http://pmse.scu.edu.cn

生物基聚酰胺510盐的制备及性能

焦睿澍[1,2]，姜 锋[2]，拖晓航[1]，宫玉梅[1]，刘泽建[1]

(1. 大连工业大学 纺织与材料工程学院，辽宁 大连 116034；2. 中国纺织科学研究院有限公司生物源纤维制造技术国家重点实验室，北京 100025)

摘要：文中以生物基戊二胺和生物基癸二酸2种单体替代石油基单体，选用无水乙醇或除氧水为成盐溶剂，制备了全生物基聚酰胺510(PA510)盐，分别对2种溶剂所制备的PA510盐进行测试对比，以红外光谱和核磁共振氢谱表征PA510盐的化学结构，用X射线衍射分析其癸二酸的残存含量，通过差示扫描量热、热重分析和偏光显微镜分析PA510盐的熔融温度及热分解行为，确定了PA510盐的预聚合温度范围。将2种溶剂所制备的PA510盐配置成浓度50%的盐-水溶液，在相同pH值和合成工艺条件下制备了PA510聚合物，并对聚合产物进行相对黏度和端基滴定测试。结果表明，2种溶剂所制备的PA510盐化学结构一致，熔点均为137 ℃，2种盐均可在150 ℃左右开始进行缩聚反应。2种PA510盐采用相同的聚合工艺，可制备相对黏度接近的聚合物PA510，因此选择用除氧水为成盐溶剂。

关键词：生物基聚酰胺510盐；成盐溶剂；相对黏度

中图分类号：TQ323.6 **文献标识码：**A **文章编号：**1000-7555(2024)07-0027-08

聚酰胺(PA)又称尼龙，是由二元胺与二元酸或ω-氨基酸的单体聚合而成且分子主链由规则间隔的酰胺基团所构成的高分子聚合物[1]。由美国杜邦公司的卡罗瑟斯带领的科研团队成功研制并于1939年实现工业化生产[2,3]。PA作为五大工程塑料之一，由于具有良好的力学、耐热、耐磨损、耐化学、阻燃及自润滑等性能，及其固有的生物相容性等而被广泛应用于纺织、食品包装、生物医药等多个领域[4,5]。传统的石油基PA的原料不可再生，且面临价格上涨，以及气候变暖等环境问题，限制了其发展，并且，从经济和环境的角度来看，用可再生资源取代石油基资源是目前的一大趋势[6]。因此企业和高校科研团队等纷纷寻求石油基PA代替品，开发生物基PA，从而减少二氧化碳的排放，缓解环境问题。

全生物基PA510是由生物基癸二酸和生物基戊二胺2种单体成盐、缩聚而得的聚合物，具有高熔点(215 ℃)、低吸水(1.8%)、低密度(1.07 g/cm^3)等优点，材料性能极佳[7]。Kind等[8]利用癸二酸和戊二胺制备了全生物基PA510，力学强度与石油基PA6和PA66相当，有望取代传统的聚酰胺材料，并且全生物基PA510在节能减排和成本方面具有明显优势，成品可应用于户外和运动面料等纺织产品，也可用于制作精密机械部件等工程塑料制品[9]。2022年，日本东丽工业公司宣布已开发出一种PA510(N510)纤维，与其他全生物基PA不同，这种纤维具有高熔点和出色的尺寸稳定性，计划在2023年秋冬开始销售Ecodear™ N510纺织品[10]。鉴于生物基PA510具有极佳的性能和广泛的应用市场，有必要对生物基PA510进行深入研究。

对PA510盐的合成及产物性能进行研究，可以为生物基PA510合成工艺的研究提供理论依据，是研究PA510的基础。合成PA盐的溶剂通常选用甲

doi: 10.16865/j.cnki.1000-7555.2024.0134
收稿日期：2023-08-23
基金项目：辽宁省教育厅科研项目(LJKZ0517)；辽宁省教育厅教改立项“学科交叉融合需求导向工科复合型人才培养体系的研究与实践”
通讯联系人：宫玉梅，主要从事生物聚合物及纤维复合材料研究，E-mail: ymgong@dlpu.edu.cn；
姜锋，主要从事生物基聚酰胺材料的合成和加工成型研究，E-mail: jiangfeng4@cta.gt.cn

醇、乙醇或水，甲醇相比乙醇和水具有较强的毒性和挥发性，若防护措施不当，会对人体神经系统和血液系统产生严重危害，存在安全隐患以及健康风险[11]，故本文采用无水乙醇、除氧水2种溶剂制备生物基PA510盐，并对所得盐的性能进行分析对比，为成盐溶剂的选择和生物基PA510聚合物的聚合工艺提供理论参考。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

癸二酸：山东优索化工科技有限公司；戊二胺：宁夏伊品生物科技股份有限公司；无水乙醇：天津大茂公司；去离子水及除氧水：自制。在圆底烧瓶中加入一定量的去离子水，固定在旋转蒸发仪装置中，加热使去离子水温度达到100 ℃，水中的氧气通过抽真空、旋转蒸馏的方法被去除，得到除氧水。

乌氏黏度计（毛细管直径为0.58 mm）、运动黏度测定器（恒温25 ℃）：大连北方分析仪器厂；X射线衍射仪（XRD）：X'Pert PRO，荷兰PANalytical；差示扫描量热仪（DSC）：DSC 8000，美国PerkinElmer；超导核磁共振仪：Bruck Avance 600M，德国Bruck；热重分析仪（TF）：Pyris 1 TGA，美国PerkinElmer；偏光显微镜（POM）：BX51，日本Olympus。

1.2 PA510盐的制备

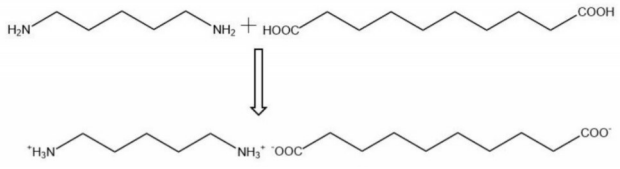
溶剂选择无水乙醇或除氧水。首先将癸二酸和溶剂加入三口烧瓶，随后放置在油浴锅中开始搅拌，加热油浴锅至60 ℃，再将戊二胺逐滴滴入三口烧瓶，控制戊二胺和癸二酸2种单体的摩尔比为1.0015:1.0000，在氮气保护下中和反应3 h，得到浓度为50%的PA510盐-水（醇）溶液，PA510成盐反应式如Scheme 1所示。

若以乙醇为溶剂成盐，将浓度为50%的盐-醇溶液通过旋转蒸馏和烘干去除溶剂后获得固体PA510盐。固体盐加入一定含量的去离子水，配制成浓度为50%的盐-水溶液，将浓度为50%的盐-水溶液加入三口烧瓶，聚合反应在氮气保护（氮气流速60~80 mL/min）下进行。首先升温至160 ℃除水，预聚反应3 h，然后缓慢升温至240 ℃熔融缩聚反应2 h。

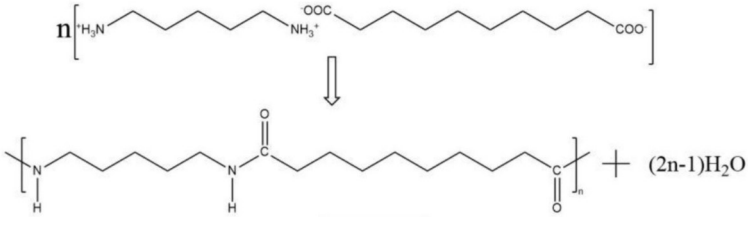
若以水为溶剂成盐，以除氧水按1.2节的成盐步骤，成盐反应结束后直接聚合，按上述聚合工艺制备PA510，PA510聚合反应式如Scheme 2所示。

1.3 测试与表征

1.3.1 PA510盐的分析：将PA510盐与溴化钾混合研磨成粉末并压片，进行傅里叶变换红外光谱（FT-IR）分析，测试范围为500~4000 cm^{-1}，分辨率为4 cm^{-1}，扫描次数3次。将PA510盐于80 ℃真空烘干12 h后，用三氟乙酸为溶剂，四甲基硅烷为内标物，对样品进行^{1}H-NMR分析。将PA510盐研成粉末，利用粉末X射线衍射仪进行表征，测试2θ角度范围为5°~ 60°，步长为0.02°。在氮气氛围保护下，使用TG，将干燥后的PA510盐以升温速率10 ℃/min从25 ℃升温至600 ℃进行分析。将PA510盐通过DSC测定热性能，从35 ℃升温至300 ℃，停留5 min消除热历史，然后降温至35 ℃，停留5 min再升温至300 ℃，升降



Scheme 1 Salt synthesis of PA510



Scheme 2 Polymerization of PA510

温速率为20 ℃/min,氮气保护,记录DSC曲线。将少量PA510盐粉末放置于载玻片上,通过热台控制升降温,在POM下观察样品在不同温度的熔融及晶粒生长情况:以80 ℃/min的升温速率加热至120 ℃后再以20 ℃/min继续升温至135 ℃,保温180 s,待PA510盐完全融化后,继续以20 ℃/min的升温速率升温至160 ℃,保温40 min,观察样品晶粒的生成过程;再以80 ℃/min的降温速率降至室温,重复以上操作,再以80 ℃/min升温至140 ℃,停留120 s,继续以20 ℃/min升温至160 ℃和220 ℃,各阶段分别停留120 s和300 s,观察预聚物在不同温度的状态变化,最后以80 ℃/min的降温速率降至室温。

1.3.2　PA510聚合产物分析

(1)相对黏度测试:取0.50 g PA510,加入50 mL质量分数96.0%的浓硫酸,溶解后配置成0.01 g/mL的溶液。在(25±0.02) ℃的恒温水浴中测试相对黏度,分别记录溶液和纯溶剂在乌氏黏度计的流动时间,以3次测定值相差不超过0.1 s的数据取平均值,分别记作t_1和t_2,二者比值为相对黏度(η_r),由式(1)计算

$$\eta_r=t_1/t_2 \tag{1}$$

(2)端基测试:准确称取PA510质量(m),加热溶解于25 mL体积比1:1的苯酚-乙醇混合溶液中。滴入5滴1.00 g/L的百里酚蓝指示剂,用已知浓度(C)的盐酸-乙醇溶液进行滴定。当溶液颜色由黄色变为粉色时,达滴定终点。每个样品多次平行测试,以数值波动在±0.1%以内的数据取平均值,并做2组空白样对照。试样的端氨基含量根据式(2)计算,

$$[—NH_2]=(V_{sample}-V_{blank})\times C\times 1000\times m \tag{2}$$

式中:[—NH_2]——试样的端氨基浓度,mmol/kg;V_{sample}——滴定样品达到终点时盐酸-乙醇溶液的体积消耗量,mL;V_{blank}——滴定空白样达到终点时盐酸-乙醇溶液的体积消耗量,mL;C——盐酸-乙醇溶液的浓度,mol/L;m——试样的质量,g。

准确称取试样质量(m'),加热溶解于25 mL的苯甲醇。向滴定管中加入20滴10.00 g/L的酚酞,立即用已知浓度(C')的氢氧化钾-苯甲醇溶液进行滴定。当溶液颜色由无色变为红色时,为滴定终点。每个试样多次平行测试,以数值波动在±0.1%以内的数据取平均值,并做2组空白样对照。样品的端羧基含量根据式(3)计算

$$[—COOH]=(V'_{sample}-V'_{blank})\times C'\times 1000\times m' \tag{3}$$

式中:[—COOH]——试样的端羧基浓度,mmol/kg;V'_{sample}——滴定试样达到终点时氢氧化钾-苯甲醇溶液的体积消耗量,mL;V'_{blank}——滴定空白样达到终点时氢氧化钾-苯甲醇溶液的体积消耗量,mL;C'——氢氧化钾-苯甲醇溶液的浓度,mol/L;m'——试样的质量,g。

2　结果与讨论

2.1　PA510盐的化学结构分析

按1.2节所述步骤制备PA510盐,对比水溶剂成盐和乙醇溶剂成盐的红外光谱图,结果如Fig.1(A)所示。从Fig.1(A)可以看出,2种盐的红外光谱图基本相同,具有相同的官能团,且各官能团峰位相同,PA510盐谱带归属如Tab.1所示。

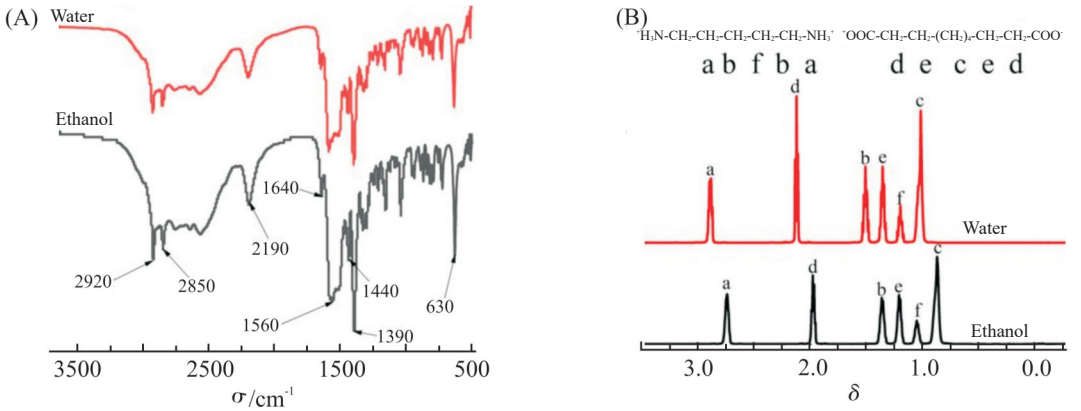


Fig. 1　(A) FT-IR and (B) ^{1}H-NMR spectra of PA510 salt prepared with two different solvents

Tab. 1 Attribution of infrared spectrum bands of PA510 salt

Band/cm^{-1}	Vibration type
2190	double and compound frequency of —NH_3^+
1640	bending vibration peak of —NH_3^+
2920	stretching vibration peak of —CH_2—
2850	stretching vibration peak of —CH—
2200 ~ 3000	stretching vibration peak of —NH_3^+
1560, 1390	stretching vibration peak of —COO^-
1440	bending vibration peak of —CH—
630	in-plane vibrations of long carbon chains

Tab. 2 Ratio of the integrated area of each peak and theoretical ratio of H atomic number of each peak of PA510 salt obtained with two different solvents

Experimental conditions	Area ratio of each peak						Theoretical ratio of the number of hydrogen atom at each peak (a:b:c:d:e:f)
	a	b	c	d	e	f	
Ethanol dissolved into salt	1.59	1.60	3.22	1.59	1.61	0.81	2:2:4:2:2:1
Water dissolved into salt	1.79	1.80	3.64	1.81	1.81	0.93	2:2:4:2:2:1

2种溶剂所制备的PA510盐的^{1}H-NMR分析及PA510盐的结构式如Fig.1(B)所示，不同化学环境的吸收谱峰面积比值见Tab.2。从Fig.1(B)可以看出，无论是水作溶剂还是乙醇作溶剂制备的PA510盐，从图中都可以观察到6个不同吸收峰，分别对应6种不同化学环境的氢原子的吸收。此外，因为PA510盐在水和乙醇这2种不同溶剂中的化学环境不同，所以可以在Fig.1(B)中观察到水溶剂制备的PA510盐向高化学位移移动。结合Tab.2，分别对各峰面积进行积分，除酰胺键中的氢原子因化学性质活泼而无法检测外[12]，其余吸收峰(a，b，c，d，e，f)面积比值近似为2:2:4:2:2:1，与6种不同化学环境的氢原子数理论比值相对应，如Fig.1(B)中标注所示。

2.2 PA510盐的癸二酸含量分析

PA510盐中杂质的含量对其聚合物的合成有十分显著的影响，当PA510盐中残存的单体含量达到一定程度时(尤其是癸二酸，酸过量会导致端氨基被提前封锁，而适度过量的戊二胺可有效弥补其在缩聚过程中的损失)，不利于获得高分子量聚合物，因此需要对PA510盐的癸二酸单体含量进行分析，Fig.2是分别以除氧水和无水乙醇作溶剂所制备的PA510盐的XRD曲线。

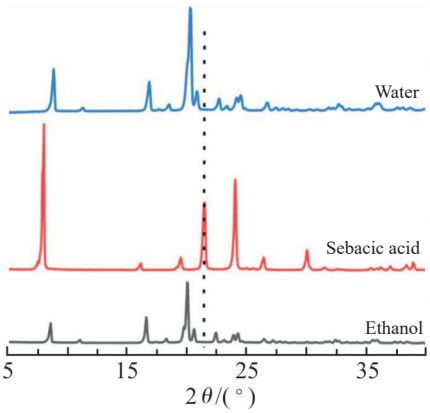


Fig. 2 XRD patterns of two solvent-based salts and sebacic acid

从Fig.2可以看出，在$2\theta \sim 21.5^\circ$对应的癸二酸的第3个衍射强峰的位置上，无论是水溶剂成盐还是乙醇溶剂成盐，其XRD谱图上并没有强峰出现，由此表明，采用以上2种溶剂制备的PA510盐中没有癸二酸残存[12]，且均适用于PA510聚合物的合成。

2.3 PA510盐的热性能分析

对PA510盐进行DSC和TG分析，可以确定PA510盐的熔点、热分解温度以及PA510盐发生缩聚的起始温度，并利用偏光测试验证了PA510盐的熔

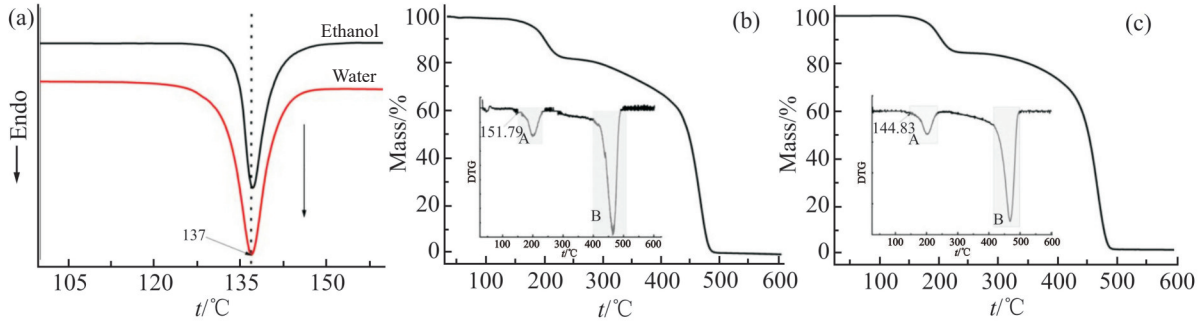


Fig. 3 Curves of both two solvent-forming salts: (a) DSC and TGA (corresponding DTG in inner illustration) for (b) water solvent-forming salts and (c) ethanol solvent-forming salts

点以及160 ℃时是否发生预聚反应。通常情况下，缩聚反应速率随着反应温度的提升而加快，PA510盐发生分解生成戊二胺，并且分解产物戊二胺会随氮气吹扫脱离反应体系，进而导致单体平衡被破坏、端氨基被提前封锁，得到的聚合产物相对黏度偏低；而温度太低，聚合反应速率慢，得到较高分子量的聚合产物所需反应时间延长，因此需要对PA510进行热稳定性测试，确定生物基PA510预聚合温度的合理范围。

对比2种溶剂成盐的DSC曲线，结果如Fig.3(a)所示。由Fig.3(a)可知，PA510盐的熔融温度约为137 ℃，而戊二胺的沸点为178~180 ℃，为了使聚合过程中PA510盐能够充分熔融，又要避免戊二胺的挥发损失，预聚合反应温度应介于137~178 ℃之间。

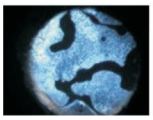
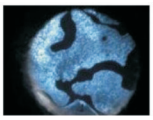
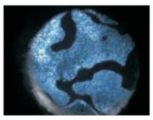
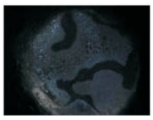
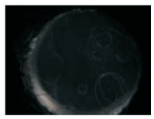
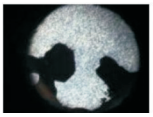
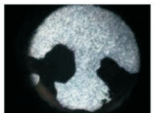
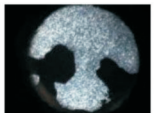
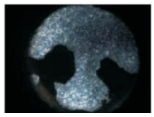
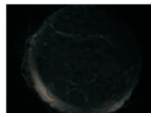
Fig.3(b)和Fig.3(c)为2种溶剂所制备的PA510盐的TGA和DTG曲线，从Fig.3(b)和Fig.3(c)可见，在120 ℃之前，2种溶剂所制备的PA510盐质量损失均小于1%，这是盐中自带的成盐溶剂蒸发所致。接下来2种盐的分解过程均可以分为2个阶段，第1阶段和第2阶段对应DTG曲线中的A，B的2处峰。A处峰的产生可归咎于以下2个原因，其一是戊二胺的沸点约为178 ~ 180 ℃，导致PA510盐在加热过程中发生分解、戊二胺挥发流失造成的质量损失；其二是盐中缔合的羧酸铵盐基团经脱水反应形成酰胺键，小分子水被氮气吹扫带出体系而导致的质量损失[12]，表明PA510盐在150 ℃附近开始发生预聚合反应，故PA510预聚合温度宜控制在150 ~ 175 ℃之间。B处失重则可归因于聚合产物PA510的热分解。对2种溶剂制备的PA510盐进行POM观察，实验结果Tab.3所示。

由Tab.3可见，以除氧水和无水乙醇为溶剂所制备的PA510盐，均可在偏光显微镜下观察到样品在升温达到135 ℃时从固体粉末变成具有一定流动性液体的现象，与DSC分析结果一致。当PA510盐升温至160 ℃后，随停留时间的延长不断有晶粒生成，晶粒的产生可能是由于PA510盐在此温度下发生了缩聚反应生成的预聚物。为验证这一猜想，考虑到PA510预聚物和PA510盐的熔融温度相差较大，故将

Tab. 3 Optical microscope photographs of PA510 salt at different temperatures and time

Temperature and time	60 ℃	125 ℃	135 ℃	160 ℃	160 ℃, 30 min
Ethanol					
Water					

Tab. 4 Optical microscope photographs of A510 prepolymers at different temperatures and time

Temperature and time	60 ℃	140 ℃, 2 min	160 ℃, 2 min	180 ℃	200 ℃
Ethanol					
Water					

Tab. 5 Effect of selection of salt-forming solvent on end group content and relative viscosity of polymerization products

Exerimental conditions	pH of salt solution	Relative viscosity	Amino end group /(mmol·kg^{-1})	Carboxy end group /(mmol·kg^{-1})	Viscosity average molecular weight
Water dissolved into salt	8.90	2.33	99.1	63.3	13965
Ethanol dissolved into salt	9.03	2.38	14.9	79.5	14490

样品降至室温后再次阶梯升温至140 ℃，160 ℃和220 ℃，并分别停留一定的时间，观察样品是否融化，实验结果如Tab.4所示。

从Tab.4可看出，PA510预聚物在140 ℃和160 ℃分别停留2 min，其偏光显微镜成像几乎没有任何变化，晶粒没有消失迹象，表明样品在此温度时仍是固体。而将样品继续升温至180 ℃时，偏光显微镜下观察到晶粒迅速消失，继续升温至200 ℃，晶粒几乎完全消失，表明样品在此温度已经由固态转化为液态。由此可见，样品的熔融温度与Tab.3中PA510盐的结果相比发生了明显的改变。表明PA510盐在160 ℃发生了预聚合反应并生成了预聚物，正是由于生成了预聚物，所以在偏光显微镜下观察到了晶粒的生成。

通过DSC，TG和POM联合分析确定，生物基PA510预聚合温度为160 ℃，为后续PA510聚合物的合成工艺提供实验依据。

2.4 水/乙醇溶剂成盐所得聚合产物相对黏度对比

将上述2种溶剂所制备的PA510盐，溶解于去离子水，配置成浓度为50%的盐溶液，并添加稍过量的戊二胺调节盐溶液的pH值至8.9～9.0，采用相同的聚合工艺（1.3节所述聚合工艺，预聚合温度为160 ℃）制备PA510，其相对黏度和端基滴定结果如Tab.5所示。

从Tab.5可见，2种溶剂中制备的盐经聚合制备的PA510，相对黏度、黏均分子量基本无差异，水溶剂成盐聚合的PA510，端基含量相对平衡，可认为PA510盐-水溶液在此pH值条件下，有利于得到较高相对黏度的PA510。这是由于在PA510缩聚过程中，戊二胺和癸二酸等摩尔才有利于相对分子质量的提高，但在缩聚反应中伴随戊二胺的挥发，高温反应过程中会有少量损失[13]，因此适度过量戊二胺合成的PA510盐有利于提高聚合产物的相对分子质量[14]，添加一定过量的戊二胺调节PA510盐-水溶液的pH值至8.9～9.0，有利于保证两单体的等摩尔比，从而制备端基含量平衡、相对分子质量可控的PA510。而乙醇溶剂成盐聚合的PA510，由于缩聚过程中部分分子链的端氨基发生分解（相对黏度较为接近时，其数均分子量和端基总含量差异不大），导致其端氨基含量偏低，因此无法准确计算其数均分子量。另外，以水为溶剂成盐相比乙醇为溶剂成盐，聚合前盐无需分离和干燥，可直接用于聚合，结合绿色环保、成本低的优势，以除氧水为制备PA510盐的溶剂，相较于乙醇更为合适。

3 结论

以生物基癸二酸、生物基戊二胺为单体原料,除氧水或无水乙醇为成盐溶剂,采用溶液法制备了PA510盐,对比了2种盐的化学结构、热性能和纯度,并采用相同的聚合工艺,对2种盐的聚合产物进行端基滴定和相对黏度测试,得出如下结论。

(1)2种盐的化学组成和结构均与理论方程式一致,所制备盐纯度较高,适合聚合使用。

(2)2种盐的熔点均为137 ℃,且均在150 ℃左右发生缩聚反应并在160 ℃产生晶粒,因此可以选择PA510的预聚合温度为160 ℃。

(3)分别以除氧水和乙醇为溶剂所制备的PA510盐采用相同聚合工艺得到的PA510相对黏度接近,从成本、环保、生产等多方面考虑,以除氧水作为制备PA510盐的溶剂,相比乙醇更为合适。

参考文献:

[1] Trossarelli L. The history of nylon[EB/OL]. https://personal.strath.ac.uk/andrew.mclaren/Turin2002/ CD% 20congresso/The% 20history%20of %20nylons.pdf.

[2] Carothers W H. Synthetic fiber: US, 2130948[P]. 1938-09-20.

[3] Yang P, Peng X, Wang S, *et al.* Crystal structure, thermodynamics, and crystallization of bio- based polyamide 56 salt[J]. CrystEngComm, 2020, 22: 3234-3241.

[4] 曲玲玲. 高粘度尼龙6膜的制备与性能研究[D]. 北京: 北京化工大学, 2008.
Qu L L. Preparation and properties of high- relative viscosity nylon 6 films[D]. Beijing: Beijing University of Chemical Technology, 2008.

[5] Shakiba M, Rezvani G E, Khosravi F, *et al.* Nylon—a material introduction and overview for biomedical applications[J]. Polymers for Advanced Technologies, 2021, 32: 3368-3383.

[6] Elodie H, Bertrand D, Michel B, *et al.* Dimer acid- based thermoplastic biopolyamides: reaction kinetics, properties and structure[J]. Polymer, 2010, 51: 5895-5902.

[7] Kim H T, Baritugo K A, Oh Y H, *et al.* Metabolic engineering of Corynebacterium glutamicum for the high- level production of cadaverine that can be used for the synthesis of biopolyamide 510 [J]. ACS Sustainable Chemistry & Engineering, 2018, 6: 5296-5305.

[8] Kind S, Neubauer S, Becker J, *et al*. From zero to hero – production of bio- based nylon from renewable resources using engineered Corynebacterium glutamicum[J]. Metabolic Engineering, 2014, 25: 113-123.

[9] 蒋爱云, 马晓星, 张俊乐, 等. 生物基尼龙510的制备及性能表征[J]. 塑料工业, 2022, 50(12): 165-169.
Jiang A Y, Ma X X, Zhang J L, *et al*. Preparation and characterization of bio- based nylon 510[J]. China Plastics Industry, 2022, 50(12): 165-169.

[10] 钱伯章. 东丽100%生物基尼龙纤维Ecodear™ N510将实现商业化[J]. 合成纤维, 2022, 51(3): 57.
Qian B Z. Toray 100% biological Kindragon fiber Ecodear™ N510 will be commercialized[J], Synthetic Fiber in China, 2022, 51(3): 57.

[11] 邵子花. 尼龙65的合成及其性能表征[D]. 郑州: 郑州大学, 2020.
Shao Z H. Synthesis and characterization of Nylon 65[D], Zhengzhou: Zhengzhou University, 2020.

[12] 张子健. 共聚酰胺6/1012的制备及性能研究[D]. 上海: 东华大学, 2022.
Zhang Z J. Preparation and properties of copolyamide 6/1012[D]. Shanghai: Donghua University, 2022.

[13] 孙坚, 李庆民, 丁清德. 尼龙66盐溶液pH值对聚合物相对粘度(VR)的影响[J]. 平顶山工学院学报, 2007, 16(3): 20-22.
Sun J, Li Q M, Ding Q D. Impact of nylon 66 pH value on polymer relative viscosity[J]. Journal of Henan University of Urban Construction, 2007, 16(3): 20-22.

[14] 李鹏陶. 尼龙69的合成与表征[D]. 杭州: 浙江工业大学, 2012.
Li P T. Synthesis and characterization of nylon69[D]. Hangzhou: Zhejiang University of Technology, 2012.

Preparation and Properties of Bio-Based Polyamide 510 Salt

Ruishu Jiao [1,2], Feng Jiang [2], Xiaohang Tuo [1], Yumei Gong [1], Zejian Liu [1]

(*1. School of Textile and Material Engineering, Dalian Polytechnic University, Dalian 116034, China; 2. State Key Laboratory of Bio-Derived Fiber Manufacturing Technology, China Textile Research Institute Co., LTD., Beijing 100025, China*)

ABSTRACT: Two monomers of 1,5-pentanediamine and bio-sebacic acid were used to replace petroleum-based monomer, and anhydrous ethanol or deoxygenated water were selected as salt-forming solvents to prepare whole-biological polyamide 510 (PA510) salt. The PA510 salt prepared by the two solvents was tested and compared respectively. The chemical structure of PA510 salt was characterized by FT-IR and ^{1}H-NMR. The residual content of bio-sebacic acid was analyzed by X-ray diffraction. The melting temperature and thermal decomposition behavior of PA510 salt were analyzed by differential scanning calorimetry, thermogravimetric analysis and polarizing microscope to determine the prepolymerization temperature range of PA510 salt. The PA510 salt prepared with the two solvents was configured into a salt-water solution with a concentration of 50%. The PA510 polymer was prepared under the same pH value and synthetic conditions, and the relative viscosity and end group titration of the polymerization products were tested. The results show that the chemical structure of PA510 salt prepared with two solvents is consistent. The melting point is 137 ℃, and the condensation reaction of the two salts can begin at about 150 ℃. Through the same polymerization process, two kinds of PA510 salts can prepare polymer PA510 with similar relative viscosity. Therefore, deoxygenated water is selected as salt-forming solvent.

Keywords: bio-based nylon 510 salt; salt-forming solvent; relative viscosity