

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

A61K 7/02

A61K 7/027

A61K 7/09



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03810711.2

[43] 公开日 2005 年 8 月 10 日

[11] 公开号 CN 1652742A

[22] 申请日 2003.5.14 [21] 申请号 03810711.2

[30] 优先权

[32] 2002. 5. 14 [33] US [31] 60/380,486

[86] 国际申请 PCT/US2003/015102 2003.5.14

[87] 国际公布 WO2003/096994 英 2003.11.27

[85] 进入国家阶段日期 2004.11.11

[71] 申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州威尔明顿

[72] 发明人 R·U·帕吉拉甘

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 郭广迅 段晓玲

权利要求书 2 页 说明书 11 页

[54] 发明名称 含有尼龙并适于个人护理产品的加溶配方及其制备方法

[57] 摘要

公开了由含有尼龙的加溶配方制成的个人护理产品。这些产品可通过采用这些聚酰胺和它们的共聚物而以水基溶液应用,同时保留它们传统的功能(如在洗发剂和调理剂、除臭剂和化妆品中的应用)。还公开了它们的制备方法,包括形成聚酰胺和加入感兴趣的基底材料。

ISSN 1008-4274

1、一种个人护理配方，包含(i)在23℃下的溶解度至少为0.5%重量，并由己二酸与分子量为148至396的、由以下通式表示的醚二胺的反应衍生出的水溶性和醇溶性聚酰胺：

5
$$\text{H}_2\text{N}-\text{R}_1-\text{O}-\text{R}_2-\text{O}-\text{R}_1-\text{NH}_2$$

其中 R_1 和 R_2 为 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 或 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ ；

$$\text{H}_2\text{N}-\text{R}_1(-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2)_x\text{O}-\text{R}_1-\text{NH}_2$$

其中 R_1 为 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 或 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 和

x 具有2至6的平均值；以及它们的混合物；和

10 (ii)有效量的一种或多种表面活性剂、分散剂、推进剂、溶剂，和/或适于实现期望的配方的其他添加剂。

2、权利要求1的个人护理配方，还含有所述水溶性和醇溶性聚酰胺与一种或多种形成聚酰胺的共聚单体的共聚酰胺。

3、权利要求2的个人护理配方，其中所述形成聚酰胺的共聚单体
15 是聚乙二醇二胺或聚乙二醇二酸或它们的混合物。

4、权利要求1的个人护理配方，其中所述水溶性和醇溶性聚酰胺是具有己内酰胺的共聚物和衍生自六亚甲基二胺或2-甲基五亚甲基二胺和己二酸的聚酰胺或它们的混合物。

5、液体形式的权利要求1的个人护理配方。

20 6、权利要求5的个人护理配方，其中所述液体选自洗发剂、调理剂、增湿剂、除臭剂、防汗剂和乳油。

7、固体形式的权利要求1的个人护理配方。

8、权利要求7的个人护理配方，其中所述固体选自化妆品材料和口红。

25 9、喷雾剂形式的权利要求1的个人护理配方。

10、权利要求9的个人护理配方，其中所述喷雾剂是喷发剂。

11、含有水溶性和醇溶性聚酰胺的个人护理产品的制造方法，包括：

30 (i)形成在23℃下溶解度至少为0.5%重量，并由己二酸与分子量为148至396的、由以下通式表示的醚二胺的反应衍生出的液体或粒状形式的水溶性和醇溶性聚酰胺：

$$\text{H}_2\text{N}-\text{R}_1-\text{O}-\text{R}_2-\text{O}-\text{R}_1-\text{NH}_2$$

其中 R_1 和 R_2 为 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 或 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$;

$\text{H}_2\text{N}-\text{R}_1(-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2)_x\text{O}-\text{R}_1-\text{NH}_2$

其中 R_1 为 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 或 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 和

X 具有 2 至 6 的平均值; 以及它们的混合物;

5 (ii) 加入适合所需应用的基底材料; 和

(iii) 非必需地加入一种或多种足以赋予其感兴趣颜色的着色剂、染料或颜料。

12、权利要求 11 的方法, 其中所述水溶性和醇溶性聚酰胺是液体, 且所述基底材料根据选自洗发剂、调理剂、增湿剂、除臭剂、防汗剂
10 和乳油的任何应用选择。

13、权利要求 11 的方法, 其中所述水溶性和醇溶性聚酰胺为粒状, 且所述基底材料根据选自化妆品和口红的任何应用选择。

含有尼龙并适于个人护理产品的加溶配方及其制备方法

发明领域

- 5 本发明涉及在适合个人护理应用的产品中掺入水溶性和醇溶性尼龙。更具体地，本发明涉及用于具有一个或多个诸如稠度（body）、光泽、增湿能力、增粘性和成膜特性等的重要性能的任何各种个人护理产品中的材料的制造和使用。

发明背景

- 10 “个人护理产品”是用于描述包括化妆品、洗发剂和调理剂、除臭剂等的各种商品的术语。这种产品一般用聚合材料配制，以赋予包括光彩、光泽以及沿诸如皮肤和毛发表面的润湿性和覆盖性的各种感兴趣的性能。聚合物在水或醇中的溶解度是使其能有效用于此类应用
- 15 中的重要特性。目前有许多种水溶性和醇溶性聚合物可用于个人护理或化妆品应用中（见“化妆品应用（Cosmetic Applications）”，《聚合物科学与工程百科全书》（Encyclopedia of Polymer Science&Engineering），第 I 卷，18 - 30 页，第二版，John Wiley&Sons；同样见“Hair Preparations”，《化学技术百科全书》
- 20 （Encyclopedia of Chemical Technology），第 12 卷，80 - 113 页，第三版，John Wiley&Sons）。这些聚合物可以是天然（生物聚合物）或合成聚合物。天然聚合物也常常被改性，以增强或赋予期望的性能。这些聚合物可以是离子的或非离子的。这些聚合物的应用范围从增稠剂、乳化剂和保护胶体，到增湿剂、成膜剂、粘合剂、抗静电剂和表
- 25 面活性剂。

- 对于这种个人护理配方，常用的聚合物是聚乙酸乙烯酯/巴豆酸、聚乙烯基醚/马来酸酐、聚乙烯吡咯烷酮以及它们的共聚物、丙烯酰胺、乙烯/丙烯酸、聚乙烯醇和聚乙二醇。特别值得注意的是，聚乙二醇广泛用于诸如增湿剂、增塑剂、润滑剂和湿润剂的多种用途，当以
- 30 乙氧基化物形式使用时用作表面活性剂。

 同时，在个人护理产品工业中，对基于尼龙的材料在这种配方中的应用已有很久的兴趣。尼龙在其诸如强度、韧性、耐磨性、润滑性

和耐化学性的理想性能上是公知的。它们从物理外观的角度看还具有非常好的光泽。此外，聚酰胺在化学上类似于蛋白质，应该能有助于包含它的配方在诸如皮肤和头发的表面上的润湿或散布。

然而，为了使聚酰胺适合于这些用途，它们必须有效地溶解在水和醇中，这在传统上就要求这种聚合物必须产生高极性。因此常用诸如胺、羟基、磺酸和羧酸以及它们的盐大量官能团来加溶尼龙聚合物。与该方法有关的一个主要缺点是，诸如酸和胺的反应性官能团常常与在其配方中或在最终使用期间接触到的其他酸和碱发生化学反应。这样会导致诸如溶解度的性能发生不希望的变化。水溶性聚合物的广泛综述包含在“水溶性聚合物 (Water Soluble Polymers)”，《聚合物科学与工程百科全书》(Encyclopedia of Polymer Science&Engineering)，第 17 卷，730 - 784 页，第二版，John Wiley&Sons(1989)中。

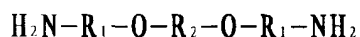
由于这些限制，聚酰胺作为掺入个人护理配方中的候选物并未得到广泛认可。更特别的是，衍生自聚氧乙烯二胺和二元羧酸的聚酰胺从未涉及个人护理配方。因此早就想掺入聚乙二醇的官能度和期望的聚酰胺性能，并利用聚乙二醇和聚酰胺二者共同的良好质量。所得聚醚酰胺将改善聚合物与蛋白质的相容性，从而赋予个人护理产品显著的优点。

本发明的一个目的是提供适于掺入个人护理产品配方中的水溶性和醇溶性聚酰胺。本发明的又一个目的是提供表现出良好的润湿性和光泽的、包含这种聚酰胺的个人护理产品。本发明的一个特征是将尼龙用于该用途，而不需掺入会导致不希望的副反应的官能团。本发明产品的另一个特征是它们保留了包括光泽、高含湿量等的感兴趣的性能。本发明的一个优点是，包括强度、润滑性和耐化学性的聚酰胺的许多有益特性可带入个人护理产品系列中。本发明的又一个优点是其对于各种个人护理用途的适应性。本发明的这些和其他目的、特征和优点将通过参考对本发明的描述得到更好的理解。

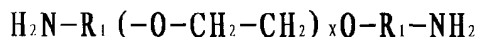
30 发明概述

本说明书公开和要求了一种个人护理配方，它包含(i)在 23℃下的溶解度至少为 0.5%(重量)，并由己二酸与分子量为 148 至 396 的、

由以下通式表示的醚二胺的反应衍生出的水溶性和醇溶性聚酰胺：



其中 R_1 和 R_2 为 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 或 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ ；



5 其中 R_1 为 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 或 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 和

X 具有 2 至 6 的平均值；以及它们的混合物；和

(ii) 有效量的一种或多种表面活性剂、分散剂、推进剂、溶剂和/或适于实现要求的配方的其他添加剂。

本领域普通技术人员可以理解的是，上述通式中的 R_1 通常是相同的，但也可以不同。

本说明书还公开和要求了含有水溶性和醇溶性聚酰胺的个人护理产品的制造方法。上述聚酰胺作为液体或颗粒形式形成。其中加入适合感兴趣的应用的合适基底材料。根据感兴趣的的应用可再次量体裁衣地掺入非必需的成分。例如在各种化妆品应用中，可加入一种或多种任何不同着色剂、染料、颜料等，以赋予最终产品感兴趣的顏色。

发明详述

应该认为的是，术语“个人护理配方”意图包含各种产品，包括但不限于喷发剂、化妆品（例如美容用品和口红）、除臭剂、洗发剂、
20 调理剂、增湿剂、防汗剂和乳油。这里公开的本发明代表了在这种个人护理配方中的显著进步，其中公开了适合掺入这些配方中的水溶性尼龙，以及使产品满足要求所必需的或理想的着色剂、pH 值调节剂、增稠剂、溶剂、表面活性剂等。

例如，喷发剂依靠树脂材料作为主要的固化剂。喷发剂通常提供一种或几种以下特性：头发定型性能；卷发保持性能；梳理时很少发
25 裂或粉末；快速干燥；不粘；光泽效果；洗发去除；无毒；和耐细菌污染。因此，除树脂材料外，可加入各种成分来实现这些目的，包括增塑剂或其他薄膜改性添加剂、溶剂体系和推进剂。与本发明（特别是与候选的产品，这里是喷发剂）有关的本领域普通技术人员很容易理解的，本发明的个人护理配方包括要求的水溶性尼龙材料，以及
30 适于喷发剂制造和使用的其他成分。此外，本领域普通技术人员将使用“有效量”的这些不同成分，意味着适于达到期望的效果的用量，

这是本领域公知的。通常在喷发剂中有用的水溶性尼龙用量为喷发剂配方的 1-25% (重量), 通常优选的为 2-15% (重量), 平衡量的上述各种成分提供配方的剩余重量百分比。当在其他产品系列, 例如化妆品或除臭剂中掺入此处的水溶性尼龙材料时, 也有类似的考虑。例如作为着色剂配方中的增稠剂, 一般可用约 3% (重量) (以及约 1-5% (重量) 的范围) 的水溶性尼龙。

在这里也可以采用上述聚酰胺与其他形成聚酰胺的共聚单体的共聚酰胺。这些其他形成尼龙的共聚单体可掺入此处描述的组合物和产物中, 只要这些共聚单体不对所得聚酰胺在水中的溶解度产生不利影响即可。这些添加的共聚单体可包括其他形成聚酰胺的共聚单体, 例如内酰胺、聚醚二胺、聚醚二酸、亚烷基二胺和亚烷基二羧酸。这些尼龙在水中的溶解度不仅受聚醚二胺的用量和二羧酸的性质的影响, 也受它们的分子量的影响。聚乙二醇二胺和二酸作为上述聚酰胺的形成聚酰胺的共聚单体是特别有益的。此外, 值得注意的其他个人护理配方包括其中上述水溶性和醇溶性聚酰胺是与己内酰胺和衍生自六亚甲基二胺或 2-甲基五亚甲基二胺和己二酸的聚酰胺或它们的混合物的共聚物的配方。

如果需要, 可使用诸如热稳定剂和紫外线稳定剂、抗氧化剂、增塑剂、润滑剂和催化剂的添加剂, 以提高聚合物的性能或有助于聚合过程。与本发明有关的本领域普通技术人员很容易理解到, 应该如何或以何种方式掺入这些添加剂。

此处公开的水溶性个人护理产品可采取任何产品形式, 并能大致归类为“液体”基产品和“固体”基产品。液体产品包括但不限于洗发剂、调理剂、增湿剂、除臭剂、防汗剂和乳油。固体产品包括但不限于化妆品材料和口红。在这些以及相关的应用中, 聚酰胺是对稠度、光泽重要的贡献者, 作为在其他理想性能中的粘合剂、粘度增稠剂、成膜剂和增湿成分。它们也为溶剂的选择提供了灵活性。

实施例

30 尼龙树脂的制备

尼龙聚合用本领域公知的标准尼龙聚合方法进行 (见 Kohan, M. I., “尼龙塑料手册 (Nylon Plastics Handbook)”,

Hansen/Gardner Publications, Inc., 1995 年, 17-20 和 34-45 页)。本领域公知的是, 各成分的化学计量用 pH 值测量来确定和控制。通过相对粘度(RV)指示的聚合期间的分子量通过控制 pH 值, 用大气、氮气或减压后的真空整理来控制。通常将熔融的聚合物在水中急冷, 然后切成片。然而, 因为这些尼龙是水溶性的, 因此熔融聚合物既可在环境条件下冷却, 也可放在研磨的干冰床上冷却。

5 试验

用 Brookfield Viscometer 在 25℃ 下测量在 8.4% 甲酸溶液中的相对粘度(RV)。

在室温下混和并搅拌 10% (重量) 聚合物和 90% (重量) 去离子水, 测量 10% 浓度下在室温(23℃)水中的溶解度。将溶液置于室温下并观察溶液的任何沉淀迹象。

15 比较例 A

在装有搅拌器的烧杯中, 将 300ml 去离子水与 222.0g 三甘醇二胺 ($\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$) 混和并搅拌加热到 60-70℃。向混合物中缓慢加入 345.0g 十二烷二酸。加入另外 200ml 去离子水。当所有十二烷二酸都溶解后, 通过加入 4.1g 三甘醇二胺 (TEGD) 将 pH 值调节到 7.15。然后将溶液引入 3785ml 的高压釜中, 缓慢加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排出蒸汽, 同时继续加热。当料温达到 225℃ 时, 蒸汽排出量增加, 用 45 分钟将压力降低到大气压, 但压降速度应使料温继续升高, 使其浓缩。然后将聚合物置于 21.0" 真空下 60 分钟。60 分钟后的料温为 270℃。然后用氮气将高压釜升压, 从高压釜中取出聚合物并置于盘中。将聚合物冷却到室温。该聚合物具有 15.7 的相对粘度。

用与比较例 A 相同的方法 (但本领域普通技术人员可适当地略微改变温度、真空度和保持时间, 以获得期望的分子量), 用合适成分制备比较例 B 和 C。结果如下。

试样	组合物	催化剂	RV	溶解度
比较例 C	TEGD, 9	无	14.9	不可溶
比较例 B	TEGD, 10	无	13.3	不可溶
比较例 A	TEGD, 12	无	15.7	不可溶

实施例 1

在装有搅拌器的烧杯中，将 300ml 去离子水与 444.0g TEGD 混和并搅拌加热到 60-70℃。向混合物中缓慢加入 438.0g 己二酸。加入另外 100ml 去离子水。当所有己二酸都溶解后，通过加入 7.2g TEGD 将 pH 值调节到 7.25。然后将溶液引入 3785ml 的高压釜中，缓慢加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排出蒸汽，同时继续加热。当料温达到 225℃时，蒸汽排出量增加，用 45 分钟将压力降低到大气压，但压降速度应使料温继续升高，使其浓缩。然后将聚合物置于 19.5"真空下 60 分钟。60 分钟后的料温为 270℃。然后用氮气将高压釜升压，从高压釜中取出聚合物并置于盘中。将聚合物冷却到室温。该聚合物的 RV 为 12.9。

实施例 2

在装有搅拌器的烧杯中，将 1997.0g 去离子水与 740.0g TEGD 混和并搅拌。向混合物中缓慢加入 730.0g 己二酸。当所有己二酸都溶解后，加入 0.37g 次磷酸钠一水合物（SHP 一水合物）。盐溶液的 pH 值为 7.10。然后将 830.0g 的部分盐引入 3785ml 的高压釜中，缓慢加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排出蒸汽，同时继续加热。当料温达到 225℃时，蒸汽排出量增加，用 45 分钟将压力降低到大气压，但压降速度应使料温继续升高，使其浓缩。然后将聚合物置于大气条件下 20 分钟。20 分钟后的料温为 255℃。然后用氮气吹扫高压釜，从高压釜中取出聚合物并置于铺有研磨的干冰的盘中。该聚合物的 RV 为 14.0。

在与实施例 2 相同的条件下制备实施例 3 和实施例 4，不同的是用真空进行整理步骤。结果如下。

试样	组合物	催化剂 (1)	RV	溶解度
实施例 1	TEGD, 6	无	12.9	可溶
实施例 2	TEGD, 6	210ppm	14.0	可溶
实施例 3	TEGD, 6	349ppm	20.5	可溶
实施例 4	TEGD, 6	210ppm	22.8	可溶

(1) 次磷酸钠一水合物

实施例 1 至 4 和比较例 A、B 和 C 表明, 向聚合物中仅掺入醚胺段不足以达到在水中的溶解度。为了获得水溶性尼龙, 需要适当选择二羧酸结构。

5

实施例 5

在装有搅拌器的烧杯中, 将 300ml 去离子水与 278.2g TEGD 混和并搅拌加热到 60-70℃。向混合物中缓慢加入 274.5g 己二酸。当己二酸溶解后, 加入浓度为 81.86% (重量) 的 269.0g 己内酰胺溶液。然后通过加入 4.1g TEGD 将 pH 值调节到 7.35。然后将溶液引入 3785ml 的高压釜中, 缓慢加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排出蒸汽, 同时继续加热。当料温达到 225℃时, 蒸汽排出量增加, 用 45 分钟将压力降低到大气压, 但压降速度应使料温继续升高, 使其浓缩。然后将聚合物置于 22.0"至 22.5"真空下 60 分钟。60 分钟后的料温为 268℃。然后用氮气将高压釜升压, 从高压釜中取出聚合物并置于盘中。将聚合物冷却到室温。该聚合物的 RV 为 17.7。结果如下。

10
15

试样	组合物	摩尔比	催化剂 (1)	RV	溶解度
实施例 5	TEGD, 6/6	50/50	无	17.7	可溶
实施例 6	TEGD, 6/6	50/50	349ppm	25.6	可溶 (2)
实施例 7	TEGD, 6/6	70/30	无	15.3	可溶
实施例 8	TEGD, 6/6	80/20	无	14.1	可溶
比较例 D	TEGD, 6/6	40/60	无	19.0	不可溶

(1) 次磷酸钠一水合物

(2) 可溶, 但溶液的形成比实施例 5 慢得多。

5 实施例 5、6、7、8 和比较例 D 表明, 共聚单体的比例影响共聚物在水中的溶解度。实施例 5 和实施例 6 还表明, 聚合物的 RV (分子量) 也影响溶液的形成速度。分子量越高, 溶解速度越慢。

实施例 9 - 11 和比较例 E、F、G 和 H

10 用与前述实施例相同的方法, 并如上所述控制 RV, 用尼龙 66、尼龙 46 和 2-甲基五亚甲基二胺, 6 制备不同共聚物。结果如下。

试样	组合物 (1)	摩尔比	催化剂 (2)	RV	溶解度
实施例 9	TEGD, 6/6, 6	90/10	无	14.1	可溶
比较例 E	TEGD, 6/6, 6	80/20	无	15.5	不溶
比较例 F	TEGD, 6/6, 6	70/30	152ppm	16.5	不溶
实施例 10	TEGD, 6/2MPMD, 6	70/30	无	15.1	可溶
比较例 G	TEGD, 6/2MPMD, 6	65/35	无	17.7	不溶
实施例 11	TEGD, 6/4, 6	70/30	无	9.4	可溶
比较例 H	TEGD, 6/4, 6	50/50	无	10.5	不溶

(1) 2MPMD 指 2-甲基五亚甲基二胺

(2) 次磷酸钠一水合物

15 实施例 9、10、11 和比较例 E、F、G 和 H 又一次表明, 共聚物在水中的溶解度取决于所用共聚单体的类型和数量。

实施例 12

20 在装有搅拌器的烧杯中, 将 500ml 去离子水与 264.0g 1,2-双(γ-氨基丙氧基)乙烷 ($\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$) 混合并搅拌加热到 60-70℃。向混合物中缓慢加入 219.0g 己二酸。当

己二酸溶解后, 通过加入 26.0g 1,2-双(γ -氨基丙氧基)乙烷(BGAE)和 5.0g 己二酸将 pH 值调节到 7.12。与本发明有关的本领域普通技术人员很容易理解的是, 可利用不同等级的 BGAE (以及下述的 POE-DPA 220), 以及与之相关的具有不同单胺和三胺含量的那些。然而这些副
5 产品对 pH 值的调节影响很小, 使得很容易达到感兴趣的 pH 值。这一点会影响聚合方法, 需要对该方法进行一定的调节, 以实现期望的分子量, 这也是本领域普通技术人员很容易理解的。然后将溶液引入 3785ml 的高压釜中, 缓慢加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排出蒸汽, 同时继续加热。当料温达到 225℃时, 蒸汽排出量
10 增加, 用 45 分钟将压力降低到大气压, 但压降速度应使料温继续升高, 使其浓缩。然后将聚合物置于 21-22"真空下 60 分钟。60 分钟后的料温为 258℃。然后用氮气将高压釜升压, 从高压釜中取出聚合物并置于盘中。将聚合物冷却到室温。该聚合物的 RV 为 7.7。

15 实施例 13

在装有搅拌器的烧杯中, 将 500ml 去离子水、246.4g BGAE 和 82.0g 浓度为 82.68% (重量) 的己内酰胺溶液混和并搅拌加热到 60-70℃。向混合物中缓慢加入 204.4g 己二酸。当己二酸溶解后, 通过加入 19.5g BGAE 将 pH 值调节到 7.09。然后将溶液引入 3785ml 的高压釜中, 缓慢
20 加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排出蒸汽, 同时继续加热。当料温达到 225℃时, 蒸汽排出量增加, 用 45 分钟将压力降低到大气压, 但压降速度应使料温继续升高, 使其浓缩。然后将聚合物置于 21"真空下 60 分钟。60 分钟后的料温为 264℃。然后用氮气将高压釜升压, 从高压釜中取出聚合物并置于盘中。将聚合物冷却到
25 室温。该聚合物的 RV 为 8.7。

比较例 I

在装有搅拌器的烧杯中, 将 500ml 去离子水、211.2g BGAE 和 164.0g 浓度为 82.68% (重量) 的己内酰胺溶液混和并搅拌加热到 60
30 -70℃。向混合物中缓慢加入 175.2g 己二酸。当己二酸溶解后, 通过加入 12.0g BGAE 将 pH 值调节到 7.15。然后将溶液引入 3785ml 的高压釜中, 缓慢加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排

出蒸汽，同时继续加热。当料温达到 225℃时，蒸汽排出量增加，用 45 分钟将压力降低到大气压，但压降速度应使料温继续升高，使其浓缩。然后将聚合物置于 18-19"真空下 60 分钟。60 分钟后的料温为 264℃。然后用氮气将高压釜升压，从高压釜中取出聚合物并置于盘中。将聚合物冷却到室温。该聚合物的 RV 为 10.7。结果如下。

试样	组合物 (1)	摩尔比	RV	溶解度
实施例 12	BGAE, 6		7.7	可溶
实施例 13	BGAE, 6/6	70/30	8.7	可溶
比较例 I	BGAE, 6/6	50/50	10.7	不溶

(1) BGAE 是 1,2-双(γ-氨基丙氧基)乙烷的缩写

实施例 12、13 和比较例 I 表明，用 BGAE 代替 TEGD 也能得到水溶性聚酰胺。此外，BGAE, 6 的共聚物的表现与 TEGD, 6 的共聚物类似。

10

实施例 14

在装有搅拌器的烧杯中，将 300ml 去离子水和 176.0g POE-DPA 220 混和并搅拌加热到 60-70℃。该二伯胺具有以下结构 ($H_2N-CH_2-CH_2-CH_2-[聚氧乙烯]-CH_2-CH_2-CH_2-NH_2$)，其中聚氧乙烯单元是 ($O-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-O$)，并具有 220 的分子量。向混合物中缓慢加入 116.8g 己二酸。溶液的 pH 值为 6.99。向溶液加入 0.074g 次磷酸钠一水合物。然后将该盐溶液引入 3785ml 的高压釜中，缓慢加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排出蒸汽，同时继续加热。当料温达到 225℃时，蒸汽排出量增加，用 45 分钟将压力降低到大气压，但压降速度应使料温继续升高，使其浓缩。然后将聚合物在大气压下放置 20 分钟。20 分钟后的料温为 249℃。然后用氮气吹扫高压釜，从高压釜中取出聚合物并置于干冰盘中。该聚合物的 RV 为 7.8，并在室温下可溶于水。

25 比较例 J

在装有搅拌器的烧杯中，将 200ml 去离子水和 88.0g POE-DPA 220

混和并搅拌加热到 60-70℃。向混合物中缓慢加入 58.4g 己二酸。通过加入 5.0g POE-DPA 220 将溶液 pH 值调节到 6.72。向溶液加入 117.6g 浓度为 74.69% (重量) 的己内酰胺溶液、186.8g 浓度为 31.35% (重量) 的尼龙 6,6 和 0.88g 次磷酸钠一水合物。然后将该盐溶液引入 3785ml 的高压釜中, 缓慢加热溶液至高压釜中的压力达到 250psig。此时缓慢排出蒸汽, 同时继续加热。当料温达到 225℃ 时, 蒸汽排出量增加, 用 45 分钟将压力降低到大气压, 但压降速度应使料温继续升高, 使其浓缩。然后将聚合物在大气压下放置 18 分钟。18 分钟后的料温为 260℃。然后用氮气吹扫高压釜, 从高压釜中取出聚合物并置于干冰盘中。该聚合物的 RV 为 12.5。

用与比较例 J 相同的方法, 并如上所述地控制 RV, 用 POE-DPA514 (分子量 514) 和 POE-DPA1114 (分子量 1114) 制备比较例 K 和 L。结果如下。

试样	组合物 (1)	盐的重量百分比	催化剂	RV	溶解度
比较例 J	POE-DPA220, 6/6, 6/6	50/20/30	0.30% (重量)	12.5	不溶
比较例 K	POE-DPA514, 6/6, 6/6	50/20/30	0.30% (重量)	15.9	不溶
比较例 L	POE-DPA1114, 6/6, 6/6	50/20/30	0.29% (重量)	16.4	不溶

比较例 J、K 和 L 是含有聚醚胺的聚合物, 并作为水溶性聚合物描述在 US 4323639 和 US 5688632 中。这些比较例表明, US 4323639 和 US 5688632 中描述的水溶性尼龙不是水溶性的, 不能用于本发明的用途。

很容易明白的是, 可对此处公开和要求的主题进行许多变化和修改, 并在本发明的范围和权限的预料中。