

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

(22) Data de pedido: 2007.05.31	(73) Titular(es): mitsubishi gas chemical company, inc. 5-2, MARUNOUCHI 2-CHOME CHIYODA-KU TOKYO 100-8324 JP
(30) Prioridade(s): 2006.05.31 JP 2006151663 2006.08.30 JP 2006233467	
(43) Data de publicação do pedido: 2009.02.18	(72) Inventor(es): RYOJI OTAKI JUN MITADERA TOMONORI KATO TOMOMICHI KANDA JP JP JP JP
(45) Data e BPI da concessão: 2017.02.15 060/2017	(74) Mandatário: VASCO STILLWELL DE ANDRADE RUA CASTILHO, 165 1070-050 LISBOA PT

(54) Epígrafe: **COMPOSIÇÃO DE RESINA DE POLIAMIDA**

(57) Resumo:

UMA COMPOSIÇÃO DE RESINA DE POLIAMIDA CONTÉM UM COMPONENTE DE RESINA CONTENDO PELO MENOS UMA POLIAMIDA (X) E UM SAL METÁLICO DE ÁCIDO GORDO COM 10 A 50 ÁTOMOS DE CARBONO, E CONTÉM ARBITRARIAMENTE UM ADITIVO (A) E/OU UM ADITIVO (B). A POLIAMIDA (X) É OBTIDA ATRAVÉS DE POLICONDENSAÇÃO POR FUSÃO DE UM COMPONENTE DE DIAMINA CONTENDO 70 % EM MOLE OU MAIS DE M-XILILENODIAMINA E UM COMPONENTE DE ÁCIDO DICARBOXÍLICO CONTENDO 70 % EM MOLE OU MAIS DE UM ÁCIDO DICARBOXÍLICO ALIFÁTICO,-LINEAR. O ADITIVO (A) É PELO MENOS UM COMPOSTO SELECIONADO A PARTIR DO GRUPO QUE CONSISTE NUM COMPOSTO DE DIAMIDA OBTIDO A PARTIR DE UM ÁCIDO GORDO COM 8 A 30 ÁTOMOS DE CARBONO E UMA DIAMINA COM 2 A 10 ÁTOMOS DE CARBONO, UM COMPOSTO DE DIÉSTER OBTIDO A PARTIR DE UM ÁCIDO GORDO COM 8 A 30 ÁTOMOS DE CARBONO E UM DIOL COM 2 A 10 ÁTOMOS DE CARBONO E UM TENSIOATIVO, E O ADITIVO (B) É PELO MENOS UM COMPOSTO SELECIONADO A PARTIR DO GRUPO QUE CONSISTE NUM HIDRÓXIDO METÁLICO, NUM SAL DE ACETATO METÁLICO, NUM ALCÓXIDO METÁLICO, NUM SAL DE CARBONATO METÁLICO E NUM ÁCIDO GORDO.

RESUMO

COMPOSIÇÃO DE RESINA DE POLIAMIDA

Uma composição de resina de poliamida contém um componente de resina contendo pelo menos uma poliamida (X) e um sal metálico de ácido gordo com 10 a 50 átomos de carbono, e contém arbitrariamente um aditivo (A) e/ou um aditivo (B). A poliamida (X) é obtida através de policondensação por fusão de um componente de diamina contendo 70 % em mole ou mais de m-xililenodiamina e um componente de ácido dicarboxílico contendo 70 % em mole ou mais de um ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear. O aditivo (A) é pelo menos um composto selecionado a partir do grupo que consiste num composto de diamida obtido a partir de um ácido gordo com 8 a 30 átomos de carbono e uma diamina com 2 a 10 átomos de carbono, um composto de diéster obtido a partir de um ácido gordo com 8 a 30 átomos de carbono e um diol com 2 a 10 átomos de carbono e um tensioativo, e o aditivo (B) é pelo menos um composto selecionado a partir do grupo que consiste num hidróxido metálico, num sal de acetato metálico, num alcóxido metálico, num sal de carbonato metálico e num ácido gordo.

DESCRIÇÃO

COMPOSIÇÃO DE RESINA DE POLIAMIDA

[Campo Técnico]

A presente invenção refere-se a uma composição de resina que contém uma poliamida com um grupo m-xilileno e, dependendo da necessidade, outra poliamida na cadeia principal da mesma. Mais especificamente, refere-se a uma composição de resina de poliamida que tem um tom de cor favorável, contém uma menor quantidade de gel, e pode ser submetida ao processo de extrusão por fusão de forma estável durante um período de tempo prolongado.

[Antecedentes da Técnica]

Um material de acondicionamento para alimentos, bebidas e afins tem de ter funções, tais como resistência, resistência a fracionamento, resistência ao calor e afins para a proteção do conteúdo na distribuição, no armazenamento, tal como refrigeração e afins, e nos tratamentos, tal como esterilização térmica e afins, e igualmente tem de ter uma grande variedade de funções, tal como excelente transparência e afins para a confirmação do conteúdo. Além disso, nos últimos anos, tem sido exigida uma propriedade de barreira contra oxigénio para impedir a invasão do oxigénio a partir do exterior de modo a conter a oxidação dos alimentos, uma propriedade de barreira contra dióxido de carbono e uma propriedade de barreira contra vários tipos de componentes aromáticos e afins.

Uma poliolefina, tal como polietileno, polipropileno e afins, um poliéster, tal como politereftalato de etileno, e uma poliamida alifática, tal como nylon 6, foram bastante utilizados como um material de acondicionamento devido às boas capacidades de manuseamento e processamento, excelente transparência e propriedades mecânicas de uma chapa ou película obtida daí. Contudo, são maus em termos de

propriedade de barreira contra uma substância gasosa, tal como oxigénio e afins, e como tal têm esses problemas de o conteúdo estar sujeito a sofrer degradação por oxidação, e os componentes aromáticos e o dióxido de carbono estarem sujeitos a penetrar pelos mesmos de modo a encurtar o período de expiração do conteúdo.

Um recipiente de plástico (tal como uma garrafa) que contém sobretudo um poliéster, tal como um politereftalato de etileno (PET) e afins, tem sido bastante utilizado para chá, bebidas de fruta, bebidas gaseificadas e afins. A proporção de uma garrafa de plástico pequena dentro dos recipientes de plástico aumenta a cada ano. A relação da área de superfície por unidade de volume do conteúdo aumenta diminuindo o tamanho da garrafa e, por conseguinte, existe uma tendência para encurtar o período de expiração do conteúdo quando o tamanho da garrafa diminui. Além disso, nos últimos anos, a cerveja, que está sujeita a receber efeitos de oxigénio e luz, é comercializada numa garrafa de plástico, e o chá numa garrafa de plástico é comercializado num estado aquecido, que expande a gama de aplicação dos recipientes de plástico. Nestas circunstâncias, é necessário melhorar mais a propriedade de barreira contra gás de um recipiente de plástico.

Para melhorar a propriedade de barreira contra uma substância gasosa, tal como oxigénio, é utilizada uma película ou afins formados pela combinação das resinas termoplásticas mencionadas acima com uma resina de barreira contra gás, tal como cloreto de vinilideno, um copolímero de álcool de etileno-vinil, álcool de polivinil e afins. Contudo, uma película que contém cloreto de vinilideno é excelente na propriedade de barreira contra gás independentemente das condições de armazenamento, mas tem o problema de gerar dioxina através da combustão para contaminar os ambientes. Um copolímero de álcool de etileno-vinil e álcool de polivinil estão livres do

problema mencionado acima de contaminação ambiental. Contudo, uma película formada a partir daí apresenta uma excelente propriedade de barreira contra gás num ambiente de uma temperatura relativamente baixa, mas existe uma tendência para diminuir a propriedade de barreira contra gás consideravelmente no caso onde o conteúdo a ser mantido tem uma elevada atividade de água ou é mantido num ambiente de elevada humidade, ou a película é submetida a um tratamento de esterilização térmica após o carregamento do conteúdo, pelo que pode existir um problema na estabilidade de armazenamento do conteúdo.

Como um material excelente em termos de propriedade de barreira contra gás, foi conhecida uma poliamida que contém um grupo m-xilileno na cadeia principal da mesma obtida através de reação de policondensação de m-xililenodiamina e um ácido dicarboxílico alifático, tal como poliamida MXD6 obtida a partir de m-xililenodiamina e ácido adípico. A poliamina que contém o grupo m-xililenodiamina é bastante utilizada como plásticos de engenharia devido à elevada rigidez e às excelentes propriedades térmica e processabilidade de moldagem. A mesma apresenta uma elevada propriedade de barreira contra uma substância gasosa, tal como oxigénio ou gás de dióxido de carbono e afins, devido ao grupo m-xilileno na cadeia principal de polímero, e é utilizada como um material de barreira de gás para vários materiais de acondicionamento, tais como uma película, uma garrafa, uma chapa e afins, combinando com várias resinas, tal como politereftalato de etileno e afins. Contudo, na moldagem da poliamida que contém o grupo m-xilileno numa película, numa chapa, numa garrafa e afins, o ar pode ser arrastado após o processamento por fusão para formar bolhas, ou pode ocorrer uma falha de aspeto, tais como riscas prateadas, fluxos irregulares e afins, a menos que as condições de moldagem, tais como o formato da rosca, a temperatura, a contrapressão e afins, sejam definidas

corretamente. No caso em que uma grande quantidade de pó é contida nos péletes, particularmente, existe uma tendência para estes fenômenos poderem ocorrer com frequência, e é necessário um melhoramento.

Para impedir a ocorrência do arrastamento de ar no processo de moldagem, em geral, foi necessário fornecer essas medidas para que o lado inferior da tremonha seja arrefecido de modo a diminuir a temperatura do cilindro da extrusora, o número de rotação da rosca seja diminuído, a contrapressão seja aumentada no caso de moldagem por injeção, e afins (consulte o Documento de Não patente 1), mas apesar destas medidas serem tomadas, existem casos em que a ocorrência do arrastamento de ar não pode ser suficientemente impedida devido ao formato defeituoso da rosca, e existe um problema de deterioração na produção de produtos.

Uma composição de resina de poliamida excelente em termos de propriedade de extrusão que sofre menos irregularidade na ejeção e pode diminuir a força de extrusão após a moldagem por extrusão por fusão foi divulgada (consulte o Documento de Patente 1). Embora a técnica possa melhorar a propriedade de extrusão após a moldagem por extrusão, existem casos em que não é possível impedir a ocorrência do arrastamento de ar dependendo do formato da rosca. Além disso, não existe nenhum estudo relacionado com a moldagem por injeção.

Uma vez que uma poliamida que contém o grupo m-xilileno tem cristalinidade, existem casos onde a mesma é branqueada devido à cristalização imediatamente após a moldagem para diminuir a transparência do produto resultante a menos que as condições de moldagem, tal como uma temperatura de extrusão, uma temperatura de arrefecimento e um tempo de arrefecimento, sejam definidas corretamente. Para impedir o branqueamento devido a cristalização imediatamente após a moldagem, pode ser

obtido um determinado grau de melhoramento diminuindo a temperatura de arrefecimento ou prolongando o tempo de arrefecimento, mas as medidas fornecem um problema de deterioração na economia devido ao tempo de ciclo prolongado. Além disso, num aparelho assim em que a temperatura de arrefecimento não pode ser suficientemente diminuída, ou o tempo de arrefecimento não pode ser prolongado, devido à especificação do aparelho, não é possível utilizar a poliamida que contém o grupo m-xilileno.

É divulgado um artigo moldado de poliamida que contém poliamida de polimerização de fase sólida MXD6 que sofre menos branqueamento no armazenamento numa elevada humidade, na entrada em contacto com água ou água fervente, ou no aquecimento até uma temperatura da temperatura de transição vítrea ou superior (consulte o Documento de Patente 2), mas não existe nenhum estudo relacionado com a prevenção de cristalização imediatamente após moldagem, e uma poliamida que não é formada através de polimerização de fase sólida.

Numa poliamida que contém o grupo m-xilileno, o carbono na α -posição do anel de benzeno (carbono benzílico) está sujeito a ser um radical, e por isso é mau em termos de estabilidade térmica em comparação com uma poliamida, tal como nylon 6. Em conformidade, foram efetuadas várias propostas relacionadas com o melhoramento na estabilidade térmica no processo de produção ou moldagem por extrusão.

Por exemplo, para a produção de uma poliamida que contém o grupo m-xilileno com um quantidade inferior de gel, é importante executar a policondensação de maneira que o peso molecular pretendido seja rapidamente obtido ao mesmo tempo em que a história térmica é reduzida o mais possível. Para reduzir a história térmica, é eficaz executar a reação de amidação rapidamente adicionando um composto com um efeito catalítico no sistema de policondensação.

Como o composto que catalisa a reação de amidação, é amplamente conhecido um composto que contém átomo de fósforo. Um método assim foi anteriormente proposto, em que a policondensação para a produção de uma poliamida é realizada na presença de um composto que contém átomo de fósforo e um composto de metal alcalino (consulte, por exemplo, o Documento de Patente 3). O composto que contém átomo de fósforo não só acelera a reação de amidação, como também funciona como um antioxidante que impede a coloração da poliamida devido ao oxigênio presente no sistema de policondensação, e por conseguinte pode ser obtida uma poliamida com uma quantidade inferior de gel e um baixo grau de tom amarelado. Contudo, o composto pode provocar a formação de uma estrutura tridimensional (gelificação) em alguns casos, e deste modo uma quantidade de adição adequada é necessariamente selecionada.

No caso em que uma poliamida com um composto que contém átomo de fósforo adicionado na etapa de policondensação é novamente fundida e moldada numa extrusora ou afins, existem casos em que a pressão de resina é gradualmente aumentada para falhar a execução de uma operação estável. Como resultado da pesquisa sobre as razões para esse fim pelos inventores, foi descoberto que o composto que contém átomo de fósforo contido na poliamida no filtro montado na porta de descarga da extrusora é desnaturado e depositado para obstruir o filtro através da ligação ao mesmo.

Um método assim foi proposto para impedir a obstrução do filtro através da diminuição da quantidade de adição do composto que contém átomo de fósforo, do composto de metal alcalino e afins adicionados à poliamida (consulte, por exemplo, o Documento de Patente 4). Contudo, este método é diferente da presente invenção, que presta atenção à desnaturação do composto que contém átomo de fósforo. Além disso, neste método, uma vez que a quantidade de adição do

composto que contém átomo de fósforo para impedir a coloração da poliamida é pequena, a poliamida resultante tem a cor amarela e tem um baixo valor de utilidade como um material de acondicionamento.

Foi proposto um método para impedir a gelificação de uma poliamida adicionando 0,0005 a 0,5 partes em peso de pelo menos um tipo selecionado a partir de um lubrificante, um estabilizador de fósforo orgânico, um composto de fenol impedido e um composto de amina impedida na moldagem de uma poliamida (consulte, por exemplo, o Documento de Patente 5). Contudo, este método refere-se à prevenção de gelificação da poliamida devido à história térmica durante o processo de moldagem, mas não existe nenhuma divulgação relacionada com a obstrução do filtro imputável à desnaturação do composto que contém átomo de fósforo na poliamida.

Uma poliamida que contém o grupo m-xilileno tem vários problemas na aplicação, uma vez que se destina a uma finalidade que necessita de flexibilidade, tal como uma película e afins, devido à rigidez consideravelmente elevada da mesma. Para melhorar a propriedade, foram feitas várias propostas para satisfazer tanto a propriedade de barreira contra gás como a flexibilidade através da mistura por fusão de uma poliamida normal excelente em termos de flexibilidade, tal como nylon 6, nylon 666 e afins, com a poliamida que contém o grupo m-xilileno, ou através da formação de uma estrutura de múltiplas camadas com a mesma (consulte, por exemplo, os Documentos de Patente 6 a 8).

Contudo, quando a poliamida que contém o grupo m-xilileno é misturada com outro nylon, existem casos em que a viscosidade de fusão é aumentada muito para além do valor que é esperado a partir da média aritmética. Como uma medida para a prevenção do fenómeno, foi proposto que a diferença na concentração entre o grupo carboxilo final e o grupo amino final na composição de resina de poliamida após

a mistura por fusão tenha uma determinada relação com a concentração do átomo de fósforo contido na composição de resina de poliamida após a mistura por fusão (consulte, por exemplo, o Documento de Patente 9). Neste método, para impedir o avanço da amidação no estado fundido, o equilíbrio dos grupos finais da poliamida é definido para tornar um deles excessivo, ou a quantidade do composto de fósforo capaz de funcionar como um catalisador de amidação é diminuída, pelo que o aumento na viscosidade de fusão devido ao aumento do peso molecular é impedido de ocorrer. Contudo, na produção de uma poliamida utilizada para um material de acondicionamento e afins, não é possível obter um grau de polimerização suficiente a menos que a relação molar de reação entre o componente de diamina e o ácido dicarboxílico se encontre, o mais possível, perto de 1. Em conformidade, neste método, é praticamente necessário diminuir a concentração do átomo de fósforo na poliamida para um nível baixo. No caso em que a concentração do átomo de fósforo no sistema de polimerização é baixo, o tempo de reação de polimerização para fornecer um peso molecular suficiente é prolongado, e a poliamida resultante tem um grau de tom amarelado aumentado e contém uma grande quantidade de gel devido a oxidação do polímero, pelo que os produtos obtidos através do método, tal como um material de acondicionamento e afins, consequentemente são maus em termos de valor comercial.

Os inventores descobriram que a viscosidade de fusão do produto misturado por fusão da poliamida que contém o grupo m-xilileno e outro nylon varia em alguns casos dependendo da história de produção, da condição de armazenamento, do período de armazenamento e afins da poliamida que contém o grupo m-xilileno apesar de as viscosidades de fusão, as concentrações de átomo de fósforo, as concentrações de grupo final e afins dos materiais iniciais serem as mesmas. O problema, que não é

divulgado não só no Documento de Patente 9, como igualmente em nenhum documento, é necessariamente resolvido do ponto de vista da estabilidade do processo de extrusão.

[Documento de Patente 1] JP-A-10-147711

[Documento de Patente 2] JP-A-2000-248176

[Documento de Patente 3] JP-A-49-45960

[Documento de Patente 4] JP-A-2005-194328

[Documento de Patente 5] JP-A-2001-164109

[Documento de Patente 6] JP-A-11-334006

[Documento de Patente 7] JP-A-2000-211665

[Documento de Patente 8] JP-A-2003-011307

[Documento de Patente 9] JP-A-7-247422

[Documento de Não patente 1] "Shiritai Shashutsu Seikei" (*Learning Injection Molding*), publicado por Japan Machinist Co., Ltd.

[Divulgação da Invenção]

Um objetivo da presente invenção é resolver os problemas mencionados acima e fornecer uma composição de resina de poliamida que contenha uma poliamida com um grupo m-xilileno e, dependendo da necessidade, outra poliamida, e tenha uma quantidade inferior de gel, sofra menos coloração, e possa ser estavelmente submetida ao processo de moldagem durante um período de tempo prolongado. Outro objetivo da presente invenção é fornecer uma composição de resina de poliamida excelente em processabilidade de moldagem e produtividade que sofra menos influência de condições de moldagem, tal como um formato de rosca e afins, e não origine nenhuma bolha, não só na moldagem por extrusão, como também na moldagem por injeção. Outro objetivo ainda da presente invenção é fornecer uma composição de resina de poliamida que tenha uma boa propriedade de barreira numa condição de elevada humidade, e não sofra nenhum branqueamento devido a cristalização imediatamente após a moldagem, fornecendo assim um artigo moldado excelente em termos de transparência.

Como um resultado de investigações sérias efetuadas pelos inventores, os inventores descobriram que uma composição de resina de poliamida contendo uma poliamida que contém o grupo m-xilileno obtida através de policondensação na presença de um composto que contém átomo de fósforo misturado com um sal metálico de ácido gordo e, dependendo da necessidade, outro aditivo não causa nenhuma obstrução de um filtro para permitir uma operação contínua estável durante um período de tempo prolongado, fornece um artigo moldado com bom aspecto que sofre menos gelificação e coloração, é excelente em processabilidade de moldagem e produtividade, e fornece um artigo moldado que é excelente em termos de transparência e propriedade de barreira contra gás numa condição de elevada humidade. Além disso, os inventores descobriram que uma composição de resina de poliamida contendo uma poliamida que contém o grupo m-xilileno obtida através de policondensação na presença de um composto que contém átomo de fósforo misturado com um sal metálico de ácido gordo e, dependendo da necessidade, outro aditivo não mostra nenhum aumento anormal da viscosidade de fusão para permitir uma operação contínua estável durante um período de tempo prolongado, e fornece um artigo moldado com bom aspecto que sofre menos gelificação e coloração. A presente invenção baseia-se nestas descobertas.

Em conformidade, a presente invenção refere-se a uma composição de resina de poliamida que contém um componente de resina contendo uma poliamida (X) obtida através de policondensação por fusão de um componente de diamina contendo 70 % em mole ou mais de m-xililenodiamina e um componente de ácido dicarboxílico contendo 70 % em mole ou mais de um ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear, e um sal metálico de ácido gordo com 10 a 50 átomos de carbono, e contém um aditivo (A), o aditivo (A) sendo tensioativo.

[Modo Preferencial para a realização da Invenção]

A composição de resina de poliamida da presente invenção contém um componente de resina contendo uma poliamida (X), que é obtida através de policondensação de um componente de diamina contendo 70 % em mole ou mais de m-xililenodiamina e um componente de ácido dicarboxílico contendo 70 % em mole ou mais de um ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear, um sal metálico de ácido gordo com 10 a 50 átomos de carbono, e um aditivo (A) sendo um tensioativo.

O componente de diamina que constitui a poliamida (X) contém preferencialmente m-xililenodiamina numa quantidade de 70 % em mole ou mais, mais preferencialmente 75 % em mole ou mais, ainda mais preferencialmente 80 % em mole ou mais, e particularmente de preferência 90 % em mole ou mais (incluindo 100 % em mole). No caso em que a quantidade de m-xililenodiamina no componente de diamina é de 70 % em mole ou mais, a poliamida resultante apresenta uma excelente propriedade de barreira contra gás. Os exemplos de uma diamina diferente de m-xililenodiamina incluem uma diamina alifática, tais como tetrametilenodiamina, pentametilenodiamina, 2-metil-1,5-pentanodiamina, hexametilenodiamina, heptametilenodiamina, octametilenodiamina, nonametilenodiamina, decametilenodiamina, dodecametilenodiamina, 2,2,4-trimetilhexametilenodiamina, 2,4,4-trimetilhexametilenodiamina e afins; uma diamina alicíclica, tais como 1,3-bis(aminometil)ciclohexano, 1,4-bis(aminometil)ciclohexano, 1,3-diaminociclohexano, 1,4-diaminociclohexano, bis(4-aminociclohexil)metano, 2,2-bis(4-aminociclohexil)propano, bis(aminometil)decalina, bis(aminometil)triciclododecano e afins; uma diamina tendo um anel aromático, tais como bis(4-aminofenil)éter, p-fenilenodiamina, p-xililenodiamina, bis(aminometil)naftaleno e afins, mas não se limitam a isso.

O componente de ácido dicarboxílico que constitui a

poliamida (X) contém preferencialmente um ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear numa quantidade de 70 % em mole ou mais, mais preferencialmente 75 % em mole ou mais, ainda mais preferencialmente 80 % em mole ou mais, e particularmente de preferência 90 % em mole ou mais (incluindo 100 % em mole). No caso em que a quantidade do ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear é de 70 % em mole ou mais, é possível prevenir a diminuição da propriedade de barreira contra gás e a diminuição excessiva da cristalinidade. O ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear é preferencialmente pelo menos um ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear com 4 a 20 átomos de carbono selecionados a partir de ácido succínico, ácido glutárico, ácido pimélico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido undecanóico, ácido dodecanóico, ácido dímero e afins, e o ácido adípico é particularmente preferido. Os exemplos de outro componente de ácido dicarboxílico incluem um ácido dicarboxílico alicíclico, tal como ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico e afins, e um ácido dicarboxílico aromático, tal como ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido xililenodicarboxílico, ácido naftalenodicarboxílico e afins. No caso em que o componente de ácido dicarboxílico contém ácido isoftálico numa quantidade de 1 a 20 % em mole, e mais preferencialmente de 3 a 10 % em mole, o branqueamento imediatamente após a moldagem pode ser mais suprimido.

Além do componente de diamina e do componente de ácido dicarboxílico mencionados acima, como um componente que constitui a poliamida (X), uma lactama, tal como ϵ -caprolactama, laurolactama e afins, um ácido aminocarboxílico alifático, tal como ácido aminocaproico, ácido aminoundecanóico e afins, um ácido aminocarboxílico aromático, tal como ácido p-aminometilbenzóico e afins, e a cal podem ser utilizados como um componente de

copolimerização numa variação tal que não prejudique as vantagens da invenção.

A poliamida (X) é preferencialmente produzida por um método de policondensação por fusão (polimerização por fusão) na presença de um composto que contém átomo de fósforo. Os exemplos do método de policondensação por fusão incluem um método em que um sal de nylon contendo um componente de diamina e um componente de ácido dicarboxílico seja aquecido sob pressão na presença de água para polimerizar num estado fundido ao mesmo tempo em que são removidas a água adicionada e a água de condensação. Igualmente, pode ser produzida através de um método de policondensação adicionando um componente de diamina diretamente num componente de ácido dicarboxílico num estado fundido. Neste caso, para manter o sistema de reação num estado líquido homogêneo, o componente de diamina é adicionado continuamente ao componente de ácido dicarboxílico, durante o qual a policondensação é realizada ao mesmo tempo em que o sistema de reação é aquecido para impedir que a temperatura do mesmo se torne inferior aos pontos de fusão da oligoamida e da poliamida formadas.

Os exemplos do composto que contém átomo de fósforo incluem ácido dimetilfosfínico, ácido fenilmetilfosfínico, ácido hipofosforoso, hipofosfito de sódio, hipofosfito de potássio, hipofosfito de lítio, hipofosfito de etilo, ácido fenilfosforoso, fenilfosfonoato de sódio, fenilfosfonoato de potássio, fenilfosfonoato de lítio, fenilfosfonoato de etilo, ácido fenilfosfónico, ácido etilfosfónico, fenilfosfonato de sódio, fenilfosfonato de potássio, fenilfosfonato de lítio, fenilfosfonato de dietilo, etilfosfonato de sódio, etilfosfonato de potássio, ácido fosforoso, fosfito de hidrogénio de sódio, fosfito de sódio, fosfito de trietilo, fosfito de trifenilo, ácido pirofosforoso e afins, e entre estes, um sal de hipofosfito metálico, tais como hipofosfito de sódio, hipofosfito de

potássio, hipofosfito de lítio e afins, é preferencialmente utilizado devido à excelente coloração que previne o efeito do mesmo, com o hipofosfito de sódio sendo particularmente preferido. O composto que contém átomo de fósforo capaz de ser utilizado na presente invenção não é limitado a estes compostos.

A quantidade de adição do composto que contém átomo de fósforo é preferencialmente de 50 a 400 ppm, mais preferencialmente de 60 a 350 ppm, e ainda mais preferencialmente de 70 a 300 ppm, em termos da concentração de átomo de fósforo na poliamida (X). No caso em que a quantidade de adição se encontra na variação, a poliamida é impedida de ser colorida durante a polimerização, a reação de gelificação da poliamida é suprimida, e é possível impedir a formação de um olho de peixe, que é considerado como sendo imputável ao composto que contém átomo de fósforo, melhorando assim o aspeto do artigo moldado resultante.

A policondensação para a produção da poliamida (X) é preferencialmente realizada na presença de um composto de metal alcalino (C) além do composto que contém átomo de fósforo. Uma quantidade suficiente do composto que contém átomo de fósforo é necessariamente tornada presente para impedir a coloração da poliamida durante a policondensação, o que pode provocar a gelificação da poliamida em alguns casos e, por conseguinte, um composto de metal alcalino (C) é preferencialmente tornado presente para controlar a taxa de reação de amidação. Como o composto de metal alcalino (C), são preferidos um hidróxido de metal alcalino e um sal de acetato de metal alcalino. Os exemplos do composto de metal alcalino (C) incluem hidróxido de lítio, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de rubídio, hidróxido de cério, acetato de lítio, acetato de sódio, acetato de potássio, acetato de rubídio, acetato de cério e afins, mas não se limitam a estes compostos.

No caso em que a policondensação para produzir a poliamida (X) é realizada na presença do composto de metal alcalino (C), a relação (número molar do composto de metal alcalino (C))/(número molar do composto que contém átomo de fósforo) é preferencialmente de 0,5 a 1, mais preferencialmente de 0,55 a 0,95, e ainda mais preferencialmente de 0,6 a 0,9. No caso em que a relação se encontra na variação, pode ser obtido o efeito moderado da supressão da aceleração da reação de amidação pelo composto que contém átomo de fósforo e, por conseguinte, pode ser evitado um fenómeno assim de modo a que a reação seja excessivamente suprimida para diminuir a taxa de reação de policondensação, pelo que a história térmica da poliamida é aumentada para aumentar a gelificação da poliamida.

A poliamida (X) obtida através de policondensação é uma vez extraída e formada em péletes, que são utilizados após a secagem. A mesma pode ser submetida a polimerização de fase sólida para aumentar mais o grau de polimerização. Como um aparelho de aquecimento para a secagem e a polimerização de fase sólida, um aparelho de secagem e aquecimento contínuo, um aparelho de aquecimento tipo tambor de rotação, tal como um secador com tambor, um secador cónico, um secador rotativo e afins, e um aparelho de aquecimento de formato em cone com lâminas rotativas no interior, que é referido como misturador Nauta, são preferencialmente utilizados, mas sem limitação aos mesmos, e podem ser utilizados métodos e aparelhos conhecidos. No caso em que é realizada a polimerização de fase sólida da poliamida, em particular, um aparelho de aquecimento descontínuo é preferencialmente utilizado uma vez que o sistema pode ser selado, pelo que a policondensação pode ser realizada num estado em que é evitado o oxigénio que causa a coloração.

A poliamida (X) obtida através do processo mencionado acima sofre menos coloração e gelificação, e na presente

invenção, entre as poliamidas obtidas através do processo mencionado acima, é preferencialmente utilizada uma com um valor b^* no teste de diferença de cor de JIS K7105 de 3 ou menos, particularmente de preferência 2 ou menos, e mais preferencialmente 1 ou menos. A poliamida com um valor b^* excedendo 3 não é preferida, uma vez que fornece um artigo moldado obtido através de pós-processamento com um forte tom amarelado, o que deteriora o valor comercial da mesma.

Uma viscosidade relativa é habitualmente utilizada como um índice do grau de polimerização da poliamida (X). A viscosidade relativa da poliamida (X) é preferencialmente de 1,5 a 4,2, mais preferencialmente de 1,7 a 4,0, e ainda mais preferencialmente de 2,0 a 3,8. No caso em que a poliamida (X) tem uma viscosidade relativa de 1,5 ou mais, a poliamida fundida tem fluidez estável para fornecer um artigo moldado excelente em termos de aspeto. No caso em que a poliamida (X) tem uma viscosidade relativa de 4,2 ou menos, a poliamida tem uma viscosidade relativa adequada para executar o processo de moldagem de forma estável. A viscosidade relativa aqui referida corresponde a uma relação do tempo de queda (t) de uma solução de 1 g da poliamida dissolvida em 100 mL de 96 % de ácido sulfúrico medido com um viscosímetro Cannon-Fenske a uma temperatura de 25 °C com o tempo de queda (t_0) de 96 % de ácido sulfúrico medido da mesma maneira, e pode ser calculada a partir da expressão seguinte.

$$\text{Viscosidade relativa} = t/t_0$$

O peso molecular médio em número da poliamida (X) é preferencialmente de 6000 a 50 000, e mais preferencialmente de 10 000 a 45 000. No caso em que o peso molecular médio em número se encontra na variação, é possível obter resistência ao calor e processabilidade de moldagem favoráveis.

A quantidade de calor de fusão da poliamida (X) é preferencialmente de 30 a 70 J/g. No caso em que a quantidade de calor de fusão se encontra na variação, a composição de resina de poliamida pode ser facilmente fundida numa extrusora, e a possibilidade de arrastamento de ar após a fusão é diminuída, e é possível obter produtividade e processabilidade de moldagem favoráveis.

A temperatura de transição vítrea (T_{gm}) da poliamida (X) é preferencialmente de 70 a 100 °C. No caso em que a temperatura de transição vítrea se encontra na variação, a composição de resina de poliamida pode ser facilmente fundida numa extrusora, e a possibilidade de arrastamento de ar na fusão é diminuída, pelo que é possível obter produtividade e processabilidade de moldagem favoráveis.

O grau de cristalinidade da poliamida (X) é preferencialmente de 10 a 40 %. No caso em que o grau de cristalinidade se encontra na variação, a composição de resina de poliamida pode ser facilmente fundida numa extrusora, e a possibilidade de arrastamento de ar na fusão é diminuída, pelo que é possível obter produtividade e processabilidade de moldagem favoráveis. No caso em que o grau de cristalinidade é demasiado baixo, o ar está sujeito a ser arrastado, e no caso em que o grau de cristalinidade é demasiado elevado, é necessário um período de tempo prolongado para a fusão, e a moldabilidade pode ser deteriorada em alguns casos. Além disso, o branqueamento imediatamente após a moldagem pode ser suprimido.

O meio tempo de cristalização da poliamida (X) a 160 °C é preferencialmente de 10 a 1600 s, mais preferencialmente de 15 a 1000 s, e ainda mais preferencialmente de 20 a 500 s. No caso em que o meio tempo de cristalização se encontra na variação, a composição de resina de poliamida pode ser facilmente fundida numa extrusora, e a possibilidade de arrastamento de ar na fusão é diminuída, pelo que é possível obter

produtividade e processabilidade de moldagem favoráveis. Além disso, o branqueamento imediatamente após a moldagem pode ser suprimido.

O ponto de fusão da poliamida (X) é preferencialmente de 200 a 265 °C. No caso em que o ponto de fusão se encontra na variação, a composição de resina de poliamida pode ser facilmente fundida numa extrusora, e a possibilidade de arrastamento de ar na fusão é diminuída, pelo que é possível obter produtividade e processabilidade de moldagem favoráveis.

O ponto de fusão, a quantidade de calor de fusão e a temperatura de transição vítrea foram medidas através do método de medição DSC (Differential Scanning Calorimeter - Calorímetro Diferencial de Varrimento). Foi utilizado DSC-50, produzido por Shimadzu Corporation, e cerca de 5 mg de uma amostra foram aquecidos a partir da temperatura ambiente até 300 °C a uma taxa de aumento de temperatura de 10 °C por minuto. Como o gás atmosférico, o nitrogénio foi introduzido a 30 mL/min. Como a temperatura de transição vítrea, foi utilizada a chamada temperatura de ponto mediano (Tgm). Tgm corresponde à temperatura de ponto mediano de dois pontos de intersecção das linhas tangentes das linhas de base do estado vítreo e do estado superarrefecido (estado de borracha) e da linha tangente da inclinação que mostra o estado de transição. O grau de cristalinidade foi calculado utilizando a quantidade de calor de cristalização e a quantidade de calor de fusão obtidas através do método DSC. O meio tempo de cristalização foi obtido através do método de intensidade de despolarização. A poliamida (X) foi obtida por extrusão por fusão a partir de uma extrusora através de um molde em T a uma temperatura de 240 a 270 °C. A chapa resultante com uma espessura de cerca de 100 a 200 µm foi mantida com duas placas de vidro e fundida num banho de ar a 280 °C durante 3 minutos, e depois a chapa foi colocada num banho de óleo

a 160 °C e medida relativamente a intensidade de luz transmitida por despolarização. Como um aparelho para esse fim, por exemplo, é possível utilizar um produzido por Kotaki Manufacturing Co., Ltd. (aparelho de medição de taxa de cristalização de polímero, MK-701) e afins.

A poliamida (X) pode conter aditivos, tal como um agente de fosqueamento, um estabilizador resistente ao calor, um estabilizador resistente às condições meteorológicas, um absorvente de raios ultravioleta, um agente de nucleação, um plastificante, um retardador de chama, um agente antiestático, um agente de prevenção de coloração, um agente de prevenção de gelificação e afins, vários compostos orgânicos para selar as extremidades, argila, tal como silicato firmado e afins, uma nanocarga e afins, mas sem limitação aos descritos acima, e podem ser adicionados vários materiais durante a polimerização e após a polimerização.

Um artigo moldado obtido através de moldagem da poliamida (X), uma vez que a mesma é excelente em termos de aspeto sem coloração e gelificação, mas podem existir alguns casos em que um filtro, que é geralmente fornecido no aparelho de moldagem para a remoção de matérias estranhas, é obstruído para aumentar a pressão de resina, pelo que a qualidade do produto pode oscilar, e a operação do aparelho é necessariamente parada dentro de um curto período de tempo para deteriorar a eficiência de produção. Isto acontece porque o composto que contém átomo de fósforo restante na poliamida (X) é desnaturado e depositado através da história térmica para obstruir o filtro.

O número de carbonos do ácido gordo que constitui o sal metálico de ácido gordo é de 10 a 50, e mais preferencialmente de 18 a 34. O ácido gordo pode conter uma cadeia lateral e uma ligação dupla, e é preferencialmente um ácido gordo saturado linear, tal como ácido esteárico (C18), ácido eicosanóico (C20), ácido beénico (C22), ácido

montânico (C28), ácido triacontanóico (C30) e afins. Os exemplos do metal que constitui o sal com o ácido gordo incluem sódio, potássio, lítio, cálcio, bário, magnésio, estrôncio, alumínio, zinco, cobalto e afins, e sódio, potássio, lítio, cálcio, alumínio e zinco são preferidos. O sal metálico de ácido gordo pode ser um dos descritos acima ou pode ser utilizado em conjunto com dois ou mais dos mesmos. O sal metálico de ácido gordo é excelente em capacidade de manuseamento em comparação com hidróxidos e sais de acetato, e entre estes, um sal metálico de estearato, particularmente estearato de cálcio, é preferido uma vez que é pouco dispendioso e tem uma função de lubrificante capaz de estabilizar mais o processo de moldagem.

A quantidade de adição do sal metálico de ácido gordo é preferencialmente de 50 a 5000 ppm, mais preferencialmente de 100 a 3000 ppm, e ainda mais preferencialmente de 100 a 1000 ppm, na composição de resina de poliamida. No caso em que a quantidade de adição se encontra na variação, é possível obter elevados efeitos de prevenção de arrastamento de ar e prevenção de branqueamento para melhorar a produtividade e a processabilidade de moldagem, contendo ácido montânico, e um diol contendo sobretudo etilenoglicol, e 1,3-butanodiol é particularmente preferido.

O tensioativo é selecionado a partir de um tensioativo não iônico, um tensioativo aniônico e um tensioativo catiônico. Os exemplos do tensioativo não iônico incluem um tensioativo de polietilenoglicol de um tipo de éster, um tipo de éter e um tipo de alquilfenol, um tensioativo de éster parcial de álcool polihídrico de um tipo de éster de sorbitano, um tensioativo de éter de éster de um tipo de éster polioxietilenossorbitano, e afins, e não se limitam a isso. Na presente invenção, o monolaurato de polioxietilenossorbitano, que é um tipo de tensioativo de

éter de éster de um tipo de éster de polioxietilenossorbintano, é preferencialmente utilizado, uma vez que tem um efeito de prevenção de arrastamento de ar e um efeito de prevenção de branqueamento particularmente excelentes. A viscosidade de turbulência cinemática do tensioativo não iônico é preferencialmente de cerca de 200 a 1000 mm²/s, e mais preferencialmente de cerca de 250 a 500 mm²/s, a uma temperatura de 25 °C. No caso em que a viscosidade de turbulência cinemática se encontra na variação, a capacidade de dispersão e o elevado efeito de prevenção de arrastamento de ar favoráveis são obtidos para melhorar a produtividade e a processabilidade de moldagem.

A quantidade de adição do aditivo de tensioativo (A) é preferencialmente de 50 a 500 ppm, e mais preferencialmente de 70 a 250 ppm, na composição de resina de poliamida. No caso em que a quantidade de adição se encontra na variação, são obtidos os elevados efeito de prevenção de arrastamento de ar e efeito de prevenção de branqueamento para melhorar a produtividade e a processabilidade de moldagem. No caso em que o sal metálico de ácido gordo e o tensioativo são utilizados em conjunto, as quantidades de adição dos mesmos são preferencialmente de 100 a 1000 ppm para o sal metálico de ácido gordo e de 50 a 200 ppm para o tensioativo, e mais preferencialmente de 200 a 500 ppm para o sal metálico de ácido gordo e de 70 a 150 ppm para o tensioativo, na composição de resina de poliamida. Como o aditivo (A), o tensioativo não iônico é preferido, a utilização combinada do sal metálico de ácido gordo é mais preferida, e a utilização combinada de estearato de cálcio e monolaurato de polioxietilenossorbitano é ainda mais preferida.

O composto que contém átomo de fósforo tem uma função de prevenção da poliamida (X) contra a oxidação conforme foi descrito acima e, por exemplo, quando a poliamida (X) que foi armazenada durante um certo período de tempo ou a

poliamida (X) que foi exposta ao ar é utilizada como o componente de resina, o grau de aumento da viscosidade de fusão por vezes varia mesmo que a concentração de átomo de fósforo e a concentração de grupo final sejam iguais. É considerado que isto acontece porque o composto que contém átomo de fósforo reage com oxigénio para perder o efeito catalisador à reação de amidação.

Na presente invenção, o aditivo (A) não é particularmente limitado em formato, e preferencialmente tem um diâmetro de partícula de 0,2 mm ou menos, uma vez que o pó que tem um diâmetro de partícula pequeno pode dispersar-se facilmente de modo uniforme na composição de resina através da mistura a seco.

O componente de resina (a poliamida (X)) pode ser misturado com o sal metálico de ácido gordo e o aditivo (A) através de um método conhecido, e a mistura a seco é preferencialmente efetuada, uma vez que é de baixo custo e não aplica história térmica. Os exemplos do método de mistura a seco incluem um método de colocação do componente de resina, do sal metálico de ácido gordo e do aditivo (A) num tambor, que é rodado para misturar os mesmos. Os exemplos dos mesmos incluem igualmente um método de produção de um lote principal que contém a poliamida (X), e outras resinas termoplásticas amassadas com o sal metálico de ácido gordo e o aditivo arbitrário (A). O substrato do lote principal é preferencialmente uma resina termoplástica que não altera grandemente as propriedades da composição de resina de poliamida. A poliamida (X) é particularmente utilizada de preferência como o substrato. Contudo, no caso em que a quantidade de mistura do lote principal não é significativamente grande, o substrato pode ser selecionado a partir de várias resinas termoplásticas sem limitação específica. Além disso, pode ser utilizado um método assim, em que, para prevenir a separação do sal metálico de ácido gordo, do aditivo (A) do componente de resina, é ligado um

líquido viscoso como um agente de difusão ao componente de resina, e depois os componentes são adicionados e misturados. Os exemplos do agente de difusão incluem um tensioativo, mas não se limitam ao mesmo, e podem ser utilizados produtos conhecidos.

A composição de resina de poliamida pode conter um ou mais tipos de outras resinas, tais como uma resina de poliéster, uma resina de poliolefina, uma resina de fenóxi e afins, numa variação que não prejudique os objetivos da invenção. Além disso, uma carga inorgânica fibrosa, tais como fibras de vidro, fibras de carbono e afins; uma carga inorgânica tabular, tais como lascas de vidro, talco, caulino, mica, montmorillonite, argila organizada e afins; um agente de melhoramento de resistência ao impacto, tais como vários tipos de elastômero e afins; um agente de nucleação de cristal; um lubrificante, tal como um composto de amida de ácido gordo, um composto de sal metálico de ácido gordo, um composto de amida de ácido gordo e afins; um antioxidante, tal como um composto de cobre, um composto de halogênio orgânico ou inorgânico, um composto de fenol impedido, um composto de amina impedida, um composto de hidrazina, um composto de enxofre, um composto de fósforo e afins; um aditivo, tal como um estabilizador de calor, um agente de prevenção de coloração, um absorvente de raios ultravioleta, p. ex., um composto de benzotriazol e afins, um agente de libertação, um plastificante, um corante, um retardador de chama e afins; e um aditivo, tal como um composto contendo cobalto metálico, que é um composto que transmite a capacidade de limpeza de oxigênio, um composto alcalino para impedir que a poliamida seja gelificada e afins podem ser adicionados.

A composição de resina de poliamida da presente invenção pode ser aplicada não só a vários materiais de acondicionamento, tais como uma película, uma chapa, uma garrafa e afins, como também a vários materiais incluindo

um monofilamento, um material de moldagem e afins. Ao formar um material de acondicionamento, outras resinas termoplásticas, uma folha metálica, um cartão e afins podem ser utilizados em conjunto. A composição de resina de poliamida da presente invenção pode ser misturada por fusão com outras resinas termoplásticas dependendo da necessidade.

A composição de resina de poliamida da presente invenção tem preferencialmente uma taxa de transmissão de oxigénio (OTR) de $0,2 \text{ cc}\cdot\text{mm}/(\text{m}^2\cdot\text{dia}\cdot\text{atm})$ ou menos, mais preferencialmente de $0,15 \text{ cc}\cdot\text{mm}/(\text{m}^2\cdot\text{dia}\cdot\text{atm})$ ou menos, ainda mais preferencialmente de $0,10 \text{ cc}\cdot\text{mm}/(\text{m}^2\cdot\text{dia}\cdot\text{atm})$ ou menos, e particularmente de preferência $0,08 \text{ cc}\cdot\text{mm}/(\text{m}^2\cdot\text{dia}\cdot\text{atm})$ ou menos, em termos de um valor médio em condições de uma temperatura de 23°C e uma humidade relativa (HR) de 60 %. Uma garrafa com uma camada de barreira que apresente uma capacidade OTR assim tem uma propriedade de barreira contra gás favorável, que prolonga o período de expiração do conteúdo armazenado.

Em conformidade, uma camada de barreira de uma estrutura de camadas múltiplas é preferencialmente formada pela composição de resina de poliamida da presente invenção, uma vez que é boa em termos de propriedade de barreira contra gás, produtividade, processabilidade de moldagem e transparência. Os exemplos da estrutura de camadas múltiplas incluem uma película de camadas múltiplas, uma chapa de camadas múltiplas, uma garrafa de camadas múltiplas, uma garrafa insuflada de camadas múltiplas e afins.

A estrutura de camadas múltiplas não é particularmente limitada no método de produção, e podem ser utilizadas técnicas conhecidas. Por exemplo, é formada uma película através de um método de coextrusão e depois formada em vários recipientes. Os exemplos do método de coextrusão incluem métodos conhecidos, tais como um método de molde em

T, um método de enchimento de ar e afins. Uma pré-forma de camadas múltiplas pode ser produzida através de moldagem por injeção, e depois formada numa garrafa de camadas múltiplas através de moldagem por insuflação. No caso em que a composição de resina de poliamida da presente invenção é utilizada como uma camada de barreira, em particular, são obtidos os elevados efeito de prevenção de arrastamento de bolhas e efeito de prevenção de branqueamento ao produzir a pré-forma de camadas múltiplas, melhorando assim favoravelmente a produtividade e a transparência.

Na produção da estrutura de camadas múltiplas utilizando a composição de resina de poliamida da presente invenção como uma camada de barreira, pode ser utilizada uma rosca conhecida, tais como as para nylon ou poliolefina, as de um tipo de compressão lenta e de um tipo de compressão rápida, as de um tipo de trajeto único e de um tipo de trajeto duplo, e afins, e a moldagem pode ser favoravelmente efetuada sem bolhas arrastadas com uma rosca assim considerada como sendo inadequada para a extrusão de MXD6.

A temperatura do cilindro, na qual a composição de resina de poliamida da presente invenção é moldada por extrusão ou moldada por injeção numa camada de barreira, é preferencialmente de 200 a 300 °C, e mais preferencialmente de 210 a 290 °C. O número de rotação da rosca é preferencialmente de 5 a 400 rpm, e mais preferencialmente de 10 a 250 rpm. A contrapressão na medição para a moldagem por injeção é preferencialmente de 0 a 1000 psi, e mais preferencialmente de 25 a 500 psi.

A estrutura de camadas múltiplas da presente invenção pode ser aplicada num recipiente tipo bolsa, tal como uma bolsa selada em quatro margens, um saco de almofada, uma saqueta de fundo plano e afins, vários materiais de acondicionamento, tais como um material de tampa para um

recipiente e afins, uma garrafa, e afins. Uma película esticada pode ser produzida com a película de camadas múltiplas como um material em bruto e formada num recipiente. A película não esticada de camadas múltiplas pode ser moldada a quente num recipiente numa forma de cuba. Uma estrutura de camadas múltiplas pode ser produzida através de laminação com papel. A estrutura de camadas múltiplas da presente invenção pode alojar e armazenar vários produtos. Por exemplo, pode alojar vários produtos, tal como uma bebida líquida, um tempero, um alimento numa forma de pasta, um alimento numa forma líquida, massa, um produto de arroz processado, um produto lácteo, um agente químico numa forma sólida ou numa forma líquida, um agente médico numa forma líquida ou numa forma de pasta, um material cosmético, um produto para o cabelo, um produto para a pele, uma parte eletrónica e afins.

Em particular, a estrutura de camadas múltiplas da presente invenção é adequada para um material de um recipiente de acondicionamento que aloja um produto com uma elevada atividade de água, um recipiente de acondicionamento exposto a uma elevada humidade e um recipiente de acondicionamento submetido a esterilização térmica, tal como retorta, ebulição e afins.

A estrutura de camadas múltiplas da presente invenção tem uma camada (camada (2)) diferente da camada de barreira (camada (1)). O material para a constituição da camada (2) não é particularmente limitado, e os exemplos do mesmo incluem poliéster, poliolefina, poliamida, poliestireno, papel e afins.

A camada (2) é preferencialmente uma camada constituída sobretudo por poliéster. O poliéster é preferencialmente uma resina de poliéster termoplástico obtida através de reação de polimerização de um componente de ácido dicarboxílico que contém ácido tereftálico numa quantidade de 80 % em mole ou mais, e preferencialmente 90

% em mole ou mais, e um componente de diol que contém etilenoglicol numa quantidade de 80 % em mole ou mais, e preferencialmente 90 % em mole ou mais (que é doravante referido como um poliéster (F)).

Como o poliéster (F), é preferencialmente utilizado o politereftalato de etileno. O politereftalato de etileno é preferido, uma vez que apresenta excelentes características em termos de transparência, resistência mecânica, propriedade de moldagem por injeção, propriedade de moldagem por insuflação com estiramento e afins.

Como o outro componente de ácido dicarboxílico que não o ácido tereftálico no poliéster (F), podem ser utilizados ácido isoftálico, ácido difeniléter-4,4'-dicarboxílico, ácido naftaleno-1,4 ou 2,6-dicarboxílico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido decano-1,10-dicarboxílico e ácido hexahidrotereftálico. Como o outro componente de diol que não o etilenoglicol, podem ser utilizados propilenoglicol, 1,4-butanodiol, neopentilglicol, dietilenoglicol, ciclohexanodimetanol, 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxietoxifenil)propano e afins. Além disso, pode ser utilizado um oxiácido, tal como ácido p-oxibenzoico e afins, como um monômero de material em bruto do poliéster (F).

A viscosidade intrínseca do poliéster (F) é de 0,55 a 1,30, preferencialmente de 0,65 a 1,20, e particularmente de preferência de 0,7 a 1,0 (solvente: fenol de solvente misturado/tetracloroetano = 6/4, temperatura de medição: 30 °C). No caso em que a viscosidade intrínseca é de 0,55 ou mais, é possível obter uma pré-forma de camadas múltiplas num estado amorfo transparente, e uma garrafa de camadas múltiplas obtida tem uma resistência mecânica satisfatória. No caso em que a viscosidade intrínseca é de 1,30 ou menos, uma garrafa pode ser facilmente moldada com fluidez não perdida na moldagem.

O poliéster (F) pode conter outras resinas

termoplásticas e vários aditivos em variações que não prejudiquem as vantagens da invenção. Os exemplos da resina termoplástica incluem uma resina de poliéster termoplástico, tal como polietileno 2,6-naftalenodicarboxilato e afins, uma resina de poliolefina, policarbonato, poliacrilonitrilo, policloreto de vinilo, poliestireno e afins. Os exemplos do aditivo incluem um absorvente de raios ultravioleta, um absorvente de oxigénio, um corante, um absorvente de raios infravermelhos que acelera o aquecimento da pré-forma para encurtar o tempo de ciclo na moldagem (aditivo de reaquecimento) e afins.

Um composto de poliamida é preferencialmente utilizado na camada (2), e uma poliamida alifática é particularmente utilizada de preferência, uma vez que a mesma fornece boas propriedades mecânicas sem prejudicar o aspeto da película. Como a resina de poliamida alifática, os copolímeros, tais como nylon 6, nylon 66, nylon 46, nylon 610, nylon 612, nylon 11, nylon 12, nylon 666 e afins, podem ser utilizados unicamente ou em conjunto com diversos tipos dos mesmos. Entre estes, nylon 6, nylon 66 e nylon 666 são preferencialmente utilizados, uma vez que os mesmos apresentam um elevado efeito de melhoramento das propriedades mecânicas da película. A camada (2) é preferencialmente uma camada que é constituída sobretudo por uma poliamida alifática.

Na camada (2), por exemplo, vários tipos de materiais de poliolefina são preferencialmente utilizados, uma vez que as propriedades mecânicas da estrutura de camadas múltiplas podem ser melhoradas, tal como um material de polietileno, tal como polietileno de baixa densidade, polietileno de média densidade, polietileno de alta densidade e afins, um material de polipropileno, tal como um homopolímero de propileno, um copolímero em bloco de propileno-etileno, um copolímero aleatório de propileno-

etileno e afins, um copolímero de etileno-butenos, um copolímero de etileno-hexeno, um copolímero de etileno-octeno, um copolímero de acetato de etileno-vinil, um copolímero de metacrilato de etileno-metilo, um copolímero de propileno- α -olefina, polibuteno, polipenteno, uma resina de ionômero e afins. A camada (2) é preferencialmente uma camada que é constituída sobretudo por um material de poliolefina.

A camada (2) pode conter, para mais melhoramento das propriedades mecânicas, um material de melhoramento de resistência ao impacto, tais como vários tipos de elastômero e afins, e pode conter aditivos, por exemplo, um agente de nucleação de cristal, um lubrificante, tal como um composto de amida de ácido gordo, um composto de sal metálico de ácido gordo, um composto de amida de ácido gordo e afins, um antioxidante, tal como um composto de cobre, um composto de halogênio orgânico ou inorgânico, um composto de fenol impedido, um composto de amida impedida, um composto de hidrazina, um composto de enxofre, um composto de fósforo, p. ex., hipofosfito de sódio, hipofosfito de potássio, hipofosfito de cálcio, hipofosfito de magnésio e afins, um estabilizador de calor, um agente de prevenção de coloração, um absorvente de raios ultravioleta, p. ex., um composto de benzotriazol e afins, um agente de libertação, um plastificante, um corante, um retardador de chama e afins, e pode conter um pigmento inorgânico, tal como um óxido de titânio e afins, e um pigmento orgânico, tal como uma matéria corante e afins.

A estrutura de camadas múltiplas da presente invenção pode ter uma camada de resina adesiva contendo uma resina de poliolefina modificada ou afins laminada entre as camadas dependendo da necessidade.

A estrutura de camadas múltiplas da presente invenção pode ter uma camada dessas laminada na mesma que funcione como um selante depois de ser utilizada como um material de

acondicionamento, tal como uma bolsa, uma tampa e afins. Uma resina termoplástica capaz de ser utilizada como o selante não é particularmente limitada na medida em que a mesma apresenta a função de selante, e os exemplos da mesma incluem vários tipos de poliolefina, por exemplo, um material de polietileno, tal como polietileno de baixa densidade, polietileno de média densidade, polietileno de alta densidade e afins, um material de polipropileno, tal como um homopolímero de propileno, um copolímero em bloco de propileno-etileno, um copolímero aleatório de propileno-etileno e afins, um copolímero de etileno-butenos, um copolímero de etileno-hexeno, um copolímero de etileno-octeno, um copolímero de acetato de etileno-vinil, um copolímero de etileno-metil-metacrilato, um copolímero de propileno- α -olefina, polibuteno, polipenteno, uma resina de ionômero e afins, poliestireno, uma resina de poliéster, tal com politereftalato de etileno e afins, uma resina termoplástica com propriedade de descolamento simples e afins. A camada de selante pode ser uma única camada contendo as resinas mencionadas acima ou pode ter uma estrutura de camadas múltiplas com duas ou mais camadas. No caso da estrutura de camadas múltiplas, uma camada de resina adesiva contendo uma resina de poliolefina modificada ou afins pode ser laminada entre as camadas de resina dependendo da necessidade.

A camada de selante pode conter um material de melhoramento de resistência ao impacto, tais como vários tipos de elastômero e afins, e pode conter aditivos, por exemplo, um agente de nucleação de cristal, um lubrificante, tal como um composto de amida de ácido gordo, um composto de sal metálico de ácido gordo, um composto de amida de ácido gordo e afins, um antioxidante, tal como um composto de cobre, um composto de halogênio orgânico ou inorgânico, um composto de fenol impedido, um composto de amida impedida, um composto de hidrazina, um composto de

enxofre, um composto de fósforo, p. ex., hipofosfito de sódio, hipofosfito de potássio, hipofosfito de cálcio, hipofosfito de magnésio e afins, um estabilizador de calor, um agente de prevenção de coloração, um absorvente de raios ultravioleta, p. ex., um composto de benzotriazol e afins, um agente de libertação, um plastificante, um corante, um retardador de chama e afins, e pode conter um pigmento inorgânico, tal como um óxido de titânio e afins, e um pigmento orgânico, tal como uma matéria corante e afins, numa variação que não prejudique a função como selante.

Para melhorar a propriedade mecânica ou aumentar o valor comercial, a estrutura de camadas múltiplas da presente invenção pode ter uma película não esticada ou esticada que contém poliéster, poliamida, polipropileno ou afins laminada na mesma através de laminação por extrusão, laminação a seco ou afins.

No caso em que a composição de resina de poliamida da presente invenção é utilizada como uma camada de barreira de uma garrafa de camadas múltiplas, o crescimento de esferólito na camada de barreira pode ser suprimido para melhorar favoravelmente a resistência à laminação da garrafa de camadas múltiplas. A garrafa de camadas múltiplas pode ser obtida submetendo uma pré-forma de camadas múltiplas, que é obtida, por exemplo, com uma máquina de moldagem por injeção com dois cilindros de injeção, através da injeção do material de formação da camada (2) e da composição de resina de poliamida a partir dos cilindros de injeção no lado da pele e no lado do núcleo respectivamente através de uma calha quente de molde numa cavidade de molde, para a moldagem por insuflação com estiramento de forma biaxial de acordo com um método conhecido.

Em geral, uma pré-forma de camadas múltiplas é moldada por insuflação através de um método conhecido chamado método de esboço frio, método de esboço quente e afins. Os

exemplos do método incluem um método, no qual após o aquecimento de uma superfície de uma pré-forma de camadas múltiplas até uma temperatura de 80 a 120 °C, a pré-forma é esticada na direção axial com uma medida mecânica, tal como uma inserção de haste de núcleo e afins, e depois esticada na direção transversal insuflando ar de alta pressão geralmente de 2 a 4 MPa para obter moldagem por insuflação, um método no qual uma parte de gargalo de uma pré-forma de camadas múltiplas é cristalizada, e após o aquecimento da superfície da pré-forma até uma temperatura de 80 a 120 °C, a pré-forma é moldada por insuflação num molde a uma temperatura de 90 a 150 °C, e afins.

Na presente invenção, a temperatura de aquecimento da pré-forma é preferencialmente de 90 a 110 °C, e mais preferencialmente de 95 a 108 °C. No caso em que a temperatura se encontra na variação, a pré-forma de camadas múltiplas pode ser favoravelmente moldada numa garrafa. A temperatura da superfície pode ser medida com um termómetro de radiação de infravermelhos numa emissividade geral de 0,95.

O peso da pré-forma de camadas múltiplas é preferencialmente de 15 a 50 g. Preferencialmente, é de 18 a 30 g para a pré-forma para uma garrafa de cerca de 500 mL, e é preferencialmente de 15 a 25 g para uma pré-forma para uma garrafa de cerca de 350 mL. No caso em que o peso se encontra na variação, a pré-forma de camadas múltiplas pode ser favoravelmente moldada numa garrafa com uma boa propriedade de barreira contra gás.

Na presente invenção, a garrafa de camadas múltiplas tem preferencialmente uma estrutura de três camadas incluindo a camada (2)/camada (1)/camada (2) ou uma estrutura de cinco camadas incluindo camada (2)/camada (1)/camada (2)/camada (1)/camada (2) devido às excelentes propriedade de barreira e moldabilidade.

Uma garrafa de camadas múltiplas com uma estrutura de

três camadas ou uma estrutura de cinco camadas pode ser obtida submetendo uma pré-forma de camadas múltiplas com uma estrutura de três camadas ou uma estrutura de cinco camadas para moldagem por insuflação com estiramento de forma biaxial de acordo com um método conhecido. O tempo de arrefecimento para a formação da pré-forma de camadas múltiplas é preferencialmente de 2 segundos ou mais, e mais preferencialmente de 3 segundos ou mais. A temperatura da água de arrefecimento é preferencialmente de 15 °C ou menos. A pré-forma de camadas múltiplas com uma estrutura de três camadas ou uma estrutura de cinco camadas não é particularmente limitada no método de produção da mesma, e pode ser aplicado um método conhecido. Por exemplo, o material de formação da camada (2) que constitui a camada mais interior e a camada mais exterior é injetado a partir do cilindro de injeção no lado da pele, e a composição de resina de poliamida que constitui a camada de barreira (camada (1)) é injetada a partir do cilindro de injeção no lado do núcleo, no qual o material de formação da camada (2) é primeiramente injetado, depois a composição de resina de poliamida e o material de formação da camada (2) são simultaneamente injetados, e depois o material de formação da camada (2) é injetado numa quantidade necessária para encher a cavidade de molde, pelo que a pré-forma de camadas múltiplas que tem uma estrutura de três camadas (camada (2)/camada (1)/camada (2)) pode ser produzida.

O material de formação da camada (2) que constitui a camada mais interior e a camada mais exterior é injetado a partir do cilindro de injeção no lado da pele, e a composição de resina de poliamida que constitui a camada de barreira é injetada a partir do cilindro de injeção no lado do núcleo, no qual o material de formação da camada (2) é primeiramente injetado, depois a composição de resina de poliamida é unicamente injetada, e depois finalmente o material de formação da camada (2) é injetado para encher a

cavidade de molde, pelo que a pré-forma de camadas múltiplas com uma estrutura de cinco camadas (camada (2)/camada (1)/camada (2)/camada (1)/camada (2)) pode ser produzida. O método para a produção da pré-forma de camadas múltiplas não é limitado aos métodos mencionados acima.

Na garrafa de camadas múltiplas, a espessura da camada (2) é preferencialmente de 0,01 a 1,0 mm, e a espessura da camada de barreira (camada (1)) é preferencialmente de 0,005 a 0,2 mm (de 5 a 200 μm). A espessura da garrafa de camadas múltiplas pode não ser constante em toda a garrafa, e varia geralmente entre 0,2 e 1,0 mm.

O peso da camada de barreira na garrafa de camadas múltiplas é preferencialmente de 1 a 20 % em peso, mais preferencialmente de 2 a 15 % em peso, e particularmente de preferência de 3 a 10 % em peso, com base no peso total da garrafa de camadas múltiplas. No caso em que o peso da camada de barreira se encontra na variação, pode ser obtida uma garrafa de camadas múltiplas com propriedade de barreira contra gás favorável, e a pré-forma de camadas múltiplas como um precursor pode ser facilmente moldada numa garrafa de camadas múltiplas.

A parte inferior da garrafa de camadas múltiplas tem preferencialmente um formato petaloide ou um formato champanhe.

Na garrafa de camadas múltiplas obtida submetendo a pré-forma de camadas múltiplas à moldagem por insuflação com estiramento de forma biaxial, a capacidade de barreira contra gás pode ser apresentada com a camada de barreira que se encontra presente pelo menos na parte de corpo da garrafa de camadas múltiplas, mas a propriedade de barreira contra gás mais elevada pode ser obtida estendendo a camada de barreira até às imediações da extremidade do gargalo da garrafa de camadas múltiplas. A relação de estiramento na moldagem da pré-forma na garrafa é geralmente de cerca de 9 a 13 vezes.

Na presente invenção, a garrafa de camadas múltiplas pode ser endurecida a quente (endurecimento a quente) no molde de moldagem por insuflação. O endurecimento a quente pode ser efetuado de acordo com condições conhecidas, e por exemplo a parte de gargalo da pré-forma de camadas múltiplas é cristalizada através de aquecimento por infravermelhos, e o endurecimento a quente pode ser efetuado a uma temperatura do molde preferencialmente de 130 a 180 °C, e mais preferencialmente de 145 a 165 °C, durante um período de tempo preferencialmente de 1 a 20 segundos, e mais preferencialmente de 3 a 10 segundos.

[Exemplo]

A presente invenção será descrita em mais detalhe relativamente aos exemplos e exemplos comparativos abaixo. As medições nos exemplos foram efetuadas das seguintes maneiras.

(1) Viscosidade Relativa da Poliamida

1 g de uma poliamida foi pesado com precisão e dissolvido em 100 mL de 96 % de ácido sulfúrico a uma temperatura de 20 a 30 °C sob agitação. Depois de completamente dissolvidos, 5 mL da solução foram rapidamente colocados num viscosímetro Cannon-Fenske, e após a colocação numa câmara de termóstato a 25 °C durante 10 minutos, o tempo de queda (t) foi medido. 96 % do próprio ácido sulfúrico foram medidos relativamente ao tempo de queda (t₀) da mesma maneira. A viscosidade relativa foi calculada a partir de t e t₀ de acordo com a seguinte equação.

$$\text{Viscosidade relativa} = t/t_0$$

(2) Valor b* de Péletes de Poliamida

O valor b* foi medido através de um método de reflexão de acordo com JIS K7105. Um valor b* maior significa maior tom amarelado. Como um aparelho de medição do valor b*, foi

utilizado um aparelho de medição de diferença de cor (Sistema de Medição de Cor Modelo Z-E80), produzido por Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.

(3) Propriedade de Barreira contra Gás

Uma película foi medida relativamente à taxa de transmissão de oxigénio e ao coeficiente de transmissão de oxigénio de acordo com ASTM D3985 sob uma atmosfera de 23 °C e 80 % de HR. A medição foi efetuada com OX-TRAN 2/16, produzido por Modern Controls, Inc. Um valor inferior significa melhor propriedade de barreira contra gás. Uma garrafa foi medida relativamente à taxa de transmissão de oxigénio de acordo com ASTM D3985 sob uma atmosfera de 100 % de HR dentro da garrafa e 50 % fora da garrafa. A medição foi efetuada com OX-TRAN 2/16, produzido por Modern Controls, Inc. Um valor inferior significa melhor propriedade de barreira contra gás.

(4) Produtividade e Processabilidade de Moldagem

Uma pré-forma de camadas múltiplas ou uma película de camadas múltiplas foi produzida com a composição de resina como uma camada de barreira, e o número de bolhas formadas na camada de barreira foi medido para avaliar a produtividade e a processabilidade de moldagem.

(5) Transparência

A camada de barreira retirada da pré-forma de camadas múltiplas foi medida relativamente a névoa de acordo com JIS K7105 e ASTM D1003 com um aparelho de medição de valor de névoa (Model COH-300A), produzido por Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.

(6) Viscosidade de Fusão da Poliamida

A viscosidade de fusão foi medida com Capilograph 1-D, produzido por Toyo Seiki Seisaku-Sho, Ltd. definindo um capilar com um diâmetro de 1 mm e um comprimento de 10 mm em condições de 260 °C e um tempo de retenção de fusão de 5 a 15 minutos.

Exemplo 1

Polimerização por Fusão de Poliamida

15 000 g (102,6 moles) de ácido adípico pesado com precisão, 5,174 g (0,0488 moles) de hipofosfito de sódio e 2,803 g (0,0342 moles) de acetato de sódio foram colocados num recipiente de reação com uma capacidade interior de 50 L equipado com um agitador, um condensador parcial, um condensador total, um termómetro, um funil com torneira, um tubo de introdução de nitrogénio e molde de fios, e após suficientemente substituídos por nitrogénio, os conteúdos foram aquecidos até 170 °C sob agitação, o sistema sob uma pequena quantidade de fluxo de nitrogénio. 13 974 g (102,6 moles) de m-xililenodiamina foram aí adicionados gota a gota sob agitação, e a temperatura do sistema foi continuamente aumentada, enquanto foi removida a água de condensação gerada fora do sistema. Após a conclusão da adição gota a gota de m-xililenodiamina, a temperatura interior foi definida em 260 °C, e a reação continuou durante 40 minutos. Em seguida, o sistema foi pressurizado com nitrogénio, e o polímero foi retirado através do molde de fios e formado em péletes, de modo a fornecer cerca de 24 kg de uma poliamida.

Polimerização de Fase Sólida da Poliamida

Subsequentemente, a poliamida foi carregada num secador com tambor com um revestimento equipado com um tubo de introdução de nitrogénio, uma linha de vácuo, uma bomba de vácuo e um termopar para a medição da temperatura interior, e após substituir suficientemente o interior do secador com tambor por nitrogénio com uma pureza de 99 % em volume ou mais durante a rotação a uma velocidade constante, o secador com tambor foi aquecido sob o mesmo fluxo de nitrogénio para aquecer os péletes até uma temperatura de 150 °C durante cerca de 150 minutos. A pressão no sistema, no qual a temperatura dos péletes atingiu 150 °C, foi reduzida para 1 torr ou menos. A temperatura foi ainda mais aumentada para aquecer os

péletes até uma temperatura de 200 °C durante cerca de 70 minutos, e mantida a 200 °C durante 30 minutos. Em seguida, o nitrogénio com uma pureza de 99 % em volume ou mais foi introduzido no sistema, e o secador com tambor foi arrefecido com rotação mantida para fornecer uma poliamida 1 com uma viscosidade relativa de 2,6. A poliamida resultante 1 tinha um valor b^* de 1,1.

Preparação da Composição de Resina de Poliamida

Em seguida, foram adicionados 3,9 g (0,0065 moles) de estearato de cálcio a 20 kg da poliamida 1, e misturados através de agitação num tambor durante 10 minutos para fornecer uma composição de resina de poliamida 1.

Produção de Película

A composição de resina de poliamida 1 foi obtida por extrusão a uma taxa de descarga de 3 kg/h numa forma de película através da utilização de uma extrusora uniaxial de 25 mm de diâmetro, uma extrusora de película com uma cabeça equipada com um filtro de malha 600 e um molde em T, um rolo de arrefecimento, um detetor de olho de peixe (Modelo GX70W), produzido por Mamiya-OP Co., Ltd., e um dispositivo de enrolar equipado com um dispositivo de bobinagem e afins, e a velocidade de bobinagem foi controlada para formar uma película com um largura de 15 cm e uma espessura de 50 μ . A película foi introduzida entre a câmara e a fonte de luz do detetor de olho de peixe, e durante a bobinagem com o aparelho de enrolar, o número de olhos de peixe (com um diâmetro equivalente ao círculo de 20 μ ou mais) na película com uma largura de 10 cm e um comprimento de 50 m foi contado após passada 1 hora desde o início da extrusão, pelo que foi calculado o número de olhos de peixe por 1 m². A operação de extrusão continuou após a contagem dos olhos de peixe, e a pressão de resina na cabeça da extrusora foi observada para confirmar a ocorrência de alteração da mesma. O estado de coloração da película resultante foi visualmente observado. Os resultados são

ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 2

A polimerização por fusão e a polimerização de fase sólida foram realizadas da mesma maneira que no Exemplo 1, exceto o facto de a quantidade de hipofosfito de sódio ser de 12,953 g (0,1220 moles) e a quantidade de acetato de sódio ser de 7,008 g (0,0854 moles) para fornecer uma poliamida 2 com uma viscosidade relativa de 2,6 e um valor b^* de -2,0. O período de tempo em que a temperatura dos péletes foi mantida a 200 °C foi de 20 minutos.

Em seguida, foram adicionados 7,6 g (0,0126 moles) de estearato de cálcio a 20 kg da poliamida 2, e misturados através de agitação num tambor durante 10 minutos para fornecer uma composição de resina de poliamida 2, que foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração na pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 3

A polimerização por fusão e a polimerização de fase sólida foram realizadas da mesma maneira que no Exemplo 1, exceto o facto de a quantidade de hipofosfito de sódio ser de 17,247 g (0,1627 moles) e a quantidade de acetato de sódio ser de 9,344 g (0,1139 moles) para fornecer uma poliamida 3 com uma viscosidade relativa de 2,6 e um valor b^* de -3,7. O período de tempo em que a temperatura dos péletes foi mantida a 200 °C foi de 20 minutos.

Em seguida, foram adicionados 11,8 g (0,0194 moles) de estearato de cálcio a 20 kg da poliamida 3, e misturados através de agitação num tambor durante 10 minutos para fornecer uma composição de resina de poliamida 3, que foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração na pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 4

A polimerização por fusão e a polimerização de fase sólida foram realizadas da mesma maneira que no Exemplo 1, exceto o facto de a quantidade de hipofosfito de sódio ser de 25,871 g (0,2441 moles) e a quantidade de acetato de sódio ser de 14,016 g (0,1709 moles) para fornecer uma poliamida 4 com uma viscosidade relativa de 2,6 e um valor b^* de -4,5. O período de tempo em que a temperatura dos péletes foi mantida a 200 °C foi de 20 minutos.

Em seguida, foram adicionados 18,8 g (0,0310 moles) de estearato de cálcio a 20 kg da poliamida 4, e misturados através de agitação num tambor durante 10 minutos para fornecer uma composição de resina de poliamida 4, que foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração na pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 5

Uma composição de resina de poliamida 5 foi obtida da mesma maneira que no Exemplo 2, exceto o facto de serem adicionados 3,5 g (0,0058 moles) de estearato de cálcio a 20 kg de uma poliamida (poliamida 5) obtida através de polimerização por fusão e polimerização de fase sólida da mesma maneira que no Exemplo 2, e foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração da pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 6

Uma composição de resina de poliamida 6 foi obtida da mesma maneira que no Exemplo 2, exceto o facto de serem adicionados 17,1 g (0,0281 moles) de estearato de cálcio a 20 kg de uma poliamida (poliamida 6) obtida através de polimerização por fusão e polimerização de fase sólida da mesma maneira que no Exemplo 2, e foi observada

relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração da pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 7

A polimerização por fusão e a polimerização de fase sólida foram realizadas da mesma maneira que no Exemplo 3, exceto o facto de a quantidade de acetato de sódio ser de 8,009 g (0,0976 moles) para fornecer uma poliamida 7 com uma viscosidade relativa de 2,6 e um valor b^* de -3,8. O período de tempo em que a temperatura dos péletes foi mantida a 200 °C foi de 18 minutos.

Uma composição de resina de poliamida 7 foi depois obtida da mesma maneira que no Exemplo 3, e foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração na pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 8

A polimerização por fusão e a polimerização de fase sólida foram realizadas da mesma maneira que no Exemplo 3, exceto o facto de a quantidade de acetato de sódio ser de 12,014 g (0,1465 moles) para fornecer uma poliamida 8 com uma viscosidade relativa de 2,6 e um valor b^* de -3,6. O período de tempo em que a temperatura dos péletes foi mantida a 200 °C foi de 27 minutos.

Uma composição de resina de poliamida 8 foi depois obtida da mesma maneira que no Exemplo 3, e foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração na pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 9

14,250 g (97,5 moles) de ácido adípico pesado com precisão, 850 g (5,1 moles) de ácido isoftálico, 8,624 g

(0,0814 moles) de hipofosfito de sódio e 4,004 g (0,0488 moles) de acetato de sódio foram colocados num recipiente de reação com uma capacidade interior de 50 L equipado com um agitador, um condensador parcial, um condensador total, um termómetro, um funil com torneira, um tubo de introdução de nitrogénio e um molde de fios, e após suficientemente substituídos por nitrogénio, os conteúdos foram aquecidos até 170 °C sob agitação, o sistema sob uma pequena quantidade de fluxo de nitrogénio. 13,974 g (102,6 moles) de m-xililenodiamina foram adicionados gota a gota sob agitação, e a temperatura do sistema foi continuamente aumentada, enquanto foi removida a água de condensação gerada fora do sistema. Após a conclusão da adição gota a gota de m-xililenodiamina, a temperatura interior foi definida em 260 °C, e a reação continuou durante 40 minutos. Em seguida, o sistema foi pressurizado com nitrogénio, e o polímero foi retirado através do molde de fios e formado em péletes, de modo a fornecer cerca de 24 kg de uma poliamida.

Subsequentemente, a poliamida foi carregada num secador com tambor com um revestimento equipado com um tubo de introdução de nitrogénio, uma linha de vácuo, uma bomba de vácuo e um termopar para a medição da temperatura interior, e após substituir suficientemente o interior do secador com tambor por nitrogénio com uma pureza de 99 % em volume ou mais durante a rotação a uma velocidade constante, o secador com tambor foi aquecido sob o mesmo fluxo de nitrogénio para aquecer os péletes até uma temperatura de 150 °C durante cerca de 150 minutos. A pressão no sistema, no qual a temperatura dos péletes atingiu 150 °C, foi reduzida para 1 torr ou menos. A temperatura foi ainda mais aumentada para aquecer os péletes até uma temperatura de 200 °C durante cerca de 70 minutos, e mantida a 200 °C durante 30 minutos. Em seguida, o nitrogénio com uma pureza de 99 % em volume ou mais foi

introduzido no sistema, e o secador com tambor foi arrefecido com rotação mantida para fornecer uma poliamida 9 com uma viscosidade relativa de 2,6. A poliamida resultante 9 tinha um valor b^* de 0,2.

Em seguida, foram adicionados 3,9 g (0,0065 moles) de estearato de cálcio a 20 kg da poliamida 9, e misturados através de agitação num tambor durante 10 minutos para fornecer uma composição de resina de poliamida 9. Em seguida, a mesma foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração na pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo 10

A polimerização por fusão e a polimerização de fase sólida foram realizadas da mesma maneira que no Exemplo 9, exceto o facto de a quantidade de hipofosfito de sódio ser de 12,953 g (0,1220 moles) e a quantidade de acetato de sódio ser de 7,008 g (0,0854 moles) para fornecer uma poliamida 10 com uma viscosidade relativa de 2,6 e um valor b^* de -0,5. O período de tempo em que a temperatura dos péletes foi mantida a 200 °C foi de 27 minutos.

Em seguida, foram adicionados 7,6 g (0,0126 moles) de estearato de cálcio a 20 kg da poliamida 10, e misturados através de agitação num tambor durante 10 minutos para fornecer uma composição de resina de poliamida 10, que foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração na pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

Exemplo Comparativo 1

Uma película foi produzida da mesma maneira que no Exemplo 3, exceto o fato de não ser adicionado estearato de cálcio, e foi observada relativamente ao número de olhos de peixe, à alteração na pressão de resina e ao estado de coloração da mesma maneira que no Exemplo 1. Os resultados

são ilustrados nas Tabelas 1 a 3.

[Tabela 1] (Exemplos de Referência)

Tabela 1

	Relação molar de monómeros de formação de poliamida	Concentração de átomo de fósforo na poliamida (ppm)	Relação molar com hipofosfito Na	
			Acetato Na	Estearato Ca
Exemplo 1	MXDA/AA = 100/100	60	0,70	0,16
Exemplo 2	MXDA/AA = 100/100	150	0,70	0,13
Exemplo 3	MXDA/AA = 100/100	200	0,70	0,15
Exemplo 4	MXDA/AA = 100/100	300	0,70	0,16
Exemplo 5	MXDA/AA = 100/100	150	0,70	0,06
Exemplo 6	MXDA/AA = 100/100	150	0,70	0,29
Exemplo 7	MXDA/AA = 100/100	200	0,60	0,15
Exemplo 8	MXDA/AA = 100/100	200	0,90	0,15
Exemplo 9	MXDA/AA/IA = 100/95/5	100	0,60	0,10
Exemplo 10	MXDA/AA/IA = 100/95/5	150	0,70	0,13
Exemplo Comparativo 1	MXDA/AA = 100/100	60	0,70	0
MXDA: m-xililenodiamina AA: ácido adípico IA: ácido isoftálico				

[Tabela 2] (Exemplos de Referência)

Tabela 2

	Tempo de retenção a 200 °C na polimerização de fase sólida (minuto)	Viscosidade relativa da poliamida	Valor b* da poliamida
Exemplo 1	30	2,6	1,1
Exemplo 2	25	2,6	-2,0
Exemplo 3	22	2,6	-3,7
Exemplo 4	20	2,6	-4,5
Exemplo 5	25	2,6	-2,0
Exemplo 6	25	2,6	-2,0
Exemplo 7	20	2,6	-3,8
Exemplo 8	27	2,6	-3,6
Exemplo 9	30	2,6	0,2
Exemplo 10	27	2,6	-0,5
Exemplo Comparativo 1	30	2,6	1,1

[Tabela 3] (Exemplos de Referência)

Tabela 3

	Pressão de resina na produção de película (MPa)			Número de olhos de peixe da película (por m ²)	Coloração da película
	Imediatamente após o início	Após 3 horas	Após 6 horas		
Exemplo 1	2,1	2,1	2,1	320	nenhuma
Exemplo 2	2,1	2,1	2,1	330	nenhuma
Exemplo 3	2,1	2,1	2,1	400	nenhuma
Exemplo 4	2,1	2,1	2,1	460	nenhuma
Exemplo 5	2,1	2,1	2,1	320	nenhuma
Exemplo 6	2,1	2,1	2,1	350	nenhuma

Exemplo 7	2,1	2,1	2,1	470	nenhuma
Exemplo 8	2,1	2,1	2,1	490	nenhuma
Exemplo 9	2,1	2,1	2,1	400	nenhuma
Exemplo 10	2,1	2,1	2,1	410	nenhuma
Exemplo Comparativo 1	2,3	3,8	5,6	360	nenhuma

Como ilustrado nos Exemplos 1 a 10, as composições de resina de poliamida da presente invenção sofreram menos coloração, continham pequenas quantidades de gel causando olhos de peixe e eram estáveis em termos de pressão de resina na extrusão. No Exemplo Comparativo 1 sem nenhum estearato de cálcio adicionado, o filtro foi obstruído devido à desnaturação de hipofosfito de sódio, e foi observado o aumento de tempo decorrido da pressão de resina.

Exemplo 11

99,963 % em peso de poli-m-xililenodipamida (MX Nylon S6007, produzido por Mitsubishi Gas Chemical Co., Inc.) como a poliamida (X), 0,03 % em peso de estearato de cálcio (produzido por Kanto Chemical Co., Inc.) como o sal metálico de ácido gordo, e 0,007 % em peso de monolaurato de polioxietilenossorbitano (Nonion LT-221, produzido por NOF Corporation, viscosidade de turbulência cinemática: 330 mm²/s) como o aditivo (A) foram misturados a seco com um tambor durante 15 minutos. Uma pré-forma de três camadas (27 g) contendo camada de poliéster (F)/camada de barreira/camada de poliéster (F) com a composição de resina resultante como a camada de barreira foi produzida através de moldagem por injeção nas condições seguintes. Nas condições seguintes, a temperatura do cilindro de injeção do lado do núcleo era elevada, o número de rotação da rosca do lado do núcleo era elevado, e a contrapressão da rosca do lado do núcleo era baixa, em comparação com as condições

normais, pelo que o ar estava sujeito a ser arrastado para formar uma grande quantidade bolhas.

A pré-forma foi arrefecida e depois submetida a moldagem por insuflação com estiramento de forma biaxial sob aquecimento para fornecer uma garrafa de camadas múltiplas. Como a resina que constitui a camada de poliéster (F), foi utilizado politereftalato de etileno (1101, produzido por Invista, Inc.) com uma viscosidade intrínseca de 0,80 (medida com um solvente misturado de fenol/tetracloroetileno = 6/4 (relação de volume) a uma temperatura de medição de 30 °C). A camada de barreira sofreu menos oscilação na espessura e tinha uma linha de acabamento uniforme sem nenhuma perturbação para fornecer uma pré-forma com uma qualidade estável com moldabilidade favorável. O peso da camada de barreira relativamente ao peso total da garrafa de camadas múltiplas resultante era de 10 % em peso. A garrafa resultante tinha uma taxa de transmissão de oxigénio de 0,009 cc/garrafa·dia·atm, que mostrava uma propriedade de barreira favorável. Os resultados de avaliação são ilustrados na Tabela 4.

Formato da Pré-forma de Três camadas

O comprimento total era de 88 mm, o diâmetro exterior era de 20 mm, a espessura era de 4,2 mm, e o peso era de 21 g. A pré-forma de três camadas foi produzida com uma máquina de moldagem por injeção, produzida por Husky-Kortec (quatro peças moldadas de uma vez). A rosca utilizada foi um tipo de trajeto completo normal.

Condições de Moldagem da Pré-forma de Três camadas

Temperatura do cilindro de injeção do lado da pele:
285 °C

Temperatura do cilindro de injeção do lado do núcleo:
280 °C

Temperatura da trajetória da resina no molde: 280 °C

Temperatura da água de arrefecimento do molde: 15 °C

Número de rotação da rosca do lado do núcleo: 175 rpm

Contrapressão da rosca do lado do núcleo: 0 psi

Tempo de arrefecimento: ilustrado na Tabela 4

Formato da Garrafa de Camadas Múltiplas

O comprimento total era de 155 mm, o diâmetro exterior era de 65 mm, a capacidade era de 350 mL, o formato do fundo era um formato champanhe, e não se formou nenhuma cova na parte de corpo. A moldagem por insuflação com estiramento de forma biaxial foi realizada com uma máquina de moldagem por insuflação (Modelo EFB1000ET), produzido por Frontier, Inc.

Condições de Moldagem por Insuflação com Estiramento de Forma Biaxial

Temperatura de aquecimento da pré-forma: 103 °C

Pressão da haste de estiramento: 0,5 MPa

Pressão de insuflação primária: 1,0 MPa

Pressão de insuflação secundária: 2,5 MPa

Tempo de atraso de insuflação primário: 0,35 s

Tempo de insuflação primário: 0,28 s

Tempo de insuflação secundário: 2,0 s

Tempo de descarga de insuflação: 0,6 s

Temperatura do molde: 30 °C

Exemplo 12

99,95 % em peso de poliamida contendo um componente de diamina com m-xililenodiamina e um componente de ácido dicarboxílico contendo 95 % em mole de ácido adípico e 5 % em mole de ácido isoftálico (ponto de fusão: 233 °C, meio tempo de cristalização: 59 s) como a poliamida (X), 0,04 % em peso de estearato de cálcio (produzido por Kanto Chemical Co., Inc.) como o sal metálico de ácido gordo, e 0,01 % em peso de monolaurato de polioxietilenossorbitano (Nonion LT-221, produzido por NOF Corporation, viscosidade de turbulência cinemática: 330 mm²/s) como o aditivo (A) foram misturados a seco com um tambor durante 25 minutos. Uma garrafa de camadas múltiplas com a composição de resina resultante como uma camada de barreira foi obtida da mesma

maneira que no Exemplo 11. A garrafa resultante tinha uma taxa de transmissão de oxigênio de 0,008 cc/garrafa·dia·atm, que mostrou uma propriedade de barreira favorável. Os resultados de avaliação são ilustrados na Tabela 4.

Exemplo 13

99,98 % em peso de poliamida contendo um componente de diamina com m-xililenodiamina e um componente de ácido dicarboxílico contendo 90 % em mole de ácido adípico e 10 % em mole de ácido isoftálico (ponto de fusão: 226 °C, meio tempo de cristalização: 133 s) como a poliamida (X), 0,015 % em peso de estearato de cálcio (produzido por Kanto Chemical Co., Inc.) como o sal metálico de ácido gordo, e 0,005 % em peso de monolaurato de polioxietilenossorbitano (Nonion LT-221, produzido por NOF Corporation, viscosidade de turbulência cinemática: 330 mm²/s) como o aditivo (A) foram misturados a seco com um tambor durante 20 minutos. Uma garrafa de camadas múltiplas com a composição de resina resultante como uma camada de barreira foi obtida da mesma maneira que no Exemplo 11. A garrafa resultante tinha uma taxa de transmissão de oxigênio de 0,008 cc/garrafa·dia·atm, que mostrou uma propriedade de barreira favorável. Os resultados de avaliação são ilustrados na Tabela 4.

Exemplo Comparativo 2

99,98 % em peso de poli-m-xilileno adipamida (MX Nylon S6007, produzido por Mitsubishi Gas Chemical Co., Inc.) como a poliamida (X) e 0,02 % em peso de etilenobisestearilamida (Alflow H-50, produzido por NOF Corporation) como o aditivo (A) foram misturados a seco com um tambor durante 5 minutos. Uma garrafa de camadas múltiplas com a composição de resina resultante como uma camada de barreira foi obtida da mesma maneira que no Exemplo 11.

A garrafa resultante tinha uma taxa de transmissão de

oxigénio de 0,009 cc/garrafa·dia·atm. Os resultados de avaliação são ilustrados na Tabela 4.

Exemplo Comparativo 3

99,985 % em peso de poli-m-xilileno adipamida (MX Nylon S6007, produzido por Mitsubishi Gas Chemical Co., Inc.) como a poliamida (X) e 0,015 % em peso de monolaurato de polioxietilenossorbitano (Nonion LT-221, produzido por NOF Corporation, viscosidade de turbulência cinemática: 330 mm²/s) como o aditivo (A) foram misturados a seco com um tambor durante 10 minutos. Uma garrafa de camadas múltiplas com a composição de resina resultante como uma camada de barreira foi obtida da mesma maneira que no Exemplo 11. A garrafa resultante tinha uma taxa de transmissão de oxigénio de 0,009 cc/garrafa·dia·atm. Os resultados de avaliação são ilustrados na Tabela 4.

Exemplo Comparativo 4

Uma garrafa de camadas múltiplas foi obtida da mesma maneira que no Exemplo 11 exceto o facto de a camada de barreira ter sido alterada para poli-m-xilileno adipamida (MX Nylon S6007, produzido por Mitsubishi Gas Chemical Co., Inc.). Os resultados de avaliação são ilustrados na Tabela 4.

[Tabela 4]

Tabela 4

	Exemplo			Exemplo Comparativo		
	11	12	13	2	3	4
Poliamida (X)	S6007	IPA-5	IPA-10	S6007	S6007	S6007
Sal metálico de ácido gordo Ca-ST (ppm)	300	400	150	0	0	0
Aditivo (A)						
EBS	0	0	0	200	0	0
LT-221	70	100	50	0	150	0

Taxa de formação de bolhas (%)	0	0	0	1,5	0,7	4,1
Névoa (%)	3	2	2	5	4	10
	11	12	13	2	3	4
Tempo de arrefecimento (s)	4	3	2	6	5	6
S6007: poli-m-xilileno adipamida (MX Nylon S6007) IPA-5: poli-m-xilileno adipamida modificado de ácido isoftálico de 5 % em mole IPA-10: poli-m-xilileno adipamida modificado de ácido isoftálico de 10 % em mole EBS: etilenobisestearilamida Ca-ST: estearato de cálcio LT-221: monolaurato de polioxietilenossorbitano (Nonion LT-221)						

Exemplo 14

Ao utilizar um aparelho de produção de películas de camadas múltiplas com duas extrusoras, um bloco de alimentação, um molde em T, um rolo de arrefecimento e um dispositivo de enrolar, nylon 6 (UBE1020B, um nome comercial, produzido por Ube Industries, Ltd., que é doravante abreviado como N6) e a composição de resina obtida no Exemplo 12 foram obtidos por coextrusão a partir da primeira extrusora e da segunda extrusora, respetivamente, para produzir uma película de camadas múltiplas com duas espécies em três camadas com uma estrutura de camada de camada N6 (10 μm)/camada de barreira (5 μm)/camada N6 (10 μm), para a qual uma película LLDPE foi depois laminada aí para produzir uma película de camadas múltiplas com três espécies em quatro camadas com uma estrutura de camada de camada LLDPE (20 μm)/camada N6 (10 μm)/camada de barreira (5 μm)/camada N6 (10 μm). Como uma rosca para a camada de barreira, foi utilizada uma rosca de trajeto completo para poliolefina com um diâmetro (D) de 40 mm, L (comprimento de rosca)/D = 24, um

comprimento de parte de alimentação de 8 D, um comprimento de parte de compressão de 8 D, uma parte de medição de 8 D e uma relação de compressão de 2,46. A taxa de transmissão de oxigénio da película resultante foi de 0,4 cc/m²·dia·atm, o que mostrou uma propriedade de barreira favorável. A camada de barreira na película foi uniforme com menos oscilação na espessura, e uma película com qualidade estável sem bolhas foi obtida com produtividade e moldabilidade boas.

Exemplo 15

Uma película de camadas múltiplas foi produzida da mesma maneira que no Exemplo 14 exceto o facto de ter sido utilizada uma rosca de trajeto completo para nylon com um diâmetro (D) de 40 mm, L (comprimento de rosca)/D = 20, um comprimento de parte de alimentação de 8 D, um comprimento de parte de compressão de 4 D, uma parte de medição de 8 D e uma relação de compressão de 3,96 como a rosca para a camada de barreira. A camada de barreira na película foi uniforme com menos oscilação na espessura, e uma película com qualidade estável sem bolhas foi obtida com produtividade e moldabilidade boas.

Exemplo 16

Uma película de camadas múltiplas foi produzida da mesma maneira que no Exemplo 14 exceto o facto de ter sido utilizada uma rosca de trajeto completo duplo com um diâmetro (D) de 40 mm, L (comprimento de rosca)/D = 25, um comprimento de parte de alimentação de 16 D, um comprimento de parte de compressão de 5 D, uma parte de medição de 4 D e uma relação de compressão de 2,67 como a rosca para a camada de barreira. A camada de barreira na película foi uniforme com menos oscilação na espessura, e uma película com qualidade estável sem bolhas foi obtida com produtividade e moldabilidade boas.

Conforme ilustrado nos Exemplos 11 a 16, mesmo em condições de moldagem em que o ar estava sujeito a ser

arrastado para formar bolhas, a composição de resina da presente invenção pode ser formada num artigo moldado com boas características sem alteração das condições de moldagem. Além disso, não foi arrastado ar com roscas tendo vários formatos. Em conformidade, a composição de resina da invenção foi consideravelmente boa em termos de produtividade e moldabilidade. A mesma não sofreu branqueamento devido a cristalização imediatamente após a moldagem, e foi obtida uma excelente transparência mesmo com um curto tempo de arrefecimento. Igualmente, foi excelente em termos de propriedade de barreira contra gás numa condição de humidade elevada.

Exemplo 17 (Exemplo de Referência)

Uma mistura de péletes contendo 30 % em peso da composição de resina de poliamida 1 (produzida no Exemplo 1) e 70 % em peso de nylon 6 (glade: 1030B, produzido por Ube Industries, Ltd.) foi agitada e misturada com um tambor. A mistura foi misturada por fusão a 260 °C com uma extrusora uniaxial com um diâmetro de 30 mm para produzir péletes misturados 1. Os péletes misturados 1 foram secos sob pressão reduzida para controlar o teor de água para 0,03 %, e depois foram medidos relativamente a viscosidade de fusão.

Exemplo 18 (Exemplo de Referência)

Uma mistura de péletes contendo 30 % em peso da composição de resina de poliamida 2 (produzida no Exemplo 2) e 70 % em peso de nylon 6 (glade: 1030B, produzido por Ube Industries, Ltd.) foi agitada e misturada com um tambor. A mistura foi misturada por fusão a 260 °C com uma extrusora uniaxial com um diâmetro de 30 mm para produzir péletes misturados 2. Os péletes misturados 2 foram secos sob pressão reduzida para controlar o teor de água para 0,03 %, e depois foram medidos relativamente a viscosidade de fusão.

Exemplo Comparativo 5

Uma mistura de péletes contendo 30 % em peso da poliamida 1 (produzida no Exemplo 1, não contendo nenhum estearato de cálcio) e 70 % em peso de nylon 6 (glade: 1030B, produzido por Ube Industries, Ltd.) foi agitada e misturada com um tambor. A mistura foi misturada por fusão a 260 °C com uma extrusora uniaxial com um diâmetro de 30 mm para produzir péletes misturados. Os péletes misturados foram secos sob pressão reduzida para controlar o teor de água para 0,03 %, e depois foram medidos relativamente a viscosidade de fusão.

[Tabela 5]

Tabela 5

	Viscosidade de fusão (Pa·s)/taxa de cisalhamento: 100 s ⁻¹	
Tempo de retenção de fusão	5 minutos	10 minutos
Nylon 6	1550	1550
Poliamida 1	710	700
Poliamida 2	700	690

[Tabela 6]

Tabela 6

	Viscosidade de fusão (Pa·s)/taxa de cisalhamento: 100 s ⁻¹	
	5 minutos*	10 minutos*
Exemplo 17		
Valor de média aritmética (a)	1298	1295
Valor de medição real (b)	1340	1330
(b)/(a)	1,03	1,03
Exemplo 18		
Valor de média aritmética (a)	1295	1292
Valor de medição real (b)	1330	1360
(b)/(a)	1,03	1,05

Exemplo Comparativo 5		
Valor de média aritmética (a)	1298	1295
Valor de medição real (b)	1580	1720
(b)/(a)	1,22	1,33
* tempo de retenção de fusão		

[Aplicabilidade Industrial]

A composição de resina de poliamida da presente invenção sofre menos formação de bolhas na moldagem independentemente das condições de moldagem incluindo o formato de rosca, a temperatura, a contrapressão e afins, e pode ser aplicada no processo de moldagem contínuo durante um período de tempo prolongado para fornecer uma excelente produtividade. Um artigo moldado que sofre menos coloração e gelificação e é excelente em termos de transparência e propriedade de barreira sob uma elevada humidade pode ser obtido independentemente das condições de moldagem incluindo temperatura, tempo de arrefecimento e afins. Uma estrutura de camadas múltiplas que contém a composição de resina de poliamida da presente invenção é aplicada favoravelmente numa embalagem de alimentos, bebidas, partes eletrónicas e afins, e a presente invenção fornece um valor industrial consideravelmente elevado.

DOCUMENTOS REFERIDOS NA DESCRIÇÃO

Esta lista de documentos referidos pelo autor do presente pedido de patente foi elaborada apenas para informação do leitor. Não é parte integrante do documento de patente europeia. Não obstante o cuidado na sua elaboração, o IEP não assume qualquer responsabilidade por eventuais erros ou omissões.

Documentos de patente referidos na descrição

- JP 10147711 A [0020]
- JP 2000248176 A [0020]
- JP 49045960 A [0020]
- JP 2005194328 A [0020]
- JP 2001164109 A [0020]
- JP 11334006 A [0020]
- JP 2000211665 A [0020]
- JP 2003011307 A [0020]
- JP 7247422 A [0020]

REIVINDICAÇÕES

1. Uma composição de resina de poliamida compreendendo:
 - um componente de resina contendo uma poliamida (X) obtida através de policondensação por fusão de um componente de diamina contendo 70 % em mole ou mais de m-xililenodiamina e um componente de ácido dicarboxílico contendo 70 % em mole ou mais de um ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear,
 - um sal metálico de ácido gordo com 10 a 50 átomos de carbono, e
 - um aditivo (A),
 - em que o aditivo (A) é um tensioativo.
2. A composição de resina de poliamida de acordo com a reivindicação 1, em que a poliamida (X) é uma poliamida obtida através de policondensação de um componente de diamina contendo 70 % em mole ou mais de m-xililenodiamina e um componente de ácido dicarboxílico contendo 70 % em mole ou mais de um ácido dicarboxílico alifático α,ω -linear com 4 a 20 átomos de carbono e de 1 a 20 % em mole de ácido isoftálico.
3. A composição de resina de poliamida de acordo com a reivindicação 1, em que a composição compreende o tensioativo, que é um tensioativo não iônico tendo uma viscosidade de turbulência cinemática de 200 a 1000 mm²/s a 25 °C.
4. A composição de resina de poliamida de acordo com a reivindicação 1, em que o referido sal metálico de ácido gordo é estearato de cálcio.
5. A composição de resina de poliamida de acordo com a reivindicação 1, em que o referido sal metálico de ácido

gordo é incluído na composição de resina de poliamida numa quantidade de 50 a 5000 ppm.

6. A composição de resina de poliamida de acordo com a reivindicação 1, em que a poliamida (X) foi obtida através da referida policondensação por fusão, na presença de um composto que contém átomo de fósforo.

7. A composição de resina de poliamida de acordo com a reivindicação 1, em que a referida policondensação por fusão foi realizada na presença tanto de um composto que contém átomo de fósforo como de um composto de metal alcalino.

8. Uma estrutura de camadas múltiplas compreendendo uma camada de barreira compreendendo a composição de resina de acordo com a reivindicação 1.

9. A estrutura de camadas múltiplas de acordo com a reivindicação 8, em que a estrutura compreende ainda uma camada sobretudo compreendendo um poliéster.

10. A estrutura de camadas múltiplas de acordo com a reivindicação 8, em que a estrutura compreende ainda uma camada sobretudo compreendendo uma poliolefina.

11. A estrutura de camadas múltiplas de acordo com a reivindicação 8, em que a estrutura compreende ainda uma camada sobretudo compreendendo uma poliamida alifática.

12. A estrutura de camadas múltiplas de acordo com a reivindicação 9, em que o poliéster é uma resina de poliéster termoplástico obtida através de reação de polimerização de um componente de ácido dicarboxílico contendo ácido tereftálico numa quantidade de 80 % em mole

ou mais, e um componente de diol contendo etilenoglicol numa quantidade de 80 % em mole ou mais.

13. A estrutura de camadas múltiplas de acordo com a reivindicação 12, em que a estrutura é uma garrafa de camadas múltiplas com uma estrutura de três camadas incluindo camada de poliéster/camada de barreira/camada de poliéster.

14. A estrutura de camadas múltiplas de acordo com a reivindicação 12, em que a estrutura é uma garrafa de camadas múltiplas com uma estrutura de cinco camadas incluindo camada de poliéster/camada de barreira/camada de poliéster/camada de barreira/camada de poliéster.

15. A estrutura de camadas múltiplas de acordo com a reivindicação 8, em que um peso da camada de barreira é de 1 a 20 % em peso com base no peso total da estrutura de camadas múltiplas.