

Mod. 136

N. DI BREVETTO  
**678634**

N. DI DOMANDA **252** ANNO  
**12656-62**

Cl. Attivo	
Esaminato	
	<i>[Signature]</i>
	<i>[Signature]</i>
	<i>[Signature]</i>
	<i>[Signature]</i>



MINISTERO DELL'INDUSTRIA E DEL COMMERCIO  
UFFICIO CENTRALE DEI BREVETTI PER INVENZIONI, MODELLI E MARCHI

U.431

**INVENZIONE INDUSTRIALE**

**23 APR. 1963**

**VANNUCCINI**

1265662

CODICE CAMERA COMMERCIO	CAMERA COMMERCIO	N. REGISTRO	N. VERBALE	DATA PRESENTAZIONE DOMANDA					
				C	M	ANNO	H	M	
15 2	MILANO		A24684	22	6	62	1	12	4

TITOLARE

MONTECATINI SOC. GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA

INDIRIZZO

LARGO GUIDO DONEGANI 1.2 MILANO

TITOLO

PROCEDIMENTO PER LA PREPARAZIONE DI ALTI POLIMERI CRISTALLINI DEGLI ISOCIANATI E POLIMERI COSI OTTENUTI

*Inventori designati: Walter Giulio, Di Pietro Joseph, Gianfranco*

*Esperimento Visione Pubblica  
Stampa*

BOLO ATTESTATO INTEGRATO

Annotationi speciali

12 DIC. 1964

Data di concessione

--	--	--	--	--	--

67003



12656-82

U.431

Descrizione del trovato avente per titolo:

"Procedimento per la preparazione di alti polimeri cristallini degli isocianati e polimeri così ottenuti"

a nome MONTECATINI Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica - Milano

Il presente trovato ha per oggetto polimeri ad alto grado di polimerizzazione e di cristallinità degli isocianati compresi nella formula generale RNCO, dove R può essere un gruppo alchilico con 1-7 atomi di carbonio o un gruppo fenilico, nonché un procedimento per la loro preparazione.

E' nota (J. Am. Chem. Soc. 82 (1960) 866) la possibilità di polimerizzare monoisocianati, in presenza di catalizzatori di tipo anionico, particolarmente NaCN in DMF, a prodotti aventi la struttura ricorrente



La maggior parte dei poliisocianati fino ad oggi preparati, ad eccezione del poliisocianato di allile, mostrano però un grado molto basso di cristallinità.

La Richiedente ha ora trovato un procedimento per la preparazione di poliisocianati ad alto grado di polimerizzazione e cristallinità da monoisocianati rispondenti alla for-

mula generale  $R - N = C = O$ , dove R può essere un gruppo alchilico con 1-7 atomi di carbonio e un gruppo fenilico,

mediante impiego di un catalizzatore metallorganico rispondente alla formula generale  $M_nX_nR_n$  dove Ms = metallo del I o II gruppo del sistema periodico, R = alchile a 1-7 atomi di carbonio, arile o alcesile, ed  $n = 0$  se  $m+n = 1$ , mentre  $n = 1$  o  $2$  se  $m+n = 2$ .

Cioè se il metallo appartiene al secondo gruppo, le sue valenze possono essere in parte saturate da atomi di alogeno. Particolarmente attivi si sono dimostrati i litioalchili e i berillioalchili.

La polimerizzazione viene condotta in presenza di un solvente inerte rispetto agli isocianati nelle condizioni di reazione, preferibilmente toluolo, tetraidrofurano, etere etilico, dimetilformammide, solfuro di carbonio, cloruro di metilene e acetone.

Il campo di temperatura entro cui si può operare è compreso tra  $-100^\circ$  e  $+50^\circ C$ , preferibilmente tra  $-78^\circ$  e  $-30^\circ C$ .

Il catalizzatore viene preferibilmente impiegato in rapporto di 1-2 moli per 100 moli di monomero. La polimerizzazione viene interrotta mediante aggiunta di metanolo e il polimero lavato con soluzioni acquose diluite di HCl.

Nelle suddette condizioni si ottengono poliisocianati ad alto peso molecolare e che già allo stato grezzo, senza particolari frazionamenti, presentano un elevato grado di

cristallinità ai raggi X.

Frazionando i polimeri grezzi mediante estrazioni successive con solventi all'ebollizione, si ottengono frazioni a cristallinità crescente con il punto di ebollizione del solvente in cui sono solubili. Tali estrazioni successive si eseguono preferibilmente, nell'ordine con acetone, stereotilico, n-pentano ed n-eptano.

I polimeri oggetto del presente trovato, vengono applicati nel campo delle materie plastiche quali materiali da stampaggio o per la produzione di fibre. Particolarmente importante il loro impiego in quest'ultimo campo, anche in miscela con altri polimeri, dato che la presenza di atomi di azoto di tipo amidico conferisce loro una elevata reattività e quindi una elevata affinità per i coloranti, che danno tinte molto stabili.

In particolare ottimi risultati sono stati ottenuti filando miscele di polipropilene e poliisocianati.

I seguenti esempi vengono riportati allo scopo di illustrare l'invenzione senza in alcun modo limitarla.

#### ESEMPI 1-4

In un reattore da  $200 \text{ cm}^3$ , immerso in un bagno a  $-78^\circ\text{C}$ , vengono introdotti in atmosfera di azoto 50 ml di solvente e 10 ml di n-butil isocianato; viene quindi introdotto il catalizzatore (una mole per 100 moli di monomero). Dopo 24 ore durante le quali il reattore è mantenuto a  $-78^\circ\text{C}$ , si

