

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2019.02.001

半芳香族耐高温尼龙 PA6T / 10T 的合成及应用

杨汇鑫^{1,2}, 阎昆¹, 麦杰鸿², 姜苏俊², 蒋智强²

(1. 金发科技股份有限公司, 广州 510663; 2. 珠海万通特种工程塑料有限公司, 广东珠海 519050)

摘要: 利用癸二胺、己二胺和对苯二甲酸为聚合单体, 以去离子水为溶剂, 通过预聚合 / 固相增黏的工艺合成了半芳香族耐高温尼龙聚对苯二甲酰己 / 癸二胺 (PA6T / 10T)。采用傅里叶变换红外光谱、核磁共振碳谱对合成的 PA6T / 10T 树脂进行了结构表征, 并研究了 PA6T / 10T 和聚 (对苯二甲酰 / 己二酰) 己二胺 (PA6T / 66) 的熔点和结晶温度以及玻璃纤维 (GF) 增强改性 PA6T / 10T 和 PA6T / 66 的热失重行为、力学性能及耐热氧化性能。结果表明, 与传统的 PA6T / 66 相比, 合成的 PA6T / 10T 结晶温度提升 5℃, 结晶半峰宽缩短了 10.6℃, 结晶速率明显提升; 与 GF 增强 PA6T / 66 相比, GF 增强 PA6T / 10T 的力学性能无显著差异, 其初始分解温度提高 16℃, 热稳定性明显改善; GF 增强 PA6T / 10T 与 GF 增强 PA6T / 66 的初始反射率及亨特白度相近, 但经 180℃ 热氧化 3 h 和表面贴装无铅回流焊接机过炉老化 3 次后, 前者的反射率和白度均明显高于后者, 表明 GF 增强 PA6T / 10T 具有更好的耐热氧化性能和耐黄变性能。

关键词: LED 反射支架; 聚对苯二甲酰己 / 癸二胺; 结晶性能; 热稳定性; 热氧化性能; 耐黄变

中图分类号: TQ323.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2019)02-0001-06

Synthesis and Application of Semi-aromatic Heat-resistant Nylon PA6T / 10T

Yang Huixin^{1,2}, Yan Kun¹, Mai Jiehong², Jiang Sujun², Jiang Zhiqiang²

(1. Kingfa Science and Technology Co. Ltd., Guangzhou 510663, China;

2. Zhuhai Vantec Specialty Engineering Plastics Co. Ltd., Zhuhai 519050, China)

Abstract : Semi-aromatic heat-resistant nylon poly(hexamethylene / decamethylene terephthalamide) (PA6T / 10T) was synthesized by pre-polymerization and solid state tackify polymerization processes using hexamethylene diamine, decane diamine and terephthalic acid as monomers and deionized water as solvent. The structure of the synthesized PA6T / 10T was characterized by Fourier transform infrared spectroscopy, ¹³C-NMR. The melting point, crystallization temperature of PA6T / 10T and poly(hexamethylene terephthalamide / adipamide) (PA6T / 66), and the thermal gravimetric behaviors, mechanical properties, thermal-oxidative aging properties of glass fiber (GF) reinforced PA6T / 10T and PA6T / 66 were studied. The results show that, compared with the traditional PA6T / 66, the crystallization temperature of the synthesized PA6T / 10T is increased by 5℃, the half width of the crystalline peak is shortened by 10.6℃, and the crystallization rate is obviously improved. Compared with GF reinforced PA6T / 66 compounds, there is no significant difference in mechanical properties for PA6T / 10T compounds. The initial decomposition temperature of GF reinforced PA6T / 10T compounds is increased by 16℃, the thermal stability is significantly improved. The initial reflectance and Hunter whiteness of GF reinforced PA6T / 10T and PA6T / 66 compounds are similar, but after thermal-oxidative aging (180℃ / 3 h) and 3 times through-furnace aging in lead-free reflow soldering machine for surface mount technology, the reflectivity and Hunter whiteness of the former are significantly better than those of the latter, which indicates the GF reinforced PA6T / 10T has better thermal-oxidative aging resistance and anti-yellowing performance.

Keywords : LED reflectors ; PA6T / 10T ; crystallization behavior ; thermal stability ; heat oxygen aging property ; anti-yellowing

基金项目: 2017 年珠海市引进创新创业团队项目 (ZH0111-0405-170037-P-WC)

通讯作者: 杨汇鑫, 主要从事改性塑料的开发与应用研究 E-mail : yanghuixin@kingfa.com.cn

收稿日期: 2018-11-18

引用格式: 杨汇鑫, 阎昆, 麦杰鸿, 等. 半芳香族耐高温尼龙 PA6T / 10T 的合成及应用 [J]. 工程塑料应用, 2019, 47(2) : 1-6.

Yang Huixin, Yan Kun, Mai Jiehong, et al. Synthesis and application of semi-aromatic heat-resistant nylon PA6T / 10T[J]. Engineering Plastics Application, 2019, 47(2) : 1-6.

LED 反射支架材料是 LED 照明和显示屏行业的核心材料,直接关系到 LED 光源的亮度和寿命,故用于表面贴装器件型 LED 反射支架的材料必须具备特定的性能特点^[1-3]:如结晶速率快,便于快速成型;高温刚性强,便于使用无铅回流焊工艺贴片,尺寸稳定,不变形;耐黄变性能优异,在 LED 封装高温制程条件下不影响光源亮度等。

半芳香族耐高温尼龙(PA)中的聚(对苯二甲酰/己二酰)己二胺(PA6T/66)与脂肪族 PA66, PA6 相比,在高温刚性、耐热性、尺寸稳定性、吸水率等方面具有较强的优势,众多学者进行了合成和改性的研究^[4-7],其在 LED 领域有一定的应用,但也存在一些缺陷,如结晶速率慢、烘烤耐黄变性能差等,满足不了 LED 行业多模腔快速成型及长期耐黄变等性能需求,在应用推广中受到相应的限制。

为改善目前 PA6T/66 在 LED 领域应用时遇到的问题,笔者采用聚对苯二甲酰癸二胺(PA10T)代替 PA66,与聚对苯二甲酰己二胺(PA6T)进行组合,合成了聚对苯二甲酰己/癸二胺(PA6T/10T),对其化学结构进行表征,并采用玻璃纤维(GF)进行增强改性。分别从力学性能、热稳定性、熔融结晶行为、耐热氧化等方面对比研究了 GF 增强 PA6T/10T 和 PA6T/66 复合材料的性能,为 PA6T/10T 材料开发推广及 LED 产品结构件选材提供参考。

1 实验部分

1.1 主要原料

对苯二甲酸、癸二胺:纯度 99%,上海迈瑞尔化学技术有限公司;

己二胺:纯度 98%,上海迈瑞尔化学技术有限公司;

苯甲酸:分析纯,上海阿拉丁生化科技股份有限公司;

次亚磷酸钠:分析纯,山东西亚化学工业有限公司;

钛白粉:TiO₂188, pH 值为 7.5~9.0,澳大利亚 Cristal 化工公司;

GF:E7CS10-03-534,单纤维直径(10.0±1.0) μm,短切长度(3.0±1.0) mm,中国巨石股份有限公司。

1.2 主要仪器及设备

不锈钢高压反应釜:GSH-20 型,威海化工机械有限公司;

真空转鼓:RSB-SSP 型,张家港市荣胜机械有

限公司;

真空烘箱:ZKGT-6053 型,深圳市澳德玛电子科技有限公司;

双螺杆挤出机:STS Mc 11 型,科倍隆(南京)机械有限公司;

注塑机:KM420C 型,克劳斯玛菲机械(浙江)有限公司;

傅里叶变换红外光谱(FTIR)仪:TENSOR27 型,德国 Bruker 公司;

核磁共振仪:AVANCE III 500 型,德国 Bruker 公司;

差式扫描量热(DSC)仪:NETZSCH-DSC 200F3 型,德国 Netzsch 公司;

热重(TG)分析仪:NETZSCH-TG 209 F3 型,德国 Netzsch 公司;

电子力学试验机:UTM4104 型,深圳三思纵横科技股份有限公司;

冲击试验机:ZWICK5113 型,德国 Zwick/Roell 公司;

反射率/颜色测试仪:CM3500d 型,柯尼卡美能达控股公司;

表面贴装技术(SMT)无铅回流焊接机:KSD-RF6600 型,深圳市科延机电有限公司。

1.3 PA6T/10T 的合成和改性

(1) 预聚合^[8-12]。

将单体癸二胺 1500 g、单体己二胺 2150 g、单体对苯二甲酸 4345 g、封端剂苯甲酸 127 g 和去离子水 5000 g 加入到带有机械搅拌的 20 L 不锈钢高压反应釜中,抽真空并用氮气置换三次,开始升温搅拌,以 5℃/min 升温速率升至 180℃,恒温 60 min 进行成盐反应,然后以 2℃/min 升温速率升至 270℃后缓慢搅拌并恒温 4 h,让预聚合反应充分进行。恒温结束后缓慢升高温度至 280℃使反应物料保持均相状态,并开始排水至常压,最后关闭排水阀,降至室温出料。

(2) 固相增黏^[8-12]。

将通过预聚合制备的物料投入 50 L 真空转鼓中,转鼓转速定为 10 r/min,真空度定为 30 Pa。以 20℃/min 速率升温,当温度达 265℃时取样测试黏度,根据黏度结果判定出料终点。

(3) GF 增强改性。

首先将 PA6T/10T 和 PA6T/66(按照相同的合成方法制备,通过调节配方,控制 PA6T/66 中

PA6T 与 PA66 结构单元物质的量之比为 68/32) 树脂于 120℃ 真空烘箱中干燥 4 h。然后将干燥好的树脂与 GF、钛白粉及其它助剂(如抗氧剂、润滑剂等)通过双螺杆挤出机混合均匀。树脂/GF/钛白粉/其它助剂质量比为 59/35/5/1;挤出温度设置为 250,330,330,320,300,300,300,300,300,310,320℃;螺杆转速为 500 r/min;喂料量为 500 kg/h。

(4) 试样制备。

通过注塑机(温度设置 310℃)将挤出粒料注塑制成符合 ISO 标准的试样以及 60 mm×60 mm×1 mm 的颜色测试样板。

1.4 测试与表征

根据 GB/T 6040-2002 热压制样,通过 FTIR 表征 PA6T/10T 的化学结构。

采用核磁共振碳谱(^{13}C -NMR)表征 PA6T/10T 的化学结构,以氘代三氟乙酸为溶剂、四甲基硅烷为内标。

DSC 测试:载气气氛为氮气,先以 20℃/min 速率升温至 290℃,恒温 4 min,然后以 20℃/min 速率降温至 30℃,恒温 2 min 后再以相同速率升温至 370℃。

TG 分析:载气气氛为氮气,升温速率 20℃/min,测试温度范围 50~700℃。

力学性能测试:拉伸性能和弯曲性能分别按 ISO 527-1/-2-2012 和 ISO 178-2010 测试,拉伸速率为 10 mm/min,弯曲试验速率为 2 mm/min;冲击强度与缺口冲击强度按 ISO 180-2000 测试,其中的缺口类型为 A 型。

反射率和颜色测试:依据 GJB 5023.1-2003,使用反射率/颜色测试仪,测试 60 mm×60 mm×1 mm 样板的全光谱范围内反射率及黑白亮度 L 值和色品指数 a, b 值。

老化性能试验:使用 60 mm×60 mm×1 mm 样板,分别在 180℃ 真空烘箱老化 3 h, SMT 无铅回流焊接机中过炉老化 3 次(260℃, 5 min),测试老化前后样板全光谱范围内反射率及黑白亮度 L 值和色品指数 a, b 值。

2 结果与讨论

2.1 合成产物 FTIR 分析

图 1 为合成产物的 FTIR 谱图。PA 的红外特征吸收峰主要是酰胺基和亚甲基的振动吸收峰,半芳香族 PA 还有苯环的振动吸收峰^[13]。由图 1 可以

看出,波数 1632 cm^{-1} 和 1546 cm^{-1} 附近的吸收峰分别是酰胺 I 吸收带和酰胺 II 吸收带的特征峰^[13],波数 3310 cm^{-1} 附近的吸收峰是—NH 弯曲振动特征峰,波数 1500 cm^{-1} 附近的吸收峰是苯环振动特征峰。以上说明合成的产物是含有苯环和酰胺键的聚合物。

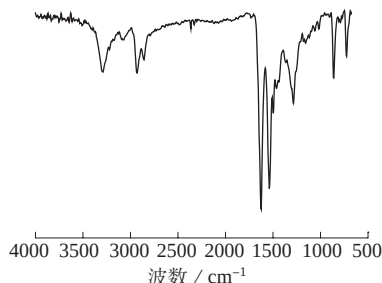


图 1 合成产物的 FTIR 谱图

2.2 合成产物核磁共振分析

图 2 为合成产物的 ^{13}C -NMR 谱图,结合目标产物 PA6T/10T 结构中碳原子的化学环境,可对谱图中的出峰进行逐一归属。化学位移 170.6 处是羰基的碳原子出峰(1),137.1 处是与羰基直接相连的苯环碳原子出峰(2),128.1 处是苯环邻位碳原子出峰(3),41.5 附近的两个峰是与氮原子相连的亚甲基上的碳原子出峰(1'),25~31 附近的峰是其它二胺单元上的亚甲基的碳原子出峰(2'~5')。从图 2 中可以看出,目标产物 PA6T/10T 中 PA6T 和 PA10T 结构单元上的每一个碳原子,均能在谱图中找到相应出峰。综合 FTIR 与核磁共振分析结果,可以认为通过预聚合加固相增黏工艺成功制备了 PA6T/10T。

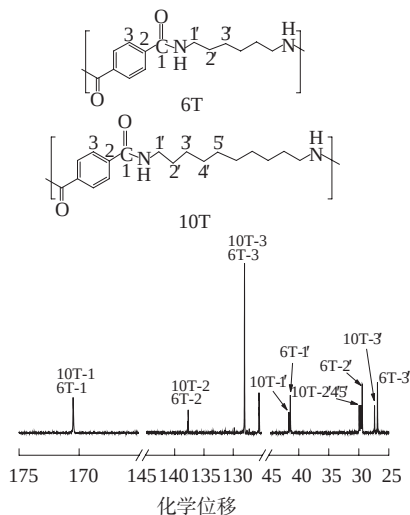


图 2 合成产物的 ^{13}C -NMR 谱图

利用碳谱的去耦合技术,可以消除奥弗豪泽效应,这样可以对碳原子出峰进行积分,进而得到 PA6T/10T 的组成情况。合成产物结构单元中二

胺上与 N 原子相连的第三个碳原子 (C-3') 出峰明显,并且 PA10T 和 PA6T 结构单元上的 C-3' 出峰位置分离清楚,适合进行积分定量。积分结果显示,产物 PA6T/10T 中 PA6T 和 PA10T 结构单元的物质的量之比约为 68/32。

2.3 PA6T/10T 和 PA6T/66 的熔融结晶行为

利用 DSC 仪测定了 PA6T/10T 的熔融 (第二次升温) 和结晶曲线,并与 PA6T/66 进行了对比,结果见图 3 和图 4,树脂熔点和结晶温度等相关参数列于表 1。可以看出,因为 PA6T/10T 与 PA6T/66 的主要结构单元 PA6T 比例相同,所以两种树脂的熔点非常接近。但因为 PA6T/10T 中引入了 PA10T 结构单元,使得 PA6T/10T 的结晶温度比 PA6T/66 高 5℃,并且结晶半峰宽明显变窄,缩短了 10.6℃,这表明合成的 PA6T/10T 在生产成型中成型周期更短,更适合用于生产多模腔快速成型的 LED 反射支架。

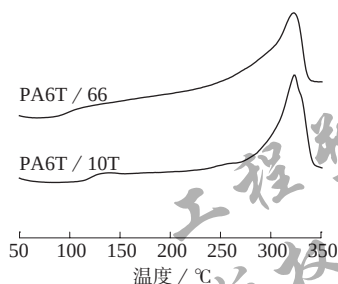


图 3 PA6T/10T 和 PA6T/66 的 DSC 第二次升温曲线

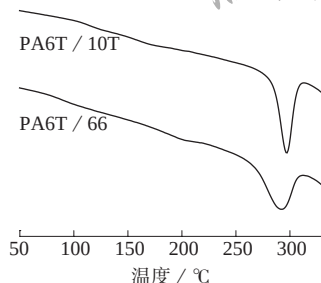


图 4 PA6T/10T 和 PA6T/66 的 DSC 降温曲线

表 1 PA6T/10T 和 PA6T/66 的熔融结晶参数

聚合物	熔点	结晶温度	结晶半峰宽
PA6T/10T	323	297	12.1
PA6T/66	324	292	22.7

2.4 GF 增强 PA6T/10T 及 PA6T/66 力学性能

为保证 LED 反射支架在成型和包装过程等有负载的情况下不被破坏,用于 LED 反射支架材料须具备一定的强度和韧性。使用目前 LED 行业中有实际应用的 PA6T/66 作为参照,对比研究了其与合成的 PA6T/10T 的力学性能。

表 2 为 GF 增强 PA6T/10T 和 PA6T/66 的力

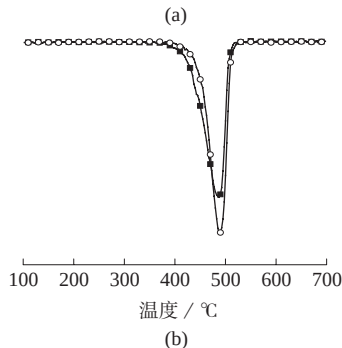
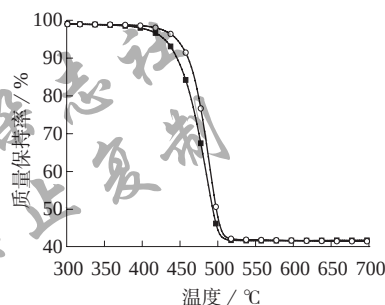
学性能。从表 2 可以看出,GF 增强 PA6T/10T 体系的拉伸、弯曲、冲击强度同 GF 增强 PA6T/66 体系相比无显著差别,亦可满足 LED 反射支架对于材料强度和韧性的要求。

表 2 GF 增强 PA6T/10T 和 PA6T/66 的力学性能

项目	GF 增强 PA6T/10T	GF 增强 PA6T/66
拉伸强度 / MPa	118	120
弯曲强度 / MPa	174	177
弯曲弹性模量 / MPa	9682	9803
缺口冲击强度 / (kJ·m ⁻²)	3.6	3.2
冲击强度 / (kJ·m ⁻²)	20.0	20.2

2.5 GF 增强 PA6T/10T 及 PA6T/66 热稳定性

图 5 为 GF 增强 PA6T/10T 和 PA6T/66 的 TG 曲线及其一阶微商 (DTG) 曲线,其失重 5% 的温度即初始分解温度 ($T_{5\%}$)、最大失重速率温度 (T_{PK}) 数据如表 3 所示。



■—GF 增强 PA6T/66; ○—GF 增强 PA6T/10T

a—TG 曲线; b—DTG 曲线

图 5 GF 增强 PA6T/10T 和 PA6T/66 的 TG 与 DTG 曲线

表 3 GF 增强 PA6T/10T 和 PA6T/66 的热分解温度

项目	GF 增强 PA6T/10T	GF 增强 PA6T/66
$T_{5\%}$	446	430
T_{PK}	488	486.8

由图 5 和表 3 可见,与 GF 增强 PA6T/66 相比,GF 增强 PA6T/10T 的最大失重速率温度提高了 1.2℃,而初始分解温度提高了 16℃,说明 GF 增强 PA6T/10T 的热稳定性优于 GF 增强 PA6T/66。根据文献报道^[14],在分子量相同的情况下,聚合物的热稳定性将随着刚性芳环结构含量的增加而提高。当 PA6T/66 和 PA6T/10T 分子结构中 PA6T 结构单元

的含量相同时, PA6T/10T 中含有的刚性苯环结构多于 PA6T/66, 苯环结构体积较大, 因此链段位阻效应较大, 该结构不能随意活动, 需要温度提升至能够克服苯环结构中 C—C 键能, 方能使 PA6T/10T 分子结构中的 10T 结构单元开始分解, 而 PA6T/66 结构中, 仅需温度提升至克服其脂肪直链结构中的 C—C 键能, 即可使分子结构中 PA66 结构单元分解, 所以 GF 增强 PA6T/10T 热稳定性优于 GF 增强 PA6T/66。

2.6 GF 增强改性 PA6T / 10T 及 PA6T / 66 耐黄变性能

LED 反射支架从成型到最后应用制程过程如图 6 所示。由图 6 可以看出, 支架需要经历固晶及封装胶固化 (共 8 h) 等烘箱热氧老化过程, 同时在贴片安装时需要经历 SMT 无铅回流焊接过程 (260℃ / 5 min)。在此过程中, 如果反射支架用材料耐黄变性能较差会使 LED 反射支架反射率下降, 同时造成 LED 灯亮度衰减严重, 为此研究了热氧老化及 SMT 无铅回流焊接机过炉老化 (简称 SMT 老化) 对 GF 增强 PA6T / 10T 和 PA6T / 66 反射率及白度的影响。

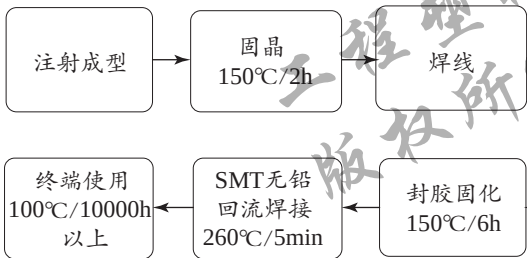


图 6 LED 封装制程流程图

图 7 为 GF 增强 PA6T / 10T 和 PA6T / 66 在整个可见光光谱范围内的初始反射率曲线及 3 次 SMT 老化和 180℃ / 3 h 热氧老化后的反射率曲线。由图 7 可见, 在整个可见光光谱范围内 GF 增强 PA6T / 10T 的初始反射率与 GF 增强 PA6T / 66 相当, 无明显差别。但经 3 次 SMT 老化和 180℃ / 3 h 热氧老化后, GF 增强 PA6T / 10T 反射率明显高于 GF 增强 PA6T / 66。

以蓝光波长 460 nm 处的反射率数据 (表 4) 为例, 可以发现 GF 增强 PA6T / 10T 老化后的反射率明显高于 GF 增强 PA6T / 66, 即前者耐热氧老化性能优于后者。

表 4 GF 增强 PA6T / 10T 和 PA6T / 66 在 460 nm 处的反射率 %

项 目	GF 增强 PA6T / 10T	GF 增强 PA6T / 66
初始	80.00	80.38
180℃ / 3 h 老化	71.82	65.60
3 次 SMT 老化	70.24	63.62

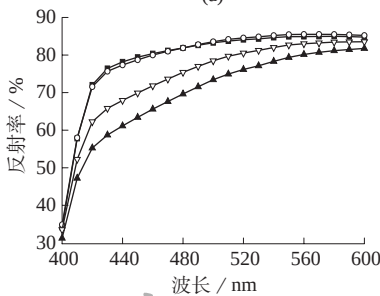
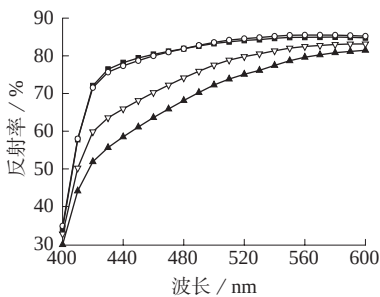


图 7 不同老化方式下 GF 增强 PA6T / 10T 和 PA6T / 66 对不同波长光线的反射率曲线

在 LED 行业, 通常采用亨特白度值 (W_H) 来表征材料白度, 参照 GB / T 17749-2008, W_H 按式 (1) 计算。分别测试了 GF 增强 PA6T / 10T 和 PA6T / 6 的初始、180℃ / 3 h 热氧老化后及 SMT 老化后的 L , a , b 值, 并按式 (1) 计算得到相应的 W_H , 如表 5 所示。

$$W_H = 100 - [(100 - L)^2 + a^2 + b^2]^{1/2} \quad (1)$$

表 5 GF 增强 PA6T / 10T 和 PA6T / 66 的 L , a , b 及 W_H

项 目		L	a	b	W_{H}
GF 增强 PA6T / 10T	初始	93.69	-1.83	5.07	91.70
	180℃ / 3 h 老化	92.27	-1.89	9.36	87.71
	3 次 SMT 老化	91.98	-1.98	10.34	86.77
GF 增强 PA6T / 66	初始	93.51	-1.57	4.39	92.01
	180℃ / 3 h 老化	90.77	-1.17	12.30	84.58
	3 次 SMT 老化	90.42	-1.27	13.78	83.17

从表 5 可知, 两种改性料的初始 W_H 相差不大, 但经过 180℃ / 3 h 热氧老化及 3 次 SMT 老化后, 与 GF 增强 PA6T / 66 相比, GF 增强 PA6T / 10T 的 W_H 分别高 3.13 和 3.6, 这说明 GF 增强 PA6T / 10T 耐黄变性能及耐热氧老化性能明显优于 GF 增强 PA6T / 66。

据文献报道^[15], PA 热氧老化黄变是由于在热氧老化过程中, 其中的酰胺基团生成了羧基、醛基或酮等生色基团而引起的。PA6T / 10T 树脂中引入了长碳链的癸二胺基团, 导致其分子链的酰胺键

密度低于 PA6T/66, 所以热氧老化过程中酰胺键生成羧基、醛基或酮等生色基团的含量降低, 从而使得 PA6T/10T 的耐黄变性能及耐热氧老化性能明显优于 PA6T/66。

3 结论

(1) 以对苯二甲酸、癸二胺、己二胺为原料、以水为溶剂, 采用预聚合/固相增黏工艺成功制备了半芳香耐高温尼龙 PA6T/10T, 并通过 FTIR 及 ^{13}C -NMR 对合成产物的结构组成进行了定性与定量确认。

(2) 对比相同 PA6T 结构单元比例的 PA6T/66 发现, PA6T/10T 树脂熔点与 PA6T/66 熔点非常接近, 但 PA6T/10T 结晶温度高于 PA6T/66, 且结晶半峰宽明显变窄, 更适合用于生产多模腔快速成型的 LED 反射支架。

(3) GF 增强 PA6T/10T 和 PA6T/66 的强度和韧性接近, 可满足 LED 反射支架对于材料强度和韧性的要求。

(4) GF 增强 PA6T/10T 初始分解温度比 GF 增强 PA6T/66 高 16°C , 热稳定性较优。

(5) 在整个可见光光谱范围内, GF 增强 PA6T/10T 的初始反射率和亨特白度与 GF 增强 PA6T/66 相当, 但在热氧老化和 SMT 老化后, 前者的反射率和亨特白度明显高于后者, 表明 GF 增强 PA6T/10T 的耐热氧老化及耐黄变性能更优。

参考文献

- [1] 么东阁, 陈建新, 闫静, 等. 大功率白光 LED 的应用及其可靠性研究 [J]. 照明工程学报, 2011, 22(2): 43-46.
Yao Dongge, Chen Jianxin, Yan Jing, et al. The applications and reliability study of high power white LED [J]. China Illuminating Engineering Journal, 2011, 22(2): 43-46.
- [2] 刘勇求, 严其艳. 浅谈大功率 LED 封装工艺设计及优化 [J]. 工业技术创新, 2016, 3(3): 514-517.
Liu Yongqiu, Yan Qian. Design and optimization of high-power LED packaging technology [J]. Industrial Technology Innovation, 2016, 3(3): 514-517.
- [3] 王江, 连军红, 谢成洪. 回流焊对铁支架 SMD LED 产品的可靠性影响 [J]. 电子工业专用设备, 2016(11): 29-33.
Wang Jiang, Lian Junhong, Xie Chenhong. The research on the reliability of Iron frame SMD LED [J]. Equipment for Electronic Products Manufacturing, 2016(11): 29-33.
- [4] 张传辉, 彭也, 焦蓓, 等. 耐高温 PA6T 共聚物的合成与表征 [J]. 工程塑料应用, 2013, 41(5): 14-20.
Zhang Chuanhui, Peng Ye, Jiao Qian, et al. Synthesis and characterization of heat-resistant PA6T copolymers [J]. Engineering Plastics Application, 2013, 41(5): 14-20.
- [5] Xiaowei, Hu Guosheng, Zhang Jingting, et al. Research progress of high temperature resistant nylon 10T [J]. Journal of Measurement Science and Instrumentation, 2018, 9(1): 1 674-8 042.
- [6] 张传辉, 麦堪成, 曹民, 等. 高温尼龙研究进展 [J]. 工程塑料应用, 2012, 40(11): 95-100.
Zhang Chuanhui, Mai Kancheng, Cao Min, et al. Research progress in heat-resistant nylon [J]. Engineering Plastics Application, 2012, 40(11): 95-100.
- [7] 马广超. 特种尼龙的发展及研究综述 [J]. 山东化工, 2017, 46(2): 32-33.
Ma Guangchao. The review on the development and research of special nylon [J]. Shandong Chemical Industry, 2017, 46(2): 32-33.
- [8] 曹民, 黄木军, 张传辉, 等. 半芳香族耐高温尼龙 PA12T 的合成、表征与性能 [J]. 工程塑料应用, 2016, 44(11): 1-6.
Cao Min, Huang Mujun, Zhang Chuanhui, et al. Synthesis, characterization and properties of semi-aromatic heat-resistant nylon PA12T [J]. Engineering Plastics Application, 2016, 44(11): 1-6.
- [9] 代惊奇, 何波, 常欢, 等. 耐高温聚酰胺 PA10T 的聚合反应相态 [J]. 工程塑料应用, 2018, 46(4): 1-5.
Dai Jingqi, He Bo, Chang Huan, et al. Phase behavior in polymerization of high temperature polyamide PA10T [J]. Engineering Plastics Application, 2018, 46(4): 1-5.
- [10] 李召朋, 付鹏, 张俊岭, 等. 粉末状半芳香尼龙 PA12T 的合成 [J]. 高分子通报, 2010(2): 92-96.
Li Zhaopeng, Fu Peng, Zhang Junling, et al. Synthesis of powderous semi-aromatic nylon PA12T [J]. Chinese Polymer Bulletin, 2010(2): 92-96.
- [11] 孙学科, 高红军, 麦堪成, 等. 基于 PA10T 的生物基耐高温聚酰胺的合成 [J]. 工程塑料应用, 2017, 45(2): 1-5.
Sun Xueke, Gao Hongjun, Mai Kancheng, et al. Synthesis of bio-based heat-resistant polyamides based on PA10T [J]. Engineering Plastics Application, 2017, 45(2): 1-5.
- [12] Sun Xueke, Mai Kancheng, Zhang Chuanhui, et al. Nonisothermal crystallization kinetics of bio-based semi-aromatic polyamides [J]. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2017, 130(2): 1 021-1 030.
- [13] 朱吴兰. 红外光谱法鉴别不同种类的聚酰胺 [J]. 塑料, 2009, 38(3): 114-117.
Zhu Wulan. Discrimination of different polyamides by IR [J]. Plastics, 2009, 38(3): 114-117.
- [14] 常静. 含芳环聚酰胺的合成与表征 [D]. 杭州: 浙江大学, 2009.
Changjing. Synthesis and characteristics of polyamide containing aromatic rings [D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2009.
- [15] 王义亮, 朱春林, 张勇, 等. 聚邻苯二甲酰胺高温尼龙的耐黄变研究 [J]. 工程塑料应用, 2013, 41(1): 81-85.
Wang Yiliang, Zhu Chunlin, Zhang Yong, et al. Study on anti-yellowing property of heat-resisting polyamide polyphthalamide [J]. Engineering Plastics Application, 2013, 41(1): 81-85.