙烷，1,6-二氨基己烷，1,7-二氨基庚烷，1,8-二氨基辛烷，1,6-二氨基-2,5-二甲基己烷，1,6-二氨基-2,4-二甲基己烷，1,6-二氨基-3,3-二甲基己烷，1,6-二氨基-2,2-二甲基己烷，1,9-二氨基壬烷，1,6-二氨基-2,2,4-三甲基己烷，1,6-二氨基-2,4,4-三甲基己烷，1,7-二氨基-2,3-二甲基庚烷，1,7-二氨基-2,4-二甲基庚烷，1,7-二氨基-2,5-二甲基庚烷，1,7-二氨基-2,2-二甲基庚烷，1,10-二氨基癸烷，1,8-二氨基-1,3-二甲基辛烷，1,8-二氨基-1,4-二甲基辛烷，1,8-二氨基-2,4-二甲基辛烷，1,8-二氨基-3,4-二甲基辛烷，1,8-二氨基-4,5-二甲基辛烷，1,8-二氨基-2,2-二甲基辛烷，1,8-二氨基-3,3-二甲基辛烷，1,8-二氨基-4,4-二甲基辛烷，1,6-二氨基-2,4-二乙基己烷，1,9-二氨基-5-甲基壬烷，1,11-二氨基十一（碳）烷及1,12-二氨基十二（碳）烷。这些脂族亚烷基二胺在此可单独或混合使用。

组成单元（b）通过除了对苯二甲酸外的至少一种芳族二羧酸与具有至少一种含有 6 至 8 个碳原子的脂族亚烷基二胺的反应而导入聚酰胺的聚合物链中。

除了对苯二甲酸之外的芳族二羧酸实例包括，例如，间苯二甲酸、邻苯二甲酸、2,6-萘二甲酸、2,5-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸及1,5-萘二甲酸，这些芳族二羧酸可单独或混合使用。

组成单元(c)通过一种低聚物的缩聚而导入聚酰胺中，其中缩聚在低聚物熔融并对低聚物施加剪切应力条件下进行，低聚物包括上述定义的组成单元(a)和(b)，且可如下文所述制备。伴随着，在制备上述低聚物的步骤中，这种单元(c)也可形成至某种范围。更详细地，单元(c)通过缩聚一种包括上述定义的组成单元(a)和(b)的低聚物而导入聚酰胺，在低聚物熔融条件下，对低聚物施加剪切应力，方便地在装备有一个出口的双轴挤出机中，在250 °至350 °，最好为280 °至370 °温度下进行，同时通过从出口中除去由缩聚所形成的水份。

现在将描述根据本发明用于制备聚酰胺的方法。

在根据本发明的方法的第一个步骤中，制备一种包括上述组成单元(a)和(b)的低聚物（低分子量缩聚）。该低聚物可通过缩聚用可形成组成单元(a)的对苯二甲酸和用于形成组成单元(b)的至少一种除了对苯二甲酸之外的芳族二羧酸与具有6至18个碳原子的至少一种脂族亚烷基二胺，在反应物全部熔融的温度下，较好的在210 °至300 °C，最好在230 °至280 °C的温度下，在一种惰性气体的气氛如氮气下，在约5至85千克/平方厘米气体(G)高压下优先制备，同时除去液体产物如通过闪蒸产物从反应器底部缩聚而形成的水。当缩聚在高压下较好地进行时，如果需要，它可在大气压或减压下进行。

在上面的缩聚时，可将少量（例如，0.01至5.0%摩尔）一元羧酸或一种伯胺或仲胺加至该反应系统中。进一步讲，在上面的缩聚时，可将少量（例如，0.01至5.0%摩尔）磷酸、次磷酸或一种亚磷酸盐或其衍生物加至该反应系统中。

缩聚最好继续直至得到一种含有300 至2,000 分子量的低聚物。

干燥所得到的低聚物，且然后在对低聚物施可加剪切应力的熔融条件下缩聚，以得到除了组成单元(a) 和(b) 之外的含有组成单元(c) 的聚酰胺。

这样所制备的聚酰胺应含有叔胺单元，例如，组成单元(c)，量为0.1 至5%摩尔，较好的为0.1 至3%摩尔，最好为0.1 至2%摩尔。该聚酰胺的熔融流动指数(MFR)，如在350 °C 温度下、2 千克负载下测定，较好的在0.5 至100 范围内。

根据本发明的聚酰胺具有一种支链线型结构，其中组成单元(a)、(b) 和(c) 任意排列，且没有(或不含) 一种胶凝交联结构，并在浓硫酸中可溶。该聚酰胺的支链结构在通式[Ⅲ] 或[Ⅳ] 的三价的二酰基亚烷基二胺组成单元(c) 的存在下形成。例如，对通式[Ⅲ] 或[Ⅳ] 的三价的二酰基亚烷基二胺组成单元的叔氮原子，对苯二甲酰基亚烷基二胺组成单元(a)、二酰基亚烷基二胺组成单元(b) 或三价的二酰基亚烷基二胺组成单元(c) 的羰基基团通过酰胺键相连，因此形成支链。

根据本发明的聚酰胺的特征还在于：

(i) 特性粘度 $[\eta]$ 为0.5 至3 分升/ 克：系在30 °C 温度下、在浓硫酸中测定的

(ii) 熔点为280 ° 至370 °C 及玻璃化温度为100 °C 至160 °C，系通过一种差示扫描量热计、在10 °C / 分的加热速率下测定的，及

(iii) 结晶度为10至30%，系通过X- 射线衍射法测定。

根据本发明的聚酰胺具有一种极优良的不透气性，且因此在特别需要不透气的运用中是有用的。根据本发明的聚酰胺可单独或并用或与具有其它可熔融模塑的聚合物如尼龙6、尼龙66、聚对苯二甲酸乙酯、聚碳酸酯和聚烯烃形成复合材料使用。

当根据本发明的聚酰胺与其它可熔融模塑的聚合物并用时，它一般在100重量份其它聚合物的基础上以3至200重量份、较好的为5至180的重量份、最好为5至150重量份使用。

当根据本发明的聚酰胺与其它可熔融模塑的聚合物形成复合材料使用时，该复合材料可通过多层复合挤压方法方便地制备，且可具有一种包括A/B和B/A/B的任意限制结构，其中A表示一种根据本发明的聚酰胺层，而B表示一种其它可熔融模塑的聚合物层。层A的厚度较好的为不低于2微米，更好的为不低于3微米，且最好的为不低于5微米。

如果需要，各种有机或无机填料，它可以粉末、片状、纤维和织物形式存在，可根据本发明与聚酰胺混合。这种填料的实例包括，例如，以粉末和片状的无机化合物如硅石、矾土、硅石-矾土、滑石、硅藻土、粘土、高岭土、石英、玻璃、云母、石墨、二硫化钼、石膏、氧化铁红 (red iron oxide)、二氧化钛、氧化锌、铅、铜和不锈钢、纤维状的无机化合物如玻璃纤维、碳纤维、硼纤维、陶瓷纤维、石棉纤维、钛酸钾晶须和不锈钢纤维和由这种纤维制备的织物及以粉末、片状、纤维和织物的有机化合物如聚对苯撑对苯二甲酰胺、聚间苯撑对苯二甲酰胺、聚对苯撑间苯二甲酰胺、聚间苯撑间苯二甲酰胺、全部芳化的聚酰胺，例如，二氨基二苯基醚和对苯二酸和/或间苯二酸的缩聚物及对-和/或间-二氨基苯甲酸的缩聚物、全部芳化的聚酰胺亚胺，例如，二氨基二苯基醚和1,2,4-苯三酸酐和/或1,2,4,5-苯四酸酐的缩聚物、全部的芳化的聚酰胺亚胺、含有芳香杂环的聚合物，例如，聚苯并咪唑和聚咪唑并菲咯啉及聚四氟乙烯。这些填料可单独或混合使用，进一步讲，经硅烷或钛偶联剂处理的这些填料也可使用。

较好的散粒填料为硅石、硅石-矾土、二氧化钛、石墨、二硫化钼和聚四氟乙烯。其中，石墨、二硫化钼和聚四氟乙烯特别好，因为

它们提高了耐磨性如动态摩擦系数、分凝(taber)摩擦力，且限制了最终成型的物品的最大电压(PV)值。当可用的散粒填料一般具有平均粒径0.1 毫微米(mμ)至200 微米(μ)时，鉴于它们的上述耐磨性的有效的提高，平均粒径为1 毫微米至100 微米的散粒填料是较好的。所用的散粒填料的量一般为0.1 至200 重量份，较好的为0.5 至100 重量份，且最好的为1.0 至50重量份 在100 重量份聚酰胺的基础上。

较好的有机纤维填料为聚对苯撑对苯二甲酰胺纤维、聚间苯撑对苯二甲酰胺纤维、聚对苯撑间苯二甲酰胺纤维、聚间苯撑间苯二甲酰胺纤维和一种全部芳化的聚酰胺如一种二氨基二苯撑醚和对苯二甲酸和/或间苯二甲酸的缩聚物，因为它们提高了机械性能如抗张强度和悬臂梁式(缺口)冲击强度以及耐热性能如成型物品的热形变温度。较好的无机纤维填料为玻璃纤维、碳纤维和硼纤维，因为它们提高了机械性能如抗张强度、弯曲强度和弯曲模数，耐热性能如热变形温度，以及物理化学性质如耐水性。当可用的有机和无机纤维填料一般具有平均长度0.1 至20毫米时，鉴于它们的含有这种纤维填料的聚合物组成的可熔融模塑性以及上述成型物品的机械性能和耐热性能的有效提高，平均长度为1 至10毫米的纤维填料是较好的。所用的有机和无机纤维填料的量一般为3 至200 重量份，较好的为5 至180 重量份，且最好的为3 至150 重量份，以100 重量份的聚酰胺为基础。

当本发明将通过下列实施例详细描述时，本发明不限于此。在实施例中，应用下列缩写：

TA：对苯二甲酸

IA：间苯二甲酸

HMDA：六亚甲基二胺

实施例1(聚酰胺的制备)

一个1 升的高压釜中装有116 克(0.7摩尔) T A、49.8克(0.3摩尔) I A、118.32克(1.02 摩尔) HMD A、1.22克(0.01 摩尔) 苯甲酸、71.20 克(20%重量) 离子交换水和0.21克(0.002摩尔) 次磷酸钠，且在高压釜内充满氮气，并然后加热至温度250 °C，搅拌3 小时时间。在那温度下、在密封和搅拌下，反应进一步继续1 小时。在最后阶段，停止搅拌，通过一个10千克/ 平方厘米差压的闪蒸，从高压釜的底部取出反应混合物。在氮气氛中，在50°C 温度下，在一个100 毫米汞柱的减压下通宵干燥所得到的固体产物以提供一种低聚物。

所得到的低聚物平均分子量为560 、含有0.1%摩尔的叔胺和0.10 分升/ 克的特性粘度。

在装有一个出口的双轴挤出机 (L/ D=42)中，在熔融条件下缩聚该低聚物以提供一种聚酰胺，同时通过该出口将缩聚所形成的水排出。

所制备的聚酰胺含有0.8%摩尔的叔氮 M F R为60，及特性粘度 $[\eta]$ 为0.8,且在浓硫酸和六氟异丙醇中是可溶的。

在这个和下列实施例中，组份的组成、玻璃化温度 (T_g)、特性粘度 $[\eta]$ 、M F R、结晶度和不透性如下测定。

(a) 聚酰胺的组成

聚酰胺和其前体低聚物的组成通过它们在六氟异丙醇中的溶液的 ^{13}C NMR和它们的元素分析来测定。

(b) 玻璃化温度 (T_g)

聚酰胺的玻璃化温度通过差示扫描量热计或运用由帕金尔麦 (Perkinelmer) 公司提供的MODEL D SC-2的聚酰胺，在10°C / 分的加热速率下来测定。

(c) 特性粘度 $[\eta]$

聚酰胺的特性粘度通过测定在96% 浓硫酸中的相关粘度为0.500

克/分升、0.770 克/分升和1.99克/分升的聚合物的溶液，在30℃温度下，运用一种乌伯娄德粘度计，计算相应的比粘度和图解测定 $[\eta]$ 。聚合物在浓硫酸中的溶液也可在30℃温度下制备。

(d) M F R

聚酰胺的M F R根据 J I S-7210,在350 °C温度下，在2 千克负载下测定。

(e) 结晶度

聚酰胺的结晶度通过使用由瑞加库电气股份有限公司 (Rigaku Denki K. K.)提供的 R O T O R F L E X2075对聚酰胺的压片的广角 (2θ : 70° 至 3°) X- 射线分析来测定。

(f) 不透氣性

在25℃温度下，氧气和二氧化碳渗透系数 运用由M O C O N公司提供的备 O X 1 T R A N和 P E R M A T R O N C- I V设备来测定。

(g) 叔胺的量

聚酰胺或低聚物的叔胺的量通过运用一种超导的核磁共振设备 (型号 G X-500 .125 .7兆赫兹) 对聚酰胺的六氟异丙醇溶液进行核磁共振分析来测定伯胺、仲胺和叔胺的量，并根据总氮量计算叔胺氮的量来测定的。

实施例2 和3

重复实施例1,除了低聚作用在如表1 中所示的温度下进行。

实施例4 和5

重复实施例1,除了以如表1 中所示的比例运用二羧酸。

对照实施例1

重复实施例1,除了低聚作用在310 °C温度 进行的以外。所得到的聚酰胺在浓硫酸中不完全溶解。

实施例1至5和对照实施例1的结果如表1所示。

表 1

	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	化合物实施例1
原料						
酸组分 (种类)	TA/IA	TA/IA	TA/IA	TA/IA	TA/IA	TA/IA
酸组分 (摩尔比)	70/30	70/30	70/30	60/40	80/20	70/30
低聚物						
低聚温度 (°C)	250	230	280	250	310	310
叔胺量 (摩尔%)	0.1	0.1	2.5	0.1	0.1	7.3
聚合物						
酸组分 (种类)	TA/IA	TA/IA	TA/IA	TA/IA	TA/IA	TA/IA
酸组分 (摩尔比)	70/30	70/30	70/30	65/35	80/20	70/30
[η] (分升/克)	0.80	0.85	1.25	0.92	1.04	0.95
MFR (克/10 分)	60	48	4	21	13	2
熔点 (°C)	325	325	323	307	345	319
T _g (°C)	126	125	128	119	134	129
结晶度 (%)	25	26	21	14	29	18
叔胺量 (摩尔%)	0.8	0.7	3.0	0.5	0.9	8.6

实施例6 至10

在100℃温度下，在1毫米汞柱的减压下，将在实施例1至5中所制备的各聚酰胺的薄片干燥12小时，并在一种氮气氛下，在20℃以上定为 T_m 的温度下，且在一个100千克/平方厘米的压力下对应以进行热压，并冷压成一种约100微米(μ)的厚度的薄片。在氮气氛下，在100℃温度下，在40毫米汞柱的减压下干燥12小时，并测试其不透气性。

对照实施例2

重复实施例6的方法，除了使用在对照实施例1中所制备的聚酰胺的薄片以外。

对照实施例3

重复实施例6的方法，除了用聚对苯二甲酸乙酯（由密执里(Mitsui)PET树脂股份有限公司提供的密执里PET J125)代替聚酰胺以外。

实施例6至10和对照实施例2和3的结果如表2所示。

表 2
不透气性

	实施例6	实施例7	实施例8	实施例9	实施例10	化合物 实施例2	化合物 实施例3
聚合物	实施例1 的聚酰胺	实施例2 的聚酰胺	实施例3 的聚酰胺	实施例4 的聚酰胺	实施例5 的聚酰胺	实施例1 的聚酰胺 化合物	PET
O ₂ 渗透常数 (毫升毫米 / 米 ² 天 大气压)	2.5	2.3	2.6	2.1	2.6	5.7	4.6
CO ₂ 渗透常数 (毫升毫米 / 米 ² 天 大气压)	10.2	10.3	10.6	10.1	10.8	28.1	25.0