

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedida el Registro de acuerdo con las leyes que figuran en la presente publicación y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

19 ES	NUMERO	77112	10 A1
21	FECHA DE PRESENTACION	24 ENE. 1979	

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 28 03 103.0	25 de enero de 1.978	República Federal Alemana.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	

54 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE POLIISOCIANATOS CONTENIENDO GRUPOS UREA Y/O BIURET.

71 SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

72 INVENTOR (ES)
Dr. Hans Joachim Henning, Dr. Peter Ziemek, Dr. Erhard Schellmann.

73 TITULAR (ES)
..

74 REPRESENTANTE
GOMEZ ACEBO.

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para la obtención de poliisocianatos conteniendo grupos biuret y/o úrea, por reacción de poliisocianatos orgánicos con cantidades en defecto de poliaminas orgánicas.

Y a es conocida la reacción de poliisocianatos orgánicos de bajo peso molecular con poliaminas orgánicas de bajo peso molecular tanto a úreas como también a biuret. Debido a la reactividad extremadamente alta de los grupos isocianato con respecto a los grupos amino primarios esta reacción a partir de los productos de bajo peso molecular mencionados no ha encontrado, a parte de pocas excepciones, aplicación en los procesos de escala industrial grandes. Esto se debe, ante todo, a que debido a la reactividad extremadamente alta de los grupos reactivos mencionados hace imposible controlar las reacciones para obtener unos productos finales claramente definidos.

Por esta razón se efectuaba hasta ahora también la obtención de los biuretpoliisocianatos en escala industrial preferentemente por reacción de diisocianatos orgánicos con "agentes de biuretización", es decir, compuestos tales como por ejemplo agua, que con los grupos isocianato reaccionan primeramente para formar grupos amino, seguida esta reacción inicial por la reacción de biuretización entre las aminas que se han formado in situ y el isocianato en exceso, según se describe en la patente alemana 1.101.394 . Como en este procedimiento los grupos amino nunca están presentes en concentración significativa no se presentan los fenómenos secundarios negativos debidos a la alta reactividad.

El procedimiento de la patente británica

1.263.609 describe otro método que vence las dificultades debidas a la alta reactividad y que consiste en que los diisocianatos no se hacen reaccionar con las diaminas libres sino más bien mediante adición de compuestos carbonilo a las aminas se evita la concentración de los grupos amino altamente reactivos.

La reacción directa entre las diaminas diprimarias de bajo peso molecular y los diisocianatos de bajo peso molecular a los correspondientes biuret poliisocianatos se describe en la publicación alemana DOS 2.261.065 o bien en la patente US 3. 903.126. Sin embargo, al repetir los ejemplos de ejecución de esta publicación se aprecia que solo las diaminas especiales, designadas como preferentes, son adecuadas para la obtención de biuret poliisocianatos industrialmente utilizables, mientras la diamina alifática más importante, la hexametildiamina, especialmente en combinación con hexametildiisocianato según el procedimiento de la publicación alemana DOS 2.261.065 no se puede hacer reaccionar, como era de esperar según lo arriba expuesto, a un biuret poliisocianato libre de sedimentos y de color claro.

El procedimiento de la publicación alemana DOS 2.609.995 si bien permite la obtención de tales biuret poliisocianatos libres de sedimentos, de color claro, mediante reacción directa de hexametildiamina con hexametildiisocianato, sin embargo, el procedimiento de esta publicación tiene la desventaja de que la diamina se ha de introducir en forma gaseosa en el diisocianato, lo que representa un gasto adicional.

La reacción entre poliisocianatos orgánicos, especialmente diisocianatos con diaminas orgánicas diprimarias

a los correspondientes úrea-isocianatos no ha encontrado absolutamente ninguna aceptación en la práctica industrial. La formación de tales úreas-isocianatos se menciona solamente en las publicaciones indicadas como fenómeno secundario indeseado en la obtención de biuret-poliisocianatos sin que hasta ahora se hubiese logrado hallar un método técnicamente realizable para utilizar la reacción directa entre las diaminas orgánicas diprimarias y las cantidades en exceso de diisocianatos orgánicos de bajo peso molecular para obtener los correspondientes poliisocianatos conteniendo grupos úrea.

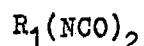
Mediante el procedimiento según la presente invención, descrito a continuación, se señala por primera vez una vía para hacer reaccionar compuestos orgánicos arbitrarios que lleven como mínimo dos grupos amino primarios, con poliisocianatos orgánicos arbitrarios en reacción directa a los correspondientes poliisocianatos conteniendo grupos úrea o bien biuret, sin tener que depender del empleo de diaminas especiales, de emplear agentes auxiliares especiales, (por ejemplo cetonas) o bien una introducción gaseosa de la diamina. En el procedimiento de la presente invención descrito a continuación se puede regular la reacción mediante simple selección de la temperatura de reacción de manera que, a opción, se obtengan soluciones de los correspondientes biuret-poliisocianatos en poliisocianato en exceso o dispersiones estables a la sedimentación de los correspondientes úrea-poliisocianatos en poliisocianato en exceso. El procedimiento de la presente invención permite por lo tanto no solo la obtención en forma especialmente sencilla de los biuret-poliisocianatos, en sí conocidos, tales como por ejemplo aquellos a base de hexametilendiamina y hexametildiisocianato, sino también, por primera

vez, la obtención de dispersiones industrialmente extraordinariamente interesantes de úrea-diisocianatos en diisocianato en exceso. Tales dispersiones estables a la sedimentación no se han conocido hasta ahora. Para el químico de los poliuretanos representan unos productos de partida especialmente interesantes.

El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la obtención de poliisocianatos conteniendo grupos úrea y/o biuret dispersados o bien en forma disuelta en poliisocianatos libres de grupos úrea y grupos biuret, por reacción de poliisocianatos orgánicos con poliaminas orgánicas que lleven como mínimo dos grupos amino primarios en una proporción molar  $\text{NCO}/\text{NH}_2$  de como mínimo 4:1 donde el poliisocianato que sirve tanto como reactante como también como disolvente o bien agente de dispersión, empleado en exceso, es presentado y la poliamina, que se emplea en defecto, se introduce en el poliisocianato presentado a una temperatura entre  $-20$  hasta  $+250^\circ\text{C}$  y que se caracteriza porque

- a) el componente poliisocianato, que se emplea en exceso, se presenta en un recinto mezclador y
- b) el componente poliamida, que se emplea en defecto, se pulveriza mediante una tobera de chorro liso con un diámetro de luz de 0,01 hasta 5 mm bajo una diferencia de presión de 2 hasta 1000 bar en el componente poliisocianato presentado.

Productos de partida para el procedimiento de la presente invención son los poliisocianatos orgánicos arbitrarios. Preferentemente se emplean en el procedimiento de la presente invención diisocianatos orgánicos. Diisocianatos adecuados son, especialmente, aquellos de fórmula



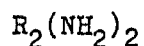
donde R<sub>1</sub> significa un resto hidrocarburo alifático con 2 hasta 18 átomos de carbono, un resto hidrocarburo aromático con 6 hasta 15 átomos de carbono, un resto hidrocarburo aralifático con 8 hasta 15 átomos de carbono o un rest hidrocarburo cicloalifático con 4 hasta 15 átomos de carbono, habiéndose dispuesto en cada caso entre los dos grupos isocianato como mínimo 2 átomos de carbono.

Ejemplos de tales diisocianatos son etilendiisocianato, hexametilendiisocianato, decametilendiisocianato, undecametilendiisocianato, octadecametilendiisocianato, 3,3,5-trimetil-1,6-diisocianatohexano, p-fenilendiisocianato, 2,4-diisocianatotolueno, 2,6-diisocianatolueno, 4,4'- diisocianatodifenilmetano, 2,4'-diisocianatodifenilmetano, las mezclas de los dos isómeros mencionados en último lugar con sus homólogos de mayor nucleidad, tal y como se obtienen en la conocida fosgenación de los condensados de anilina/formaldehído, p-xililendiisocianato, ciclobutan-diisocianato-1,3, 1,4-diisocianato-ciclohexano, 1-metil-2,4-diisocianato-ciclohexano, 4,4'-diisocianato-diciclohexilmetano, 3,3,5-trimetil-5-isocianatometil-ciclohexilisocianato (IPDI), así como las mezclas de estos diisocianatos,

Diisocianatos preferentes para el procedimiento de la presente invención son el 2,4-diisocianatolueno, sus mezclas industriales con 2,6-diisocianatotolueno, el 4,4'-diisocianatodifenilmetano, sus mezclas industriales con 2,4'-diisocianatodifenilmetano, hexametilendiisocianato e IPDI. Diisocianatos especialmente preferentes son los mencionados diisocianato toluenos o bien hexametilendiisocianatos.

Los reactantes para los poliisocianatos mencionados como ejemplos son los compuestos orgánicos arbi-

trarios que llevan como mínimo dos grupos amino primarios, que preferentemente, a parte de los grupos amino, son inertes con respecto a los grupos isocianato. Con especial preferencia se emplean en el procedimiento de la presente invención diaminas diprimarias de fórmula



donde  $R_2$  es igual o diferente de  $R_1$  y por lo demás corresponde a la definición de  $R_1$ .

Para el procedimiento de la presente invención son adecuados, por lo tanto, las diaminas correspondientes a los diisocianatos mencionados como ejemplo.

Diaminas a emplear preferentemente en el procedimiento de la presente invención son 2,4-diaminotolueno, sus mezclas industriales con 2,6-diaminotolueno, 4,4'-diaminodifenilmetano, sus mezclas industriales con 2,4'-diaminodifenilmetano, hexametilendiamina, 4,4'-diaminodieciclohexilmetano y sus homólogos, así como 3,3,5-trimetil-5-aminoetil-ciclohexilamina (IPDA). Diaminas especialmente preferentes son los diaminotoluenos, diaminodifenilmetanos y hexametilendiamina mencionados.

Un punto esencial para la invención es el empleo de una tobera muy determinada en combinación con un recinto mezclador muy determinado. El procedimiento de la presente invención se realiza empleando toberas de chorro liso del diámetro de 0,01 hasta 5, preferentemente 0,1 hasta 1 mm, presentándose el componente isocianato, a utilizar en exceso, y toberizándose el componente amino, a emplear en defecto, en el componente isocianato presentado. Aquí se ha de prestar

atención a que el componente toberizado entre con una diferencia de velocidad de 5 m/seg en el componente presentado y que el recinto mezclador esté dimensionado de manera que la separación de la tobera en dirección del chorro toberizado hasta la pared del recinto mezclador que se encuentra enfrente de la tobera ascienda como mínimo a 100 veces y la separación lateral más pequeña desde el chorro hacia la pared interior del recinto mezclador como mínimo a 25 veces el diámetro de la tobera. En la realización del procedimiento de la presente invención se ha de prestar además atención a que la presión en la cámara mezcladora siempre sea superior a la presión de vapor existente bajo las condiciones de temperatura en cada caso en el componente más fácilmente volátil que se encuentra en la cámara mezcladora de manera que no se presente nunca burbujas de vapor o de gas en el recinto mezclador. Por lo general se toberizará el componente a toberizar bajo una presión de 2 hasta 1000 bar, preferentemente 10 hasta 200 bar. El desarrollo de un recinto de gas indeseado a la salida de la tobera y en la zona de mezcla se puede evitar mediante la toberización desde abajo hacia arriba de manera que a pesar de las condiciones de presión seleccionadas las burbujas de gas que eventualmente se formen saldrían hacia arriba, fuera de la zona mezcladora.

La figura 1 muestra una tobera de chorro liso adecuada para el procedimiento de la presente invención. Aquí significan:

- (1) la entrada a la tobera y
- (2) la tobera de chorro liso propiamente dicho.

La figura 2 muestra un posible dispositivo para la realización continua del procedimiento de la presente

invención. Aquí significan:

- (1) un depósito de almacenamiento para el componente isocianato,
- (2) una bomba para el isocianato,
- 5 (3) la tobera,
- (4) el recinto mezclador,
- (5) el depósito de almacenamiento para el producto del procedimiento,
- (6) el depósito de almacenamiento para un líquido de enjuague
- 10 (7) una bomba de alta presión y
- (8) un depósito de almacenamiento para el componente amina.

En la realización continua del procedimiento de la presente invención en un dispositivo correspondiente al de la figura 2 se recomienda crear en la puesta en servicio, antes de la coincidencia de los reactantes, la presión de servicio total de manera que inmediatamente al comienzo de la reacción de la presente invención quede garantizada la velocidad de salida necesaria. Para ello ha demostrado ser ventajoso llenar antes de comenzar con la toberización en alta presión la tubería de alimentación hacia la tobera de chorro liso con un líquido inerte para que durante el período en el que se realiza una acumulación de presión hasta la presión de servicio por la tobera salga solamente un líquido inerte.

En la realización del procedimiento de la presente invención se hacen reaccionar los reactantes en una proporción de equivalencia  $\text{NCO}/\text{NH}_2$  de 4:1 hasta 1000:1, preferentemente 5 a 1 hasta 25 a 1. En la realización continua del procedimiento de la presente invención corresponde la cantidad de los reactantes introducidos en forma continua en la cámara mezcladora a la proporción de equivalencia previamente

seleccionada dentro de los márgenes indicados. En la realización discontinua, asimismo posible, del procedimiento de la presente invención se introduce la cantidad total del componente isocianato en un recipiente de reacción adecuado, por ejemplo, una caldera de reacción, mientras la tobera se sumerge en el líquido que se encuentra en el recipiente de reacción.

Mediante simple selección de los componentes de partida así como de la temperatura de reacción se puede regular el procedimiento de la presente invención de manera que como productos del procedimiento se obtengan dispersiones estables a la sedimentación de diisocianatos conteniendo grupos úrea en isocianato de partida en exceso o soluciones de poliisocianato llevándo grupos biuret en isocianato de partida en exceso. Así se forman en el procedimiento de la presente invención dispersiones de úrea finamente dispersadas con un tamaño de partícula medio de aproximadamente 0,5 hasta 250  $\mu\text{m}$  si la temperatura en el recinto de reacción se mantiene por debajo de la temperatura de fusión de la úrea que se forma siempre primariamente del isocianato y la amina. La obtención de soluciones de poliisocianatos conteniendo grupos biuret en isocianato de partida en exceso se puede efectuar bien en dos etapas por calentamiento ulterior de las dispersiones de úrea formadas primeramente a temperatura relativamente más baja o también ajustádo ya durante la realización del procedimiento de la presente invención la temperatura en el recipiente de reacción de manera que la úrea que se forma primeramente se obtenga inmediatamente como líquido soluble en el isocianato de partida y que reacciona con el isocianato en exceso a poliisocianato conteniendo grupos biuret, sin que macroscópicamente se aprecie en absoluto la formación interme-

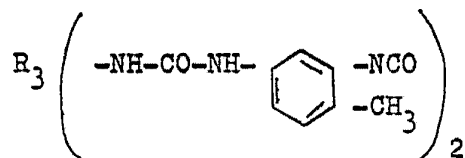
diaria de la úrea. La temperatura, que se ha de mantener durante la realización del procedimiento de la presente invención en el recipiente de reacción deberá oscilar, para obtener dispersiones de poliisocianatos conteniendo grupos úrea o bien soluciones de poliisocianatos conteniendo grupos biuret en isocianato de partida en exceso, en dependencia de la naturaleza de los productos de partida seleccionados, dentro de amplios límites en el margen de temperaturas de 20 hasta +250°C, lo que se logra en forma sencilla mediante un ensayo previo orientador.

El procedimiento de la presente invención es especialmente interesante para la obtención de dispersiones de úrea-poliisocianatos a base de diisocianatos aromáticos y diaminas aromáticas en diisocianato aromático en exceso, así como para la obtención de biuret poliisocianatos con grupos isocianato alifáticamente ligados a base de diisocianatos alifáticos y diaminas alifáticas.

El procedimiento de la presente invención es especialmente adecuado para la obtención de dispersiones de diisocianatos conteniendo grupos úrea en 2,4-diisocianato tolueno, o bien sus mezclas industriales con 2,6-diisocianato tolueno. Para la obtención de estas dispersiones se presentan los diisocianato toluenos mencionados en último lugar como isocianato de partida y se emplea preferentemente 2,4-diaminotolueno o bien sus mezclas industriales con 2,6-diaminotolueno, o también otra diamina aromática, tal como por ejemplo 4,4'-diaminodifenilmetano o bien sus mezclas industriales con 2,4'-diaminodifenilmetano y/o sus homólogos superiores como componente amina. La reacción según la presente invención se efectúa aquí preferentemente en el margen de 20 has-

ta 120°C. Aquí se ajusta esta temperatura mediante selección adecuada del componente diisocianato y su temperatura teniendo en consideración el calor de reacción y la temperatura del componente diamina toherizado.

5 Como en la reacción según la presente invención el componente diisocianato siempre está en exceso y como también al emplear mezclas de 2,4- y 2,6-diisocianato-tolueno se pueden asumir que el grupo isocianato en la posición p con respecto al grupo metilo del 2,4-diisocianato-  
10 tolueno reaccionará con preferencia se forma en la reacción según la presente invención úrea-diisocianatos, no prolongados en la cadena, de fórmula



15 donde R<sub>3</sub> significa un resto hidrocarburo aromático, divalente, que en caso dado puede llevar sustituyentes metilo o bien puentes metilo y que en total contienen 6 hasta 15 átomos de carbono.

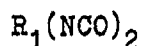
20 Conforme a lo de arriba expuesto R<sub>3</sub> significa preferentemente un resto que se obtiene por eliminación de los grupos amino del 2,4-diaminotolueno, de sus mezclas industriales con 2,6-diaminotolueno o bien de 4,4'-diaminodifenilmetano o bien de sus mezclas industriales del 2,4'-diaminodifenilmetano. Al emplear las mezclas de 4,4'-diaminodifenilmetano (y en caso dado 2,4'-diaminodifenilmetano) con poliaminas superiores de la serie difenilmetano, tal y como se obtienen como productos industriales en la condensación en sí conocida de anilina/formaldehido, se forman los úrea-diisocianatos

25

correspondientes a la fórmula de arriba junto con los úrea-poliisocianatos de mayor funcionalidad que corresponden en su funcionalidad a los homólogos superiores.

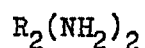
5 Las dispersiones de los úrea-diisocianatos de la fórmula mencionada en último lugar, que se forman en el procedimiento de la presente invención, se pueden considerar como toluilendiisocianato modificado para el cual se abren una serie de interesantes terrenos de aplicación. Por lo general se seleccionarán las proporciones cuantitativas para la obtención de estas dispersiones de manera que se formen dispersiones al 5 hasta 40% en peso de los úrea-diisocianatos en diisocianatotolueno en exceso, es decir, se trabaja preferentemente con una proporción de equivalencia de  $\text{NCO}/\text{NH}_2$  de aproximadamente 50:1 hasta 5:1.

15 El procedimiento de la presente invención es también especialmente bien adecuado para la obtención de poliisocianatos conteniendo grupos biuret o bien sus soluciones en diisocianato alifático en exceso. Para ello sirven en el procedimiento de la presente invención como materiales de partida preferentemente aquellos diisocianatos de fórmula



donde  $\text{R}_1$  significa un resto polimetileno con 4 hasta 11 átomos de carbono, preferentemente un resto hexametileno.

25 Como componente diamina entran en consideración en el procedimiento de la presente invención, para la obtención de los poliisocianatos que contienen grupos biuret, preferentemente aquellas diaminas de fórmula



donde  $R_2$  es igual o diferente a  $R_1$  y asimismo está por un resto polimetileno con 4 hasta 11 átomos de carbono, preferentemente un resto hexametileno.

5 Como ya se ha mencionado más arriba, los poliisocianatos conteniendo grupos biuret se pueden obtener bien mediante un procedimiento en dos etapas, es decir, obtención intermediaria de la dispersión de úrea correspondiente y su tratamiento térmico ulterior, como también según el principio de una sola etapa trabajándose a temperaturas correspondientemente superiores. En la obtención de los poliisocianatos conteniendo grupos biuret según el principio de dos etapas se hacen reaccionar los materiales de partida mencionados como ejemplo preferentemente en una proporción de equivalencia de  $NCO/NH_2$  de 25:1 hasta 8:1 bajo mantenimiento de una temperatura de reacción de preferentemente unos 50 hasta  $180^\circ C$ .  
10 La dispersión de úrea que así se forma, que por lo demás también se puede emplear para otras finalidades, por ejemplo, como diisocianato alifático modificado, se puede transformar entonces por calentamiento a unos 150 hasta  $250^\circ C$  en una solución libre de sedimentos, de color claro, del poliisocianato que contiene grupos biuret correspondientes en diisocianato en exceso. Una solución de éstas se forma en el procedimiento de la presente invención directamente sin la formación intermediaria macroscópicamente apreciable de la dispersión de úrea mencionada si se mantiene una temperatura de reacción de aproximadamente 180 hasta  $250^\circ C$ . Mediante separación por destilación o bien extracción del diisocianato en exceso se forma entonces de las soluciones los correspondientes biuret poliisocianatos libres de los monómeros correspondientes que, como es  
20 sabido, son unos materiales de partida extraordinariamente va-  
25  
30

liosos para la obtención de lacas de poliuretano.

El procedimiento de la presente invención no está naturalmente limitado solo a la obtención de la úrea-dispersiones o bien soluciones biuret designadas como especialmente preferentes, sino que también es adecuado, por ejemplo, para la obtención de soluciones de poliisocianatos conteniendo grupos biuret con grupos isocianato aromáticamente ligados según los principios expuestos debiéndose determinar solamente la temperatura adecuada, según si se ha de trabajar en un procedimiento de una sola etapa o de dos etapas, mediante un breve ensayo previo.

Como ya se ha expuesto brevemente, esta temperatura de reacción es una función tanto de la temperatura del componente isocianato como también de la temperatura del componente amina a fundir frecuentemente antes de la realización del procedimiento de la presente invención, así como también una función del calor desarrollado en la reacción exotérmica según la invención.

Los ejemplos a continuación sirven para la explicación más detallada del procedimiento de la presente invención .

#### EJEMPLO 1.-

2000 l/h de hexametilendiisocianato previamente calentado a 100°C se impulsa en un dispositivo según la figura 2 en forma continua desde un depósito de almacenamiento (1) a través de una bomba (2) bajo una presión de 1,5 bar a una cámara mezcladora (4) cilíndrica con un diámetro interior de 10 cm y una longitud de 30 cm. Simultáneamente se inyecta en la cámara mezcladora mediante la tobera de chorro liso (3) con un diámetro de 0,5 mm centralmente 80 kg/h de

hexametildiamina calentada a 60°C bajo una presión (delante de la tobera) de 80 bar. Bajo calentamiento a 140°C se forma momentánea y espontáneamente una dispersión de partícula fina del diisocianato de úrea correspondiente al material de partida en el hexametildiisocianato en exceso. La dispersión se evacua continuamente al depósito de almacenamiento (5). La granulometría media del úrea-diisocianato dispersado asciende a 15  $\mu$ m, la dispersión no muestra, tampoco después de reposar durante 10 días a temperatura ambiente, ninguna tendencia a la formación de sedimentos. Al calentar la dispersión a 180°C durante una hora se forma una solución clara del poliisocianato conteniendo los grupos biuret correspondiente en hexametildiisocianato, en exceso.

#### EJEMPLO 2.-

Empleando el mismo dispositivo como en el ejemplo 1 se hace reaccionar una mezcla de isómeros de 70 partes en peso de 4,4'- y 30 partes en peso de 2,4'-diaminodifenilmetano, que previamente se calentó a 100°C, bajo una presión de 80 bar con una mezcla de isómeros calentada a 35°C de 65 partes en peso de 2,4- y 35 partes en peso de 2,6-diisocianato tolueno en una proporción de 3,3 a 96,7% en peso, lo que corresponde a una proporción molar de 1:33,7. El rendimiento total asciende a 2466 kg por hora. Se forma una dispersión de poliúrea finamente particulada en diisocianatotolueno en exceso con un contenido en sólidos de un 9%, que se destaca por sus propiedades tixotrópicas. El contenido en isocianato calculado asciende a un 45,3%; se halló un 45,2%.

Calentando esta dispersión durante media hora a 140°C se forma una solución clara, conteniendo biuret, con un contenido en NCO de un 44,2% (calculado 43,9%).

EJEMPLO 3.-

Con el dispositivo de toberización mencionado en el ejemplo 1 se hicieron reaccionar trabajándo en forma continua por hora 75 kg de isofofondiamina bajo una presión de 75 bar con 400 kg de diisocianatotolueno (mezcla de isómeros de un 65% de 2,4- y un 35% de 2,6-isómeros) a una temperatura de 26°. Se forma una dispersión de la diisocianato-bis-úrea de 2 moles de diisocianatotolueno y 1 mol de isofofondiamina en diisocianatotolueno en exceso. El contenido de isocianato de la dispersión asciende a un 32,1%.

Al calentar brevemente la dispersión a 170° se desarrolla bajo disminución del contenido de isocianato a un 25,2% una transformación a una mezcla clara, homogénea de biuret-poliisocianato y diisocianatotolueno. El material resinoso a temperatura ambiente se disuelve fácilmente en clorobenceno.

EJEMPLO 4.-

En el transcurso de 11 minutos se hicieron reaccionar con el dispositivo mencionado en el ejemplo 1 13 kg de diaminotolueno (65% de 2,4- y 35% de 2,6-isómeros) bajo una presión de 78 bar con 648 kg del diisocianatotolueno (mezcla de isómeros 65:35), subiendo la temperatura en la zona de reacción de 28 a 40°C. Se obtiene una dispersión tixotrópica marrón con un contenido en isocianato de un 45,2% (calculado 46,0%).

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de poliisocianatos conteniendo grupos úrea y/o biuret, en forma dispersada o bien disuelta en poliisocianatos libres de grupos úrea y biuret, por reacción de poliisocianatos orgánicos con poliaminas orgánicas que llevan como mínimo 2 grupos amino primarios, en una proporción molar de NCO/NH<sub>2</sub> de como mínimo 4:1, donde tanto el poliisocianato que sirve como reactante así como también como disolvente o agente de dispersión, que se emplea en exceso, se presenta y la poliamina que se emplea en defecto se introduce en el poliisocianato presentado a una temperatura dentro del margen de temperaturas de -20 hasta 250°C, caracterizado porque

- a) el componente poliisocianato que se emplea en exceso se introduce en un recinto de mezcla y
- b) el componente poliamina que se emplea en defecto se inyecta a través de una tobera de chorro liso con un diámetro de luz de 0,01 hasta 5 mm bajo una presión de 2 hasta 1000bar en el componente poliisocianato presentado.

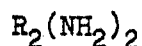
2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las dimensiones del recinto de mezcla se seleccionan de manera que la distancia desde la tobera hasta la pared interior del recinto de mezcla en la dirección del chorro inyectado sea como mínimo 100 veces la del diámetro de la tobera y la distancia más corta desde el chorro de la tobera hacia la superficie de limitación lateral del recinto de mezcla ascienda como mínimo a 25 veces el diámetro de la tobera.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el componente a inyectar se toberiza con una velocidad relativa de como mínimo 5 m/s en el componente presentado.

5 4.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 3, caracterizado porque como poliisocianato orgánico se emplea un diisocianato de fórmula



y como poliamina una diamina de fórmula



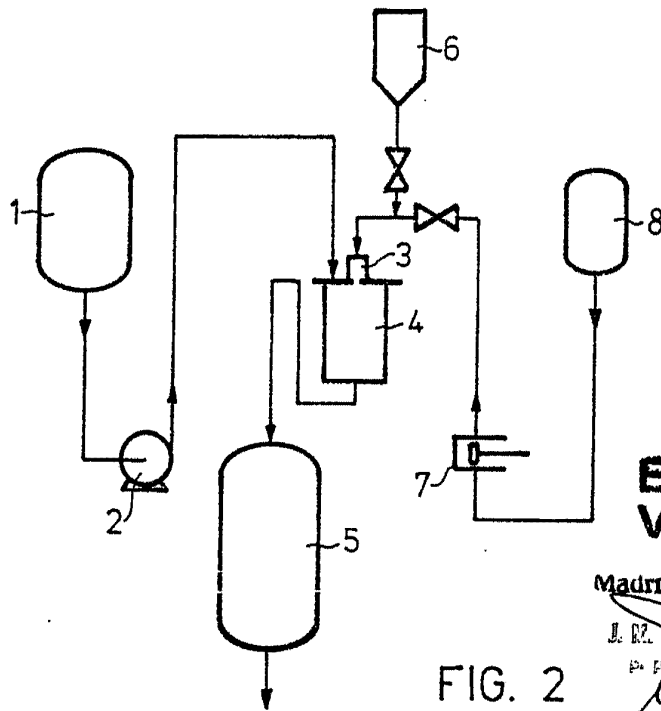
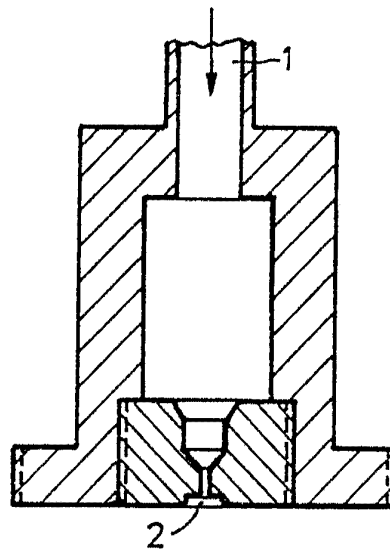
10 donde  $R_1$  y  $R_2$  significan restos polimetileno iguales o diferentes en cada caso con 2 hasta 11 átomos de carbono.

15 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 hasta 3, para la obtención de dispersiones de úrea, caracterizado porque como poliisocianato orgánico se emplea 2,4-diisocianatotolueno y/o 2,6-diisocianatotolueno y como poliamina orgánica una diamina diprimaria aromática, en caso dado conteniendo sustituyentes metilo o puentes metileno, con un total de 6 hasta 15 átomos de carbono, y la reacción se  
20 efectua dentro del margen de temperaturas de 20 hasta 120°C.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se preparan dispersiones estables de poliisocianatos conteniendo grupos úrea de fórmula



FIG. 1



**ESCALA  
VARIABLE**

Madrid 24 ENE. 1975

J. R. L. ...  
por el ...

FIG. 2