

**ÖZET****Bir polikarbodiimid polimer hazırlama yöntemi ve bu şekilde hazırlanan polikarbodiimid polimer.**

Buluş, bir polikarbodiimid polimer üretmeye ilişkin bir yöntem ve daha spesifik olarak moleküler ağırlık dağılımında düşük bir varyasyona sahip olan ve daha az yan ürün ile sonuçlanan bir polikarbodiimid polimer üretmeye ilişkin bir yöntem ile ilgilidir. Bir karbodiimid bileşiği içeren bir prekürsör bileşiğin istenen bir sıcaklığa ısıtılması; prekürsör bileşiğinin, bir diizosiyanat bileşiğinin ve bir karbodiimidizasyon katalizörünün bir reaksiyon karışımı oluşturmak için kombine edilmesi; ve reaksiyon karışımının 0'dan fazla ila 18 saat aralığındaki bir birinci zaman periyodu boyunca bir birinci sıcaklığa ısıtılması, böylelikle prekürsör bileşiğin ve diizosiyanat bileşiğinin polikarbodiimid polimer üretmek için karbodiimidizasyon katalizörünün mevcudiyetinde reaksiyona sokulması işlem adımlarının yer aldığı bu yöntemde istenen sıcaklık ve birinci sıcaklığın her biri bağımsız olarak 70 ve 150 °C arasındadır ve prekürsör bileşik tekli karbodiimid bağına sahip olan bir karbodiimid bileşiğidir.

## İSTEMLER

1. Bir polikarbodiimid polimer üretmeye ilişkin bir yöntem olup, özelliği; söz konusu yöntemin:  
bir karbodiimid bileşiği içeren bir prekürsör bileşiğin istenen bir sıcaklığa ısıtılması;
- 5 prekürsör bileşiğinin, bir diizosiyanat bileşiğinin ve bir karbodiimidizasyon katalizörünün bir reaksiyon karışımı oluşturmak için kombine edilmesi; ve  
reaksiyon karışımının 0'dan fazla ila 18 saat aralığındaki bir birinci zaman periyodu boyunca bir birinci sıcaklığa ısıtılması, böylelikle prekürsör bileşiğin ve diizosiyanat bileşiğinin polikarbodiimid polimer üretmek için karbodiimidizasyon katalizörünün  
10 mevcudiyetinde reaksiyona sokulması adımlarını içermesi, burada istenen sıcaklığın ve birinci sıcaklığın her birinin bağımsız olarak 70 ve 150 °C arasında olması ve prekürsör bileşiğin tekli karbodiimid bağına sahip olan bir karbodiimid bileşiği olmasıdır.
2. İstem 1'e göre yöntem olup, özelliği; ayrıca istenen bir sıcaklıkta bir başlangıç  
15 bileşiğinden prekürsör bileşik hazırlama adımını içermesi, burada başlangıç bileşiğinin bir monofonksiyonel izosiyanat, bir monofonksiyonel alkol, bir monofonksiyonel tiyol veya bir monofonksiyonel amin içermesidir.
3. İstem 2'ye göre bir yöntem olup, özelliği; prekürsör bileşiğin karbodiimidizasyon katalizörünün mevcudiyetinde hazırlanmasıdır.
- 20 4. Önceki istemlerin herhangi birine göre bir yöntem olup, özelliği; diizosiyanat bileşiğinin bir aromatik diizosiyanat içermesidir.
5. Önceki istemlerin herhangi birine göre bir yöntem olup, özelliği; diizosiyanat bileşiğin bir orto-oratılmış izosiyanat grubuna sahip olmasıdır.
6. Önceki istemlerin herhangi birine göre bir yöntem olup, özelliği; diizosiyanat  
25 bileşiğinin toluen diizosiyanat içermesidir.
7. İstem 1'e göre bir yöntem olup, özelliği; prekürsör bileşiğin, diizosiyanat bileşiğinin ve karbodiimidizasyon katalizörünün reaksiyon karışımı oluşturmak için kombine edilmesinin istenen sıcaklıkta gerçekleştirilmesidir.
8. Önceki istemlerin herhangi birine göre bir yöntem olup, özelliği; ayrıca bir  
30 stabilize edici ajanın en azından diizosiyanat bileşiği ve karbodiimidizasyon katalizörü

ile kombine edilmesi adımını içermesi, burada stabilize edici ajanın isteğe bağlı olarak trifenilfosfit veya 2,6-di-tert-bütil-4-metil fenol içermesidir.

**9.** Önceki istemlerin herhangi birine göre bir yöntem olup, özelliği; prekürsör bileşik ve diizosiyanat bileşiğinden başka herhangi bir solvent olmadan gerçekleştirilmesidir.

5 **10.** Önceki istemlerden herhangi birine göre bir yöntem olup, özelliği; karbodiimidizasyon katalizörünün bir fosfolen bileşiği içermesidir.

**11.** Bir polikarbodiimid polimer olup, özelliği; önceki istemlerin herhangi birine göre yöntemle üretilmesidir.

## TARİFNAME

**Bir polikarbodiimid polimer hazırlama yöntemi ve bu şekilde hazırlanan polikarbodiimid polimer.**

### BULUŞUN ALANI

- 5 Mevcut buluş genel olarak bir polikarbodiimid polimer üretmeye ilişkin bir yöntem ve daha spesifik olarak moleküler ağırlık dağılımında düşük bir varyasyona sahip olan ve daha az yan ürün ile sonuçlanan bir polikarbodiimid polimer üretmeye ilişkin bir yöntem ile ilgilidir.

### İLGİLİ TEKNİĞİN AÇIKLAMASI

- 10 Polikarbodiimid ve polikarbodiimid içeren bileşimler genel olarak teknikte bilinmektedir. Polikarbodiimidler  $(N=C=N)_n$ - ile gösterilen tekrar eden yapı birimleri içermekte olup, burada n alt grubu bu yapısal birimin polikarbodiimiddeki tekrar sayısını belirtmektedir.

- Polikarbodiimidleri üretme yöntemleri de ayrıca teknikte bilinmektedir. Geleneksel polikarbodiimid üretim yöntemlerinde bir aromatik diizosiyanat gibi bir organik diizosiyanat, bir karbodiimidizasyon katalizörü mevcudiyetinde polimerize edilmektedir. Genel olarak organik diizosiyanat, karbodiimidizasyon katalizörünün mevcudiyetinde polimerize edilirken polikarbodiimid solüsyonda üretileceği şekilde bir solventte dağıtılmaktadır.

- Ancak polikarbodiimidleri solüsyonda üretmeye ilişkin geleneksel yöntemlerde polikarbodiimid tipik olarak 1.000 ila 3.000 olan belirli bir moleküler ağırlığa eriştikten sonra polikarbodiimid solüsyonda çökmekte ve/veya jelleşmektedir. Polikarbodiimid solventte çöktüğünde ve/veya jelleştiğinde polikarbodiimidin moleküler ağırlığının artmayacağı şekilde genel olarak polimerizasyon durmaktadır. Bu şekilde geleneksel yöntemler aracılığıyla üretilen polikarbodiimidler nispeten düşük moleküler ağırlığa sahip olup, bu da polikarbodiimidlerin bu polikarbodiimidlerden elde edilebilen fiziksel özelliklerin ışığında kullanılabildiği potansiyel uygulamaları büyük oranda azaltmaktadır.

- Diğer alternatif geleneksel yöntemler, polikarbodiimidlerin moleküler ağırlığını arttırmak için kullanılmıştır. Ancak bu alternatif geleneksel yöntemler genel olarak moleküler ağırlık dağıtımında yüksek varyasyona sahip olan polikarbodiimidler ile sonuçlanmaktadır. Bu yöntemler aracılığıyla üretilen polikarbodiimidlerin bu geniş

dispersitesi, bu polikarbodiimidleri kaplamalar ve boyalar gibi birçok uygulama için istenmez hale getirmektedir. Ayrıca geleneksel yöntemler aracılığıyla üretilen bu polikarbodiimidler genel olarak istenmeyen stabiliteye sahiptir.

5 EP-A-0 628 582 sayılı patent belgesi, aromatik polikarbodiimidlerin hazırlanmasını açıklarken EP-A-0 881 243 sayılı patent belgesi ayrıca bir prekürsör bileşik olarak karbodiimidin değil karbodiimidlerin hazırlanmasını açıklamaktadır.

WO-A-2013 033186 sayılı patent belgesi, yüksek moleküler ağırlıklı polikarbodiimid üretimini açıklamaktadır.

### **BULUŞUN ÖZETİ VE AVANTAJLARI**

10 Mevcut buluş, İstem 1'de ve bağımlı İstemler 2 ila 10'da tanımlandığı üzere bir polikarbodiimid polimer üretmeye ilişkin bir yöntem sağlamaktadır. Yöntem bir prekürsör bileşiği istenen bir sıcaklıkta ısıtmayı içermektedir. Yöntem ayrıca prekürsör bileşiğini, bir diizosiyanat bileşiğini ve bir karbodiimidizasyon katalizörünü bir reaksiyon karışımı oluşturmak için kombine etmeyi içermektedir. Son olarak yöntem, reaksiyon  
15 karışımını bir birinci sıcaklığa bir birinci zaman periyodu boyunca ısıtmayı, böylelikle prekürsör bileşiği ve diizosiyanat bileşiğinin polikarbodiimid polimer üretmek için karbodiimidizasyon katalizörü mevcudiyetinde reaksiyona sokulmasını içermektedir.

Mevcut buluşun yöntemi mükemmel fiziksel özelliklere sahip olan polikarbodiimid polimerler üretmektedir ve farklı uygulamalar için uygundur. Bunun ötesinde yöntem  
20 aracılığıyla üretilen polikarbodiimid polimerler moleküler ağırlık dağılımında istenen şekilde dar bir varyasyona sahip olup, bu da tekrarlanabilir ve yeniden üretilebilir polikarbodiimid polimer kalitesi ve özellikleri ve mükemmel stabilite sağlamaktadır.

### **BULUŞUN DETAYLI AÇIKLAMASI**

Mevcut buluş, İstem 1'de ve bağımlı İstemler 2 ila 10'da tanımlandığı üzere bir  
25 polikarbodiimid polimer üretmeye ilişkin bir yöntem ve İstem 11'de tanımlandığı üzere bu şekilde üretilen polikarbodiimid polimer sağlamaktadır. Mevcut buluşun polikarbodiimid polimeri mükemmel fiziksel özelliklere sahiptir ve aşağıda detaylı şekilde açıklandığı üzere farklı uygulamalar için uygundur. Örneğin polikarbodiimid polimer sentetik fiber uygulamalarında, otomotiv uygulamalarında, uzay  
30 uygulamalarında, kaplama bileşimlerinde, boyalarda ve/veya elektronik uygulamalarda kullanılabilir. Ancak polikarbodiimid polimerin bu uygulamalar ile sınırlı

olmadığı takdir edilecektir, mevcut buluşun polikarbodiimid polimeri performans polimerlerin tipik olarak kullanıldığı diğer uygulamalarda kullanılabilir.

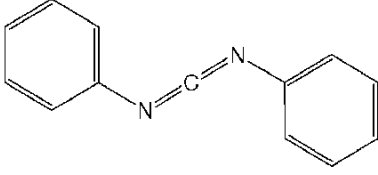
Yöntem bir prekürsör bileşiği istenen bir sıcaklıkta ısıtmayı içermektedir. Çeşitli yapılanmalarda prekürsör bileşik bir karbodiimid bileşiği, bir üretan bileşiği, bir tiyoüretan bileşiği ve bir üre bileşiği içermektedir. Prekürsör bileşik alternatif olarak bu bileşiklerin iki veya daha fazlasını içerebilmekte olup, bu da farklı ornatıklara veya işlevlere sahip olan polikarbodiimid polimerler ile sonuçlanmaktadır. Prekürsör bileşik yöntemde sentezlenebilmektedir veya başka türlü sağlanabilmekte veya elde edilebilmektedir, örn. prekürsör bileşik satışa hazır olabilmektedir. Prekürsör bileşik yöntemde sentezlendiği zaman prekürsör bileşik tipik olarak bir başlangıç bileşiğinden oluşturulmaktadır ve yöntem ayrıca istenen sıcaklıkta başlangıç bileşiğinden prekürsör bileşiğinin hazırlanması adımını içermektedir. Bu yapılanmalarda prekürsör bileşik polikarbodiimid polimer hazırlamak için geleneksel yöntemlerin aksine genel olarak bütün bileşenlerin eş zamanlı olarak karıştırılmasından önce başlangıç bileşiğinden oluşturulmaktadır. Örneğin geleneksel yöntemlerde bir başlangıç bileşiğinden bir prekürsör bileşiği ayrıca oluşturmak yerine bileşenlerin tamamı eş zamanlı kombine edilmektedir. Bu istenmeyen birçok yan ürünün üretimi ve geleneksel polikarbodiimid polimerin moleküler ağırlık dağıtımının kontrol edilmesinde zorluk ile sonuçlanmaktadır. Ancak şimdiki yöntemde prekürsör bileşik ilk önce başlangıç bileşiğinden oluşturulduğu zaman istenmeye yan ürünlerin üretimi minimize edilmektedir ve polikarbodiimid polimerin moleküler ağırlık dağıtımı üzerinde artan kontrol sağlanmaktadır.

Örneğin prekürsör bileşik tipik olarak en azından başlangıç bileşiğinin bir dimerini içermektedir. Prekürsör bileşik dimer olduğu zaman dimerin alt birimleri genel olarak bir karbodiimid bağı aracılığıyla bağlanmaktadır. Her bir prekürsör bileşik bir tekli karbodiimid bağına sahip olup, burada dimerlerin başlangıç bileşiğini içeren veya oluşturan alt birimleri tekli karbodiimid bağı aracılığıyla bağlanmaktadır. Prekürsör bileşiğin oluşumu kızıl ötesi veya diğer spektroskopik yöntemleri aracılığıyla gerçek zamanlı gözlemlenebilmektedir. Uygun prekürsör bileşiklere ilişkin spesifik örneklerin yanı sıra prekürsör bileşikleri oluşturmak için uygun başlangıç bileşiklerine ilişkin spesifik örnekler aşağıda açıklanmaktadır.

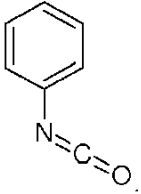
Örneğin belirli yapılanmalarda prekürsör bileşik karbodiimid bileşiğini içermektedir. Bu yapılanmalarda prekürsör bileşik  $R-N=C=N-R$  genel formülüne sahip olup, burada her

bir R bağımsız olarak seçilen bir organik gruptur. Örneğin R aromatik, alifatik, siklik ve alisiklik olabilmektedir. Prekürsör bileşik karbodiimid bileşimini içerdiği zaman prekürsör bileşikte genel olarak bir karbodiimid bağı vardır. Ek olarak bu yapılanmalarda prekürsör bileşik, bir oligomerik veya polimerik karbodiimid bileşik olmanın aksine yapısı itibarıyla monomeriktir.

Tipik olarak R, karbodiimid bileşimin iki aromatik fonksiyonel gruba sahip olacağı şekilde bir aromatik gruptur. Bu tür bir karbodiimid bileşimin spesifik bir yapılanması aşağıda sadece gösterim amaçları doğrultusunda türetilmektedir:



- 10 Yukarıda belirtildiği üzere prekürsör bileşik bir başlangıç bileşiminden oluşturulabilmektedir. Prekürsör bileşimin karbodiimid bileşimi içerdiği yapılanmalarda ve karbodiimid bileşimi başlangıç bileşiminden oluşturulduğu zaman başlangıç bileşimi tipik olarak bir monofonksiyonel izosiyanat içermektedir. Monofonksiyonel izosiyanat aromatik veya alifatik olabilmektedir ve bir tekli izosiyanat fonksiyonel grubu içermektedir. Başlangıç bileşiminin amaçları için uygun, başka bir deyişle prekürsör bileşik oluşturmak için uygun bir monofonksiyonel izosiyanata ilişkin spesifik bir örnek, hemen aşağıda sadece gösterim amaçları doğrultusunda türetilmektedir:

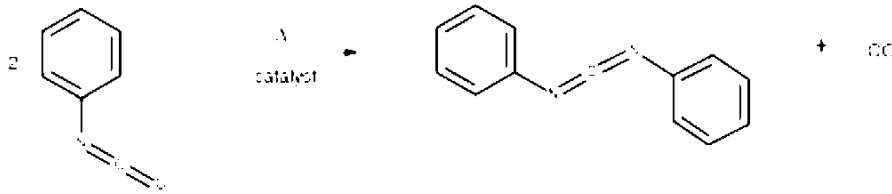


- 20 Farklı monofonksiyonel izosiyanat kombinasyonları başlangıç bileşimi olarak kullanılabilir.

- Bu yapılanmada başlangıç bileşimi bir karbodiimidizasyon reaksiyonu aracılığıyla prekürsör bileşik oluşturmak için kullanılabilir. Özellikle başlangıç bileşimi, bir karbodiimidizasyon katalizörünün mevcudiyetinde reaksiyona girebilir. Uygun karbodiimidizasyon katalizörlerine ilişkin örnekler, yöntemle atıfta bulunarak aşağıda detaylı şekilde açıklanmaktadır. Eğer istenirse başlangıç bileşimi ayrıca bir stabilize edici ajan mevcudiyetinde reaksiyona girebilir. Örneğin çeşitli yapılanmalarda

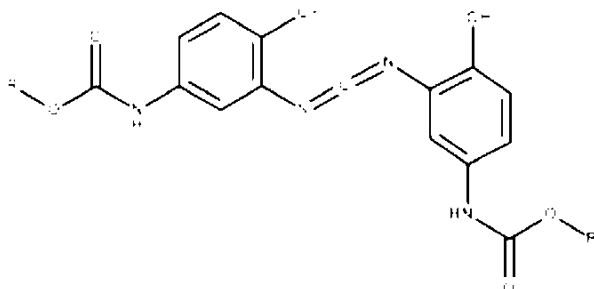
stabilize edici ajan trifenilfosfit, 2,6-di-tert-butil-4-metilfenol, bunların bir varyasyonu veya bunların kombinasyonlarını içermektedir. Prekürsör bileşik genel olarak istenen sıcaklıkta oluşturulmaktadır. Bu şekilde prekürsör bileşik yöntemde başlangıç bileşiğinden hazırlandığı zaman prekürsör bileşik genel olarak oluşumu üzerine istenen sıcaklıkta ısıtılmaktadır.

Örneğin başlangıç bileşiği monofonksiyonel izosiyanat içerdiği zaman buradan oluşan prekürsör bileşik, monofonksiyonel izosiyanatın etkili şekilde dimerize edilmesi vasıtasıyla oluşturulmaktadır. Başka bir deyişle iki monofonksiyonel izosiyanat, karbodiimid bileşiğini oluşturmak için reaksiyona girmekte olup, burada karbodiimid bileşiğindeki karbodiimid bağı, iki monofonksiyonel izosiyanatın izosiyanat gruplarını oluşturmaktadır. Başlangıç bileşiği fenil izosiyanat olduğu zaman başlangıç bileşiğinden prekürsör bileşik oluşturmaya ilişkin reaksiyonu gösteren bir reaksiyon şeması aşağıdadır:



Diğer yapılanmalarda prekürsör bileşik, ürean bileşiğini içermektedir. Bu yapılanmalarda prekürsör bileşik, RNHCO<sub>2</sub>R genel formülüne sahip olan, en az bir, tipik olarak iki ürean bağı (veya karbamat ester grupları) içermekte olup, burada her bir R bağımsız olarak seçilen bir organik gruptur. Örneğin R aromatik, alifatik, siklik, alisiklik olabilmektedir. Prekürsör bileşik karbodiimid bileşiğini içerdiği zaman prekürsör bileşikte genel olarak bir ürean bağı vardır. Prekürsör bileşik ürean bileşiği içerdiği zaman ürean bileşiği, bir oligomerik veya polimerik ürean bileşiği olmanın aksine genel olarak yapısı itibarıyla monomeriktir.

Bu tür bir ürean bileşiğine ilişkin spesifik bir yapılanma aşağıda sadece gösterim amaçları doğrultusunda türetilmektedir:

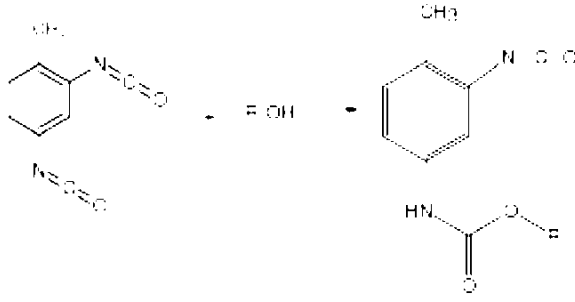


Teknikte kolaylıkla anlaşıldığı üzere yukarıdaki üretan bileşiği sadece örnek niteliğinde bir örnektir ve kullanılan üretan bileşiğinin yapısı, bunun hazırlanma yöntemleri dahil olmak üzere çeşitli faktörlere dayanabilmektedir. Yukarıdaki yapıda her bir R bağımsız olarak seçilen bir organik gruptur. Belirli yapılanmalarda R, 1 ila 20, alternatif olarak 1 ila 15, alternatif olarak 1 ila 10 karbon atomuna sahip olan bir hidrokarbil grubudur. R tipik olarak bir akil grubudur.

Yukarıda belirtildiği üzere prekürsör bileşik bir başlangıç bileşiğinden oluşturulabilmektedir. Prekürsör bileşiğin üretan bileşiği içerdiği yapılanmalarda ve üretan bileşiği başlangıç bileşiğinden oluşturulduğu zaman başlangıç bileşiği tipik olarak bir monofonksiyonel alkol içermektedir. Monofonksiyonel alkol aromatik veya alifatik olabilmektedir ve bir tekli hidroksil fonksiyonel grubu içermektedir. Tipik olarak monofonksiyonel alkol alifattır ve lineer veya dallanmıştır. Ayrıca monofonksiyonel alkol tipik olarak bir primer alkoldür. Bu yapılanmalarda uygun monofonksiyonel alkollere ilişkin spesifik örnekler metanol, etanol, n-propanol, n-bütanol, n-hekzanol, n-heptanol, n-oktanol, n-nonanol, n-dekanol ve 2-etilhekzanol gibi C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> alkollerini içermektedir. Farklı tür monofonksiyonel alkollerin kombinasyonları başlangıç bileşiği olarak kullanılabilir. Farklı tür monofonksiyonel alkoller başlangıç bileşiği olarak kullanıldığında zaman prekürsör bileşik, farklı tür monofonksiyonel alkoller ile ilişkili farklı R grupları dikkate alındığında dimer formunda olmayabilmektedir.

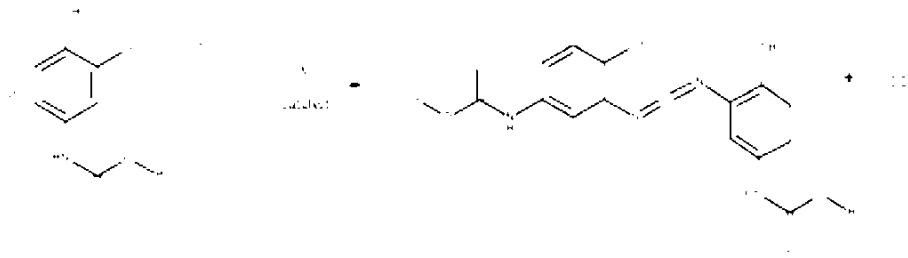
Bu yapılanmada başlangıç bileşiği bir adım adım reaksiyon aracılığıyla prekürsör bileşik oluşturmak için kullanılabilir. Özellikle başlangıç bileşiği bir ara bileşik oluşturmak için bir diizosiyanat bileşiği ile reaksiyona girebilir. Ara bileşik genel olarak bir izosiyanat grubu içermektedir. Ara bileşik daha sonra prekürsör bileşiği oluşturmak için etkili şekilde dimerize edilebilir. Uygun diizosiyanat bileşiklerine ilişkin örnekler, yönteme atıfta bulunarak aşağıda detaylı şekilde açıklanmaktadır.

Yöntem için uygun bir diizosiyanat bileşiğine ilişkin spesifik bir örnek toluen diizosiyanattır (TDI). başlangıç bileşiği, monofonksiyonel alkol içerdiğinde ve ara bileşik başlangıç bileşiğinden ve TDI'den oluştuğunda örnek teşkil edecek bir şema aşağıda gösterilmektedir:



Bu yapılanmada ara bileşik bir karbodiimidizasyon reaksiyonu aracılığıyla prekürsör bileşik oluşturmak için kullanılabilir. Özellikle ara bileşik, bir karbodiimidizasyon katalizörünün mevcudiyetinde reaksiyona girebilir. Uygun karbodiimidizasyon katalizörlerine ilişkin örnekler, yöntemde atıfta bulunarak aşağıda detaylı şekilde açıklanmaktadır. Eğer istenirse ara bileşik ayrıca bir stabilize edici ajan mevcudiyetinde reaksiyona girebilir. Çeşitli yapılanmalarda stabilize edici ajan trifenilfosfit, 2,6-di-tert-butil-4-metilfenol, bunların bir varyasyonu veya bunların kombinasyonlarını içermektedir. Prekürsör bileşik genel olarak istenen sıcaklıkta oluşturulmaktadır. Bu şekilde prekürsör bileşik yöntemde ara bileşikten hazırlandığı zaman prekürsör bileşik genel olarak oluşumu üzerine istenen sıcaklıkta ısıtılmaktadır.

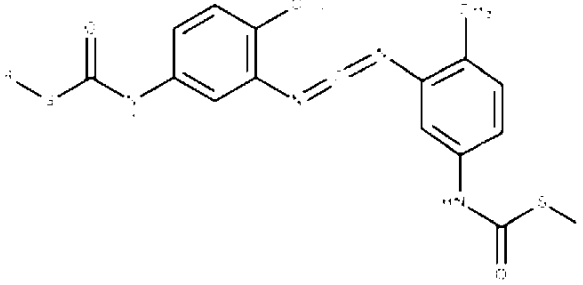
Örneğin başlangıç bileşiği monofonksiyonel alkol içerdiği zaman sonuçta buradan oluşan prekürsör bileşik, monofonksiyonel alkolün etkili şekilde dimerize edilmesi vasıtasıyla oluşturulmaktadır. Başka bir deyişle iki ara bileşik üretilen bileşiğini oluşturmak için reaksiyona girmekte olup, burada üretilen bileşiğindeki karbodiimid bağı, iki ara bileşiğin izosiyanat gruplarından oluşturulmaktadır. Ara bileşik aşağıdaki monofonksiyonel alkol ve TDI'dan oluşturulduğu zaman ara bileşikten prekürsör bileşik oluşturmak için reaksiyonu gösteren bir örnek reaksiyon şeması aşağıdadır:



Diğer yapılanmalarda prekürsör bileşik, tiyoüretan bileşiğini içermektedir. Bu yapılanmalarda prekürsör bileşik, RNHCOSR genel formülüne sahip olan, en az bir, tipik olarak iki tiyoüretan bağı içermekte olup, burada her bir R bağımsız olarak seçilen bir organik gruptur. Örneğin R aromatik, alifatik, siklik, alisiklik, vb. olabilmektedir.

Prekürsör bileşik tiyoüretan bileşimini içerdiği zaman prekürsör bileşikte genel olarak bir karbodiimid bağı vardır. Prekürsör bileşik tiyoüretan bileşimini içerdiği zaman tiyoüretan bileşimi, bir oligomerik veya polimerik tiyoüretan bileşimi olmanın aksine genel olarak yapısı itibariyle monomeriktir.

- 5 Bu tür bir tiyoüretana ilişkin spesifik bir örnek aşağıda sadece gösterim amaçları doğrultusunda türetilmektedir:

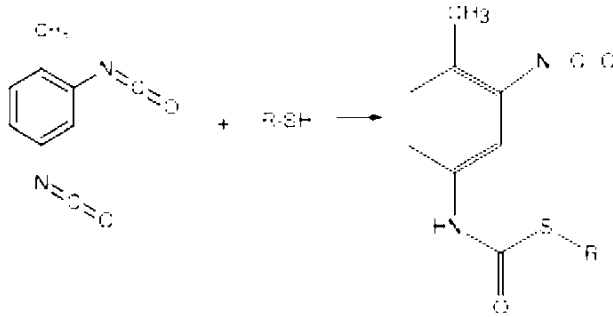


Teknikte kolaylıkla anlaşıldığı üzere yukarıdaki tiyoüretan bileşimi sadece örnek niteliğinde bir örnektir ve kullanılan tiyoüretan bileşiminin yapısı, bunun hazırlanma yöntemleri dahil olmak üzere çeşitli faktörlere dayanabilmektedir. Yukarıdaki yapıda her bir R bağımsız olarak seçilen bir organik gruptur. Belirli yapılanmalarda R, 1 ila 20, alternatif olarak 1 ila 15, alternatif olarak 1 ila 10 karbon atomuna sahip olan bir hidrokarbil grubudur. R tipik olarak bir akil grubudur.

Yukarıda belirtildiği üzere prekürsör bileşik bir başlangıç bileşiminden oluşturulabilmektedir. Prekürsör bileşimin tiyoüretan bileşimi içerdiği yapılanmalarda ve tiyoüretan bileşimi başlangıç bileşiminden oluşturulduğu zaman başlangıç bileşimi tipik olarak bir monofonksiyonel alkol içermektedir. Monofonksiyonel alkol aromatik veya alifatik olabilmektedir ve bir tekli sülfhidril fonksiyonel grubu içermektedir. Tipik olarak monofonksiyonel tiyol alifatiktir ve lineer veya dallanmıştır. Ayrıca monofonksiyonel tiyol tipik olarak bir primer tiyoldür. Bu yapılanmalarda uygun monofonksiyonel tiyollere ilişkin spesifik örnekler metanetiylol, etanetiylol, propanetiylol, bütanetiylol, hekzaetiylol, heptanetiylol, oktanetiylol, nonaetiylol, dekanetiylol, vb. gibi C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> tiyoller içermektedir. Farklı tür monofonksiyonel tiyollerin kombinasyonları başlangıç bileşimi olarak kullanılabilir. Farklı tür monofonksiyonel tiyoller başlangıç bileşimi olarak kullanıldığı zaman prekürsör bileşik, farklı tür monofonksiyonel tiyoller ile ilişkili farklı R grupları dikkate alındığında dimer formunda olmayabilmektedir.

Bu yapılanmada başlangıç bileşiği bir adım adım reaksiyon aracılığıyla prekürsör bileşik oluşturmak için kullanılabilir. Özellikle başlangıç bileşiği bir ara bileşik oluşturmak için bir diizosiyanat bileşiği ile reaksiyona girebilir. Ara bileşik genel olarak bir izosiyanat grubu içermektedir. Ara bileşik daha sonra prekürsör bileşiği oluşturmak için etkili şekilde dimerize edilebilir. Uygun diizosiyanat bileşiklerine ilişkin örnekler, yönteme atıfta bulunarak aşağıda detaylı şekilde açıklanmaktadır.

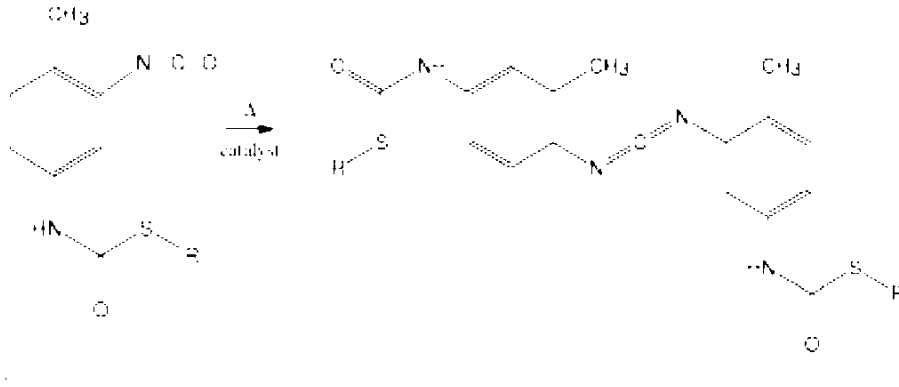
Yöntem için uygun bir diizosiyanat bileşiğine ilişkin spesifik bir örnek toluen diizosiyanattır (TDI). başlangıç bileşiği, monofonksiyonel alkol içerdiğinde ve ara bileşik başlangıç bileşiğinden ve TDI'den oluştuğunda örnek teşkil edecek bir şema aşağıda gösterilmektedir:



Bu yapılanmada ara bileşik bir karbodiimidizasyon reaksiyonu aracılığıyla prekürsör bileşik oluşturmak için kullanılabilir. Özellikle ara bileşik, bir karbodiimidizasyon katalizörünün mevcudiyetinde reaksiyona girebilir. Uygun karbodiimidizasyon katalizörlerine ilişkin örnekler, yönteme atıfta bulunarak aşağıda detaylı şekilde açıklanmaktadır. Eğer istenirse ara bileşik ayrıca bir stabilize edici ajan mevcudiyetinde reaksiyona girebilir. Çeşitli yapılanmalarda stabilize edici ajan trifenilfosfit, 2,6-di-tert-butil-4-metilfenol, bunların bir varyasyonu veya bunların kombinasyonlarını içermektedir. Prekürsör bileşik genel olarak istenen sıcaklıkta oluşturulmaktadır. Bu şekilde prekürsör bileşik yöntemde ara bileşikten hazırlandığı zaman prekürsör bileşik genel olarak oluşumu üzerine istenen sıcaklıkta ısıtılmaktadır.

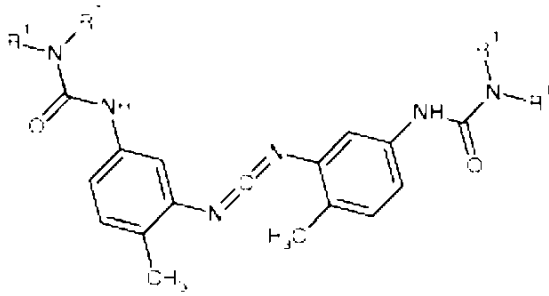
Örneğin başlangıç bileşiği monofonksiyonel tiyol içerdiği zaman sonuçta buradan oluşan prekürsör bileşik, monofonksiyonel tiyolün etkili şekilde dimerize edilmesi vasıtasıyla oluşturulmaktadır. Başka bir deyişle iki ara bileşik tiyoüretan bileşiğini oluşturmak için reaksiyona girmekte olup, burada tiyoüretan bileşiğindeki karbodiimid bağı, iki ara bileşiğin izosiyanat gruplarından oluşturulmaktadır. Ara bileşik aşağıdaki

monofonksiyonel tiyol ve TDI'dan oluşturulduğu zaman ara bileşikten prekürsör bileşik oluşturmak için reaksiyonu gösteren bir örnek reaksiyon şeması aşağıdadır:



Diğer yapılanmalarda prekürsör bileşik, üre bileşiğini içermektedir. Bu yapılanmalarda prekürsör bileşik,  $\text{CO}(\text{NR}^1\text{H})_2$  genel formülüne sahip olan, en az bir, tipik olarak iki karbamid bağı içermekte olup, burada her bir H bağımsız olarak seçilen bir organik gruptur. Örneğin R aromatik, alifatik, siklik ve alisiklik olabilmektedir. Prekürsör bileşik üre bileşiğini içerdiği zaman prekürsör bileşikte genel olarak bir karbodiimid bağı vardır. Prekürsör bileşik üre bileşiği içerdiği zaman üre bileşiği, bir oligomerik veya polimerik üre bileşiği olmanın aksine genel olarak yapısı itibariyle monomeriktir.

Bu tür bir üre bileşiğine ilişkin spesifik bir yapılanma aşağıda sadece gösterim amaçları doğrultusunda türetilmektedir:



Teknikte kolaylıkla anlaşıldığı üzere yukarıdaki üre bileşiği sadece örnek niteliğinde bir örnektir ve kullanılan üre bileşiğinin yapısı, bunun hazırlanma yöntemleri dahil olmak üzere çeşitli faktörlere dayanabilmektedir. Yukarıdaki yapıda her bir  $\text{R}^1$  bağımsız olarak H veya bağımsız olarak seçilen bir organik gruptur. Belirli yapılanmalarda  $\text{R}^1$  organik gruptur ve  $\text{R}^1$  1 ila 20, alternatif olarak 1 ila 15, alternatif olarak 1 ila 10 karbon atomuna sahip olan bir hidrokarbil grubudur.

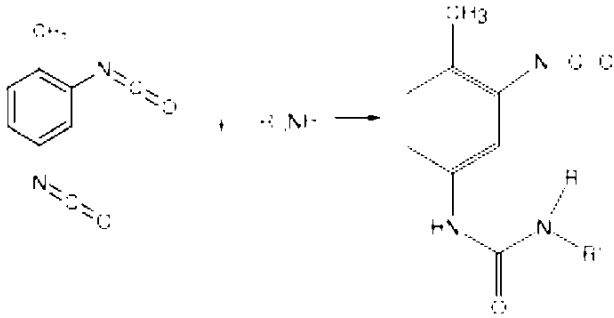
Yukarıda belirtildiği üzere prekürsör bileşik bir başlangıç bileşiğinden oluşturulabilmektedir. Prekürsör bileşiğin üre bileşiği içerdiği yapılanmalarda ve üre

bileşiđi bařlangıç bileşiđinden oluřturulduđu zaman bařlangıç bileşiđi tipik olarak bir amin bileşiđi iermektedir. Amin bileşiđi primer veya sekonder olabilmektedir, bařka bir deyiřle amin bileşiđi bir NH bađı ya da iki NH bađı ierebilmektedir. Amin bileşiđi alifatik, aromatik olabilmekte veya bađımsız olarak alifatik ve/veya aromatik olan farklı tr amin bileřikleri ierebilmektedir. Amin bileřiđi hacimli veya sterikal olarak engellenmiř olabilmektedir rn, amin bileřiđi sterikal olarak engellenmiř bir primer amin ierebilmektedir. Bu yapılanmalarda amin bileřiđi tipik olarak en az bir dallanmıř veya aromatik ornatık iermektedir.

Uygun amin bileřiklerine iliřkin rnekler tersiyer btil amin, dibtilamin, disikloheksilamin ve difenil amin iermektedir. Farklı tr amin bileřiklerinin kombinasyonları bařlangıç bileřiđi olarak kullanılabilir. Farklı tr amin bileřikleri bařlangıç bileřiđi olarak kullanıldıđı zaman prekrsr bileřik, farklı tr monofonksiyonel tiyoller ile iliřkili farklı ornatıklar dikkate alındıđında dimer formunda olmayabilmektedir.

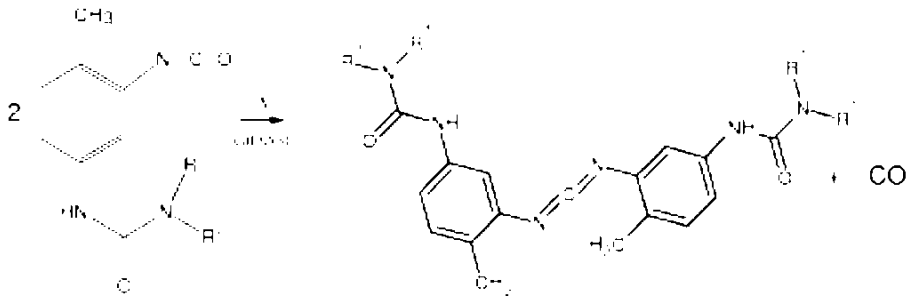
Bu yapılanmada, bařka bir deyiřle prekrsr bileřik amin bileřiđinden oluřturulduđu zaman bařlangıç bileřiđi bir adım adım reaksiyon aracılıđıyla prekrsr bileřik oluřturmak iin kullanılabilir. zellikle bařlangıç bileřiđi bir ara bileřik oluřturmak iin bir diizosiyanat bileřiđi ile reaksiyona girebilmektedir. Ara bileřik genel olarak bir izosiyanat grubu iermektedir. Ara bileřik daha sonra prekrsr bileřiđi oluřturmak iin etkili řekilde dimerize edilebilmektedir. Uygun diizosiyanat bileřiklerine iliřkin rnekler, ynteme atıfta bulunarak ařađıda detaylı řekilde aıklanmaktadır.

Yntem iin uygun bir diizosiyanat bileřiđine iliřkin spesifik bir rnek toluen diizosiyanattır (TDI). Bařlangıç bileřiđi, monofonksiyonel alkol ierdiđinde ve ara bileřik bařlangıç bileřiđinden ve TDI'den oluřtuđunda rnek teřkil edecek bir řema ařađıda gsterilmektedir:



Bu yapılanmada ara bileşik bir karbodiimidizasyon reaksiyonu aracılığıyla prekürsör bileşik oluşturmak için kullanılabilir. Özellikle ara bileşik, bir karbodiimidizasyon katalizörünün mevcudiyetinde reaksiyona girebilmektedir. Uygun karbodiimidizasyon katalizörlerine ilişkin örnekler, yöntemle atıfta bulunarak aşağıda detaylı şekilde açıklanmaktadır. Eğer istenirse ara bileşik ayrıca bir stabilize edici ajan mevcudiyetinde reaksiyona girebilmektedir. Çeşitli yapılanmalarda stabilize edici ajan trifenilfosfit, 2,6-di-tert-butil-4-metilfenol, bunların bir varyasyonu veya bunların kombinasyonlarını içermektedir. Prekürsör bileşik genel olarak istenen sıcaklıkta oluşturulmaktadır. Bu şekilde prekürsör bileşik yöntemde ara bileşikten hazırlandığı zaman prekürsör bileşik genel olarak oluşumu üzerine istenen sıcaklıkta ısıtılmaktadır.

Örneğin başlangıç bileşiği amin bileşiği içerdiği zaman sonuçta buradan oluşan prekürsör bileşik, amin bileşiğinin etkili şekilde dimerize edilmesi vasıtasıyla oluşturulmaktadır. Başka bir deyişle iki ara bileşik üre bileşiğini oluşturmak için reaksiyona girmekte olup, burada üre bileşiğindeki karbodiimid bağı, iki ara bileşiğin izosiyanat gruplarından oluşturulmaktadır. Ara bileşik aşağıdaki amin bileşiği ve TDI'dan oluşturulduğu zaman ara bileşikten prekürsör bileşik oluşturmak için reaksiyonu gösteren bir örnek reaksiyon şeması aşağıdadır:



Prekürsör bileşiğinin başlangıç bileşiğinden oluşturulduğu, yukarıda açıklanan yapılanmalarda prekürsör bileşiğini oluşturmak için kullanılan bileşenler çeşitli sıralarda veya eş zamanlı olarak kombine edilebilmektedir. Tipik olarak başlangıç bileşiği, diizosiyanat bileşiği ile reaksiyona girdiği zaman diizosiyanat bileşiği, prekürsör bileşiği oluşturmak için başlangıç bileşiğinin eklenmesinden önce istenen sıcaklıkta ısıtılmaktadır.

Kullanılan özel prekürsör bileşiğine bakılmaksızın ve prekürsör bileşiğinin başlangıç bileşiğinden oluşturulup oluşturulmadığına bakılmaksızın yöntem prekürsör bileşiğini istenen sıcaklıkta ısıtmayı içermektedir. İstenen sıcaklık 70 ila 150 °C'dir. Prekürsör bileşiğin istenen sıcaklıkta ısıtılması bir solvent mevcudiyetinde veya bir solventin

yokluğunda gerçekleştirilebilmektedir. Eğer istenirse uygun solventler toluen, ksilen ve tetrahidrofuran gibi organik solventleri içermektedir. Ancak belirli yapılanmalarda prekürsör bileşiğin ısıtılması prekürsör bileşiği, karbodiimidizasyon katalizörü ve başlangıç bileşiğinin ve/veya ara bileşiğin herhangi bir kalıntı miktarı haricinde herhangi bir solventin yokluğunda gerçekleştirilmektedir. Tipik olarak yöntem, başlangıç bileşiğinden istenen sıcaklıkta in situ oluşturmayı içermektedir.

Yöntem başlangıç bileşiğinden prekürsör bileşik oluşturmayı içerdiği zaman prekürsör bileşik tipik olarak inert, başka bir deyişle oksijenden büyük oranda muaf bir atmosferde oluşturulmaktadır. Teknikte bilinen herhangi bir inert atmosfer, reaksiyon karışımının ısıtılması adımı sırasında kullanılabilir. Tipik olarak inert atmosfer nitrojen, argon, helyum ve karbondioksit gibi bir inert gaz içermektedir.

Yöntem ayrıca prekürsör bileşiğini, bir diizosiyanat bileşiğini ve bir karbodiimidizasyon katalizörünü bir reaksiyon karışımı oluşturmak için kombine etmeyi içermektedir.

Çeşitli yapılanmalarda prekürsör bileşiğin istenen sıcaklıkta ısıtılması adımı, diizosiyanat bileşiğinin yokluğunda gerçekleştirilmektedir, ancak bir diizosiyanat bileşiği, yukarıda açıklandığı üzere prekürsör bileşik oluşturmak için kullanılabilir. Başka bir deyişle yöntem başlangıç bileşiğinden polikarbodiimid hazırlamayı içerdiği zaman prekürsör bileşik genel olarak polikarbodiimid polimeri oluşturmak için diizosiyanat ile kombine edilmeden önce oluşturulmaktadır. Daha spesifik olarak belirli yapılanmalarda prekürsör bileşik oluşturmak için diizosiyanat bileşik, eğer mevcutsa, oluşumu sırasında prekürsör bileşik ile birlikte hiç diizosiyanat bileşiği kalıntı miktarı olmayacak şekilde tam olarak tüketilmektedir. Bu yapılanmalarda diizosiyanat bileşiği ayrıca prekürsör bileşik oluşturmak için kullanıldığı zaman ilave bir miktar diizosiyanat bileşiği yöntemde kullanılmakta ve polikarbodiimid polimer oluşturmak için prekürsör bileşik ile kombine edilmektedir.

Şimdiki yöntemde prekürsör bileşik, polikarbodiimid polimer oluşturulmadan önce in situ elde edilmekte veya kullanılmakta veya oluşturulmaktadır. Bu durum çeşitli reaktantların geleneksel polikarbodiimidleri oluşturmak için tek bir adımda birlikte kombine edildiği geleneksel yöntemlerden ayrılmaktadır. Örneğin şimdiki yöntem, sadece isteğe bağlı olarak fenil izosiyanat gibi bir kaplama ajanı ile kombinasyon halinde diizosiyanat bileşiğini ve bir karbodiimidizasyon katalizörünü kombine edebilen geleneksel yöntemlerden ayrılmaktadır. Daha spesifik olarak bu tür geleneksel

yöntemlerde oluşturulduğu şekilde geleneksel polikarbodiimidin kaplanmasını kontrol etmek zordur veya imkansızdır, bu da karşılığında geleneksel yöntemler aracılığıyla geleneksel polikarbodiimidlerin moleküler ağırlık dağıtımını kontrol etmeyi zor veya imkansız kılmaktadır. Bunun aksine şimdiki yöntemde polikarbodiimid genel olarak bir karbodiimid bağı içermektedir ve polikarbodiimid polimer bu karbodiimid bağında büyümektedir. Bu şekilde prekürsör bileşik son olarak aşağıda detaylı şekilde açıklandığı üzere polikarbodiimid polimerin her bir terminalini kaplamak için kullanılmaktadır. Prekürsör bileşik ile kaplama polikarbodiimid polimerin moleküler ağırlığın kontrol etme kabiliyetine göre belirli avantajlar sağlamakta olup bu da moleküler ağırlık dağılımındaki varyasyonları azaltmaktadır. Şimdiki yöntem ayrıca üre bağları guanidin dallanmış yapılar ve/veya ürean iminler gibi geleneksel yöntemler ile ilişkili istenmeyen yan ürünleri azaltmaktadır. Bu, jel permeasyon kromatografisi veya diğer spektroskopik yöntemler aracılığıyla kolaylıkla onaylanabilmektedir.

Diizosiyanat bileşiği, iki izosiyanat-fonksiyonel grubunu içermektedir ve alifatik, aromatik veya bunların kombinasyonları olabilmektedir. Alifatik diizosiyanat bileşiklerine ilişkin spesifik örnekler izoforon diizosiyanatları (IPDI), heksametilen diizosiyanatları (HDI), disikloheksilmetan diizosiyanatları (HDMI), sikloheksil diizosiyanatları (CHDI), tetrametilksilen diizosiyanatları (TMXDI) ve bunların kombinasyonlarını aynı zamanda bu alifatik diizosiyanat bileşiklerinin herhangi bir izomerini içermektedir. Tipik olarak ayrıca diizosiyanat bileşiği bir aromatik diizosiyanat bileşiğidir.

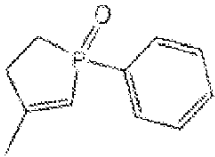
Diizosiyanat bileşiklerinin spesifik örnekleri difenilmetan diizosiyanatları (MDI); polimerik difenilmetan diizosiyanatları (pMDI), toluen diizosiyanatları (TDI), naftalen diizosiyanatları (NDI), tolidin diizosiyanatları (TODI) ve bunların kombinasyonlarını aynı zamanda bunların aromatik diizosiyanat bileşiklerini içermektedir. Belirli yapılanmalarda diizosiyanat bileşiği aromatik diizosiyanat bileşiği içerdiği zaman diizosiyanat bileşiği bir orto-ornatılmış izosiyanat grubuna sahiptir. Diizosiyanat bileşiğindeki orto-ornatımı, yöntem aracılığıyla oluşturulan polikarbodiimid polimerin stabilitesini arttırmaktadır.

Belirli yapılanmalarda diizosiyanat bileşiği toluen diizosiyanat (TDI) içermektedir. Bu yapılanmalarda diizosiyanat bileşiği iki toluen diizosiyanatın (TDI) izomerini içerebilmektedir, başka bir deyişle diizosiyanat bileşiği 2,4-toluen diizosiyanat (2,4-TDI) veya 2,6-toluen diizosiyanat (2,6-TDI) içerebilmektedir. Alternatif olarak

diizosiyanat bileşiđi bu izomerlerin bir karışımını içerebilmektedir, başka bir deyişle diizosiyanat bileşiđi hem 2,4-toluen diizosiyanat (2,4-TDI) hem de 2,6-toluen diizosiyanat (2,6-TDI) içerebilmektedir. Mevcut buluşun amaçları için uygun ticari olarak bulunabilen bir diizosiyanat bileşiđine ilişkin spesifik bir örnek, ticari olarak 5 Florham Park, New Jersey'deki BASF Corporation'da ticari olarak bulunabilen Lupranate® T-80'dir. Dikkate değer şekilde Lupranate® T-80 bir 2,4-toluen diizosiyanat (2,4-TDI) ve 2,6-toluen diizosiyanatın (2,6-TDI) bir karışımını içermektedir. Belirli yapılanmalarda diizosiyanat bileşiđi esasen, alternatif olarak TDI'dan oluşmaktadır. Genel olarak diizosiyanat bileşiđi, diizosiyanat bileşiđinde bulunan 10 izosiyanatın toplam ağırlığına dayanarak ağırlıkça yüzde 95'den daha fazla, alternatif olarak % 96'dan fazla, alternatif olarak % 98'den fazla, alternatif olarak % 99'dan fazla bir miktarda TDI içermektedir. Alternatif olarak diizosiyanat bileşiđi, metilen difenil diizosiyanat (MDI) içerebilmektedir. Bunların uygun izomerleri 2,2'-MDI, 2,4'-MDI, 4,4'-MDI ve bunların kombinasyonlarını içermektedir. Farklı tür diizosiyanatların 15 kombinasyonları örn, TDI ile kombinasyon halinde MDI kullanılabilir.

Karbodiimidizasyon katalizörü, bir polikarbodiimid üretmeye yönelik teknikte uzman kişiler tarafından bilinen herhangi bir karbodiimidizasyon katalizörü olabilmektedir. Genel olarak karbodiimidizasyon katalizörü tersiyer amidler, bazik metal bileşikleri, 20 karboksilik asit metal tuzları ve/veya bazik olmayan organometalik bileşiklerden oluşan gruptan seçilmektedir. Belirli yapılanmalarda, karbodiimidizasyon katalizörü bir fosforlu bileşik içermektedir.

Karbodiimidizasyon katalizörünün amaçları için uygun fosforlu bileşiklere ilişkin spesifik örnekler 3-metil-1-fenil-2-fosfolen oksit, 1-fenil-2-fosfolen-1-oksit, 3-metil-1-2-fosfolen-1-oksit, 1-etil-2-fosfolen-1-oksit, 3-metil-1-fenil 1-2-fosfolen-1-oksit gibi 25 fosfolen oksitleri ve 3-fosfolen izomerlerini içermektedir. Özellikle uygun bir fosfolen oksit 3-metil-1-fenil-2-fosfolen oksittir. Sadece gösterim amacıyla 3-metil-1-fenil-2-fosfolen oksit aşağıdaki yapı ile gösterilmektedir:



Karbodiimidizasyon katalizörünün amaçları için uygun fosforlu bileşiklere ilişkin ilave 30 örnekler fosfatları, diaza- ve oksaza fosfolenleri ve fosforinlanları içermektedir ancak

bunlarla sınırlı değildir. Bu tür fosforlu bileşiklere ilişkin spesifik örnekler fosfat esterleri ve trimetil fosfat, trietil fosfat, tribütil fosfat, tri-2-etilhekzil fosfat, tribütoksietil fosfat, trioleil fosfat, triksilenil fosfat, kresil difenil fosfat, ksilenil difenil fosfat ve 2-etilhekzildifenil fosfat gibi diğer fosfatları; metil asit fosfat, etil asit fosfat, izopropil asit fosfat, bütül asit fosfat, 2-etilhekzil asit fosfat, izodesil asit fosfat, lauril asit fosfat, izotridesil asit fosfat, miristil asit fosfat, izostearil asit fosfat ve oleil asit fosfat gibi asidik fosfatları; trifenil fosfit, tri(p-kresil) fosfit, tris(nonilfenil) fosfit, triizooktil fosfit, difenilizodesil fosfit, fenildiizodesil fosfit, triizodesil fosfit, tristearil fosfit ve trioleil fosfit gibi tersiyer fosfitleri; di-2-etilhekzil hidrojen fosfit, dilauril hidrojen fosfit ve dioleil hidrojen fosfit ibi sekonder fosfitleri ve trietilfosfin oksit, tribütilfosfin oksit, trifenilfosfin oksit, tris(klorometil)fosfin oksit ve tri(klorometil)fosfin oksit gibi fosfin oksitleri içermektedir. Fosfat esterleri içeren karbodiimidizasyon katalizörleri ve bunların hazırlanma yöntemleri U.S. 3,056,835 sayılı patent belgesinde açıklanmaktadır.

Yine başka örneklerde karbodiimidizasyon katalizörü 1-fenil-3-metil fosfolen oksit, 1-benzil-3-metil fosfolen oksit, 1-etil-3-metil fosfolen oksit, -fenil-3-metil fosfolen diklorür, 1-benzil-3-metil fosfolen diklorür, 1-etil-3-metil fosfolen diklorür, 1-fenil-3-metil fosfolen sülfid, 1-fenil-3-metil fosfolen sülfid, 1-benzil-3-metil fosfolen sülfid, 1-etil-3-metil fosfolen sülfid, 1-fenil-1-fenilimino-3-metil fosfolen oksit, 1-benzil-1-fenilimino-3-metil fosfolen oksit 1-etil-1-fenilimmo-3-metil fosfolen oksit, 1-fenil fosfolidin, 1-benzil fosfolidin, 1-etil fosfolidin, ve 1-fenil-3-metil fosfolen oksit içermektedir.

Karbodiimidizasyon katalizörü alternatif olarak diaza- ve oksaza-fosfolenleri ve fosforinanları içerebilmektedir. Diaza- ve oksaza- fosfolenler ve fosforinanlar ve bunların hazırlama yöntemleri U.S. 3,522,303 sayılı patent belgesinde açıklanmaktadır. Spesifik diaza- ve oksaza- fosfolenler ve fosforinanlar 2-etil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit; 2-klorometil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit; 2-triklorometil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit; 2-fenil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit; 2-fenil-1,3-dimetil-1,3,2-diaza-fosforinan-2-oksit; 2-benzyl-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit; 2-allyl-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit; 2-bromometil- 1,3-dimetil- 1,3,2-diazafosfolan-2-oksit; 2-siklohekzil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit; 2-siklohekzil-1,3-dimetil-1,3,2-diafosfolan-2-oksit; 2-(2-etoksietil)1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit ve 2-naftil-1,3-dimetil-1,3,2-diazafosfolan-2-oksit, trietil fosfat ve heksametil fosforamid içermektedir.

Karbodiimidizasyon katalizörü bir triaril arsin içerebilmektedir. Triasil arsinler ve bunların hazırlama yöntemleri U.S. 3,404,198 sayılı patent belgesinde açıklanmaktadır. Triaril arsinlere ilişkin spesifik örnekler trifenilarsin, tris(p-tolil)arsin, tris(p-metoksifenil)arsin, tris(p-etoksifenil)arsin, tris(p-klorofenil)arsin, tris(p-florofenil)arsin, tris(2,5-ksilil)arsin, tris(p-siyanofenil)arsin, tris(1-naftil)arsin, tris(p-metilmerkaptofenil)arsin, tris(p-bifenilil)arsin, p-klorofenil bis(p-tolil)arsin ve fenil(p-klorofenil)(p-bromofenil)arsin içermektedir. İlave arsin bileşikleri U.S. 4,143,063 sayılı patent belgesinde açıklanmaktadır. Bu arsin bileşiklerine ilişkin spesifik örnekler trifenilarsin oksit, trietilarsin oksit ve polimer bağlı arsin oksit içermektedir.

10 Ayrıca karbodiimidizasyon katalizörü asetiasetonun metalik türevlerini içerebilmektedir. Asetilasetonun metalik türevleri ve yöntemler U.S. 3,152,131 sayılı patent belgesinde açıklanmaktadır. Asetilasetonun metalik türevlerine ilişkin spesifik örnekler berilyum, alüminyum, zirkonyum, krom ve demir türevlerinin metalik türevlerini içermektedir.

15 Karbodiimidizasyon katalizörüne ilişkin ilave örnekler bir d-grubu geçiş elementinden türetilen metal komplekslerini ve karbon monoksit, nitrik oksit, hidrokarbilizosiyanitler, trihidrokarbilfosfin, trihidrokarbilarsin, trihidrokarbilstilbin ve dihidrokarilsülfitten oluşan gruptan seçilen  $\pi$ -bağlama ligandını içermekte olup, burada her bir örnekteki hidrokarbil, kompleksteki  $\pi$ -bağlama ligandlarının en azından birinin  
20 hidrokarbilizosiyanit veya karbon monoksit olması koşuluyla 1 ila 12 karbon atomu içermektedir. Bu metal kompleksleri ve bunların hazırlama yöntemleri U.S. 3,406,197 sayılı patent belgesinde açıklanmaktadır. Metal komplekslerine ilişkin spesifik örnekler demir pentakarbonil, di-demir pentakarbonil, tungsten heksakarbonil, molibdenyum heksakarbonil, krom heksakarbonil, dimanganez dekakarbonil, nikel tetrakarbonil,  
25 rutenyum pentakarbonil ve demir tetrakarbonil:metilizosiyanit kompleksini içermektedir.

Karbodiimidizasyon katalizörü organotin bileşiklerini içerebilmektedir. Organotin bileşiklerine ilişkin spesifik örnekler dibütin dilaurat, dibütin diasetat, dibütin di(2-  
30 etilhekzanoat), dioktiltin dilaurat, dibütin maleat, di(n-oktil)tin maleat, bis(dibütinasetoksin) oksit, bis(dibütinlauroyloksitin) oksit, dibütin dibutoksin, dibütin dimetoksin, dibütin disalisilat, dibütin bis(izooktilmaleat), dibütin bis(izopropilmaleat), dibütin oksit, tribütin asetat, tribütin izoproil sükkinat, tribütin linoleat, tribütin nikotinat, dimetiltin dilaurat, dimetiltin oksit, diotiltin oksit, bis(tribütin) oksit, difeniltin

oksit, trifeniltin asetat, tri-n-propiltin asetat, tri-n-propiltin laurat ve bis(tri-n-propiltin) oksit, dibütülin dilauril merkaptid, dibütülin bis(izooktilmerkaptasetat), bis(trifeniltin)oksit, kalaylı oksalat, kalaylı oleat, kalaylı naftenat, kalaylı asetat, kalaylı bütirat, kalaylı 2-etilhekzanoat, kalaylı laurat, kalaylı palmitat ve kalaylı stearat içermektedir ancak bunlarla sınırlı değildir. Tipik organotin bileşikleri kalaylı oksalat, kalaylı oleat ve kalaylı 2-etilhekzanoat, dibütülin diasetat, dibütülin dilaurat, dibütülin dilaurilmerkaptid, dibütülin bis(izooktilmerkaptasetat), dibütülin oksit, bis(trifeniltin) oksit ve bis(tri-n-bütültin) oksit içermektedir.

Ayrıca karbodiimidizasyon katalizörü çeşitli organik ve metal karben komplekslerini, titanyum(IV) komplekslerini, bakır(I) ve bakır(II) komplekslerini içerebilmektedir.

Prekürsör bileşik, diizosiyanat bileşiği ve karbodiimidizasyon katalizörü herhangi bir sırada ve çeşitli yöntemler aracılığıyla kombine edilebilmektedir. Örneğin belirli yapılanmalarda karbodiimidizasyon katalizörü ve diizosiyanat bileşiği sadece prekürsör bileşiğin istenen sıcaklığa ısıtıldığı bir kapa eklenmektedir. Karbodiimidizasyon katalizörü ve diizosiyanat bileşiği ayrı ayrı eklenebilmektedir veya bir karışım olarak birlikte eklenebilmektedir. Bunlar özellikle prekürsör bileşik yöntemde in situ oluşturulduğu zaman prekürsör bileşik ile birlikte bulunan en azından bazı karbodiimidizasyon katalizörleri olabildiğinden dolayı diizosiyanat bileşiğinin eklenmesi sadece reaksiyon karışımı oluşturmak için gereklidir. Ancak prekürsör bileşik ile birlikte bulunan en azından bir karbodiimidizasyon katalizörü varsa karbodiimidizasyon katalizörünün ilave bir miktarı kullanılabilir.

Reaksiyon karışımının bağıl miktarları değişiklik gösterebilmektedir. Belirli yapılanmalarda reaksiyon karışımında kullanılan karbodiimidizasyon katalizörünün toplam miktarı, reaksiyon karışımının toplam ağırlığına bağlı olarak ağırlıkça yüzde 0'dan büyük ila 2, alternatif olarak yüzde 0,0001 ila 1,5, alternatif olarak yüzde 0,001 ila 1,0, alternatif olarak yüzde 0,01 ila 0,5, alternatif olarak yüzde 0,05 ila 0,25'tir. Karbodiimidizasyon katalizörünün miktarı, çeşitli isteğe bağlı bileşenlerin bulunmasına veya bulunmamasına bağlı olarak değişiklik gösterebilmektedir. Bu bağlamda yukarıdaki değerler solventten muaf olan reaksiyon karışımı ile ilgilidir. Prekürsör bileşik ve diizosiyanat bileşiği genel olarak benzer miktarlarda kullanılmaktadır ve reaksiyon karışımının (herhangi bir reaksiyon ürünü veya reaksiyondan kısmi reaksiyon ürünleri ile birlikte) dengesini sağlamaktadır. Stabilize edici ajan prekürsör bileşik ile birlikte bulunabilmektedir veya ilave bir miktar stabilize edici ajan reaksiyon

karışımını oluşturmak için diizosiyanat bileşiği ile birlikte eklenebilmektedir. Genel olarak eğer kullanılırsa stabilize edici ajan karbodiimidizasyon katalizörüne benzer bir miktarda bulunmaktadır.

5 Yöntem ayrıca reaksiyon karışımını bir birinci sıcaklığa bir birinci zaman periyodu boyunca ısıtmayı, böylelikle prekürsör bileşiği ve diizosiyanat bileşiğinin polikarbodiimid polimer üretmek için karbodiimidizasyon katalizörü mevcudiyetinde reaksiyona sokulmasını içermektedir.

10 Birinci sıcaklık istenen sıcaklık ile aynı veya bundan farklıdır. İstenen sıcaklık ve birinci sıcaklıktan her biri bağımsız olarak 70 ila 150 °C'dir. İstenen sıcaklık ve birinci sıcaklık bağımsız olarak bu aralıkta seçilirse istenen sıcaklığın ve birinci sıcaklığın aynı değere sahip olması gerekmez örn, istenen sıcaklık 75 °C i ken birinci sıcaklık 140 °C'dir.

15 Genel olarak yöntem aynı kapta gerçekleştirilmektedir. Orneğin yöntem prekürsör bileşiği oluşturmayı içeriyorsa prekürsör bileşik kapta istenen sıcaklıkta oluşturulabilmektedir. Örn, IR spektroskopi gibi spektroskopi yöntemleri aracılığıyla gözlemlenebilen prekürsör bileşik oluşumu üzerine diizosiyanat bileşiği kaba dağıtılabilmektedir. Alternatif olarak belirli yapılanmalarda örneğin prekürsör bileşik başlangıç bileşiğinden oluşturulduğu zaman, başlangıç bileşiği monofonksiyonel alkol içerdiği zaman diizosiyanat bileşiği prekürsör bileşik ile birlikte kolaylıkla bulunabilmektedir. Bu yapılanmalarda prekürsör bileşiğin oluşumundan sonra ilave 20 miktarlarda diizosiyanat bileşiği kullanılabilir. Benzer şekilde karbodiimidizasyon katalizörü prekürsör bileşik oluşturmak için kullanılabilir ve karbodiimidizasyon katalizörünün kalıntı miktarları polikarbodiimid polimer hazırlamak için yeterli olabilmektedir veya ilave miktarlarda karbodiimidizasyon katalizörü kullanılabilir. Elbette prekürsör bileşik eğer istenirse polikarbodiimid bileşiğinin 25 oluşumundan önce hazırlanabilmekte ve alınabilmekte, kaptan saflaştırılabilmekte, izole edilebilmekte veya depolanabilmektedir.

Verimlilik için bazı yapılanmalarda prekürsör bileşiğin, diizosiyanat bileşiğinin ve karbodiimidizasyon katalizörünün reaksiyon karışımı oluşturmak için kombine edilmesi istenen sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir. Bu, yöntemin sabit bir istenen sıcaklıkta 30 gerçekleştirilmesine olanak sağlamaktadır. Alternatif olarak reaksiyon karışımı oda sıcaklığında oluşturulabilmekte ve sonrasında birinci sıcaklığa ısıtılabilmektedir.

Reaksiyon karışımının birinci sıcaklıkta ısıtılması, bir solvent mevcudiyetinde veya bir solventin yokluğunda gerçekleştirilebilmektedir. Eğer istenirse uygun solventler toluen, ksilen, tetrahidrofuran, vb. gibi organik solventleri içermektedir. Ancak belirli yapılanmalarda reaksiyon karışımının ısıtılması prekürsör bileşik, karbodiimidizasyon katalizörü, diizosiyanat bileşiği ve isteğe bağlı olarak stabilize edici ajandan başka herhangi bir solventin yokluğunda gerçekleştirilmektedir.

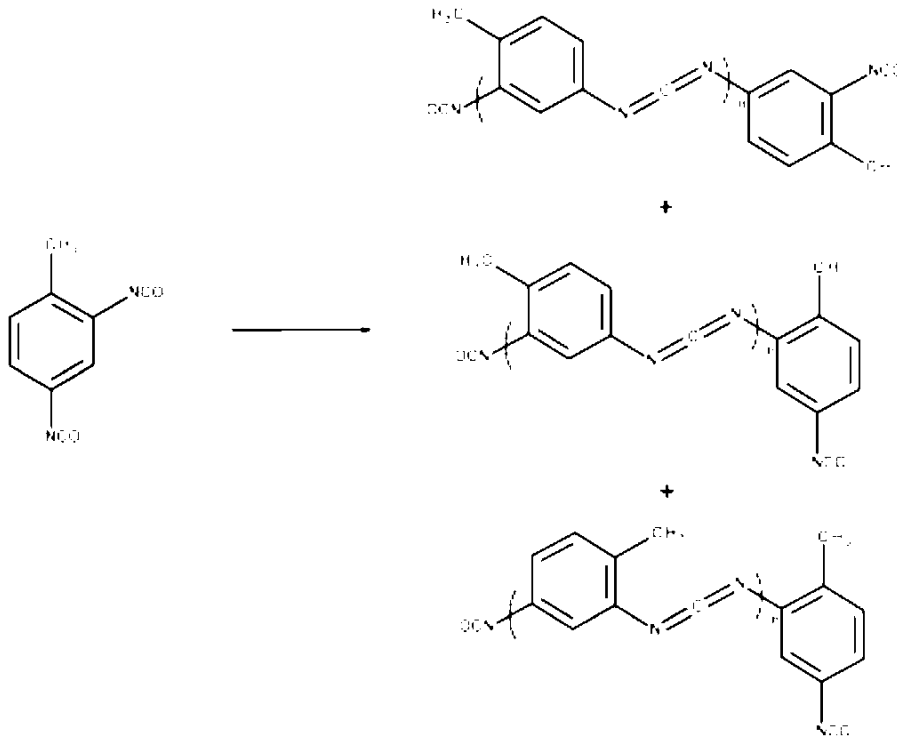
Yukarıda belirtildiği üzere reaksiyon karışımı birinci zaman periyodu boyunca birinci sıcaklıkta ısıtılmaktadır. Reaksiyon karışımının birinci sıcaklıkta ısıtıldığı birinci zaman periyodu genel olarak reaksiyon karışımının çökmesi, jelleşmesi ve/veya bulanık hale gelmesi için yeterlidir. Orneğin reaksiyon karışımı tipik olarak sarı bir tona sahip olan saydam (başka bir deyişle optik olarak temiz) bir sıvıdır. Ayrıca birinci zaman periyodu reaksiyon karışımının çökmesi, jelleşmesi ve/veya bulanık hale gelmesi için yeterlidir. Genel olarak reaksiyon karışımının bulanıklığı zamanla artmaktadır, başka bir deyişle bulanıklık ve zaman doğrudan orantılıdır. Başka bir deyişle reaksiyon karışımı tipik olarak zaman ilerledikçe bulanık hale gelmektedir. Reaksiyon karışımı mevcut buluşun kapsamından ayrılmaksızın çeşitli bulanıklık derecelerine sahip olabilmektedir. Benzer şekilde birinci zaman periyodu, reaksiyon karışımının hafif bulanık hale gelmesi için yeterli zaman periyodu ile sınırlı değildir. Aksine birinci zaman periyodu, reaksiyon karışımının hafif bulanık hale gelmesi için yeterli zaman periyodundan fazla olabilmektedir. Başka bir deyişle birinci zaman periyodu, mevcut buluşun kapsamından ayrılmaksızın reaksiyon karışımının reaksiyon çöktükten, jelleştikten ve/veya bulanık hale geldikten sonra bile birinci sıcaklıkta ısıtılacağı şekilde seçilebilmektedir.

Reaksiyon karışımının ısıtılması adımı tipik olarak inert bir atmosferde, başka bir deyişle büyük oranda oksijenden muaf bir atmosferde gerçekleştirilebilmektedir. Teknikte bilinen herhangi bir inert atmosfer, reaksiyon karışımının ısıtılması adımı sırasında kullanılabilir. Tipik olarak inert atmosfer nitrojen, argon, helyum ve karbondioksit gibi bir inert gaz içermektedir.

Teknikte kolaylıkla anlaşılacağı üzere reaksiyonun ısıtılması adımı sırasında karbondioksit gazı salınmakta olup, bu da genel olarak polikarbodiimid polimerin oluşumu ile ilişkilidir. Spesifik olarak karbondioksit, izosiyanat bileşeninde bulunan -N=C=O grupları -N=C=N- bağları oluşturmak için birbiriyle reaksiyona girdiği zaman oluşan bir yan üründür.

Diizosiyanat bileşiğinin polimerizasyonunu gösteren bir reaksiyon karışımı aşağıda verilmektedir. Aşağıdaki reaksiyon şemasında diizosiyanat bileşik çeşitli polikarbodiimid omurgaları üretmek için bir karbodiimidizasyon katalizörünü mevcudiyetinde reaksiyona giren 2,4-toluen diizosiyanat (2,4-TDI) içermektedir.

- 5 Aşağıdaki reaksiyon şemasının polikarbodiimid omurgalarında n, belirli polikarbodiimidin moleküler ağırlığına bağlı bir tam sayıdır. Prekürsör bileşik genel olarak polikarbodiimid polimeri oluşturmak için terminal izosiyanat gruplarını kapsamaktadır.

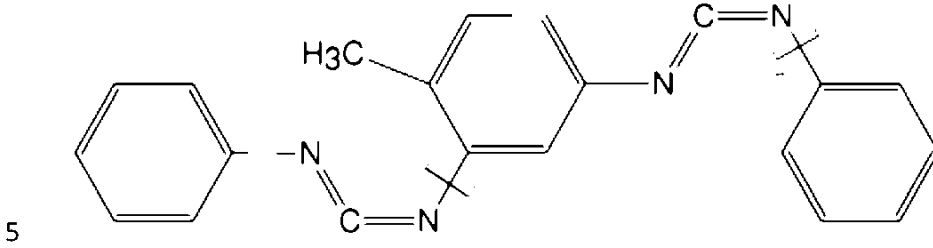


- 10 Yukarıdaki reaksiyon şeması sadece diizosiyanat bileşiğinin polimerizasyonu ile ilgiliyken şimdiki yöntemde diizosiyanat bileşiğinin prekürsör bileşik ile ve bunun mevcudiyetinde reaksiyona girdiği takdir edilecektir.

- Birinci zaman periyodu 0'dan büyük ila 18, alternatif olarak 0 ila 12, alternatif olarak 1 ila 10, alternatif olarak 2 ila 8 saattir. Birinci zaman periyodu kullanılan belirli prekürsör bileşik ve reaksiyon karışımının ısıtıldığı birinci sıcaklık gibi çeşitli faktörlere bağlı bu aralıklarda değişiklik gösterebilmektedir.

- Polikarbodiimid polimerin yapısı, kullanılan prekürsör bileşiğe bağlıdır. Özellikle yukarıda belirtildiği üzere prekürsör bileşik genel olarak polikarbodiimid polimeri kaplamaktadır. Bu şekilde polikarbodiimid polimer kaplamaları genel olarak özellikle prekürsör bileşik dimer olduğu zaman prekürsör bileşiğin alt birimleridir.

Örneğin spesifik bir yapılanmada prekürsör bileşik karbodiimid bileşiği içerdiği zaman (ve bu durumda bir difenilkarbodiimid bileşik) ve diizosiyanat bileşik TDI (ve bu durumda 2,4-TDI) içerdiği zaman polikarbodiimid sadece gösterim amaçları için olan aşağıdaki yapıya sahip olabilmektedir:



burada n indisi, polikarbodiimid polimerdeki tekrar eden birimlerin sayısını temsil etmektedir. Alternatif olarak spesifik bir yapılanmada prekürsör bileşik üretan bileşiği içerdiği zaman ve diizosiyanat bileşik 2,4-TDI içerdiği zaman polikarbodiimid sadece gösterim amaçları için olan aşağıdaki yapıya sahip olabilmektedir:

10 [https://data.epo.org/publication-](https://data.epo.org/publication-server/image?imageName=imgb0015&docId=5824014)

server/image?imageName=imgb0015&docId=5824014 burada her bir R, prekürsör bileşiği oluşturmak için kullanılan özel alkole bağlı olarak bağımsız olarak seçilen bir organik gruptur ve n indisi, polikarbodiimid polimerdeki tekrar eden birimlerin sayısını temsil etmektedir.

15 Eğer istenirse meydana gelen polikarbodiimid polimer izole edilebilmekte, bir solvent içinde çözünebilmekte ve bir bileşim içine dahil edilebilmektedir.

Bileşim formunda polikarbodiimid ile birlikte bulunabilen diğer bileşenlerin ilave örnekleri adhezyon promotörleri, UV stabilize edicileri, renklendiricileri, alev geciktiricileri, dolgu maddelerini, tiyotropik ajanları ve seyrelticileri içermektedir.

20 Yöntem aracılığıyla oluşturulan polikarbodiimid polimer çeşitli ve farklı endüstrilerde kullanılabilir. Örneğin polikarbodiimid polimer elektrik ve elektronik paketleme uygulamalarında kullanılabilir. Polikarbodiimid polimerin kullanılabilirdiği elektrik ve elektronik paketleme uygulamalarına ilişkin örnekler tel ve kablo bantlarını; sargılar, mıknatıslı tel, transformatörler ve kapasitörler için izolasyonları; esnek basılı devreler için substratları; fotovoltaik hücreler için filmleri ve manyetik ve basınca duyarlı bantları içerebilir. Polikarbodiimid polimer ayrıca sentetik fiber uygulamalarında kullanılabilir. Ek olarak polikarbodiimid polimer otomotiv ve uzay endüstrisinde kullanılabilir. Örneğin polikarbodiimid polimer mükemmel ısı direnci ışığında makine içi uygulamalarda kullanılabilir. Benzer şekilde polikarbodiimid polimer

25

o-halka sızdırmazlık elemanlarında ve contalarda kullanılabilir ve yakıt hatlarında kullanılabilir. Ayrıca polikarbodiimid polimer kaplama bileşimlerinde ve/veya boyalarda kullanılabilir.

5 Ekteki istemlerin detaylı açıklamasının belirli bileşikleri, bileşimleri veya açıklanan yöntemleri ile kısıtlanmamakta olduğu, ekteki istemlerin kapsamı içine giren özel yapılanmalar arasında değiştirilebildiği anlaşılacaktır. Çeşitli yapılanmaların belirli özelliklerini veya yönlerini açıklamak için güvenilen herhangi bir Markush grubuna atıfta bulunarak bütün diğer Markush elemanlarından bağımsız ilgili Markush grubunun her bir elemanından farklı, özel ve/veya beklenmedik sonuçların elde edilebildiği takdir  
10 edilecektir. Bir Markush grubunun her bir elemanı münferit olarak ve/veya kombinasyon halinde olabilmektedir ve ekteki istemlerin kapsamı içinde spesifik yapılanmalar için doğru destek sağlamaktadır.

Ayrıca mevcut buluşun çeşitli yapılanmalarını açıklamakta güvenilen herhangi bir aralığın ve alt aralığın bağımsız olarak ve toplu olarak ekteki istemlerin kapsamına  
15 girdiği anlaşılacaktır ve bu değerler burada açık bir şekilde yazılmasa bile buradaki tam ve/veya fraksiyonel değerler dahil olmak üzere bütün aralıkları açıkladığı ve kapsadığı anlaşılacaktır. Teknikte uzman bir kişi listelenen aralıkların ve alt aralıkların mevcut buluşun yapılanmalarını yeterince açıkladığını ve bunları sağladığını ve bu aralıkların ve alt aralıkların ayrıca ilgili yarımlara, üçte bire, dörtte bire, beşlere ve benzeri şekilde  
20 tasvir edildiğini kolaylıkla ayırt etmektedir. Sadece bir örnek olarak "0,1 ila 0,9" aralığı ayrıca aşağı yönde üçte bire, başka bir deyişle 0,1 ila 0,3, bir ara üçte bire, başka bir deyişle 0,4 ila 0,6 ve bir yukarı yönde üçte bire, başka bir deyişle 0,7 ila 0,9 olarak betimlenebilmekte olup, bunlarda münferit olarak ve toplu olarak ekteki istemler  
25 içindeki spesifik yapılanmalar için yeterli desteği sağlamaktadır. Ek olarak "en az", "dan fazla", "dan az", "en fazla" ve benzeri gibi bir aralık tanımlayan veya modifiye eden dile atıfta bulunarak bu dilin alt aralıkları ve/veya bir üst veya alt limiti içerdiği anlaşılacaktır. Başka bir örnek olarak "en az 10" aralığı, en az 10 ila 35'lik bir alt aralığı, en az 10 ila 25'lik bir alt aralığı, 25 ila 35'lik bir alt aralığı ve benzerini içermektedir ve her bir alt aralık münferit olarak ve/veya toplu olarak belirlenmektedir ve ekteki  
30 istemlerin kapsamı içindeki spesifik yapılanmalar için yeterli destek sağlamaktadır. Son olarak açıklana bir değer içindeki bir münferit sayı münferit olarak ve/veya kombinasyon halinde olabilmektedir ve ekteki istemlerin kapsamı içinde spesifik yapılanmalar için doğru destek sağlamaktadır. Örneğin "1 ila 9" aralığı 3 gibi münferit

tam sayıları aynı zamanda 4,1 gibi bir ondalık değer içeren münferit rakamları içermekte olup, bu da ekteki istemlerin kapsamı içindeki spesifik yapılanmalar için yeterli destek sağlamaktadır.

Aşağıdaki örnekler buluşu göstermeyi amaçlamaktadır ve hiçbir şekilde buluşun kapsamını kısıtlayıcı olarak görülmemelidir.

### ÖRNEKLER

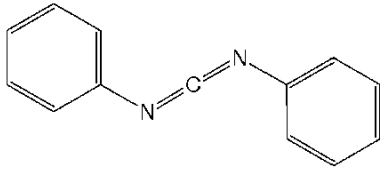
Aşağıdaki bileşenlere Örnekler boyunca atıfta bulunulmaktadır: Diizosiyanat Bileşiği toluen diizosiyanattır (TDI).

Başlangıç Bileşiği 1, fenil izosiyanattır ve

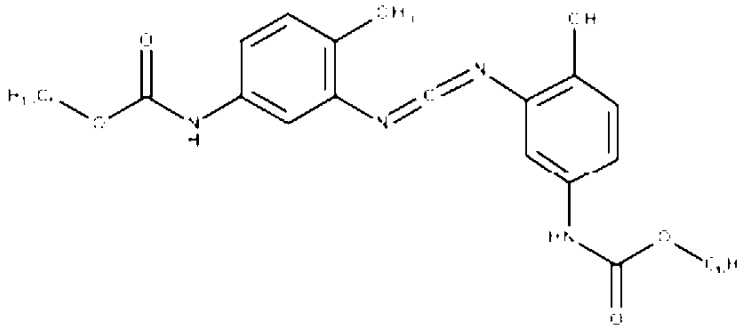
10 Başlangıç Bileşiği 2, n-hekzanoldür;

Başlangıç Bileşiği 3, n-dekanoldür;

Prekürsör Bileşik 1, aşağıdaki genel formüle sahiptir:

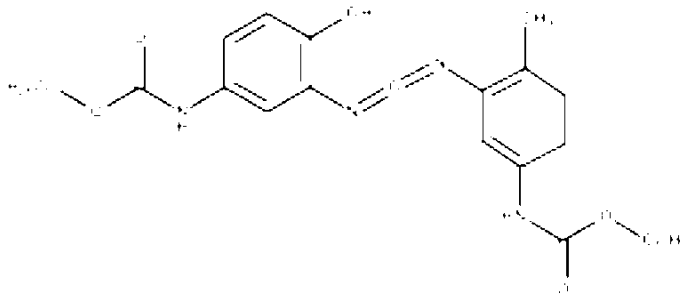


Prekürsör Bileşik 2, aşağıdaki genel formüle sahiptir:



15

Prekürsör Bileşik 3, aşağıdaki genel formüle sahiptir:



Solvent ksilendir;

Stabilize Edici Ajan trifenilfosfittir.

Karbodiimidizasyon Katalizörü 3-metil-1-fenil-2-fosfolen-1-oksittir.

### Örnek 1

5 25,13 gram Başlangıç Bileşiği 1, sabit bir nitrojen akışı altında 3-boyunlu 100 mL kurutulmuş yuvarlak tabanlı bir şişede düzenlenmektedir. Şişe bir yoğuşturucu ve karıştırma çubuğu ile donatılmaktadır ve şişenin sıcaklığı ortam sıcaklığından yaklaşık 106 °C'ye çıkartılmaktadır. Nitrojen sıvı içinde baloncuk oluşturmaktadır ve 0,05 gram Karbodiimidizasyon Katalizörü ve 0,05 gram Stabilize Edici Ajan şişede 10 10 15 20 düzenlenmektedir. Şişenin içindekiler Prekürsör Bileşik 1'i oluşturmak için 90 dakika boyunca 106 °C'de karıştırılmaktadır. Şişenin içindekiler, başka bir deyişle Prekürsör Bileşik 106 °C'ye ısıtılırken şişede 24,87 gram Diizosiyanat Bileşiği sağlanmaktadır. Diizosiyanat Bileşiğinin eklenmesi, şişede bir reaksiyon karışımı oluşumu ile sonuçlanmaktadır. Reaksiyon karışımında hızlı baloncuk gözlemlenmekte olup, bu da 15 karbondioksit oluşumuna yolculabilmektedir. Şişenin içindekiler, ortam sıcaklığında kullanılan Diizosiyanat Bileşiğinin eklenmesinden dolayı 100 °C'den az bir sıcaklığa sahiptir. Şişe kesintisiz olarak 106 °C'de ısıtılmaktadır. Reaksiyon karışımının GPC ve IR analizleri 6 saat boyunca her saat kaydedilmektedir. 4 saat sonra IR spektrumunda hiçbir değişim olmamıştır, bu da reaksiyonun tamamlanana kadar devam ettiği anlamına 20 gelmektedir. Bir polikarbodiimid polimer, altın gibi viskoz bir sıvı olan reaksiyon ürünü ile sonuçlanmaktadır.

### Örnek 2

369,0 gram Başlangıç Bileşiği 1, sabit bir nitrojen akışı altında 4-boyunlu 1 L kurutulmuş yuvarlak tabanlı bir şişede düzenlenmektedir. Şişe bir yoğuşturucu, bir 25 mekanik karıştırıcı ve bir termokupl ile donatılmaktadır. Şişenin içindekilerin sıcaklığı ortam sıcaklığından yaklaşık 106 °C'ye çıkartılmaktadır. Nitrojen sıvı içinde baloncuk oluşturmaktadır ve 1,5 gram Karbodiimidizasyon Katalizörü ve 1,5 gram Stabilize Edici Ajan şişede düzenlenmektedir. Şişenin sıcaklığı, Başlangıç Bileşiğinin 1'den Prekürsör Bileşik oluşumu ile ilişkili ekzotermik reaksiyondan dolayı yaklaşık 112 °C'ye 30 arttırılmaktadır. Şişenin içindekiler Prekürsör Bileşik 1'i oluşturmak için 60 dakika boyunca 106 °C'de karıştırılmaktadır. 60 dakikadan sonraki IR ölçümleri Başlangıç Bileşiği 1'in NCO gruplarının tükenmediğini onaylamaktadır. Şişenin içindekiler, başka

bir deyişle Prekürsör Bileşik 106 °C'ye ısıtılırken şişede 628,0 gram Diizosiyanat Bileşiğı sađlanmaktadır. Diizosiyanat Bileşiğinin eklenmesi, şişede bir reaksiyon karışımı oluşumu ile sonuçlanmaktadır. Reaksiyon karışımında hızlı baloncuk gözlemlenmekte olup, bu da karbondioksit oluşumuna yorulabilmektedir. Şişenin 5 içindekiler, ortam sıcaklığında kullanılan Diizosiyanat Bileşiğinin eklenmesinden dolayı 100 °C'den az bir sıcaklığa sahiptir. Şişe kesintisiz olarak 106 °C'de ısıtılmaktadır. Reaksiyon karışımının GPC ve IR analizleri her saat kaydedilmektedir. 3 saat sonra IR spektrumunda hiçbir değışim olmamıştır, bu da reaksiyonun tamamlana kadar devam ettiği anlamına gelmektedir. Bir polikarbodiimid polimer, yarı saydam altın gibi viskoz 10 bir sıvı olan reaksiyon ürünü ile sonuçlanmaktadır.

### Örnek 3

9,87 gram Başlangıç Bileşiğı 2 ve 35,0 gram Diizosiyanat Bileşiğı bir karıştırma çubuğı, termokupl, yoğunlaştırucu ve nitrojen kaynağı ile donatılan alevler kurutulmuş bir yuvarlak şişede (250 mL) düzenlenmektedir. Başlangıç Bileşiğı 2, Diizosiyanat 15 Bileşiğinden önce şişede düzenlenmektedir. Diizosiyanat Bileşiğinin eklenmesi üzerine şişenin sıcaklığı (ekzotermik aracılığıyla) oda sıcaklığından yaklaşık 92 °C'ye arttırılmıştır ve yaklaşık oda sıcaklığına 1 saatten sonra dönmüştür. Şişenin içindekiler 40 dakika sonra ve 3,5 saat sonra IR ile analiz edilmiştir, IR spektrumunda hiçbir değışiklik yoktur. Bu şekilde Prekürsör Bileşik 2, Başlangıç Bileşiğı 2 ve Diizosiyanat 20 Bileşiğinden şişede oluşturulmaktadır. 37,49 g Solvent şişede sađlanmaktadır ve sıcaklık yaklaşık 90 °C'ye çıkartılmaktadır. 0,19 gram Karbodiimid izasyon Katalizörü ve 0,20 gram Stabilize Edici Ajan bir reaksiyon karışımı oluşturmak için şişede düzenlenmektedir. Reaksiyon karışımının sıcaklığı 1 saat boyunca yaklaşık 106 °C'ye 25 çıkartılmaktadır ve ilave bir 3 saat boyunca ısıtılmaya devam edilmesine olanak sađlanmaktadır. Bir polikarbodiimid polimer, reaksiyon ürünü ile sonuçlanmaktadır.

### Örnek 4

30,56 gram Diizosiyanat Bileşiğı 31,15 gram Solventte (MgSO<sub>4</sub> ile kurutulmuştur) 30 çözünmektedir ve bir karıştırma çubuğı, termokupl, yoğunlaştırucu ve nitrojen kaynağı ile donatılan bir alevle kurutulmuş yuvarlak tabanlı şişede (250 mL) düzenlenmektedir. 32,38 gram Başlangıç Bileşiğı 2, oda sıcaklığında şişede düzenlenmektedir ve bir harici ısı kaynağı olmadan karıştırılmaktadır. Şişenin sıcaklığı (ekzoterm aracılığıyla) oda sıcaklığından yaklaşık 74 °C'ye arttırılmıştır ve yaklaşık oda sıcaklığına 1 saatten

sonra dönmüştür. Şişenin içindekiler şişede oluşan Prekürsör Bileşik 2'nin oluşumundan dolayı bir opak viskoz beyaz solüsyon oluşturmaktadır. 0,19 gram Karbodiimidizasyon Katalizörü ve 0,20 gram Stabilize Edici Ajan bir reaksiyon karışımı oluşturmak için şişede düzenlenmektedir. Reaksiyon karışımının sıcaklığı oda sıcaklığına soğutulmadan önce gece boyunca karıştırma altında yaklaşık 120 °C'ye çıkartılmaktadır. Bir düşük viskoziteli akışkan formundaki bir polikarbodiimid polimer reaksiyon ürünü ile sonuçlanmaktadır.

### Ornek 5

55,25 gram Diizosiyanat Bileşiği 31,30 gram Solvent ( $MgSO_4$  ile kurutulmuştur) içinde çözünmektedir ve bir karıştırma çubuğu, termokupl, yoğunlaştırucu ve nitrojen kaynağı ile donatılan alevler kurutulmuş bir yuvarlak şişede (250 mL) düzenlenmektedir. 32,35 gram Başlangıç Bileşiği 2, oda sıcaklığında şişede düzenlenmektedir ve bir harici ısı kaynağı olmadan karıştırılmaktadır. Şişenin sıcaklığı (ekzoterm aracılığıyla) oda sıcaklığından yaklaşık 96 °C'ye arttırılmıştır ve yaklaşık oda sıcaklığına 1 saatten sonra dönmüştür. Şişenin içindekiler oda sıcaklığında gece boyunca karıştırılmıştır ve Şişede Başlangıç Bileşiği 2'den Prekürsör Bileşik 2'nin oluşumu IR aracılığıyla onaylanmaktadır. Şişe 120 °C'de ısıtılmıştır ve şişenin içindekilerin sıcaklığı yavaşça arttırılmaktadır. Şişenin içindekiler 105 °C'ye ısıtıldığı zaman 0,20 gram Karbodiimidizasyon Katalizörü ve 0,19 gram Stabilize Edici Ajan bir reaksiyon karışımı oluşturmak için şişede düzenlenmektedir. Reaksiyon karışımı 2 saat boyunca karıştırma altında 120 °C'de ısıtılmaktadır, bundan sonra reaksiyon karışımı hafif sarı bir tona sahip olmaktadır. Reaksiyon karışımı ilave 7 saat boyunca karıştırma altında 120 °C'de ısıtılmakta olup, bu noktada IR reaksiyon karışımında nominal bir miktarda NCO mevcudiyetini onaylamıştır. İlave 1 saat ısıtmanın ardından IR spektrumlarında hafif değişim vardır. İlave 5,77 gram Diizosiyanat Bileşiği 120 °C'de reaksiyon karışımına eklenmektedir. 1 saat sonra NCO esnemesi IR vasıtasıyla neredeyse tespit edilemez olmaktadır. Reaksiyon karışımı ilave 4 saat boyunca 120 °C'de ısıtılmaktadır. Hafif sarı yapışkan bir katı formundaki bir polikarbodiimid polimer sağlanmaktadır.

### Ornek 6

25,55 gram Diizosiyanat Bileşiği bir karıştırma çubuğu, termokupl, yoğunlaştırucu ve nitrojen kaynağı ile donatılan alevler kurutulmuş bir yuvarlak şişede (250 mL) düzenlenmektedir. 23,34 gram Başlangıç Bileşiği 2, oda sıcaklığında şişede yavaşça

düzenlenmektedir ve bir harici ısı kaynağı olmadan karıştırılmaktadır. 62,50 gram Solvent, şişedeki ekzoterm sıcaklığı kontrol etmek için Başlangıç Bileşiği 3'ten hemen sonra şişede düzenlenmektedir. Sıcaklık yaklaşık 60 °C'ye arttırılmaktadır ve oda sıcaklığına dönmektedir. Yaklaşık 2 saat sonra Prekürsör Bileşik 3, Başlangıç Bileşiği 3'ten şişede oluşturulmaktadır. Şişenin sıcaklığı 120 °C'ye çıkartılmaktadır. 0,21 gram Karbodiimidizasyon Katalizörü ve 0,18 gram Stabilize Edici Ajan bir reaksiyon karışımı oluşturmak için şişede düzenlenmektedir. Reaksiyon karışımının sıcaklığı gece boyunca karıştırma altında yaklaşık 140 °C'ye çıkartılmaktadır. Başka bir 4449 gram Diizosiyanat Bileşiği reaksiyon karışımında düzenlenmektedir ve reaksiyon karışımı ilave bir 3 saat boyunca 140 °C'de ısıtılmaktadır. IR aracılığıyla reaksiyon karışımında hiçbir kalıntı NCO grubu tespit edilmemiştir. Bir polikarbodiimid polimer, reaksiyon ürünü ile sonuçlanmaktadır.

### **Örnek 7**

31,23 gram Başlangıç Bileşiği 1, 0,46 gram Karbodiimidizasyon Katalizörü ve 0,46 gram Stabilize Edici Ajan oda sıcaklığında bir karıştırma çubuğu, termokupl, yoğunlaştırıcı ve nitrojen kaynağı ile donatılan bir 100 mL 4-boyunlu yuvarlak tabanlı şişede düzenlenmektedir. Şişenin içindekiler kademeli olarak 140 °C'ye ısıtılmaktadır, ancak sıcaklık 30 dakika sonra 140 °C'ye dönmeden önce 148 °C'ye erişmiştir. IR spektrumu 30 dakika sonra Başlangıç Bileşiği 1'de neredeyse NCO grubunun tamamının tükendiğini göstermektedir. 14,25 gram Diizosiyanat Bileşik şişede düzenlenmektedir ve şişenin içindekiler 30 dakika boyunca 140 °C'de ısıtılmaktadır. IR spektrumu bir polikarbodiimid polimerin oluşumu üzerine NCO gruplarının tamamının tükendiğini göstermektedir.

### **Karşılaştırmalı Örnek 1**

492 gram Diizosiyanat Bileşik ve 1,00 gram Stabilize Edici Ajan oda sıcaklığında 2L 3-boyunlu yuvarlak tabanlı bir şişede düzenlenmektedir. Şişenin içindekiler yaklaşık 74 °C'ye ısıtılmakta olup, bu sırada 1,00 gram Karbodiimidizasyon Katalizörü ve Başlangıç Bileşiği çalkalama ile şişede düzenlenmektedir. Şişenin içindekiler zaman içinde (ilk ısıtmadan neredeyse 30 dakika) 106 °C'ye ısıtılmaktadır. IR spektrumu Karbodiimidizasyon Katalizörünün eklenmesinden sonra 1 saat ve bundan sonra her saatte ölçülmektedir. Reaksiyon karışımı 106 °C'de ısıtmanın ilk saatinden sonra gri hale gelmiştir. Şişenin içindekiler 6,5 saat boyunca 106 °C'de ısıtılmakta olup, bundan

sonra reaksiyon karışımı gece boyunca soğutulmaktadır. Reaksiyon karışımı amber bir renge sahiptir. Meydana gelen polikarbodiimidin belirgin moleküler ağırlık dağılımı ve istenmeyen yan ürünleri vardır.

### Karşılaştırmalı Örnek 2

- 5 Karşılaştırmalı Örnek 2, U.S. 5,572,083 sayılı patent belgesinde Örnek A'ya karşılık gelmektedir. Özellikle 9,43 gram Diizosiyanat Bileşiği, 9,43 gram Başlangıç Bileşiği 1, 3,11 gram Karbodiimidizasyon Katalizörü (Solvent içinde % 10) ve 27,0 gram amil asetat oda sıcaklığında 100 mL 4-boyunlu yuvarlak tabanlı bir şişede sağlanmaktadır. Şişenin içindekiler 33 dakikalık bir süre boyunca yaklaşık 140 °C'ye ısıtılmakta olup, 10 bu noktada reaksiyonun başka bir 30 dakika boyunca devam etmesine olanak sağlanmaktadır. IR spektrumu, belirgin moleküler ağırlık dağılımına sahip olan bir polikarbodiimid polimerin oluşumu üzerine NCO gruplarının tamamının tükendiğini göstermektedir.

- Aşağıdaki Tablo 1, yukarıdaki Örneklerin polikarbodiimid polimerlerinin her biri Mn, Mw ve polidispersiteyi (PD) göstermektedir. Mn ve Mw genel olarak polistiren standartları aracılığıyla kalibre edilen jel permeasyon kromatografisi (GPC) kolonları vasıtasıyla ölçülmektedir. Aşağıdaki Mn ve Mw değerleri Dalton cinsindedir.

Tablo 1:

Örnek	Mn	Mw	PD
Örnek 1	220	780	3,55
Örnek 2	1350	8480	6,28
Örnek 3	870	4400	5,06
Örnek 4	530	4190	7,91
Örnek 5	640	1090	1,7
Örnek 6	240	2120	8,83

<b>Örnek</b>	<b>Mn</b>	<b>Mw</b>	<b>PD</b>
Örnek 7	1170	3940	3,37
Karşılaştırmalı Örnek 1	485	1100	2,27
Karşılaştırmalı Örnek 2	900	2280	2,53

Buluş açıklayıcı bir şekilde açıklanmıştır ve kullanılmış olan terminolojinin kısıtlamadan ziyade açıklamayı amaçladığı anlaşılmalıdır. Açıkça yukarıdaki öğretilerin ışığında mevcut buluşun birçok modifikasyonu ve varyasyonu mümkündür. Buluş spesifik olarak açıklanandan başka şekilde uygulanabilmektedir.