

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 758 029**

51 Int. Cl.:

C08G 18/02 (2006.01)

C08G 18/76 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.08.2012 PCT/US2012/052828**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.03.2013 WO13033186**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.08.2012 E 12766204 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.08.2019 EP 2751154**

54 Título: **Policarbodiimida de alto peso molecular y método de producción de la misma**

30 Prioridad:

30.08.2011 US 201161528969 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.05.2020

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein , DE**

72 Inventor/es:

BOUGUETTAYA, MOHAMED

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 758 029 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Policarbodiimida de alto peso molecular y método de producción de la misma

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

5 La presente invención se refiere en general a un método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular.

2. Descripción de la técnica relacionada

10 Las policarbodiimidas son conocidas en la técnica e incluyen unidades estructurantes repetitivas representadas por $RN=C=NR$, donde R es un grupo orgánico seleccionado independientemente, como un grupo aromático. Las policarbodiimidas son conocidas por tener propiedades físicas deseables, como resistencia al calor, y se han utilizado en aplicaciones como molduras, recubrimientos, películas, etc.

15 Los métodos para producir policarbodiimidas también son conocidos en la técnica. En los métodos convencionales de producción de policarbodiimidas, un isocianato orgánico, tal como un isocianato aromático, se polimeriza en presencia de un catalizador de carbodiimidización. Generalmente, el isocianato orgánico se polimeriza en presencia del catalizador de carbodiimidización mientras está dispuesto en un disolvente de tal manera que la policarbodiimida se produce en solución. Las patentes EP 398 069 y US 5.750.636 desvelan un método para producir una solución de policarbodiimida a partir de un diisocianato orgánico en presencia de un catalizador de carbodiimidización, en el que se usa un hidrocarburo alifático clorado o un compuesto aromático clorado, respectivamente, como disolvente.

20 Sin embargo, en los métodos convencionales de producción de policarbodiimidas en solución, las policarbodiimidas precipitan y/o gelifican en el disolvente una vez que las policarbodiimidas alcanzan un cierto peso molecular, que habitualmente es de 1000 a 3000. Una vez que las policarbodiimidas precipitan y/o gelifican en el disolvente, la polimerización generalmente cesa, de tal manera que el peso molecular de la policarbodiimida no aumenta. Como tal, las policarbodiimidas producidas mediante métodos convencionales tienen un peso molecular relativamente bajo, lo que disminuye significativamente las aplicaciones potenciales en las que las policarbodiimidas pueden utilizarse a la vista de las propiedades físicas obtenibles de dichas policarbodiimidas. Específicamente, el peso molecular de las policarbodiimidas afecta las propiedades físicas de las policarbodiimidas.

25 Además, debido a que las policarbodiimidas precipitan en los métodos convencionales de producción de policarbodiimidas, estas policarbodiimidas no pueden almacenarse, transportarse o procesarse en solución. Más bien, las policarbodiimidas producidas por métodos convencionales se procesan en forma de polvo. La forma en polvo de las policarbodiimidas generalmente se obtiene aislando las policarbodiimidas que han precipitado y/o gelificado en la solución. Dichas policarbodiimidas a menudo tienen propiedades termoendurecibles cuando se calientan a cierta temperatura (por ejemplo, superior a 180 °C), lo que limita aún más las aplicaciones en las que se pueden utilizar las policarbodiimidas.

Sumario de la invención y ventajas

La presente invención proporciona un método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular.

35 El método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular comprende las etapas de proporcionar un componente de isocianato que comprende tolueno diisocianato (TDI), un catalizador de carbodiimidización y un primer disolvente que tiene un punto de ebullición a una temperatura de aproximadamente 50 a aproximadamente 150 °C. El método comprende además la etapa de polimerizar el componente de isocianato durante un primer período de tiempo en el primer disolvente y en presencia del catalizador de carbodiimidización para producir una mezcla de reacción que incluye al menos un compuesto de carbodiimida y el primer disolvente. Además, el método comprende la etapa de combinar un segundo disolvente, que es igual o diferente del primer disolvente, y la mezcla de reacción. Finalmente, el método comprende la etapa de polimerizar el al menos un compuesto de carbodiimida durante un segundo período de tiempo en el primer y segundo disolventes y en presencia del catalizador de carbodiimidización para producir la policarbodiimida de alto peso molecular.

45 La policarbodiimida de alto peso molecular tiene excelentes propiedades físicas y es adecuada para diversas aplicaciones. En particular, la policarbodiimida de alto peso molecular tiene propiedades físicas características habitualmente de los plásticos convencionales de alto rendimiento, tales como poliamidas, polietersulfonas, policloruro de vinilo. Como tal, la policarbodiimida de alto peso molecular de la presente invención se puede utilizar en lugar de plásticos convencionales de alto rendimiento en diversas y diversas aplicaciones en vista de sus excelentes propiedades físicas, tales como resistencia al calor y termoplaticidad. Además, la policarbodiimida de alto peso molecular de la presente invención puede fabricarse por una fracción del coste de los plásticos

convencionales de alto rendimiento.

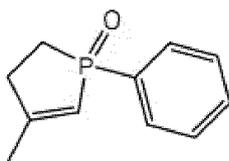
Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona un método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular. La policarbodiimida de alto peso molecular de la presente invención tiene excelentes propiedades físicas y es adecuada para su uso en diversas aplicaciones, como se describe con mayor detalle a continuación. Por ejemplo, la policarbodiimida de alto peso molecular se puede utilizar en aplicaciones de fibra sintética, aplicaciones automotrices, aplicaciones aeroespaciales y/o aplicaciones electrónicas. Sin embargo, debe apreciarse que la policarbodiimida de alto peso molecular no está limitada a dichas aplicaciones; por ejemplo, la policarbodiimida de alto peso molecular de la presente invención puede utilizarse en aplicaciones de revestimiento.

El método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular comprende la etapa de proporcionar un componente de isocianato. El componente de isocianato comprende tolueno diisocianato (TDI). El componente de isocianato puede comprender isómero de tolueno diisocianato (TDI), es decir, el componente de isocianato puede comprender 2,4-tolueno diisocianato (2,4-TDI) o 2,6-tolueno diisocianato (2,6-TDI). Alternativamente, el componente de isocianato puede comprender una mezcla de estos isómeros, es decir, el componente de isocianato puede comprender tanto 2,4-tolueno diisocianato (2,4-TDI) como 2,6-tolueno diisocianato (2,6-TDI). Un ejemplo específico de un componente de isocianato disponible en el mercado adecuado para los fines de la presente invención es Lupranate® T-80, que está disponible en el mercado en BASF Corporation de Florham Park, Nueva Jersey. Notablemente, Lupranate® T-80 comprende una mezcla de 2,4-tolueno diisocianato (2,4-TDI) y 2,6-tolueno diisocianato (2,6-TDI).

El método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular comprende además la etapa de proporcionar un catalizador de carbodiimidización. El catalizador de carbodiimidización puede ser cualquier tipo de catalizador de carbodiimidización conocido por los expertos en la técnica para producir una policarbodiimida. Generalmente, el catalizador de carbodiimidización se selecciona del grupo de amidas terciarias, compuestos metálicos básicos, sales metálicas de ácido carboxílico y/o compuestos organometálicos no básicos. En ciertas realizaciones, el catalizador de carbodiimidización comprende un compuesto de fósforo.

Los ejemplos específicos de compuestos de fósforo adecuados para los fines del catalizador de carbodiimidización incluyen, pero no se limitan a, óxidos de fosfoleno tales como óxido de 3-metil-1-fenil-2-fosfoleno, 1-fenil-2-fosfolen-1-óxido, 3-metil-1-2-fosfolen-1-óxido, 1-etil-2-fosfolen-1-óxido, 3-metil-1-fenil-2-fosfolen-1-óxido y los isómeros de 3-fosfoleno de los mismos. Un óxido de fosfoleno particularmente adecuado es el óxido de 3-metil-1-fenil-2-fosfoleno. Solo con fines ilustrativos, el óxido de 3-metil-1-fenil-2-fosfoleno está representado por la siguiente estructura:



Los ejemplos adicionales de compuestos de fósforo adecuados para los fines del catalizador de carbodiimidización incluyen, pero no se limitan a, fosfatos, diaza y oxaza fosfolenos y fosforinanos. Los ejemplos específicos de dichos compuestos de fósforo incluyen, pero no se limitan a, ésteres de fosfato y otros fosfatos tales como trimetilfosfato, trietilfosfato, tributilfosfato, tri-2-etilhexilfosfato, tributoxietilfosfato, trioleilfosfato, trifenilfosfato, tricresilfosfato, trixililfosfato, cresil difenil fosfato, xilenil difenil fosfato, 2-etilhexildifenil fosfato; fosfatos ácidos tales como fosfato de ácido metílico, fosfato de ácido etílico, fosfato de ácido isopropílico, fosfato de ácido butílico, fosfato de ácido 2-etilhexílico, fosfato de ácido isodecílico, fosfato de ácido laurílico, fosfato de ácido isotridecílico, fosfato de ácido miristílico, fosfato de ácido isoestearílico, fosfato de ácido oleílico; fosfitos terciarios tales como trifenil fosfito, tri (p-cresil) fosfito, tris (nonilfenil) fosfito, triisooctil fosfito, difenilisodocil fosfito, fenildiisodocil fosfito, triisodocil fosfito, tristearil fosfito, trioleil fosfito; fosfitos secundarios tales como di-2-etilhexil hidrógeno fosfito, dilauril hidrógeno fosfito, dioleil hidrógeno fosfito; y óxidos de fosfina, tales como óxido de trietilfosfina, óxido de tributilfosfina, óxido de trifenilfosfina, óxido de tris (clorometil) fosfina, óxido de tris (clorometil) fosfina. Los catalizadores de carbodiimidización que comprenden ésteres de fosfato y los métodos para su preparación se describen la Patente de EE.UU. n.º 3.056.835.

Otros ejemplos adicionales del catalizador de carbodiimidización incluyen, pero no se limitan a, óxido de 1-fenil-3-metil fosfoleno, óxido de 1-bencil-3-metil fosfoleno, óxido de 1-etil-3-metilfosfeno, dicloruro de 1-fenil-3-metil fosfoleno, dicloruro de 1-bencil-3-metil fosfoleno, dicloruro de 1-etil-3-metil fosfoleno, sulfuro de 1-fenil-3-metil fosfoleno, sulfuro de 1-bencil-3-metil fosfoleno, sulfuro de 1-etil-3-metil fosfoleno, óxido de 1-fenil-1-fenilimino-3-metil fosfoleno, óxido de 1-bencil-1-fenilimino-3-metil fosfoleno, óxido de 1-etil-1-fenilimino-3-metil fosfoleno, 1-fenilfosfolidina, 1-bencilfosfolidina, 1-etilfosfolidina y 1-fenil-3-metil fosfoleno.

El catalizador de carbodiimidización puede comprender alternativamente diaza y oxaza fosfolenos y fosforinanos. Los diaza y oxaza fosfolenos y fosforinanos y los métodos para su preparación se describen en la Patente de EE.UU. n.º 3.522.303. Los diaza y oxaza fosfolenos y fosforinanos específicos incluyen, pero no se limitan a, 2-etil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-clorometil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-triclorometil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-fenil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-fenil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosforinano-2-óxido; 2-bencil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-alil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-bromometil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-ciclohexil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-ciclohexil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; 2-(2-etoxietil)-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido; y 2-naftil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolano-2-óxido, fosfato de trietilo, hexametil fosforamida.

El catalizador de carbodiimidización puede comprender una triaril arsina. Las triaril arsinas y los métodos para su preparación se describen en la Patente de EE.UU. n.º 3.406.198. Los ejemplos específicos de triaril arsinas incluyen, pero no se limitan a, trifenilarsina, tris (p-tolil) arsina, tris (p-metoxifenil) arsina, tris (p-etoxifenil) arsina, tris (p-clorofenil) arsina, tris (p-fluorofenil) arsina, tris (2,5-xilil) arsina, tris (p-cianofenil) arsina, tris (1-naftil) arsina, tris (p-metilmercaptofenil) arsina, tris (p-bifenilil) arsina, p-clorofenil bis (ptolil) arsina, fenil (p-clorofenil) (p-bromofenil) arsina. Los compuestos de arsina adicionales se describen en la Patente de EE.UU. n.º 4.143.063. Los ejemplos específicos de dichos compuestos de arsina incluyen, pero no se limitan a, óxido de trifenilarsina, óxido de trietilarsina, óxido de arsina unido a polímero.

Además, el catalizador de carbodiimidización puede comprender derivados metálicos de acetilacetona. Los derivados metálicos de la acetilacetona y sus métodos se describen en la Patente de EE.UU. n.º 3.152.131. Los ejemplos específicos de derivados metálicos de acetilacetona incluyen, pero no se limitan a, derivados metálicos de acetilacetona tales como los derivados de berilio, aluminio, circonio, cromo y hierro.

Ejemplos adicionales del catalizador de carbodiimidización incluyen complejos metálicos derivados de un elemento de transición del grupo d y un ligando de enlace π seleccionado del grupo que consiste en monóxido de carbono, óxido nítrico, hidrocarbilsocianuros, trihidrocarbilsfosfina, trihidrocarbilarina, trihidrocarbilstilbina y dihidrocarbilsulfuro en el que el hidrocarbilo contiene en cada caso de 1 a 12 átomos de carbono, inclusive, siempre que al menos uno de los ligandos de enlace π en el complejo sea monóxido de carbono o hidrocarbilsocianuro. Dichos complejos metálicos y métodos de preparación se describen en la Patente de EE.UU. n.º 3.406.197. Los ejemplos específicos de complejos metálicos incluyen, pero no se limitan a, pentacarbonilo de hierro, pentacarbonilo de di-hierro, hexacarbonilo de wolframio, hexacarbonilo de molibdeno, hexacarbonilo de cromo, decaarbonilo de dimanganeso, tetracarbonilo de níquel, pentacarbonilo de rutenio, el complejo de tetracarbonilo de hierro:metilisoilo.

El catalizador de carbodiimidización puede comprender compuestos organoestánnicos. Los ejemplos específicos de compuestos organoestánnicos incluyen, pero no se limitan a, dilaurato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, di (2-etilhexanoato de dibutilestaño), dilaurato de dioctilestaño, maleato de dibutilestaño, maleato de di (n-octil) estaño, óxido de bis (dibutilacetoxiestaña), óxido de bis (dibutilouroxiestaña), dibutilóxido de dibutilestaño, dimetóxido de dibutilestaño, disalicilato de dibutilestaño, bis (isooctilmaleato) de dibutilestaño, bis (isopropilmaleato) de dibutilestaño, óxido de dibutilestaño, acetato de tributilestaño, isopropil succinato de tributilestaño, linoleato de tributilestaño, nicotinato de tributilestaño, dilaurato de dimetilestaño, óxido de dimetilestaño, óxido de dioctilestaño, óxido de bis (tributilestaño), óxido de difentilestaño, acetato de trifentilestaño, acetato de tri-n-propilestaño, laurato de tri-n-propilestaño y óxido de bis (tri-n-propilestaño), dilauril mercapturo de dibutilestaño, bis (isooctilmercaptoacetato) de dibutilestaño, óxido de bis (trifenilestaño), oxalato estannoso, oleato estannoso, naftenato estannoso, acetato estannoso, butirato estannoso, 2-etilhexanoato estannoso, laurato estannoso, palmitato estannoso, estearato estannoso. Los compuestos organoestánnicos típicos incluyen, pero no se limitan a, oxalato estannoso, oleato estannoso y 2-etilhexanoato estannoso, diacetato de dibutilestaño, dilaurato de dibutilestaño, dilaurilmercapturo de dibutilestaño, bis (isooctilmercaptoacetato) de dibutilestaño, óxido de dibutilestaño, óxido de bis (trifenilestaño), óxido de bis (tri-n-butilestaño).

Además, el catalizador de carbodiimidización puede comprender diversos complejos de carbeno orgánicos y metálicos, complejos de titanio (IV), complejos de cobre (I) y/o cobre (II).

El método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular también comprende la etapa de proporcionar un primer disolvente que tiene una temperatura de punto de ebullición de aproximadamente 50 a aproximadamente 150 °C. El primer disolvente habitualmente tiene una temperatura de punto de ebullición de aproximadamente 75 a aproximadamente 125 °C, más habitualmente de aproximadamente 90 a aproximadamente 120 °C. En ciertas realizaciones, el primer disolvente comprende un disolvente areno aromático. Un ejemplo de un disolvente de areno aromático particularmente adecuado para el método es el tolueno, que tiene una temperatura de punto de ebullición de aproximadamente 110 °C a presión atmosférica. Otro ejemplo de un disolvente areno aromático es el xileno. Como se entiende fácilmente en la técnica, se pueden utilizar otros disolventes que tengan una temperatura de punto de ebullición de aproximadamente 50 a aproximadamente 150 °C como primer disolvente, incluidos los disolventes de areno aromáticos distintos de tolueno y xileno.

El método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular comprende adicionalmente la etapa de

polimerizar el componente de isocianato durante un primer período de tiempo en el primer disolvente y en presencia del catalizador de carbodiimidización para producir una mezcla de reacción que incluye al menos un compuesto de carbodiimida y el primer disolvente. Habitualmente, la mezcla de reacción también comprende el catalizador de carbodiimidización.

- 5 El primer período de tiempo durante el cual se polimeriza el componente de isocianato es generalmente suficiente para que la mezcla de reacción precipite, gelifique y/o se vuelva turbia. Por ejemplo, una combinación del componente de isocianato, el catalizador de carbodiimidización y el primer disolvente habitualmente es un líquido transparente (es decir, ópticamente transparente) que tiene un tono amarillo. Sin embargo, el primer período de tiempo es suficiente para que la mezcla de reacción precipite, gelifique y/o se vuelva turbia. Generalmente, la turbidez de la mezcla de reacción aumenta con el tiempo, es decir, la turbidez y el tiempo son directamente proporcionales. Dicho de otra manera, la mezcla de reacción habitualmente se vuelve más turbia a medida que pasa el tiempo durante la etapa de polimerización del componente de isocianato. La mezcla de reacción puede tener varios grados de turbidez sin apartarse del alcance de la presente invención. De manera similar, el primer período de tiempo no se limita al período de tiempo necesario para que la mezcla de reacción se vuelva ligeramente turbia. Más bien, el primer período de tiempo puede extenderse más allá del período de tiempo necesario para que la mezcla de reacción se vuelva ligeramente turbia. Dicho de otra manera, el primer período de tiempo puede seleccionarse de tal manera que la etapa de polimerizar el componente de isocianato se lleve a cabo incluso después de que la mezcla de reacción precipite, gelifique y/o se vuelva turbia sin apartarse del alcance de la presente invención.

20 Habitualmente, el primer período de tiempo durante el cual se polimeriza el componente de isocianato es de aproximadamente 120 a aproximadamente 420, habitualmente de aproximadamente 180 a aproximadamente 360, más habitualmente de aproximadamente 200 a aproximadamente 340, más habitualmente de aproximadamente 240 a aproximadamente 300 minutos. Como se ha introducido anteriormente, la mezcla de reacción puede comenzar a volverse turbia después de, por ejemplo, 60 minutos, aunque el primer período de tiempo habitualmente se extiende más allá del tiempo en el que la mezcla de reacción comienza a volverse turbia.

25 La etapa de polimerizar el componente de isocianato se lleva a cabo habitualmente por encima de temperatura ambiente. En particular, la etapa de polimerizar el componente de isocianato se lleva a cabo habitualmente a una temperatura superior a aproximadamente 80 °C, habitualmente superior a aproximadamente 90 °C, más habitualmente superior a aproximadamente 95 °C, más habitualmente de aproximadamente 100 a aproximadamente 110 °C. Cuando el primer disolvente comprende tolueno, la etapa de polimerizar el componente de isocianato se lleva a cabo habitualmente a la temperatura de punto de ebullición del primer disolvente.

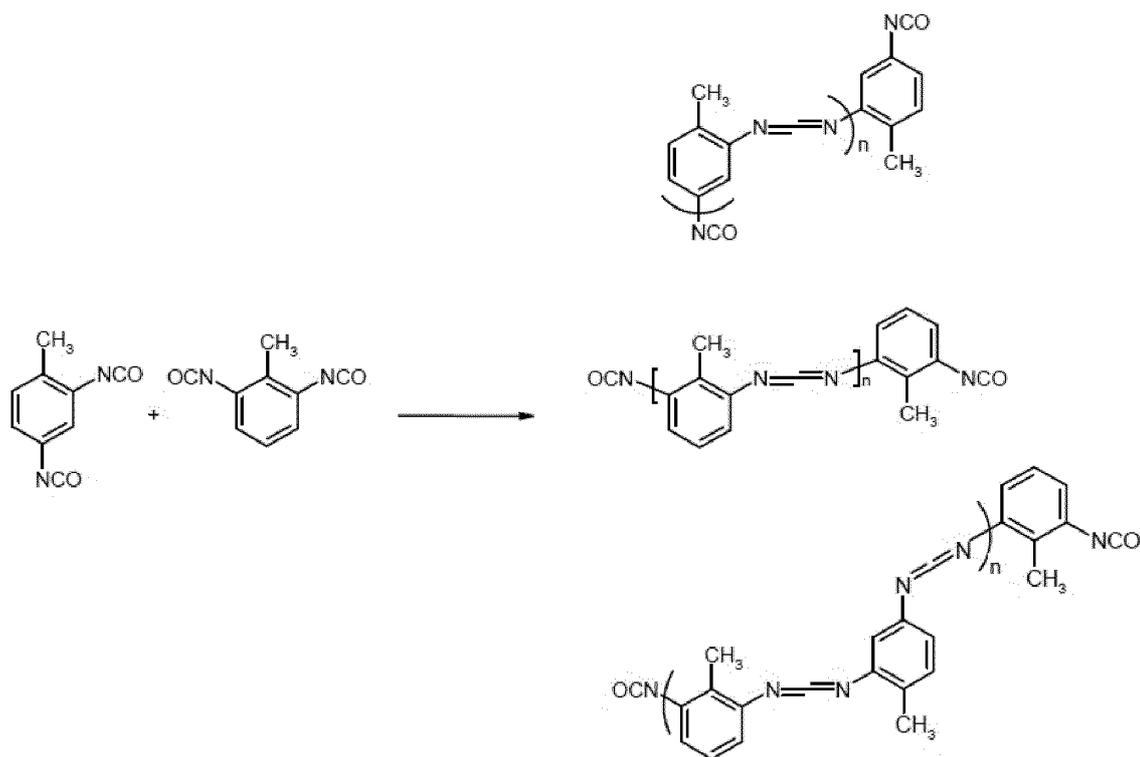
30 Como se ha introducido anteriormente, la etapa de polimerizar el componente de isocianato en el primer disolvente y en presencia del catalizador de carbodiimidización produce una mezcla de reacción que incluye al menos un compuesto de carbodiimida. Para fines de claridad, el al menos un compuesto de carbodiimida se denomina en el presente documento "el compuesto de carbodiimida", que debe entenderse que abarca una variedad de compuestos de carbodiimida que pueden producirse simultánea o alternativamente mediante la etapa de polimerización del componente de isocianato en el primer disolvente y en presencia del catalizador de carbodiimidización. El compuesto de carbodiimida puede ser monomérico, oligomérico o polimérico. Además, la etapa de polimerizar el componente de isocianato en el primer disolvente y en presencia del catalizador de carbodiimidización puede producir una mezcla de reacción que incluye combinaciones de compuestos de carbodiimida que pueden ser independientemente monoméricos, oligoméricos o poliméricos.

40 El compuesto de carbodiimida formado a partir de la etapa de polimerización del componente de isocianato habitualmente tiene un peso molecular promedio en número de aproximadamente 1000 a aproximadamente 10.000, más habitualmente de aproximadamente 2000 a aproximadamente 8000, más habitualmente de aproximadamente 3000 a aproximadamente 8000. Además, el compuesto de carbodiimida habitualmente forma un sólido blanco en la mezcla de reacción cuando el compuesto de carbodiimida tiene el peso molecular establecido anteriormente.

45 La etapa de polimerizar el componente de isocianato se lleva a cabo habitualmente en una atmósfera inerte, es decir, una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno. Cualquier atmósfera inerte conocida en la técnica puede utilizarse durante la etapa de polimerización del componente de isocianato. Habitualmente, la atmósfera inerte comprende un gas inerte, como nitrógeno, argón, helio y dióxido de carbono.

50 Como se entiende fácilmente en la técnica, se libera gas dióxido de carbono durante la etapa de polimerización del componente de isocianato. Específicamente, el dióxido de carbono es un subproducto formado cuando los grupos -N=C=O presentes en el componente de isocianato reaccionan entre sí para formar enlaces -N=C=N-.

55 A continuación se expone un mecanismo de reacción ilustrativo de la polimerización del componente de isocianato. En el mecanismo de reacción a continuación, el componente de isocianato comprende 2,4-tolueno diisocianato (2,4-TDI) y 2,6-tolueno diisocianato (2,6-TDI), que reaccionan en presencia de un catalizador de carbodiimidización para producir varias policarbodiimididas. En las policarbodiimididas del mecanismo de reacción a continuación, n es un número entero que depende del peso molecular de la policarbodiimida particular.

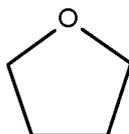


El método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular comprende además la etapa de combinar un segundo disolvente, que es igual o diferente del primer disolvente, y la mezcla de reacción. En ciertas realizaciones, el método comprende además la etapa de combinar una cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización, el segundo disolvente y la mezcla de reacción. En estas realizaciones, el segundo disolvente y el catalizador de carbodiimidización pueden introducirse en la mezcla de reacción por separado, es decir, discreta o simultáneamente. Cuando se introduce por separado, el segundo disolvente o la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización se pueden introducir primero en la mezcla de reacción. Alternativamente, la mezcla de reacción puede introducirse en el segundo disolvente y la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización, o la mezcla de reacción puede introducirse individualmente en el segundo disolvente o la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización individualmente.

En ciertas realizaciones, el primer y el segundo disolventes son iguales. Por ejemplo, el primer y segundo disolventes pueden comprender tolueno. En otras realizaciones, el segundo disolvente es diferente del primer disolvente.

En realizaciones en las que el segundo disolvente es diferente del primer disolvente, el segundo disolvente tiene habitualmente una temperatura de punto de ebullición inferior a la temperatura del punto de ebullición del primer disolvente. Por ejemplo, cuando el primer disolvente comprende tolueno, y cuando el segundo disolvente es diferente al primer disolvente, el segundo disolvente habitualmente tiene una temperatura de punto de ebullición inferior a 90 °C, es decir, inferior a la temperatura de punto de ebullición del tolueno.

En ciertas realizaciones cuando el segundo disolvente es diferente del primer disolvente, el segundo disolvente comprende un éter alicíclico. Por ejemplo, el segundo disolvente puede comprender tetrahidrofurano (THF). Como se entiende en la técnica, el tetrahidrofurano (THF) es un éter alicíclico que tiene una temperatura de punto de ebullición de aproximadamente 66 °C. Solo con fines ilustrativos, la estructura del tetrahidrofurano (THF) se expone a continuación:



En otras realizaciones en las que el segundo disolvente es diferente del primer disolvente, el segundo disolvente comprende un disolvente polar distinto del tetrahidrofurano (THF). Por ejemplo, un ejemplo de un disolvente polar adecuado para los fines del segundo disolvente del método es dimetilsulfóxido (DMSO).

5 El segundo disolvente se emplea habitualmente en una cantidad que es inferior a la cantidad del primer disolvente utilizado durante la etapa de polimerización del componente de isocianato. En particular, el segundo disolvente se utiliza habitualmente en una cantidad de aproximadamente 15 a aproximadamente 75, más habitualmente de aproximadamente 25 a aproximadamente 70, más habitualmente de aproximadamente 40 a aproximadamente 60 por ciento en peso con respecto a la cantidad total del primer disolvente presente en la mezcla de reacción

10 Como se ha introducido anteriormente, el compuesto de carbodiimida formado durante la etapa de polimerización del compuesto de isocianato en el primer disolvente y en presencia del catalizador de carbodiimidización para el primer período de tiempo es habitualmente un sólido. Dicho de otra manera, el compuesto de carbodiimida habitualmente precipita y/o gelifica en la mezcla de reacción de tal manera que el compuesto de carbodiimida no se solubiliza por el primer disolvente. Generalmente, una vez que el compuesto de carbodiimida precipita y/o gelifica en la mezcla de reacción, la polimerización del componente de isocianato cesa de tal manera que el peso molecular del compuesto de carbodiimida ya no aumenta. Sin embargo, en ciertas realizaciones, el segundo disolvente es capaz de solubilizar el compuesto de carbodiimida. Como tal, en estas realizaciones, durante la etapa de combinar el segundo disolvente y la mezcla de reacción, el compuesto de carbodiimida que está presente en la mezcla de reacción se solubiliza por el segundo disolvente de modo que una combinación del segundo disolvente y la mezcla de reacción es un líquido.

20 Cuando el método comprende la etapa de combinar la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización, la mezcla de reacción y el segundo disolvente, la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización utilizada es habitualmente inferior a la cantidad de catalizador de carbodiimidización utilizada durante la etapa de polimerización del componente de isocianato en el primer disolvente. Alternativamente, la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización utilizada puede ser superior a la cantidad del catalizador de carbodiimidización utilizada durante la etapa de polimerización del componente de isocianato en el primer disolvente. Debe apreciarse que la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización puede variar dependiendo de cantidades diversas y relativas de otros componentes, tales como el componente de isocianato, el segundo disolvente. La cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización puede comprender el mismo catalizador de carbodiimidización utilizado durante la etapa de polimerización del componente de isocianato o puede seleccionarse independientemente entre los catalizadores de carbodiimidización expuestos anteriormente.

30 En ciertas realizaciones, la mezcla de reacción se enfría a aproximadamente temperatura ambiente antes de combinar el segundo disolvente y la mezcla de reacción. Alternativamente, la mezcla de reacción se puede combinar con el segundo disolvente a una temperatura distinta de temperatura ambiente, por ejemplo, a una temperatura entre la temperatura ambiente y aproximadamente 110 °C. Generalmente, la mezcla de reacción se enfría a aproximadamente temperatura ambiente antes de combinar el segundo disolvente y la mezcla de reacción. Esto es particularmente típico cuando la mezcla de reacción se produce a la temperatura de punto de ebullición del primer disolvente y cuando el segundo disolvente tiene una temperatura de punto de ebullición inferior a la temperatura de ebullición del primer disolvente porque no es deseable introducir el segundo disolvente a una temperatura por encima de su temperatura de ebullición.

El método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular también comprende la etapa de polimerizar el compuesto de carbodiimida durante un segundo período de tiempo en el primer y segundo disolventes y en presencia del catalizador de carbodiimidización para producir la policarbodiimida de alto peso molecular.

40 Habitualmente, el segundo período de tiempo durante el cual se polimeriza el compuesto de carbodiimida es superior a aproximadamente 100 minutos. En particular, el segundo período de tiempo durante el cual se polimeriza el compuesto de carbodiimida es habitualmente de aproximadamente 100 a aproximadamente 200, más habitualmente de aproximadamente 120 a aproximadamente 180, lo más habitualmente de aproximadamente 140 a aproximadamente 160 minutos. Debe apreciarse que el segundo período de tiempo puede desviarse de los intervalos establecidos anteriormente dependiendo del peso molecular deseado de la policarbodiimida de alto peso molecular sin apartarse del alcance de la presente invención. Por ejemplo, en ciertas aplicaciones en las que el peso molecular de la policarbodiimida de alto peso molecular no es particularmente crítico, el segundo período de tiempo puede ser inferior a 100 minutos. Alternativamente, el segundo período de tiempo puede exceder los 200 minutos.

50 La etapa de polimerizar el compuesto de carbodiimida se lleva a cabo habitualmente por encima de temperatura ambiente. En particular, la etapa de polimerizar el compuesto de carbodiimida se lleva a cabo habitualmente a una temperatura superior a aproximadamente 60 °C, habitualmente superior a aproximadamente 70 °C, más habitualmente superior a aproximadamente 80 °C, más habitualmente de aproximadamente 85 a aproximadamente 95 °C. En ciertas realizaciones, la etapa de polimerizar el compuesto de carbodiimida se lleva a cabo habitualmente a la temperatura del punto de ebullición de una combinación del primer y segundo disolventes. Debe apreciarse que la temperatura a la que se polimeriza el compuesto de carbodiimida depende del primer y segundo disolventes particulares utilizados y las cantidades relativas de los mismos. Como tal, la temperatura a la que se polimeriza el compuesto de carbodiimida puede desviarse de los intervalos establecidos anteriormente sin apartarse del alcance de la presente invención.

Como se ha descrito anteriormente, el segundo disolvente habitualmente solubiliza el compuesto de carbodiimida de manera que el compuesto de carbodiimida puede continuar polimerizándose con cualquier otro compuesto de carbodiimida y/o con un componente de isocianato residual.

5 La etapa de polimerizar el compuesto de carbodiimida para producir la policarbodiimida de alto peso molecular se lleva a cabo habitualmente en una atmósfera inerte, es decir, una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno. Se puede utilizar cualquier atmósfera inerte conocida en la técnica durante la etapa de polimerización del compuesto de carbodiimida. La atmósfera inerte puede ser igual o diferente de la atmósfera inerte utilizada durante la etapa de polimerización del componente de isocianato. Habitualmente, la atmósfera inerte comprende un gas inerte, como nitrógeno, argón, helio y dióxido de carbono.

10 Como se ha descrito anteriormente con respecto a la etapa de polimerizar el componente de isocianato, también se puede liberar gas dióxido de carbono durante la etapa de polimerizar el compuesto de carbodiimida.

15 En diversas realizaciones, el método para producir la policarbodiimida de alto peso molecular comprende adicionalmente la etapa de aislar la policarbodiimida de alto peso molecular. Por ejemplo, después del segundo período de tiempo durante el cual se produce la policarbodiimida de alto peso molecular, la policarbodiimida de alto peso molecular puede precipitarse en un disolvente orgánico que no es capaz de solubilizar la policarbodiimida de alto peso molecular. Los ejemplos de disolventes orgánicos incluyen, pero no están limitados a: disolventes de hidrocarburos, tales como hexano, heptano; alcoholes, tales como metanol; y cetonas, como la acetona. Estos disolventes orgánicos no solubilizan la policarbodiimida de alto peso molecular de tal manera que la policarbodiimida de alto peso molecular precipita en estos disolventes orgánicos. Habitualmente, cuando la policarbodiimida de alto peso molecular precipita en el disolvente orgánico que no es capaz de solubilizar la policarbodiimida de alto peso molecular, la policarbodiimida de alto peso molecular tiene un aspecto blanco fibroso.

20 Cuando la policarbodiimida de alto peso molecular se aísla del primer y segundo disolventes y el catalizador de carbodiimidación, la policarbodiimida de alto peso molecular puede secarse para formar un material sólido que posteriormente puede procesarse para diversas aplicaciones. Por ejemplo, la policarbodiimida de alto peso molecular puede procesarse para extrusión, moldeo, soplado de película, hilado de fibras, recubrimiento por hilatura. Alternativamente, cuando la policarbodiimida de alto peso molecular se aísla del primer y segundo disolventes y el catalizador de carbodiimidación, la policarbodiimida de alto peso molecular se puede solubilizar en un disolvente adecuado, como el tetrahidrofurano (THF). Debido al peso molecular de la policarbodiimida de alto peso molecular, pocos disolventes son capaces de solubilizar la policarbodiimida de alto peso molecular. Una vez solubilizada en el disolvente adecuado, la policarbodiimida de alto peso molecular puede transportarse, almacenarse o procesarse como una solución. La solución puede moldearse para formar una película de policarbodiimida, o puede utilizarse para formar fibras de policarbodiimida, que pueden extraerse de la solución.

25 El compuesto de policarbodiimida de alto peso molecular formado mediante el método de la presente invención habitualmente tiene un peso molecular promedio en peso que no puede medirse mediante técnicas tradicionales, tales como un detector de índice de refracción. Generalmente, el peso molecular promedio en peso de un polímero no puede medirse a través de un detector de índice de refracción si una fracción molar del polímero tiene un peso molecular superior a 1.000.000. Como tal, el peso molecular promedio en número y en peso de la policarbodiimida de alto peso molecular al que se hace referencia en el presente documento generalmente se mide a través de un detector de dispersión de luz por evaporación (ELSD) a menos que se indique específicamente lo contrario. La policarbodiimida de alto peso molecular producida de acuerdo con el método de la presente invención tiene una fracción molar superior a 0 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 100.000, más habitualmente de al menos aproximadamente 250.000, más habitualmente de al menos aproximadamente 500.000, medido a través del detector de dispersión de luz por evaporación (ELSD). En ciertas realizaciones, la policarbodiimida de alto peso molecular tiene una fracción molar superior a 0 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 1.000.000. Por el contrario, los métodos convencionales de producción de policarbodiimiditas no logran ninguna fracción molar que tenga un peso molecular promedio en peso superior a 100.000.

35 Más específicamente, cuando el primer disolvente comprende tolueno, el segundo disolvente comprende tetrahidrofurano (THF), y se utiliza la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidación, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una fracción molar superior a 20, más habitualmente superior a 25, más habitualmente superior a 30 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 100.000. En esta realización, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una fracción molar habitualmente superior a 5, más habitualmente superior a 10, más habitualmente superior a 15 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 250.000. Además, en esta realización, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una fracción molar habitualmente superior a 5, más habitualmente superior a 7,5, más habitualmente superior a 10 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 500.000. Además, en esta realización, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una fracción molar habitualmente superior a 1, más habitualmente superior a 2, más habitualmente superior a 3 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 1.000.000.

En una realización alternativa en la que el primer y segundo disolventes comprenden cada uno tolueno, y cuando no se utiliza la cantidad adicional del catalizador de carbodiimidación, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una fracción molar superior a 1, más habitualmente superior a 2, más habitualmente superior a 3 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 100.000. En esta realización, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una fracción molar habitualmente superior a 0,1, más habitualmente superior a 0,2, más habitualmente superior a 0,3 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 250.000. La policarbodiimida de alto peso molecular producida de acuerdo con el método de la presente invención tiene excelentes propiedades físicas. De hecho, la policarbodiimida de alto peso molecular tiene propiedades físicas que generalmente son características de los polímeros de alto rendimiento, tales como polietersulfonas, polieteretercetonas, poliimididas, poliamidas, polialquilentereftalatos. Además, la policarbodiimida de alto peso molecular generalmente tiene propiedades termoplásticas.

Por ejemplo, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una resistencia a la tracción de hasta aproximadamente $1,01 \times 10^8$ Pa ($14,7 \times 10^3$ psi), medida de acuerdo con la norma DIN 53504 S2. Más particularmente, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una resistencia a la tracción de aproximadamente $2,68 \times 10^7$ Pa ($3,9 \times 10^3$ psi) a aproximadamente $1,01 \times 10^8$ Pa ($14,7 \times 10^3$ psi), medida de acuerdo con la norma DIN 53504 S2. El tratamiento térmico de la policarbodiimida de alto peso molecular influye en la resistencia a la tracción de la policarbodiimida de alto peso molecular. Por ejemplo, el tratamiento térmico de la policarbodiimida de alto peso molecular a una temperatura de aproximadamente 220 °C durante aproximadamente 10 minutos generalmente confiere a la policarbodiimida de alto peso molecular con una resistencia a la tracción en la parte superior del rango establecido anteriormente, es decir, hasta aproximadamente $1,01 \times 10^8$ Pa ($14,7 \times 10^3$ psi), medida de acuerdo con la norma DIN 53504 S2. Por el contrario, el tratamiento térmico de la policarbodiimida de alto peso molecular a una temperatura de aproximadamente 100 °C durante aproximadamente 10 minutos generalmente confiere a la policarbodiimida de alto peso molecular con una resistencia a la tracción en la parte inferior del rango establecido anteriormente, es decir, superior a aproximadamente $3,9 \times 10^3$ psi, medida de acuerdo con la norma DIN 53504 S2. La policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente también tiene un alargamiento a la rotura de aproximadamente 5,8 a aproximadamente 184,4, más habitualmente de aproximadamente 20 a aproximadamente el 170 por ciento (%), medido de acuerdo con la norma DIN 53504 S2. Notablemente, al igual que la resistencia a la tracción, el tratamiento térmico de la policarbodiimida de alto peso molecular influye en el alargamiento a la rotura de la policarbodiimida de alto peso molecular. Por ejemplo, el tratamiento térmico de la policarbodiimida de alto peso molecular a una temperatura de aproximadamente 220 °C durante aproximadamente 10 minutos generalmente confiere a la policarbodiimida de alto peso molecular con alargamiento a la rotura en la parte superior del rango establecido anteriormente, es decir, hasta aproximadamente el 184,4 por ciento, medido de acuerdo con la norma DIN 53504 S2. Por el contrario, el tratamiento térmico de la policarbodiimida de alto peso molecular a una temperatura de aproximadamente 100 °C durante aproximadamente 10 minutos generalmente confiere a la policarbodiimida de alto peso molecular con un alargamiento en la ruptura en la parte inferior del rango establecido anteriormente, es decir, superior a aproximadamente el 5,8 por ciento, medido de acuerdo con la norma DIN 53504 S2. Además, la policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una temperatura de transición vítrea de aproximadamente 50 a aproximadamente 155 °C. Sin embargo, el tratamiento térmico de la policarbodiimida de alto peso molecular a una temperatura de aproximadamente 220 °C durante aproximadamente 10 minutos generalmente confiere a la policarbodiimida de alto peso molecular con una temperatura de transición vítrea de aproximadamente 120 a aproximadamente 155, más habitualmente de aproximadamente 125 a aproximadamente 145, más habitualmente de aproximadamente 130 a aproximadamente 145 °C. La policarbodiimida de alto peso molecular habitualmente tiene una temperatura de fusión superior a aproximadamente 200 °C, más habitualmente de aproximadamente 200 a aproximadamente 230 °C. La policarbodiimida de alto peso molecular tiene una dureza Shore D de aproximadamente 80 a aproximadamente 90, más habitualmente de aproximadamente 82 a aproximadamente 88, más habitualmente de aproximadamente 83 a aproximadamente 85. Además, la policarbodiimida de alto peso molecular tiene una temperatura de descomposición que comienza a aproximadamente 467 °C.

En vista de las excelentes propiedades físicas de la policarbodiimida de alto peso molecular producida mediante el método de la presente invención, la policarbodiimida de alto peso molecular puede utilizarse en industrias diversas y diferentes. Por ejemplo, la policarbodiimida de alto peso molecular puede utilizarse en aplicaciones de empaquetamiento eléctrico y electrónico. Los ejemplos de aplicaciones de empaquetamiento eléctrico y electrónico en las que se puede utilizar la policarbodiimida de alto peso molecular incluyen cintas de conductores y cable; aislamiento para bobinas, cables magnéticos, transformadores y condensadores; sustratos para circuitos impresos flexibles; películas para células fotovoltaicas; y cintas magnéticas y sensibles a la presión. La policarbodiimida de alto peso molecular también se puede utilizar en aplicaciones de fibra sintética. Adicionalmente, la policarbodiimida de alto peso molecular puede utilizarse en la industria automotriz y aeroespacial. Por ejemplo, la policarbodiimida de alto peso molecular se puede utilizar en aplicaciones bajo el capó en vista de su excelente resistencia al calor. De forma similar, la policarbodiimida de alto peso molecular puede utilizarse en precintos y juntas tóricas, o puede utilizarse en líneas de combustible.

Debe entenderse que las reivindicaciones adjuntas no se limitan a compuestos, composiciones o métodos expresos y particulares descritos en la descripción detallada, que pueden variar entre realizaciones particulares que caen

dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. Con respecto a cualquier grupo Markush en el que se base el presente documento para describir características o aspectos particulares de diversas realizaciones, se debe apreciar que se pueden obtener resultados diferentes, especiales y/o inesperados de cada miembro del grupo Markush respectivo independientemente de todos los demás miembros Markush. Se puede confiar en que cada miembro de un grupo Markush individualmente o en combinación proporciona soporte adecuado para realizaciones específicas dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

También debe entenderse que cualquier rango y subrango en los que se basen para describir diversas realizaciones de la presente invención caen de forma independiente y colectiva dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas, y se entiende que describen y contemplan todos los rangos, incluidos los valores enteros y/o fraccionarios, incluso si dichos valores no están expresamente escritos en el presente documento. Un experto en la materia reconoce fácilmente que los intervalos y subintervalos enumerados describen y permiten suficientemente diversas realizaciones de la presente invención, y dichos intervalos y subintervalos pueden definirse adicionalmente en mitades, tercios, cuartos, quintos, etc. Solo como ejemplo, un rango "de 0,1 a 0,9" se puede delinear adicionalmente en un tercio inferior, es decir, de 0,1 a 0,3, un tercio medio, es decir, de 0,4 a 0,6, y un tercio superior, es decir, de 0,7 a 0,9, que individual y colectivamente están dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas, y se puede confiar en ellas individual y/o colectivamente y proporcionan un soporte adecuado para realizaciones específicas dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. Además, con respecto al lenguaje que define o modifica un rango, como "al menos", "superior a", "inferior a", "no más que" y similares, debe entenderse que dicho lenguaje incluye subrangos y/o un límite superior o inferior. Como otro ejemplo, un rango de "al menos 10" inherentemente incluye un subrango de al menos 10 a 35, un subrango de al menos 10 a 25, un subrango de 25 a 35, y así sucesivamente, y se puede confiar en cada subrango individual y/o colectivamente y proporciona un soporte adecuado para realizaciones específicas dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. Finalmente, se puede confiar en un número individual dentro de un rango desvelado y proporciona soporte adecuado para realizaciones específicas dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. Por ejemplo, un rango "de 1 a 9" incluye varios números enteros individuales, como 3, así como números individuales que incluyen un punto decimal (o fracción), como 4,1, en los que se puede confiar y proporcionar soporte adecuado para realizaciones dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

Los siguientes ejemplos están destinados a ilustrar la invención y no deben considerarse de ningún modo como limitantes del alcance de la invención.

30 Ejemplos

Los siguientes componentes de isocianato se mencionan en todos los ejemplos como componentes de isocianato 1-4:

El componente de isocianato 1 es tolueno diisocianato (TDI);

El componente de isocianato 2 es metileno difenil diisocianato (MDI);

35 El componente de isocianato 3 es isoforona diisocianato (IPDI); y

El componente de isocianato 4 es naftaleno diisocianato (NDI).

Los siguientes primeros disolventes se mencionan en todos los ejemplos como primeros disolventes 1-5:

El Primer Disolvente 1 es tolueno;

El Primer Disolvente 2 es tetrahidrofurano (THF);

40 El Primer Disolvente 3 es xileno;

El primer disolvente 4 es tetracloroetileno; y

El primer disolvente 5 es clorobenceno.

Los siguientes segundos disolventes se mencionan en los ejemplos como segundos disolventes 1 y 2:

El segundo disolvente 1 es tolueno; y

45 El Segundo Disolvente 2 es tetrahidrofurano (THF).

El catalizador de carbodiimidización al que se hace referencia en todos los ejemplos es 3-metil-1-fenil-2-fosfoleno-1-óxido.

Ejemplo 1

5 64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 1 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 1, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente cuatro horas, durante las cuales el dióxido de carbono (CO₂) se libera de la mezcla. La mezcla es inicialmente un líquido amarillo claro, pero la
10 mezcla se vuelve turbia después de aproximadamente cuatro horas mientras se mantiene a aproximadamente 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se vuelve más turbia con el tiempo, es decir, la mezcla se vuelve más turbia entre la tercera y la cuarta hora durante la cual la mezcla se mantiene a aproximadamente 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Después de aproximadamente cuatro horas, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla. El al menos un compuesto de carbodiimida es un precipitado sólido
15 transparente en el fondo del matraz. El matraz y su contenido se enfrían a temperatura ambiente. En el matraz se disponen 250 ml del Segundo Disolvente 2 y 0,1 gramos adicionales del catalizador de carbodiimidización. El al menos un compuesto de carbodiimida se disuelve instantáneamente. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 94 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición de una combinación del Primer Disolvente 1 y el Segundo Disolvente 2, en una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente dos horas para formar
20 una policarbodiimida de alto peso molecular. La policarbodiimida de alto peso molecular se precipita en hexano y se seca en un horno durante aproximadamente 2 horas a aproximadamente 70 °C.

Ejemplo de referencia 2

25 64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 2 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 66 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 2, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 66 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente cuatro horas, durante las cuales el dióxido de carbono (CO₂) se libera de la mezcla. La mezcla es inicialmente un líquido amarillo claro, pero la
30 mezcla se vuelve turbia después de aproximadamente cuatro horas mientras se mantiene a aproximadamente 66 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se vuelve más turbia con el tiempo, es decir, la mezcla se vuelve más turbia entre la tercera y la cuarta hora durante la cual la mezcla se mantiene a aproximadamente 66 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Después de aproximadamente cuatro horas, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla. El matraz y su contenido se enfrían a temperatura ambiente. Se depositan
35 250 ml del segundo disolvente 1 en el matraz. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 85 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición de una combinación del Primer Disolvente 2 y el segundo disolvente 1, en una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente dos horas para formar una policarbodiimida. La policarbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo 3

40 64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 1 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 1, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente cuatro horas, durante las
45 cuales el dióxido de carbono (CO₂) se libera de la mezcla. La mezcla es inicialmente un líquido amarillo claro, pero la mezcla se vuelve turbia después de aproximadamente cuatro horas mientras se mantiene a aproximadamente 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se vuelve más turbia con el tiempo, es decir, la mezcla se vuelve más turbia entre la tercera y la cuarta hora durante la cual la mezcla se mantiene a aproximadamente 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Después de aproximadamente cuatro horas, se forma al menos un
50 compuesto de carbodiimida en la mezcla. El matraz y su contenido se enfrían a temperatura ambiente. Se depositan 250 ml del segundo disolvente 1 en el matraz. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 110 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 1 y el segundo disolvente 1, bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente dos horas para formar una policarbodiimida. La policarbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo de referencia 4

64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 2 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un

condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 66 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 2, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 66 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente cuatro horas, durante las cuales el dióxido de carbono (CO₂) se libera de la mezcla. Después de aproximadamente cuatro horas, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla. El matraz y su contenido se enfrían a temperatura ambiente. Se depositan 250 ml del Segundo Disolvente 2 en el matraz. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 66 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 2 y el Segundo Disolvente 2, bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente dos horas para formar una policarbodiimida. La policarbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo de referencia 5

64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 3 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente cuatro horas, durante las cuales el dióxido de carbono (CO₂) se libera de la mezcla. Después de aproximadamente cinco horas, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla. El matraz y su contenido se enfrían a temperatura ambiente. Se depositan 250 ml del Segundo Disolvente 2 en el matraz. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente dos horas para formar una policarbodiimida. La policarbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo de referencia 6

64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 800 ml del Primer Disolvente 3 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Sin embargo, después de aproximadamente una hora, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla, que precipitó en la mezcla. En el matraz se disponen 250 ml del Segundo Disolvente 2 y 0,1 gramos adicionales del catalizador de carbodiimidización. El al menos un compuesto de carbodiimida se disuelve instantáneamente. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 85 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición de una combinación del Primer Disolvente 3 y el Segundo Disolvente 2, bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente dos horas para formar una policarbodiimida de alto peso molecular. La policarbodiimida de alto peso molecular se precipita en hexano y se seca en un horno durante aproximadamente 2 horas a aproximadamente 70 °C.

Ejemplo comparativo 1

64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 800 ml del Primer Disolvente 1 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 1, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente seis horas, durante las cuales el dióxido de carbono (CO₂) se libera de la mezcla. La mezcla es inicialmente un líquido amarillo claro, pero la mezcla se vuelve turbia después de aproximadamente cuatro horas mientras se mantiene a aproximadamente 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se vuelve más turbia con el tiempo, es decir, la mezcla se vuelve más turbia entre la quinta y la sexta hora durante la cual la mezcla se mantiene a aproximadamente 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Después de aproximadamente seis horas, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla. El al menos un compuesto de carbodiimida es un precipitado sólido transparente en el fondo del matraz. El al menos un compuesto de carbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo comparativo 2

64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 2 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 66 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 2, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 66 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente seis horas, durante las cuales el dióxido de carbono (CO₂) se libera de la mezcla. La mezcla es inicialmente un líquido amarillo claro, pero la mezcla se vuelve turbia después de aproximadamente cuatro horas mientras se mantiene a aproximadamente 66 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se vuelve más turbia con el tiempo, es decir, la mezcla se

vuelve más turbia entre la quinta y sexta hora durante la cual la mezcla se mantiene a aproximadamente 66 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Después de aproximadamente seis horas, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla. El al menos un compuesto de carbodiimida es un precipitado sólido transparente en el fondo del matraz. El al menos un compuesto de carbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo comparativo 3

64,8 gramos de componente de isocianato 1, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización, 550 ml del Primer Disolvente 1 y 250 ml del Segundo Disolvente 2 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 85 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición de una combinación del Primer Disolvente 1 y el Segundo Disolvente 2, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 85 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente seis horas, durante las cuales el dióxido de carbono (CO₂) se libera de la mezcla. La mezcla es inicialmente un líquido amarillo claro, pero la mezcla se vuelve turbia después de aproximadamente cuatro horas mientras se mantiene a aproximadamente 85 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se vuelve más turbia con el tiempo, es decir, la mezcla se vuelve más turbia entre la quinta y la sexta hora durante la cual la mezcla se mantiene a aproximadamente 85 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Después de aproximadamente seis horas, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla. El al menos un compuesto de carbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo comparativo 4

93,09 gramos del componente de isocianato 2, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 800 ml del Primer Disolvente 1 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 1, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Sin embargo, después de aproximadamente una hora, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla, que precipitó en la mezcla. Se depositan 250 ml del Segundo Disolvente 2 en el matraz. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 85 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Sin embargo, el al menos un compuesto de carbodiimida permanece precipitado en el matraz a pesar de la adición del Segundo Disolvente 2 y no se polimeriza más.

Ejemplo comparativo 5

10,8 gramos del componente de isocianato 1, 0,026 gramos del catalizador de carbodiimidización y 100 ml del primer disolvente 4 se disponen en un matraz de fondo redondo para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 120 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático y se mantiene a esta temperatura durante aproximadamente cuatro horas para producir una policarbodiimida. La policarbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo comparativo 6

5,4 gramos del componente de isocianato 1, 0,012 gramos del catalizador de carbodiimidización y 50 ml del Primer disolvente 5 se disponen en un matraz de fondo redondo para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 130 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático y se mantiene a esta temperatura durante aproximadamente cuatro horas para producir una policarbodiimida. La policarbodiimida se retira del fondo del matraz, se diluye en THF y se analiza, como se describe con mayor detalle a continuación.

Ejemplo comparativo 7

82,69 gramos del componente de isocianato 3, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 1 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 1, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente cuatro horas. Después de aproximadamente cuatro horas, se depositan 250 ml del Segundo Disolvente 2 en el matraz. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 94 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición de una combinación del Primer Disolvente 1 y el Segundo Disolvente 2, en una atmósfera de nitrógeno estático durante aproximadamente dos horas. El componente de isocianato 3 no se polimerizó y no se formó policarbodiimida de alto peso molecular.

Ejemplo comparativo 8

78,9 gramos del componente de isocianato 4, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 1 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 1, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Sin embargo, después de aproximadamente 20 minutos, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla, que precipitó en la mezcla. En el matraz se disponen 250 ml del Segundo Disolvente 2 y 0,1 gramos adicionales del catalizador de carbodiimidización. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 85 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Sin embargo, el al menos un compuesto de carbodiimida permaneció precipitado en el matraz a pesar de la adición del Segundo Disolvente 2 y no se polimerizó más.

Ejemplo comparativo 9

64,8 gramos de una combinación de componente de isocianato 1 y componente de isocianato 4, 0,144 gramos del catalizador de carbodiimidización y 550 ml del Primer Disolvente 1 se disponen en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador magnético y un condensador para formar una mezcla. El componente de isocianato 1 y el componente de isocianato 4 se utilizan en una relación molar de 50/50, es decir, se utilizan 32,4 gramos de componente de isocianato 1 y 39,09 gramos de componente de isocianato 4. La mezcla se calienta a aproximadamente 110 °C, es decir, la temperatura del punto de ebullición del Primer Disolvente 1, en 15-20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno estático. La mezcla se mantiene a 110 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Sin embargo, después de aproximadamente 20 minutos, se forma al menos un compuesto de carbodiimida en la mezcla, que precipitó en la mezcla. Se depositan 250 ml del Segundo Disolvente 2 en el matraz. El matraz y su contenido se calientan a aproximadamente 85 °C bajo una atmósfera de nitrógeno estático. Sin embargo, el al menos un compuesto de carbodiimida permaneció precipitado en el matraz a pesar de la adición del Segundo Disolvente 2 y no se polimerizó más.

La Tabla 1 a continuación resume los componentes respectivos (es decir, el componente de isocianato, el catalizador de carbodiimidización, el Primer Disolvente y el Segundo Disolvente) utilizados en los Ejemplos 1 y 3, los Ejemplos de referencia 2, 4, 5 y 6 y los Ejemplos comparativos 1-9.

Tabla 1:

Ejemplo	Componente de isocianato	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente	Segundo Disolvente
Ejemplo 1	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 1	Segundo Disolvente 2
Ejemplo de referencia 2	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 2	Segundo Disolvente 1
Ejemplo 3	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 1	Segundo Disolvente 1
Ejemplo de referencia 4	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 2	Segundo Disolvente 2
Ejemplo de referencia 5	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 3	Segundo Disolvente 2
Ejemplo de referencia 6	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 3	Segundo Disolvente 2
Ejemplo comparativo 1	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 1	Ninguno
Ejemplo comparativo 2	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 2	Ninguno

Ejemplo	Componente de isocianato	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente	Segundo Disolvente
Ejemplo comparativo 3	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primeros Disolventes 1 y 2	Ninguno
Ejemplo comparativo 4	Componente de isocianato 2	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 1	Segundo Disolvente 2
Ejemplo comparativo 5	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 4	Ninguno
Ejemplo comparativo 6	Componente de isocianato 1	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 5	Ninguno
Ejemplo comparativo 7	Componente de isocianato 3	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 1	Segundo Disolvente 2
Ejemplo comparativo 8	Componente de isocianato 4	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 1	Segundo Disolvente 2
Ejemplo comparativo 9	Componentes de isocianato 1 y 4	Catalizador de carbodiimidización	Primer Disolvente 1	Segundo Disolvente 2

5

La Tabla 2 a continuación ilustra los resultados respectivos obtenidos de los Ejemplos 1 y 3, los Ejemplos de referencia 2, 4, 5 y 6 y los Ejemplos Comparativos 1-9 anteriores. Específicamente, la Tabla 2 a continuación establece el peso molecular promedio en número (Mn), el peso molecular promedio en peso (Mw) y la polidispersidad para los productos respectivos formados en los Ejemplos 1 y 3, Ejemplos de referencia 2, 4, 5 y 6 y Ejemplos comparativos 1 -9 anteriores, medidos a través de un detector de índice de refracción y columnas de HR.

Tabla 2:

Ejemplo	Mn	Mw	Polidispersidad
Ejemplo 1	No medible		
Ejemplo de referencia 2	1269	2413	1,33
Ejemplo 3	3339	78.444	23,49
Ejemplo de referencia 4	1224	2798	2,29
Ejemplo de referencia 5	2814	210.614	74,80
Ejemplo de referencia 6	No medible		
Ejemplo comparativo 1	3001	66.122	22,00
Ejemplo comparativo 2	1102	1314	1,19
Ejemplo comparativo 3	1473	4559	1,43
Ejemplo comparativo 4	Precipitado		
Ejemplo comparativo 5	3107	267.699	86,10
Ejemplo comparativo 6	2614	57.784	22,00
Ejemplo comparativo 7	Sin polimerización		
Ejemplo comparativo 8	Precipitado		
Ejemplo comparativo 9	Precipitado		

La Tabla 3 a continuación ilustra los resultados respectivos obtenidos de los Ejemplos 1 y 3, los Ejemplos de

5 referencia 2, 4, 5 y 6 y los Ejemplos comparativos 1-9 anteriores. Específicamente, la Tabla 3 a continuación establece el peso molecular promedio en número (Mn), el peso molecular promedio en peso (Mw) y la polidispersidad para los productos respectivos formados en los Ejemplos 1 y 3, Ejemplos de referencia 2, 4, 5 y 6 y Ejemplos comparativos 1-9 anteriores, medidos a través de un detector de dispersión de luz por evaporación. Además, la Tabla 3 a continuación establece el porcentaje de fracción molar de los productos respectivos formados en los Ejemplos 1-6 y los Ejemplos comparativos 1-9 anteriores, medidos a través de un detector de dispersión de luz por evaporación, que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) superior a 100.000, superior a 250.000, superior a 500.000 y superior a 1.000.000.

Tabla 3:

Ejemplo	Mn	Mw	Polidispersidad	% de fracción >1.000.000	% de fracción > 500.000	% de fracción > 250.000	% de fracción > 100.000
Ejemplo 1	6700	216.000	19,4	4646	13.976	23.218	44.737
Ejemplo de referencia 2	1240	22.10	1,8	0	0	0	0
Ejemplo 3	2460	31.200	12,7	0	0,02	0,33	4,94
Ejemplo de referencia 4	1300	2270	1,7	0	0	0	0
Ejemplo de referencia 5	2680	9170	3,4	0	0	0	0
Ejemplo de referencia 6	2870	16.900	5,9	0	0	0	0,08
Ejemplo comparativo 1	2190	11.280	5,2	0	0	0	0
Ejemplo comparativo 2	1210	2160	1,8	0	0	0	0
Ejemplo comparativo 3	1440	2820	2	0	0	0	0
Ejemplo comparativo 4	Precipitado						
Ejemplo comparativo 5	2340	12.600	5,4	0	0	0	0
Ejemplo comparativo 6	2600	12.500	4,8	0	0	0	0
Ejemplo comparativo 7	Sin polimerización						
Ejemplo comparativo 8	Precipitado						
Ejemplo comparativo 9	Precipitado						

10

La invención se ha descrito de manera ilustrativa, y debe entenderse que la terminología que se ha utilizado está destinada a ser de naturaleza descriptiva y no limitante. Obviamente, son posibles muchas modificaciones y variaciones de la presente invención a la luz de las enseñanzas anteriores. La invención se puede poner en práctica de otra manera distinta a la descrita específicamente.

15

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir una policarbodiimida de alto peso molecular que tiene un porcentaje de fracción molar superior a 0 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos 250.000 como se determina usando dispersión de luz por evaporación, dicho método que comprende las etapas de:
- 5 proporcionar un catalizador de carbodiimidización;
 proporcionar tolueno como primer disolvente;
 polimerizar un componente de isocianato que consiste en tolueno diisocianato (TDI) durante un primer período de tiempo en el primer disolvente y en presencia del catalizador de carbodiimidización para producir una mezcla de reacción que incluye al menos un compuesto de carbodiimida y el primer disolvente;
- 10 combinar tolueno o tetrahidrofurano como segundo disolvente; y
 polimerizar el al menos un compuesto de carbodiimida durante un segundo período de tiempo en el primer y segundo disolventes y en presencia del catalizador de carbodiimidización para producir la policarbodiimida de alto peso molecular.
- 15 2. Un método como se expone en la reivindicación 1, en el que la policarbodiimida de alto peso molecular tiene un porcentaje de fracción molar superior a 0 que tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 500.000 como se determina usando dispersión de luz por evaporación.
3. Un método como se expone en cualquier reivindicación anterior en el que el primer período de tiempo es de aproximadamente 180 a aproximadamente 420 minutos y en el que el segundo período de tiempo es superior a aproximadamente 100 minutos.
- 20 4. Un método como se expone en cualquier reivindicación anterior que comprende además la etapa de combinar una cantidad adicional del catalizador de carbodiimidización, el segundo disolvente y la mezcla de reacción.
5. Un método como se expone en cualquier reivindicación anterior que comprende además la etapa de aislar la policarbodiimida de alto peso molecular.