

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(21) 201992307 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки  
2020.02.12

(51) Int. Cl. C08G 69/16 (2006.01)  
C08G 69/36 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки  
2018.03.27

(54) СОЕДИНЕНИЯ РАЗВЕТВЛЕННЫХ, ТЕРМИНИРОВАННЫХ ПОЛИАМИДОВ

(31) 62/481,998

(72) Изобретатель:

(32) 2017.04.05

Неллиаппан Вира (US)

(33) US

(74) Представитель:

(86) PCT/US2018/024452

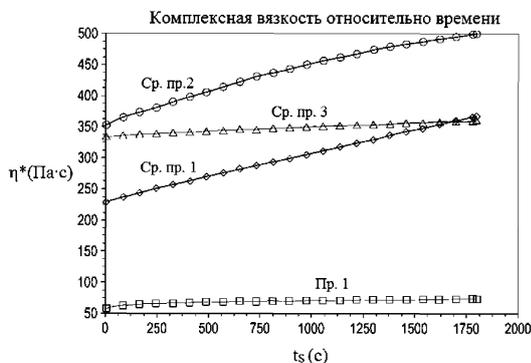
Костюшенкова М.Ю., Христофоров  
А.А., Гизатуллин Ш.Ф., Гизатуллина  
Е.М., Глухарёва А.О., Лебедев В.В.,  
Парамонова К.В., Строкова О.В.,  
Угрюмов В.М. (RU)

(87) WO 2018/187079 2018.10.11

(71) Заявитель:

ЭДВАНСИКС РЕСИНС ЭНД  
КЕМИКАЛС ЛЛК (US)

(57) Настоящее раскрытие обеспечивает способ получения соединений частично терминированного полиамида с разветвленными цепями из предшественников полиамида. Соединения частично терминированного, разветвленного полиамида имеют улучшенные свойства прочности расплава и стабильности расплава.



A1

201992307

201992307

A1

# СОЕДИНЕНИЯ РАЗВЕТВЛЕННЫХ, ТЕРМИНИРОВАННЫХ ПОЛИАМИДОВ

## ОПИСАНИЕ

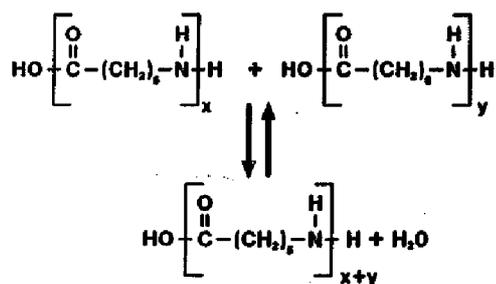
### Область техники, к которой относится настоящее изобретение

[0001] Настоящее раскрытие относится к соединениям полиамида и, в частности, к соединениям полиамида, которые включают разветвление и обрыв полиамидных молекулярных цепей для получения желаемых свойств, таких как высокая молекулярная масса и высокая прочность расплава.

### Предшествующий уровень техники настоящего изобретения

[0002] Обычно полиамиды образуются из предшественников, таких как капролактамы, посредством реакций гидролиза, аддитивной полимеризации и поликонденсации. Для материалов на основе полиамида-6, образованных из капролактама, гидролиз открывает кольцо капролактамового мономера, образуя две концевые группы – одну концевую аминогруппу и одну карбоксильную концевую группу, аддитивная полимеризация объединяет капролактамовые мономеры в олигомеры со средней молекулярной массой, а поликонденсация объединяет олигомеры в полимеры с высокой молекулярной массой.

[0003] Как показано в реакции 1 ниже, реакция поликонденсации представляет обратимую химическую реакцию, в которой олигомеры или преполимеры полиамида-6 образуют высокомолекулярные полиамидные цепи с водой в качестве дополнительного продукта. Поликонденсация происходит одновременно с гидролизом и аддитивной полимеризацией, и, поскольку реакция проходит с образованием высокомолекулярных полиамидных цепей, происходит снижение общего числа присутствующих концевых групп.



Реакция 1

**[0004]** Содержание воды влияет на молекулярную массу полученных полиамидных цепей и общее число концевых групп. Путем удаления воды реакция проходит в направлении получения высокомолекулярных полимерных цепей для поддержания равновесия реакции. В одной технике увеличенную степень вакуума прикладывают для удаления воды из продуктов реакции, когда желательны полиамиды со значительно большей молекулярной массой. Однако приложение все большей степени вакуума непрактично в течение длительных периодов времени, поскольку количество воды становится все более дефицитным в смеси, и при этом ее тяжелее экстрагировать с течением времени.

**[0005]** Кроме того, поскольку молекулярная масса полиамидного полимера увеличивается при реакции поликонденсации, вязкость полимера также увеличивается. Это нежелательно, особенно когда полимерный расплав подвергается длительному времени удержания при обработке расплава, поскольку повышение вязкости может приводить к измененному и нестабильному технологическому режиму, что может быть неблагоприятным при применениях с высокоскоростным формованием, таких как получение тканей и операции получения пленок экструзией с раздувом или литьем.

**[0006]** Другой аспект реакций получения полиамидов, описанных выше, состоит в модификации концевых групп полимеров. Концевые группы можно модифицировать для изменения конструкции полиамидных полимеров для совместимости с некоторыми процессами. В зависимости от использования монофункциональных средств обрыва цепи или двухфункциональных модификаторов полиамидные полимеры с одинаковой молекулярной массой могут иметь различные конфигурации концевых групп.

**[0007]** Средства обрыва цепи или модификаторы обычно добавляются в капролактамы и реагируют с капролактамом и капролактамовыми мономерами в процессе полимеризации. Использование монофункциональных средств обрыва цепи (например, циклогексилamina или уксусной кислоты) приводит к обрыву цепи путем химической реакции карбоксильной концевой группы или концевой аминогруппы, соответственно. А именно, один массовый эквивалент средства обрыва цепи будет снижать количество соответствующей концевой группы на один эквивалент. Обрыв цепи также влияет на содержание воды в конечном полиамидном полимере по сравнению с полимером, имеющим такую же молекулярную массу. Терминированный полимер также имеет более низкое содержание воды, чем нетерминированный полимер, что совпадает с равновесной динамикой реакции. Кроме того, конец терминированного полимера не может подвергаться дополнительным реакциям аддитивной полимеризации или

поликонденсации и, таким образом, сохраняет свою молекулярную массу и характеризуется стабильной вязкостью расплава.

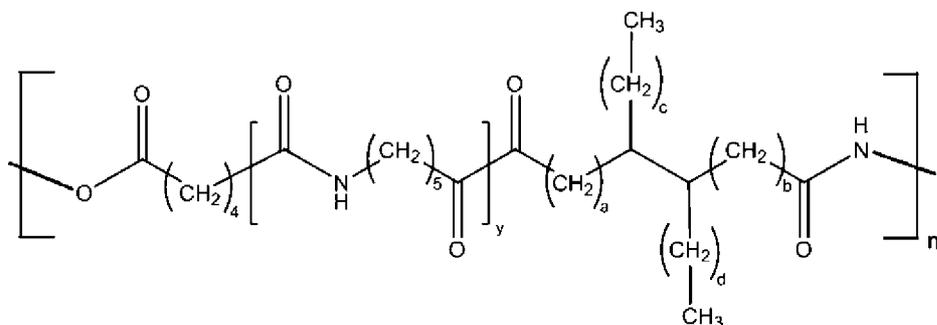
**[0008]** Использование двухфункциональных модификаторов (например, избытка гексаметилендиамина) не приводит к обрыву цепи полимера, а скорее изменяет тип концевой группы. Например, для каждого добавленного массового эквивалента гексаметилендиамина окончательный результат состоит в добавлении одной концевой аминогруппы и восстановлении одной карбоксильной концевой группы. Кроме того, подобно монофункциональному средству обрыва цепи, использование двухфункциональных модификаторов также влияет на содержание воды в конечном полиамидном полимере, поскольку модифицированный полимер имеет меньшее содержание воды, чем нетерминированный полимер.

**[0009]** Кроме того, при полимеризации содержание воды реакции также может быть необходимо снижать до очень низких уровней для предотвращения деполимеризации полиамидного продукта, что увеличивает производственную себестоимость. Например, длительное время цикла для реакции поликонденсации и/или высокая степень вакуума необходимы для снижения содержания воды. Таким образом, необходимо сбалансировать время цикла реакции для накопления молекулярной массы и результирующей прочности расплава.

### **Краткое раскрытие настоящего изобретения**

**[0010]** Настоящее раскрытие обеспечивает способ получения частично терминированных соединений полиамида с разветвленными цепями из предшественников полиамида. Соединения частично терминированного, разветвленного полиамида имеют улучшенные свойства прочности расплава и стабильности расплава.

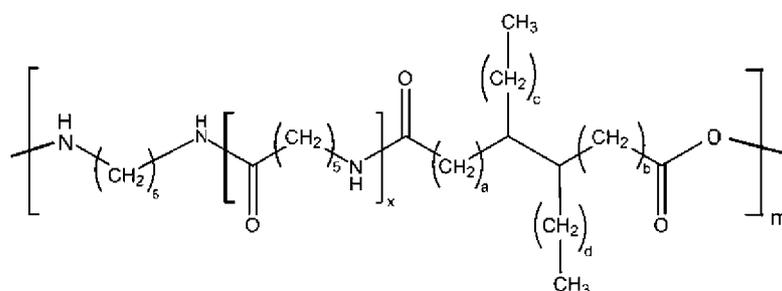
**[0011]** Соединение полиамида может иметь следующую формулу:



где:  $a = 6-10$ ;  $b = 6-10$ ;  $c = 6-10$ ;  $d = 6-10$ ;  $y = 80-400$ ;  $m = 1-400$ ; обе углеродные цепи димерных аминов имеют более 8 углеродов; соединение полиамида имеет содержание димерных диаминов или димерных кислот от 1 масс. % до 40 масс. % в пересчете на общую массу соединения полиамида; соединение полиамида терминировано конечной аминогруппой и карбоксильной конечной группой; и соединение полиамида имеет относительную вязкость от 3,0 до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.

**[0012]** Концентрация конечной аминогруппы может составлять от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг, а концентрация карбоксильной конечной группы может составлять от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг. Соединение полиамида может иметь относительную вязкость от 4,0 RV до 7,0 RV. Соединение полиамида может иметь вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 950 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Соединение полиамида может альтернативно иметь вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Соединение полиамида может альтернативно иметь вязкость в муравьиной кислоте около 250 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Соединение полиамида может иметь относительную вязкость от 4,0 RV до 7,0 RV и вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

**[0013]** Соединение полиамида может иметь следующую формулу:



где:  $a = 6-10$ ;  $b = 6-10$ ;  $c = 6-10$ ;  $d = 6-10$ ;  $x = 80-400$ ;  $m = 1-400$ ; обе углеродные цепи димерных аминов имеют более 8 углеродов; соединение полиамида имеет содержание димерных диаминов или димерных кислот от 1 масс. % до 40 масс. % в пересчете на общую массу соединения полиамида; соединение полиамида терминировано конечной аминогруппой и карбоксильной конечной группой; и соединение полиамида имеет относительную вязкость от 3,0 до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.

**[0014]** Концентрация конечной аминогруппы может составлять от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг, а концентрация карбоксильной конечной группы может составлять от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг. Соединение полиамида может иметь относительную вязкость

от 4,0 RV до 7,0 RV. Соединение полиамида может иметь вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 950 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Соединение полиамида может альтернативно иметь вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Соединение полиамида может альтернативно иметь вязкость в муравьиной кислоте около 250 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Соединение полиамида может иметь относительную вязкость от 4,0 RV до 7,0 RV и вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

**[0015]** Также обеспечивается способ получения соединения разветвленного, терминированного полиамида любого из вышеописанных типов. Способ предусматривает стадии взаимодействия капролактама и адипиновой кислоты или гексаметилендиамина в реакторной емкости с получением преполимера полиамида; взаимодействия преполимера полиамида с димерным амином или димерной кислотой с получением соединения разветвленного полиамида и добавления средств обрыва цепи в реакторную емкость, так что образуется соединение разветвленного, терминированного полиамида.

**[0016]** Стехиометрические эквивалентные количества димерной кислоты или димерного амина и адипиновой кислоты можно добавлять в реактор. Соединение разветвленного, терминированного полиамида может иметь концентрацию концевой аминогруппы от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг и может иметь концентрацию карбоксильной концевой группы от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг. Соединение разветвленного, терминированного полиамида может иметь относительную вязкость от 2,4 RV до 7,0 RV. Соединение разветвленного, терминированного полиамида может альтернативно иметь относительную вязкость от 4,0 RV до 7,0 RV. Соединение разветвленного, терминированного полиамида может иметь вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Соединение разветвленного, терминированного полиамида может альтернативно иметь вязкость в муравьиной кислоте около 250 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Соединение разветвленного, терминированного полиамида может иметь относительную вязкость от 4,0 RV до 7,0 RV и вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789. Отношение капролактама к димерной кислоте в соединении разветвленного, терминированного полиамида может составлять 88:12.

**[0017]** Соединение полиамида может, например, содержать полиамид с двумя концевыми группами - с концевой аминогруппой и карбоксильной концевой группой, причем соединение может иметь относительную вязкость от 4,0 RV до 7,0 RV и вязкость в муравьиной кислоте от 230 FAV до 970 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

[0018] Соединение полиамида можно выбирать из группы, состоящей из полиамида-6, полиамида-6,6, полиамида-6/6,6, полиамида-4,6, полиамида-6,10, полиамида-12,12 и их смесей и сополимеров.

[0019] Концентрация концевой аминогруппы может составлять от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг, и концентрация карбоксильной концевой группы может составлять от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг.

### **Краткое описание фигур**

[0020] Вышеуказанные и другие признаки настоящего раскрытия и способ их достижения станут более очевидными, а само раскрытие будет лучше понято со ссылкой на следующее описание вариантов осуществления настоящего раскрытия, взятое вместе с приложенными фигурами.

[0021] На фиг. 1 показан график, изображающий сравнение реологической термической стабильности разветвленного полиамида с двумя концевыми группами с неразветвленным аналогом с двумя концевыми группами, контрольным полиамидом-6 и полиамидом-6 с двумя концевыми группами для сравнения.

[0022] На фиг. 2 показан график, изображающий частоту относительно комплексной вязкости разветвленного полиамида с двумя концевыми группами с контрольным полиамидом-6, нетерминированным полиамидом (2% димерной кислоты) и полиамидом-6 с двумя концевыми группами (марки MBM) для сравнения.

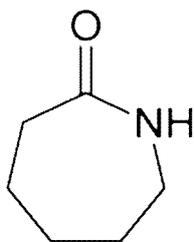
[0023] Соответствующие номера позиций указывают соответствующие детали на всех видах. Примеры, указанные в настоящем документе, показывают типичные варианты осуществления раскрытия, и такие примеры не должны рассматриваться как ограничивающие объем раскрытия каким-либо образом.

### **Подробное раскрытие настоящего изобретения**

#### **1. Синтез соединений разветвленного полиамида**

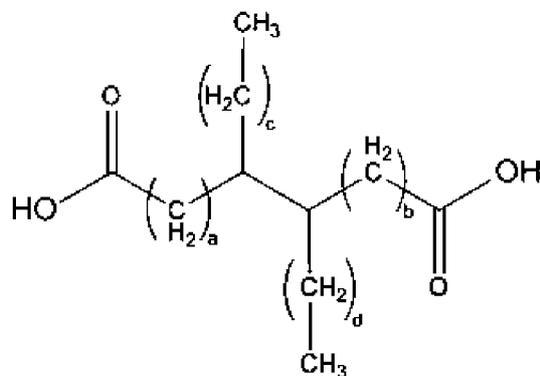
[0024] Полиамиды настоящего изобретения обычно образуются из капролактама, одной или нескольких димерных кислот и одного или нескольких димерных аминов.

[0025] Капролактаму показан как формула (I) и имеет структуру, показанную ниже:



(I).

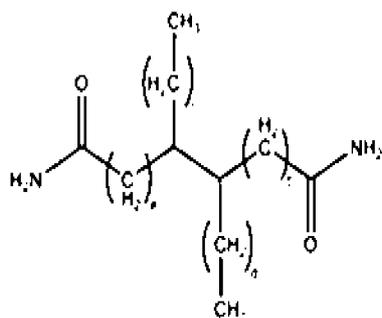
**[0026]** Димерные кислоты показаны ниже как формула (II), где каждое значение из a, b, c и d находится в диапазоне от 6 до 10. Кроме того, димерные кислоты могут содержать одну или несколько ненасыщенных связей. Дополнительную информацию касательно димерных кислот можно найти в Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Volume 2, pp. 1-13. Димерные кислоты можно превратить в димерные амины реакцией с аммиаком и последующим восстановлением.



(II)

**[0027]** Димерные амины показаны ниже как формула (III), где каждое значение из a, b, c и d находится в диапазоне от 6 до 10. Жирные амины представляют азотные производные жирных кислот, олефинов или спиртов, полученных из природных источников, жиров и масел, или нефтехимических сырьевых материалов. Жирные амины могут быть получены из существующих в природе материалов путем гидрирования жирного нитрильного промежуточного вещества при помощи различных катализаторов. Жирные амины можно также получать путем реакции жирных спиртов с аммиаком или низкомолекулярным первичным или вторичным амином. Дополнительную информацию касательно димерных аминов можно найти в Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Volume 2, pp. 1-13.

**[0028]** Подходящие димерные амины представлены общей формулой, показанной ниже, и содержат углеродные цепи, которые могут иметь от 6 углеродов до 10 углеродов, т.е. алкильные группы, которые содержат 6-10 углеродов.



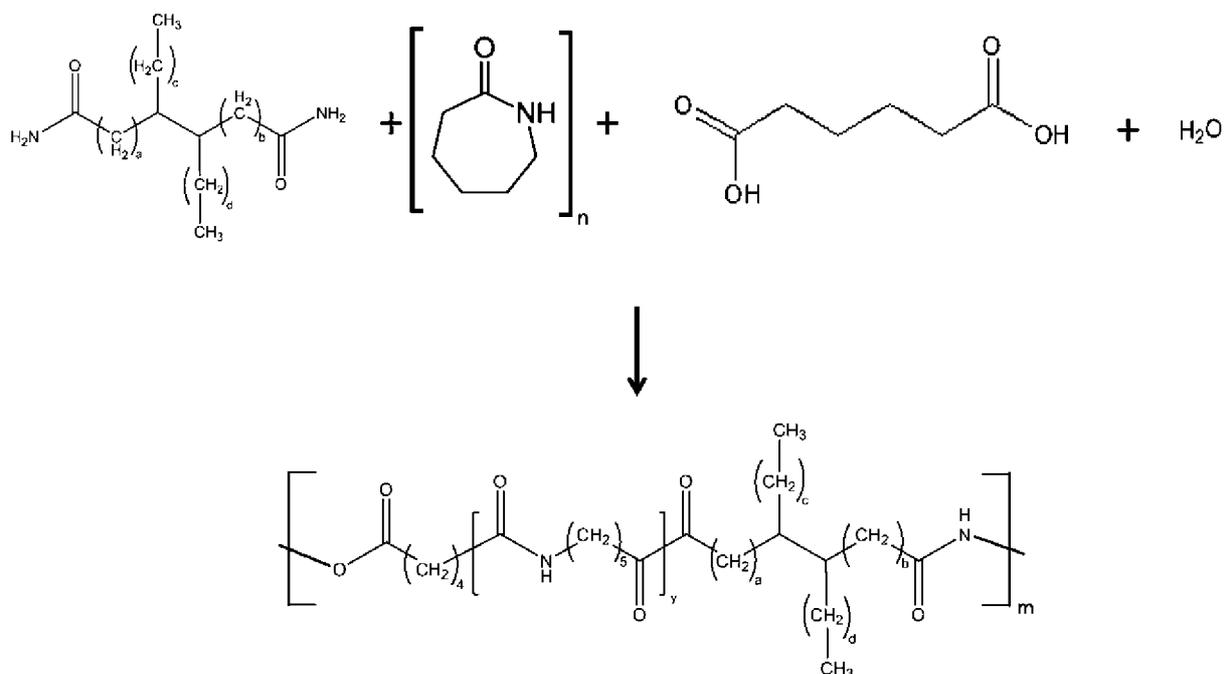
(III)

[0029] Димерные амины могут иметь алкильные группы, которые содержат более 8 углеродов, но алкильные группы димерных аминов могут иметь только 3 углерода или самое большее 8 углеродов, 10 углеродов, 15 углеродов или более. Углеродные цепи димерного амина в конечном полимере могут иметь различную длину. Углеродные цепи могут иметь одинаковое число атомов углерода. Например, каждая из углеродных цепей конечного соединения может иметь по меньшей мере 6 углеродов.

[0030] Для синтеза соединения разветвленного полиамида димерный амин, адипиновую кислоту или гексаметилендиамин и капролактамы можно добавлять в реакторную емкость. Средства обрыва цепи, обсуждаемые далее в настоящем документе, также добавляют в реактор вместе с другими добавками. Примеры добавок включают гипофосфорную кислоту, изофталевую кислоту и деионизированную воду.

[0031] Уравнение 1 ниже показывает синтез соединения разветвленного полиамида как реакцию синтеза с добавлением на одной стадии, тогда как уравнения 2-3 (обсуждаемые далее ниже) показывают синтез соединений разветвленного полиамида уравнения 1 как двухстадийный процесс с показанными промежуточными продуктами.

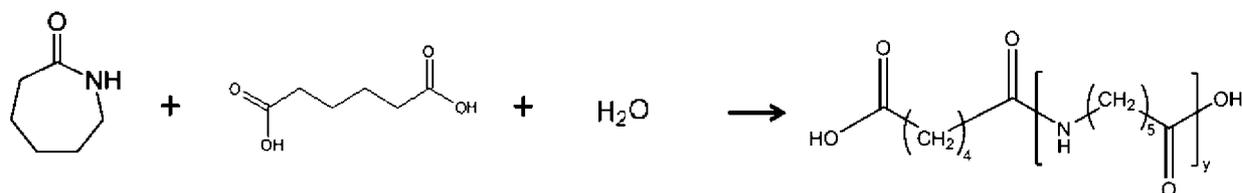
[0032] Как показано в уравнении 1, димерный амин и адипиновая кислота находятся в стехиометрическом отношении 1:1, тогда как количество капролактама, которое можно использовать, может изменяться в зависимости от значения  $n$ , т.е.  $n$  может быть мольным отношением от 80 до 400 относительно димерного амина и адипиновой кислоты. Реакция, показанная ниже, дает показанное соединение разветвленного полиамида, которое подвергают реакции обрыва цепи, как обсуждается более подробно в настоящем документе, и соединение полиамида может иметь относительную вязкость от 3,0 до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.



Уравнение 1

**[0033]** Различные отношения количества капролактама к количеству димерного амина могут находиться в реакторной емкости. Например, такие отношения могут быть самое меньшее 75:25, 80:20, 85:15, самое большее 87:13, 90:10 или 95:5 или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя вышеуказанными значениями. В типичном варианте осуществления отношение капролактама к димерной кислоте может составлять 88:12.

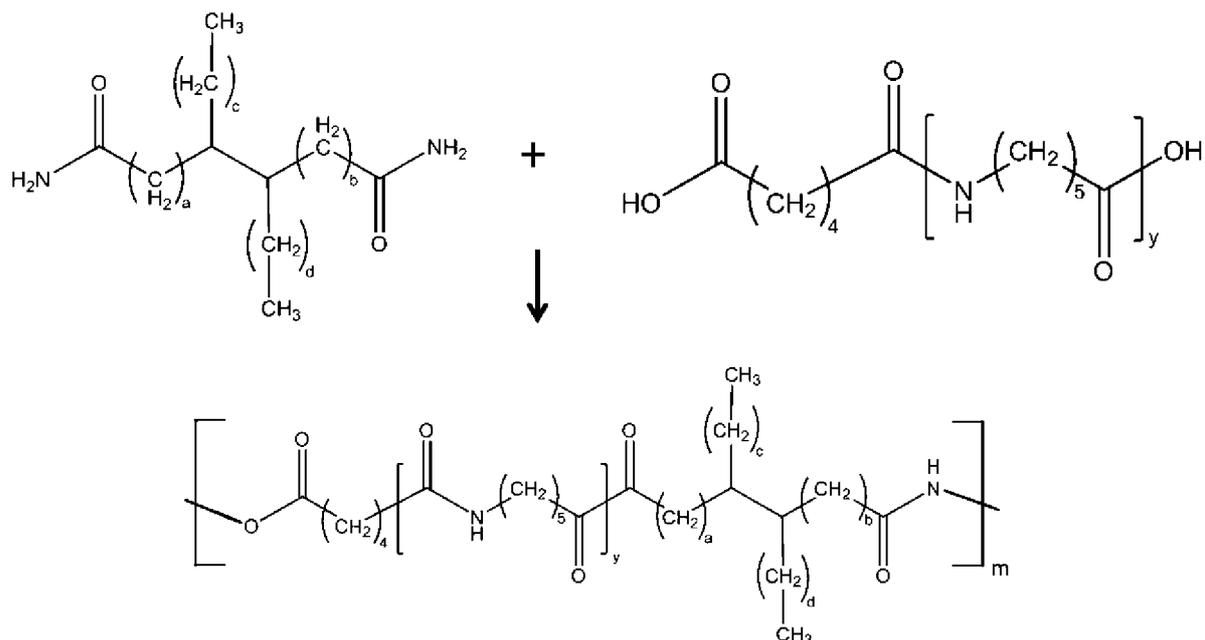
**[0034]** В двухстадийном синтезе соединения разветвленного полиамида капролактама и адипиновая кислота реагируют с образованием преполимера полиамида (преполимер ПА), как показано в уравнении 2 ниже.



Уравнение 2

**[0035]** Когда происходит реакция, преполимер ПА уравнения 2 реагирует с димерным амином с получением соединения разветвленного полиамида, как показано ниже в уравнении 3. В общем, как показано в уравнении 3, разветвленные группы,

например, алкильные группы, димерного амина включаются в прямую или основную цепь преполимера ПА с образованием соединения разветвленного полиамида.

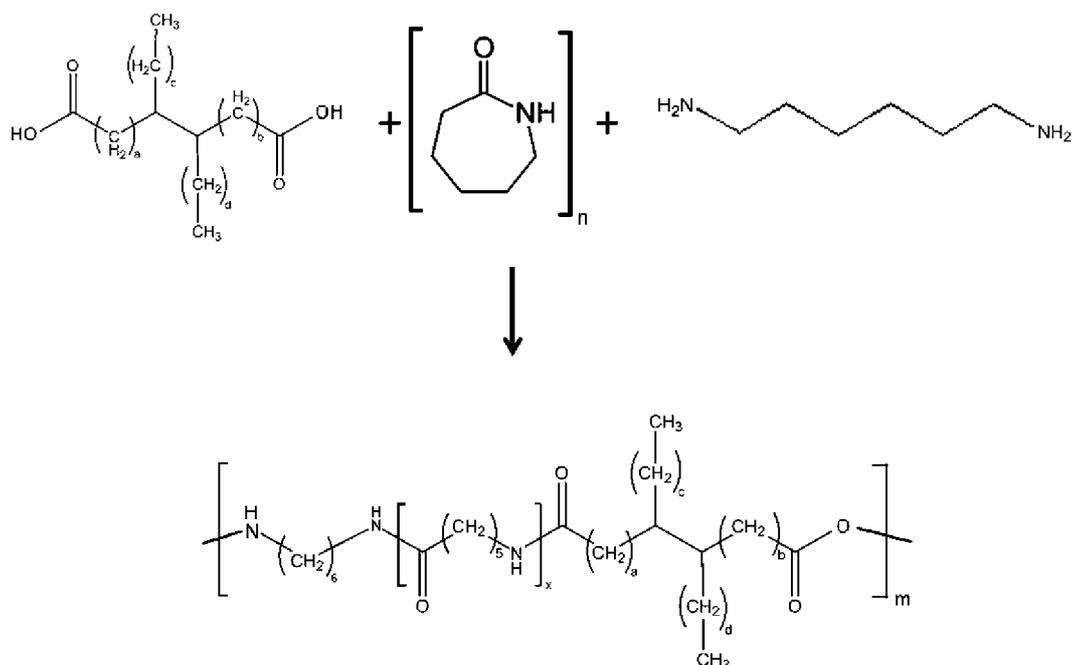


Уравнение 3

**[0036]** В уравнениях 1-3 каждое значение из  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $d$  находятся в диапазоне от 6 до 10,  $m$  находится в диапазоне от 1 до 400, а  $y$  находится в диапазоне от 80 до 400. Кроме того, концы цепи продукционного соединения разветвленного полиамида, показанного в уравнении 3, терминированы подходящими содержащими кислоту или амин средствами обрыва цепи, как обсуждается более подробно ниже.

**[0037]** Уравнение 4 ниже показывает синтез соединения разветвленного полиамида как реакцию синтеза с добавлением на одной стадии, тогда как уравнения 5-6 (обсуждаемые далее ниже) показывают синтез соединений разветвленного полиамида уравнения 4 как двухстадийный процесс с показанными промежуточными продуктами.

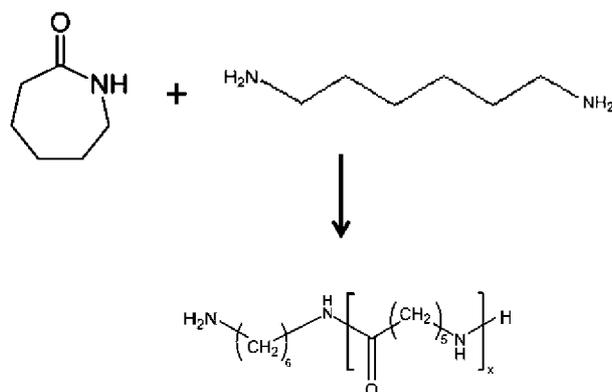
**[0038]** Как показано в уравнении 4, гексаметилендиамин и димерная кислота находятся в стехиометрическом отношении 1:1, тогда как количество капролактама, которое можно использовать, может изменяться в зависимости от значения  $n$ , т.е.  $n$  может быть мольным отношением от 80 до 500 между капролактамом, гексаметилендиамином и димерной кислотой. Реакция, показанная ниже, дает показанное соединение разветвленного полиамида, которое подвергают реакции обрыва цепи, как обсуждается более подробно в настоящем документе.



Уравнение 4

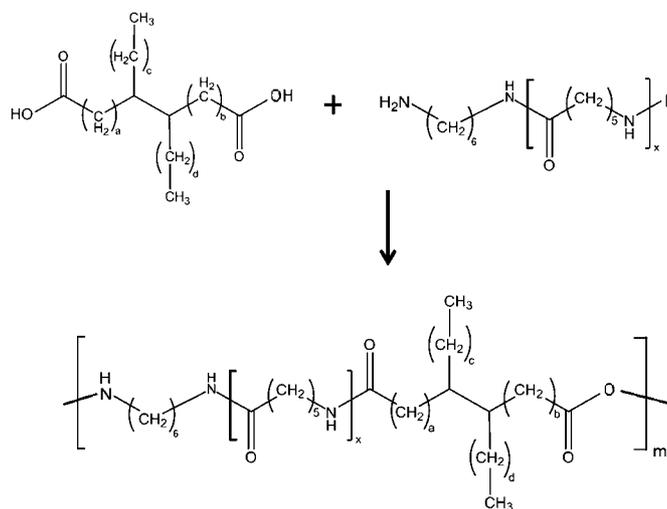
**[0039]** Различные типичные отношения количества капролактама к количеству димерного амина находятся в реакторной емкости. Типичные отношения могут быть самое меньшее 75:25, 80:20, 85:15, самое большее 87:13, 90:10 или 95:5 или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя вышеуказанными значениями. В типичном варианте осуществления отношение капролактама к димерной кислоте составляет 88:12.

**[0040]** В двухстадийном синтезе соединения разветвленного полиамида капролактама и диамин реагируют с образованием преполимера полиамида (преполимер РА), как показано в уравнении 5 ниже.



Уравнение 5

**[0041]** Когда происходит реакция, преполимер РА уравнения 5 реагирует с димерной кислотой с получением соединения разветвленного полиамида, как показано ниже в уравнении 6. В общем, как показано в уравнении 6, разветвленные группы, например, алкильные группы, димерного амина включаются в прямую или основную цепь преполимера РА с образованием соединения разветвленного полиамида.



Уравнение 6

**[0042]** В уравнениях 4-6 каждое из значений a, b, c, d находятся в диапазоне от 6 до 10, m находится в диапазоне от 1 до 400, а x находится в диапазоне от 80 до 400. Кроме того, концы цепи производного соединения разветвленного полиамида, показанного в уравнении 6, терминированы подходящими содержащими кислоту или амин средствами обрыва цепи, как обсуждается более подробно ниже.

**[0043]** Конечные полимерные продукты уравнений 3 и 6 могут иметь содержание димерного амина или димерной кислоты всего лишь 1 масс. %, 2 масс. % или 5 масс. %, или самое большее 25 масс. %, 35 масс. % или 40 масс. %, или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 1 масс. % до 40 масс. %, от 5 масс. % до 7 масс. %, от 12 масс. % до 15 масс. % и от 20 масс. % до 25 масс. %, в пересчете на общую массу соединения полиамида.

**[0044]** Реактор может работать при температуре самое меньшее 225°C, 230°C, 235°C, самое большее 260°C, 270°C, 280°C или 290°C или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 225°C до 290°C, от 230°C до 280°C или от 235°C до 260°C, например. В одном примере реактор работает при 230°C.

**[0045]** Вакуум можно прикладывать, когда реакции проходят в реакторе. Например, приложенный вакуум может быть менее 29 дюймов (дюймов ртутного (Hg) столба). В альтернативном примере приложенный вакуум может быть менее 28 дюймов или 27 дюймов (дюймов ртутного (Hg) столба). Реактор может содержать мешалку для перемешивания смеси, когда происходит реакция. Скорость вращения мешалки может составлять самое меньшее 200 оборотов в минуту (об/мин), 250 об/мин, 300 об/мин, самое большее 350 об/мин, 400 об/мин, 450 об/мин или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя вышеуказанными значениями. Например, скорость вращения мешалки установлена на 300 об/мин.

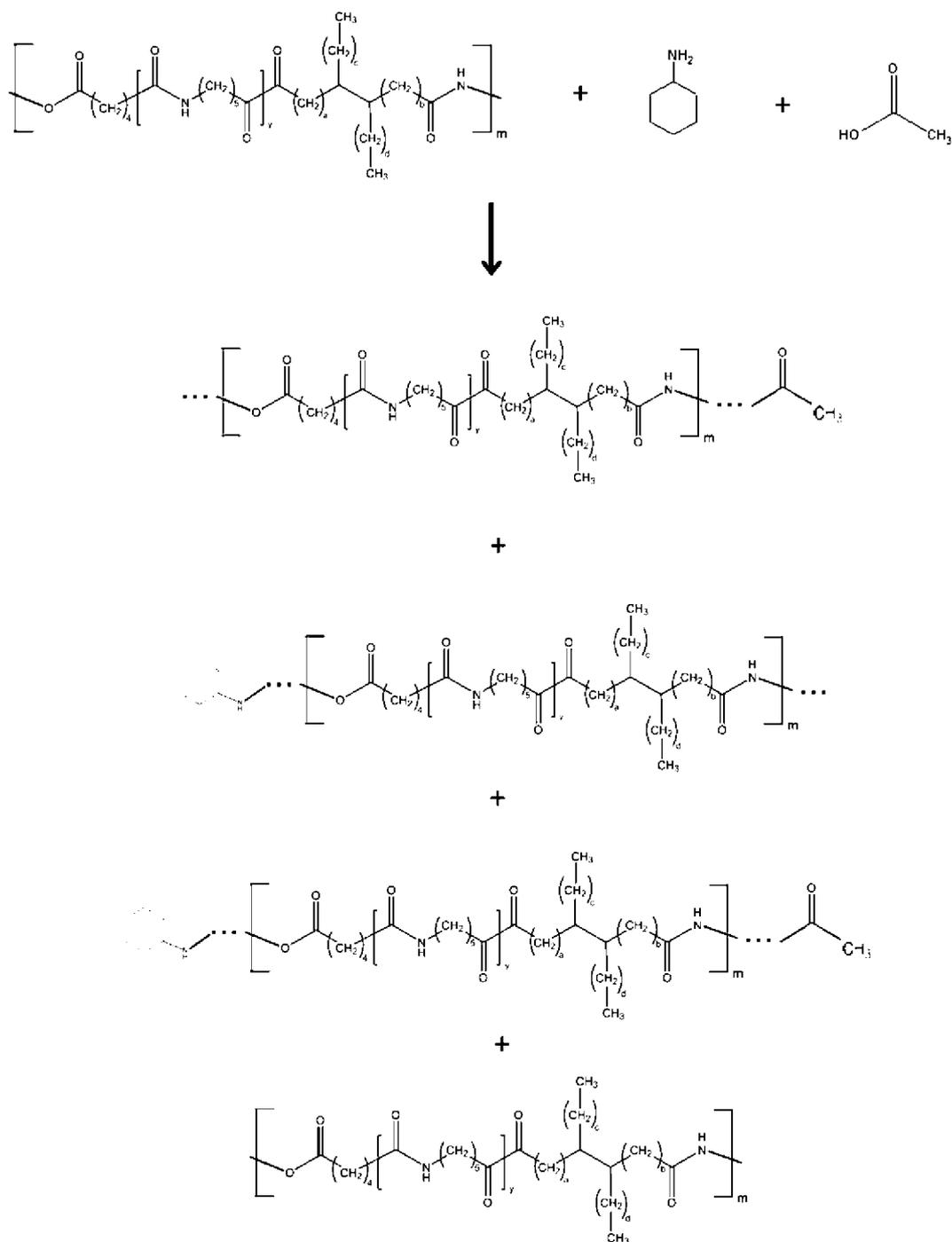
## 2. Реакция обрыва цепи для соединений разветвленного полиамида

**[0046]** В химии полимеров реакция обрыва цепи представляет химическую реакцию, которая прекращает стадию роста цепи при полимеризации. Как упоминалось ранее, средства обрыва цепи можно добавлять в реактор для обрыва цепи на аминном конце и кислотном конце соединения разветвленного полиамида в уравнениях 1 и 3 с получением соединения разветвленного полиамида с двумя концевыми группами. Соединение полиамида с двумя концевыми группами может содержать различные средства обрыва цепи для концевых аминогрупп ( $-NH_2$ ) и карбоксильных ( $-COOH$ ) концевых групп соединений разветвленного полиамида. Например, подходящие содержащие кислоту или амин средства обрыва цепи могут включать молекулы с монофункциональными карбоксильными группами и аминогруппами, соответственно. Например, средства обрыва цепи могут быть химически отличными.

**[0047]** Соединение полиамида с двумя концевыми группами может получаться путем добавления средств обрыва цепи в процесс полимеризации для обрыва цепи на концевой аминогруппе и карбоксильной концевой группе, как показано в уравнении 7 ниже. Кислотное средство обрыва цепи используют для обрыва цепи на  $NH_2$  концевых аминогруппах, а содержащее амин средство обрыва цепи используют для обрыва цепи на  $-COOH$  карбоксильных концевых группах соединений полиамида уравнений 1 и 3. Примеры средств обрыва цепи для концевых аминогрупп полимеров включают кислотные средства обрыва цепи, такие как монофункциональные кислоты (например, уксусная кислота). Примеры средств обрыва цепи для карбоксильных концевых групп включают средства обрыва цепи с аминогруппами, такие как монофункциональные амины (например, циклогексиламин). Средства обрыва цепи для кислотной группы и аминогруппы могут быть циклогексиламином и уксусной кислотой, соответственно. Добавление повышенных уровней средств обрыва цепи снижают уровни концевых

аминогрупп и карбоксильных концевых групп, что обеспечивает повышенную стабильность расплава полимера.

[0048] Для простоты производное раскрытого разветвленного полиамида уравнения 3 используют в уравнении 7, показанном ниже, для иллюстрации механизма реакции обрыва цепи.



Уравнение 7

[0049] Как показано в уравнении 7, средства обрыва цепи добавляют в реакцию для обрыва концов цепи конечного полимера, показанного в уравнении 7. Примеры средств

обрыва цепи включают уксусную кислоту и циклогексиламин. Добавленные средства обрыва цепи могут терминировать концевую аминогруппу или кислотную концевую группу в различной степени, в диапазоне от самое меньшее 10%, 20% или 30%, или самое большее 40%, 50% или 80% концевых групп, или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 25% до 30%, от 30% до 40% и от 60% до 80%, в пересчете на исходную концентрацию концевых групп в мэкв./кг.

**[0050]** Добавленные средства обрыва цепи терминируют некоторые из соединений разветвленного полиамида, как показано при помощи дополнительных функциональных групп, добавленных на концах полимерных цепей, тогда как другие соединения разветвленного полиамида остаются нетерминированными, как показано в уравнении 7.

**[0051]** Кроме того, аналогичная реакция обрыва цепи происходит с разветвленными полимерными продуктами уравнений 4 и 6, как показано в уравнении 8, показанном ниже. Примеры средств обрыва цепи включают уксусную кислоту и циклогексиламин. Добавленные средства обрыва цепи могут терминировать концевую аминогруппу или кислотную концевую группу в различной степени, в диапазоне от самое меньшее 10%, 20% или 30%, или самое большее 40%, 50% или 80% концевых групп, или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 25% до 30%, от 30% до 40% и от 60% до 80%, в пересчете на исходную концентрацию концевых групп в мэкв./кг.

**[0052]** Добавленные средства обрыва цепи терминируют некоторые из соединений разветвленного полиамида, как показано при помощи дополнительных функциональных групп, добавленных на концах полимерных цепей, тогда как другие соединения разветвленного полиамида остаются нетерминированными, как показано в уравнении 8.



**[0054]** Соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может иметь общую концентрацию концевых аминогрупп самое большее 40 мэкв./кг, 35 мэкв./кг, 30 мэкв./кг, самое меньшее 25 мэкв./кг, 20 мэкв./кг, 15 мэкв./кг или менее или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений.

**[0055]** Концентрация карбоксильных концевых групп может быть определена по количеству гидроксида калия (KOH), необходимому для титрования образца полиамида в бензиловом спирте, согласно следующей формуле:

$$\left( \frac{\text{мл KOH для титрования образца} - \text{мл KOH для титрования холостого образца}}{\text{нормальность KOH}} \right) \times 1000 / \text{Масса образца (г)}$$

**[0056]** Соединение полиамида с двумя концевыми группами может иметь концентрацию карбоксильных концевых групп самое большее 40 мэкв./кг, 35 мэкв./кг, 30 мэкв./кг, самое меньшее 25 мэкв./кг, 20 мэкв./кг, 15 мэкв./кг или менее или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений.

**[0057]** Соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может иметь общую концентрацию активных концевых групп (концевая аминогруппа + карбоксильная концевая группа) самое большее 100 мэкв./кг, 75 мэкв./кг, 50 мэкв./кг, самое меньшее 40 мэкв./кг, 30 мэкв./кг, 20 мэкв./кг или менее или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 100 мэкв./кг до 40 мэкв./кг, от 60 мэкв./кг до 50 мэкв./кг, от 30 мэкв./кг до 20 мэкв./кг или от 25 мэкв./кг до 20 мэкв./кг. Соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может иметь концентрацию концевых аминогрупп 28 мэкв./кг и концентрацию карбоксильных концевых групп 24 мэкв./кг. Повышенные уровни средств обрыва цепи для амино- и карбоксильных групп снижают уровни концевых аминогрупп и карбоксильных концевых групп.

### 3. Свойства соединений разветвленного полиамида с двумя концевыми группами

**[0058]** Соединения полиамида, которые являются разветвленными и с двумя концевыми группами, характеризуются улучшенными термическими и реологическими свойствами по сравнению с соединениями нетерминированного полиамида, которые имеют такую же молекулярную массу. Другими словами, соединение полиамида, которое содержит короткоцепочечное разветвление ( $\leq C8$ ), будет характеризоваться большей вязкостью расплава по сравнению с неразветвленным аналогом с аналогичной

молекулярной массой, т.е. введение разветвления увеличивает прочность расплава соединения полиамида. Кроме того, соединения разветвленного полиамида с двумя концевыми группами характеризуются большей стабильностью расплава из-за присутствия концевых групп.

**[0059]** Полученное соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может характеризоваться относительной вязкостью (RV) согласно GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007 самое меньшее 2,0 RV, 2,5 RV, 3 RV, 3,5 RV, 4,0 RV, 4,5 RV, самое большее 5,0 RV, 5,5 RV, 6,0 RV, 6,5 RV, 7,0 RV или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 2,4 RV до 7,0 RV, от 3,0 RV до 7,0 RV, от 4,0 RV до 7,0 RV, от 4,5 RV до 7,0 RV, от 4,5 RV до 6,5 RV или от 5,0 RV до 6,5 RV.

**[0060]** Полученное соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может характеризоваться относительно высокой вязкостью в муравьиной кислоте (FAV) согласно ASTM D-789 самое меньшее 230 FAV, 235 FAV, 240 FAV, самое большее 900 FAV, 925 FAV, 950 FAV или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 230 FAV до 260 FAV. Например, полученное соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами имеет вязкость в муравьиной кислоте около 250 FAV.

**[0061]** Соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может иметь температуру плавления самое меньшее 190°C, 195°C, 200°C, 205°C, самое большее 210°C, 215°C, 220°C или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 190°C до 220°C; от 195°C до 217°C, от 195°C до 215°C, от 195°C до 210°C, от 190°C до 205°C.

**[0062]** Соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может иметь температуру кристаллизации ( $T_{cc}$ ) всего лишь 160°C, 162°C, 165°C, самое большее 170°C, 175°C, 180°C или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 166°C до 173°C, что определено при помощи дифференциальной сканирующей калориметрии (DSC), например.

**[0063]** Полученное соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может иметь относительно высокое упругое восстановление после ползучести. Упругое восстановление после ползучести может составлять всего лишь 1,0%, 2,5%, 5,0%, самое большее 7,0%, 8,5%, 10,0% или в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений, таком как от 2,5% до 5,0%. Полученное соединение разветвленного полиамида с двумя концевыми группами может иметь упругое восстановление после ползучести 4,1%.

**[0064]** Соединения полиамида, обсуждаемые в настоящем документе, можно использовать для получения волокон и нитей, помимо других материалов. Волокна и нити согласно настоящему раскрытию могут быть получены из разветвленных полиамидов с двумя концевыми группами, включая полиамид-6 (РА-6), полиамид-6,6 (РА-66), полиамид-6/6,6 (РА-666), полиамид-4,6 (РА-46), полиамид-6,10 (РА-610), полиамид-12,12 (РА-1212) и их смеси и сополимеры.

**[0065]** При использовании в настоящем документе фраза «в любом диапазоне, определенном между любыми двумя из вышеуказанных значений» буквально означает, что любой диапазон может быть выбран из любых двух значений, перечисленных перед такой фразой, несмотря на то, находились ли значения в нижней части перечня или в верхней части перечня. Например, пара значений может быть выбрана из двух более низких значений, двух более высоких значений или более низкого значения и более высокого значения.

### **Примеры**

#### **Пример 1 – Комплексная вязкость различных полиамидных материалов**

**[0066]** Ссылаясь на фиг. 1, показан график реологической термической стабильности соединений, показанных в таблице 1 ниже.

**Таблица 1: Соединения РА-6, тестируемые на термическую стабильность**

<b>Состав</b>	<b>Капролактамы : димерная кислота</b>	<b>Тип реакции обрыва цепи</b>	<b>Разветвление</b>
Сравн. пр. 1	100:0	нет	нет
Сравн. пр. 2	88:12	нет	да
Сравн. пр. 3	Марки МВМ (соединение терминированного полиамида-6 средней вязкости)	С двумя концевыми группами	нет
Пр. 1	88:12	С двумя концевыми группами	да

**[0067]** Соединения разветвленного полиамида с двумя концевыми группами из таблицы 1 получали путем добавления разветвленного сомономера (димерной кислоты или димерного диамина), стехиометрического эквивалентного количества соответствующего амина или кислоты, капролактама и двух отдельных групп средств обрыва цепи для обрыва цепи на карбоксильных концевых группах или концевых аминогруппах.

[0068] Сравнительные примеры (сравн. пр.) 1-3 и пример (пр.) 1 тестировали в отношении их реологических свойств, используя временную развертку при 245°C при 0,1 радиана/с и деформацию 1,25% в течение 30 минут. Реометрию при плоскопараллельном сдвиге проводили на гибридном реометре TA Instruments Discovery HR-2, и приблизительно граммовые образцы помещали между 25 мм роторами с зазором между роторами, установленным на 1 мм.

[0069] Как показано на фиг. 1, как сравн. пр. 3, так и пр. 1 характеризовались относительно стабильной вязкостью с течением времени (ограниченное увеличение комплексной вязкости с течением времени). При сравнении кривые сравн. пр. 1 и сравн. пр. 2 показывают приблизительно 50% увеличение комплексной вязкости в течение одинакового периода времени. Без ограничения какой-либо конкретной теорией считается, что терминированные полимеры показывают большую стабильность комплексной вязкости, поскольку присутствие регуляторов цепи при реакции стремится увеличить время реакции для роста молекулярной массы, что вносит вклад в большую вязкость. Таким образом, сравн. пр. 3 и пр. 1 показывают большую прочность расплава, чем другие соединения.

#### Пример 2 – Полимеризация капролактама с 20% димерного диамина

[0070] Для получения соединения полиамида для примера 2 (пр. 2), как указано в таблице 2 ниже, 154 г коммерческого капролактама в виде чешуек, изготовленного AdvanSix Resins & Chemicals LLC, 36 г димерного диамина и 9,66 г адипиновой кислоты загружали в 600 мл реактор Парра, оборудованный турбинной мешалкой. 0,12 мл 5% исходного раствора фосфорноватистой кислоты (30 частей на миллион) добавляли в качестве катализатора поликонденсации. Реактор продували азотом, и прикладывали вакуум 28 дюймов. Содержимое медленно нагревали до 230°C для инициации реакции и перемешивание поддерживали при 300 об/мин.

[0071] Смесь выдерживали при 230°C, и вакуум периодически прикладывали для сохранения содержимого при 28 дюймах в течение времени полимеризации, что составляло 4,5 часа. В конце этого интервала времени содержимое реактора нагревали до 260°C, после чего реакционную смесь выгружали и собирали.

[0072] После выщелачивания и сушки вязкость раствора в муравьиной кислоте определяли согласно способу из ASTM D789.

#### Примеры 3-9

[0073] Для получения соединений полиамида примеров 3-9, указанных в таблице 2 и описанных ниже, ряд полимеров капролактама и димерного амина с различными отношениями капролактама : димерная кислота получали при помощи того же устройства, что использовали в примере 2.

#### Пример 3

[0074] Для соединения полиамида примера 3 в реактор добавляли 24 г димерного диамина, 6,44 г адипиновой кислоты и 170 г капролактама.

#### Пример 4

[0075] Получение соединения полиамида примера 4 включало добавление в реактор 408 г адипиновой кислоты, 6170 г капролактама и 0,20 г фосфорноватистой кислоты, разбавленной 2 г деионизированной воды. Содержимое затем промывали 80 г деионизированной воды, и давление реактора и его содержимого повышали при помощи азота, герметизировали и нагревали до 260°C. Смесь затем перемешивали, как только температура реактора достигала 175°C. Как только давление устанавливалось, давление сбрасывали в атмосферу, и азот продували через реактор. После установления крутящего момента реакцию продолжали в течение еще 4 часов.

[0076] Затем содержимое реактора выливали в водяную баню. Полученные 12 фунтов частиц полимера затем промывали в варочном автоклаве при 125°C при помощи 4 галлонов деионизированной воды и фильтровали. Этот процесс повторяли трижды, и полученный полимер сушили в вакуумной печи в течение трех дней при 80°C и под вакуумом 29 дюймов перед сбором. Содержание карбоксила подтверждали последующей процедурой титрования как составляющее 521 мэкв./кг.

[0077] Димерный амин затем добавляли в преполимер полиамида, полученный на предыдущих стадиях. В частности, 12 г димерного амина с аминным числом 206 мэкв./кг затем добавляли в 88 г преполимера полиамида и загружали в 600 мл реактор, оборудованный турбинной мешалкой. 0,12 мл 5% исходного раствора фосфорноватистой кислоты (30 частей на миллион) добавляли в реактор в качестве катализатора поликонденсации, и реактор продували азотом и вакуумировали до -28 дюймов. Содержимое реактора затем медленно нагревали до 230°C для инициации реакции. Содержимое также смешивали при 300 об/мин и поддерживали при 230°C. Вакуум периодически прикладывали для поддержания содержимого под вакуумом 28 дюймов, и полимеризации позволяли продолжаться в течение в общем 4,5 часов. В конце этого интервала времени содержимое реактора нагревали до 260°C, после чего реакционную смесь выгружали и собирали.

#### Пример 5

**[0078]** Соединение полиамида примера 5 получали аналогично примеру 2, за исключением того, что 24 г димерной кислоты и 5,11 г гексаметилендиамина объединяли с 171 г капролактама.

#### Пример 6

**[0079]** Для соединения полиамида примера 6 загрузка реактора была такой же, как в примере 3; однако 3 г циклогексиламина и 8,5 г уксусной кислоты добавляли для частичной реакции с кислотными концевыми группами и концевыми аминогруппами, соответственно.

#### Пример 7

**[0080]** Соединение полиамида примера 7 получали с 200 г капролактама, 12 мг фосфорноватистой кислоты и 3 г воды для гидролиза. В этом примере давление над содержимым реактора нагнетали азотом и нагревали до 230°C. Реакцию поддерживали при этих условиях в течение 4 часов. Через 4 часа давление реактора сбрасывали, и реактор нагревали до 260°C. Содержимое реактора затем оставляли в реакторе на 1 час перед сбором готового продукта для тестирования.

#### Пример 8

**[0081]** Соединение полиамида примера 8 получали аналогично примеру 3, за исключением того, что 12 г димерного диамина 1075 и 3,12 г адипиновой кислоты объединяли с 185 г капролактама. 0,1 г изофталевой кислоты также включали в смесь.

#### Пример 9

**[0082]** Соединение полиамида примера 9 получали путем добавления 3,6 г димерного диамина и 0,97 г адипиновой кислоты, помимо 195,4 г капролактама.

**[0083]** Все образцы, описанные выше (примеры 3-9), выщелачивали после их соответствующих получений при 100°C в течение 3 часов и сушили в вакуумной печи при 90°C в течение 48 часов перед тестированием – результаты такого тестирования показаны в таблице 2 ниже.

**Таблица 2: Результаты определения характеристик описанных выше примеров согласно настоящему изобретению и сравнительных примеров**

№ примера	Состав (CPЛ:димерный диамин) или (CPЛ:димерная кислота)	T <sub>m</sub> , T <sub>cc</sub> (°C)	Наблюдаемая FAV/RV	Анализ концевых групп		Рассчитанная молекулярная масса/рассчитанная FAV*	Время кристаллизации в изотермических условиях, t <sub>1/2</sub> (с)
				[COOH] мэкв./кг	[NH <sub>2</sub> ] мэкв./кг		
Пр. 2	80:20	201, 160	970/6,2		56		78
Пр. 3	88:12 (нетерминированный)	213, 173	674/5,7	51	54	19К / 59	63
Пр. 4	88:12 (с преполимером полиамида)	212, 173	946/6,1		52		18
Пр. 5	88:12 (полученный с димерной кислотой, гексаметилен-диамином и капролактамом)	208, 171	847/6,0		57		68
Пр. 6	88:12 (с двумя группами на конце)	211, 174	249/4,5	24	28		60
Пр. 7 (ср. пр. 4)	100:0 (контрольный полиамид-6 с процессом пр. 4)	221, 190	55/2,2	52	55	18,6К / 57	18
Пр. 8	94:6	214, 180	-				35
Пр. 9	98:2	219, 187	-				29
Ср. пр. 3	МВМ (соединение терминированного полиамида-6 средней вязкости)	-	-	22	27		20

**[0084]** Термический анализ проводили на 6 мг образце композиции каждого примера при помощи дифференциального сканирующего калориметра (DSC) серии TA Q при скорости нагревания 10°C/мин до 265°C с последующим быстрым охлаждением до 170°C и выдерживанием в течение 30 минут. Температура плавления (T<sub>m</sub>), температура кристаллизации (T<sub>cc</sub>) и температура кристаллизации в изотермических условиях (t<sub>1/2</sub>) для каждого образца представлены в таблице 2.

**[0085]** Температуру плавления каждого сополимера определяли при помощи дифференциальной сканирующей калориметрии согласно ASTM D3418. Ее результаты

представлены в таблице 2 выше. Как показано в таблице 2, пр. 6 характеризовался более низкой температурой плавления, чем пр. 7 или сравн. пр. 4, в то же время характеризуясь аналогичной температурой плавления, что и пр. 3-5. Кроме того, температура плавления каждого сополимера снижалась, когда добавляли большее количество димерного амина.

**[0086]** Образцы также титровали для определения их кислотного содержания при помощи специального способа. Каждый образец получали три раза путем растворения 0,4 г материала в 70 мл бензилового спирта и нагревали до приблизительно 200°C при перемешивании. Образцы затем титровали посредством потенциометрического автотитратора (например, Metrohm 855 Robotic Titrator, оборудованного программным обеспечением Tiamo 2.4) стандартизованным 0,014 М тетрабутиламмония гидроксидом в метаноле. Анализ холостого образца также проводили, и образцы корректировали по содержанию кислоты относительно холостого образца. Результаты для сравн. пр. 4 определяли как составляющие 52 мэкв./кг.

**[0087]** Данные вязкости образцов при плоскопараллельном сдвиге также записывали, как показано в таблице 3 ниже. Данные вязкости включают метрические, такие как вязкость в муравьиной кислоте (FAV), модуль накопления ( $G'$ ) и упругое восстановление после ползучести (%). Условия тестирования были следующими: постоянное усилие сдвига 50 Паскаль (Па) прикладывали в течение 100 с и контролировали для измерения упругого восстановления после ползучести. Температура, при которой проводили тестирование, составляла 245°C. Как сравн. пр. 4, так и пр. 6 (показанные в таблице 3) имели аналогичные длины цепей, рассчитанные в пересчете на концевые аминогруппы и карбоксильные концевые группы.

**Таблица 3**

Образец	FAV	$G'$ , модуль накопления, x 1000 (Па)	Упругое восстановление после ползучести (%)
Сравн. пр. 4	40	206	0,7
Пр. 6	249	242	4,1

**[0088]** Как показано в таблице 3, пр. 6 характеризовался большим упругим восстановлением после ползучести и модулем накопления ( $G'$ ) по сравнению со сравнительным примером. Большее упругое восстановление после ползучести и модуль накопления обычно указывают на большую прочность расплава и лучшую способность к удлинению. Кроме того, общее большее упругое восстановление после ползучести обычно указывает на большую эластичность расплава. Таким образом, соединение

разветвленного полиамида с двумя группами на конце пр. 6 характеризовалась большей прочностью расплава и способностью к удлинению, чем ее неразветвленный аналог.

Пример 10 – Комплексная вязкость различных полиамидных материалов

[0089] Ссылаясь теперь на фиг. 2, показан график кривых комплексной вязкости относительно частоты соединений, показанных в таблице 4 ниже.

**Таблица 4**

Состав	Капролактамы : димерная кислота	Тип реакции обрыва цепи	Разветвление
Сравн. пр. 5	100:0	нет	нет
Сравн. пр. 6	98:2	нет	да
Сравн. пр. 7	марки MBM (соединение терминированного нейлона-6 средней вязкости)	С двумя концевыми группами	нет
Пр. 1	88:12	С двумя концевыми группами	да

[0090] Соединения из таблицы 4 получали путем добавления разветвленного сомомера (димерной кислоты или димерного амина), стехиометрического эквивалентного количества амина или кислоты, капролактама и двух групп средств обрыва цепи для обрыва цепи на карбоксильных концевых группах или концевых аминогруппах.

[0091] Сравнительные примеры (сравн. пр.) 5-7 и пример (пр.) 1 тестировали, используя временную развертку при 245°C при 0,1 радиана/с и деформацию 1,25% в течение 30 минут. Реометрию при плоскопараллельном сдвиге проводили на гибридном реометре TA Instruments Discovery HR-2, и 4-5 г образцы помещали между 25 мм роторами с зазором между роторами, установленным на 1 мм.

[0092] Комплексные вязкости сравн. пр. 5-7 и пр. 1 затем сравнивали, как показано на фиг. 2, что показывает сравнение частоты относительно комплексной вязкости разветвленного полиамида с двумя концевыми группами (пр. 1) и контрольного полиамида-6 (сравн. пр. 5, изготовленный AdvanSix Resins & Chemicals LLC), нетерминированного полиамида (2% димерной кислоты) (сравн. пр. 6) и полиамида-6 с двумя концевыми группами (сравн. пр. 7, марки MBM, изготовленного AdvanSix Resins & Chemicals LLC). Фиг. 2 показывает, что вязкость разветвленных аналогов по сравнению с их неразветвленными аналогами зависит от частоты. При более низких частотах пр. 1 показывает большую комплексную вязкость. Однако, когда частота растет, комплексная

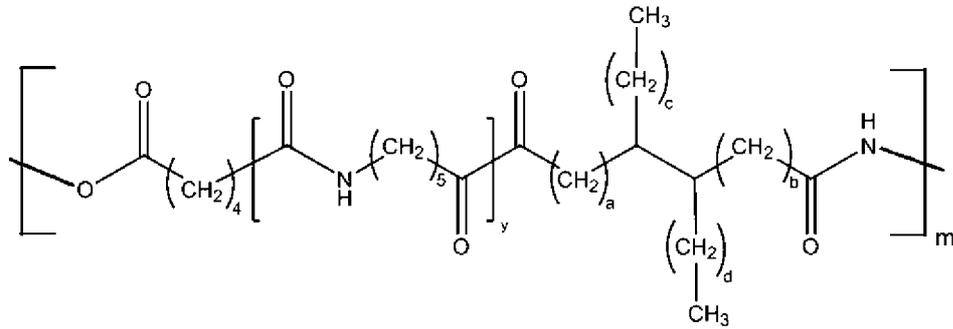
вязкость пр. 1 переходит за пределы  $\sim 20$  радиан/с, и при больших частотах пр. 1 показывает меньшую комплексную вязкость.

**[0093]** Кроме того, длина и распределение ответвлений может влиять на их способность к запутыванию. Если ответвления соединения полиамида достаточно длинные и хорошо распределены, комплексная вязкость будет выше при меньших частотах, чем у соответствующих неразветвленных аналогов с аналогичной молекулярной массой.

**[0094]** Хотя настоящее раскрытие было описано относительно типичных синтезов, настоящее раскрытие можно также модифицировать в пределах сущности и объема настоящего раскрытия. Кроме того, настоящая заявка предназначена охватывать такие отклонения от настоящего раскрытия, которые входят в пределы известной или общепринятой практики в области техники, к которой относится настоящее раскрытие.

**ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ**

1. Соединение полиамида следующей формулы:



где:

$a = 6-10$ ;

$b = 6-10$ ;

$c = 6-10$ ;

$d = 6-10$ ;

$y = 80-400$ ;

$m = 1-400$ ;

обе углеродные цепи димерных аминов имеют более 8 углеродов;

соединение полиамида характеризуется содержанием димерного амина или димерной кислоты от 1 масс. % до 40 масс. % в пересчете на общую массу соединения полиамида;

соединение полиамида терминировано концевой аминогруппой и карбоксильной концевой группой; и

соединение полиамида характеризуется относительной вязкостью от 3,0 до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.

2. Соединение полиамида по п. 1, в котором концентрация концевой аминогруппы составляет от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг, и концентрация карбоксильной концевой группы составляет от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг.

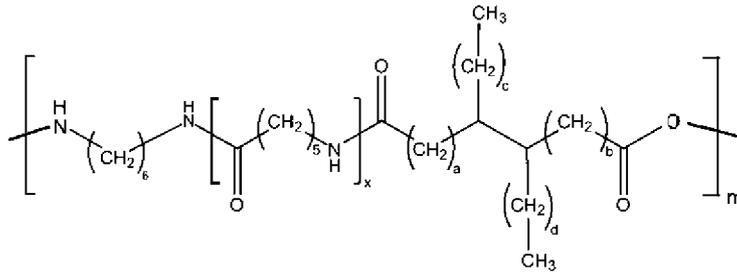
3. Соединение полиамида по п. 1 или п. 2, причем указанное соединение полиамида характеризуется относительной вязкостью от 4,0 RV до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.

4. Соединение полиамида по любому из пп. 1-3, причем указанное соединение полиамида характеризуется вязкостью в муравьиной кислоте от 230 FAV до 950 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

5. Соединение полиамида по любому из пп. 1-4, причем указанное соединение полиамида характеризуется вязкостью в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

6. Соединение полиамида по любому из пп. 1-5, причем указанное соединение полиамида характеризуется относительной вязкостью от 4,0 RV до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007, и вязкостью в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

7. Соединение полиамида следующей формулы:



где:

a = 6-10;

b = 6-10;

c = 6-10;

d = 6-10;

x = 80-400;

m = 1-400;

обе углеродные цепи димерных кислот имеют более 8 углеродов;

соединение полиамида характеризуется содержанием димерного амина или димерной кислоты от 1 масс. % до 40 масс. % в пересчете на общую массу соединения полиамида;

соединение полиамида терминировано концевой аминогруппой и карбоксильной концевой группой; и

соединение полиамида характеризуется относительной вязкостью от 3,0 до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.

8. Соединение полиамида по п. 7, в котором концентрация концевой аминогруппы составляет от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг, и концентрация карбоксильной концевой группы составляет от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг.

9. Соединение полиамида по п. 7 или п. 8, причем соединение полиамида характеризуется относительной вязкостью от 4,0 RV до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.

10. Соединение полиамида по любому из пп. 7-9, причем соединение полиамида характеризуется вязкостью в муравьиной кислоте от 230 FAV до 950 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

11. Соединение полиамида по любому из пп. 7-10, причем соединение полиамида характеризуется вязкостью в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

12. Способ получения соединения разветвленного, терминированного полиамида, предусматривающий:

    взаимодействие капролактама и адипиновой кислоты или гексаметилендиамина в реакторной емкости с получением преполимера полиамида;

    взаимодействие преполимера полиамида с димерным амином или димерной кислотой с получением соединения разветвленного полиамида и

    добавление средств обрыва цепи в реакторную емкость, так что образуется соединение разветвленного, терминированного полиамида.

13. Способ по п. 12, в котором соединение разветвленного, терминированного полиамида имеет концентрацию концевой аминогруппы от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг и имеет концентрацию карбоксильной концевой группы от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг.

14. Способ по п. 12 или п. 13, в котором соединение разветвленного, терминированного полиамида характеризуется относительной вязкостью от 2,4 RV до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.

15. Способ по любому из пп. 12-14, в котором соединение разветвленного, терминированного полиамида характеризуется относительной вязкостью от 4,0 RV до 7,0 RV, что определено при помощи GB/T 12006.1-2009/ISO 307:2007.

16. Способ по любому из пп. 12-15, в котором соединение разветвленного, терминированного полиамида характеризуется вязкостью в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

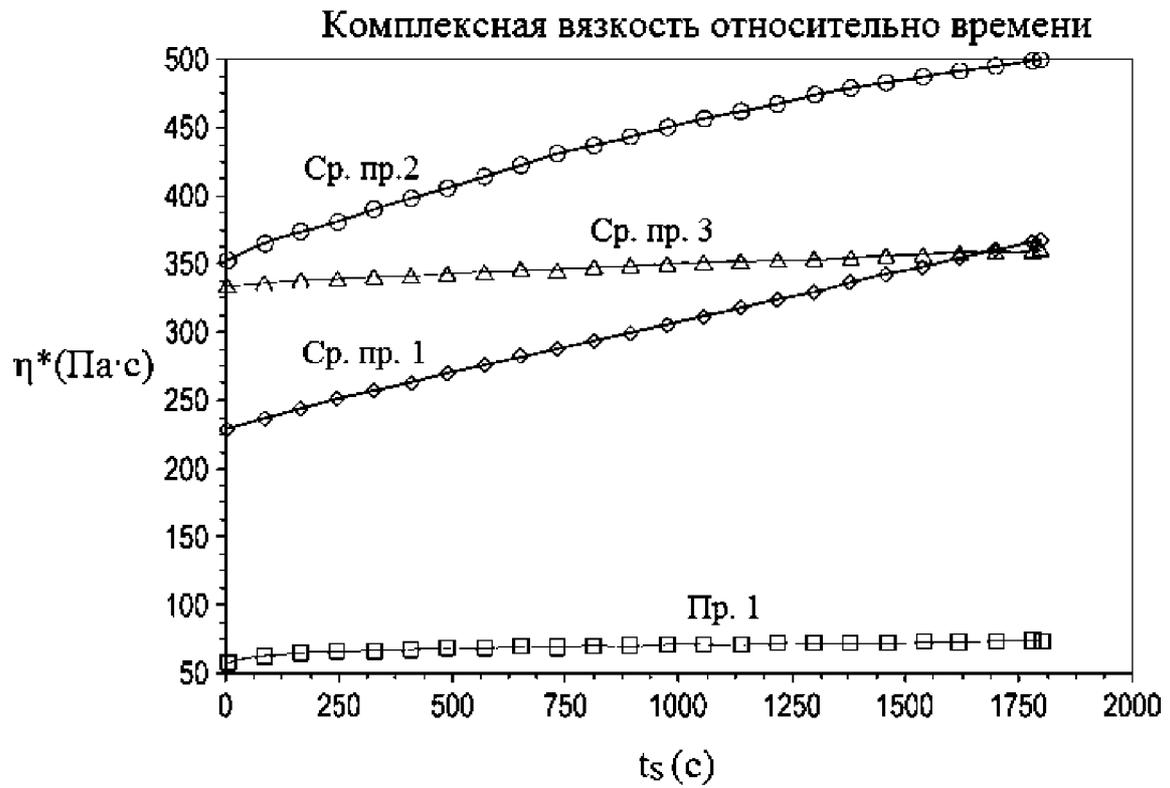
17. Способ по любому из пп. 12-16, в котором соединение разветвленного, терминированного полиамида характеризуется относительной вязкостью от 4,0 RV до 7,0 RV и вязкостью в муравьиной кислоте от 230 FAV до 260 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

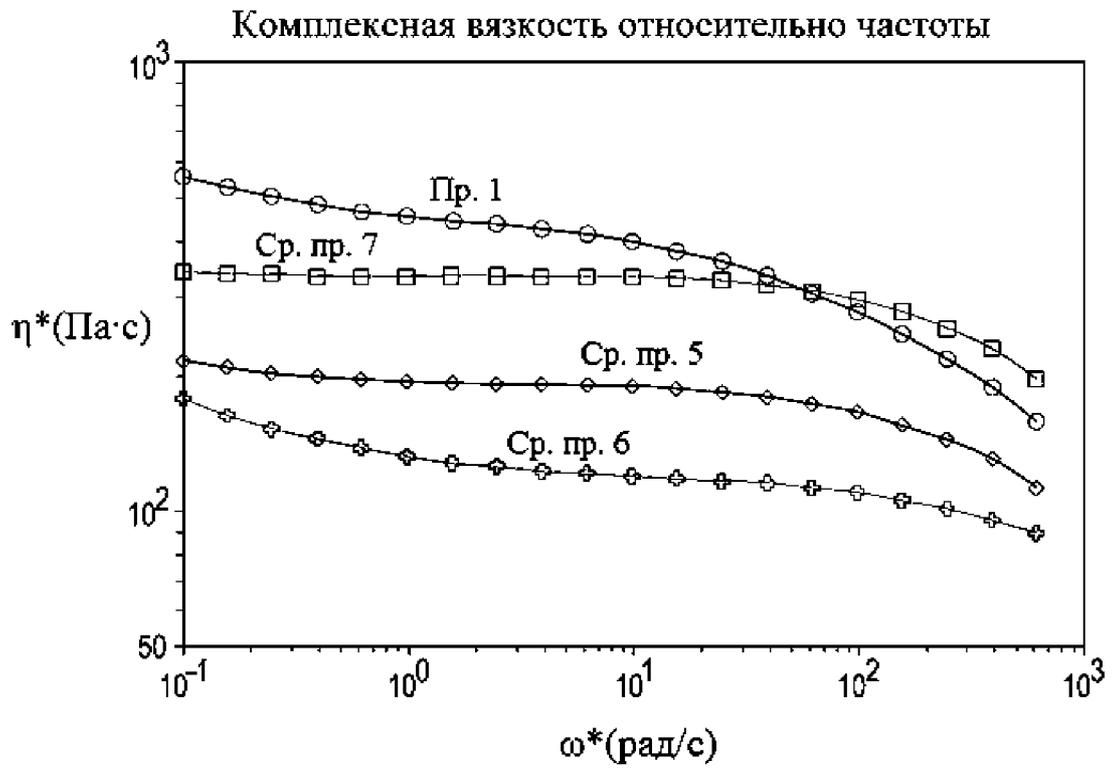
18. Способ по любому из пп. 12-17, в котором отношение капролактама к димерной кислоте в указанном соединении разветвленного, терминированного полиамида составляет 88:12.

19. Соединение полиамида, которое терминировано с двух концов концевой аминогруппой и карбоксильной концевой группой, причем указанное соединение

полиамида характеризуется относительной вязкостью от 4,0 RV до 7,0 RV и вязкостью в муравьиной кислоте от 230 FAV до 970 FAV, что определено при помощи ASTM D789.

20. Соединение полиамида по п. 19, в котором концентрация концевой аминогруппы составляет от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг, и концентрация карбоксильной концевой группы составляет от 15 ммоль/кг до 40 ммоль/кг.

**Фиг. 1**

**Фиг. 2**