



URAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

252978
(11) (B1)

(22) Prihlásené 19 12 85
(21) (PV 9500-85)

(40) Zverejnené 12 03 87

(45) Vydané 15 10 88

(51) Int. Cl.⁴
C 08 G 69/26
C 08 K 5/34

(75)
Autor vynálezu

MAŇÁSEK ZDENĚK ing. CSc., VAŠŠ FRANTIŠEK RNDr.,
LUSTOŇ JOZEF ing. CSc., VAŠŠOVÁ GABRIELA ing., BRATISLAVA,
BIELIKOVÁ ANNA RNDr., PIEŠŤANY

(54) Polyamid obsahujúci štruktúrne jednotky kyseliny
2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej a spôsob
jeho prípravy

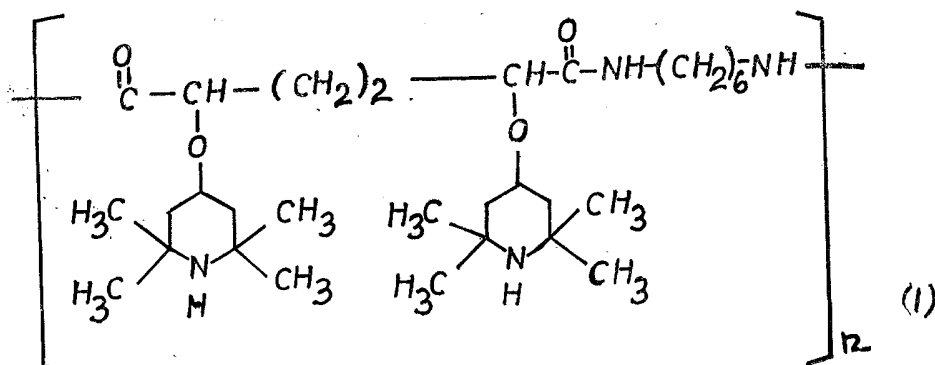
1

Vynález sa týka polyamidu na báze kyseliny 2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej a spôsobu jeho prípravy.

Stéricky bránené amíny sú význačnou triedou svetelných stabilizátorov polymérov. Nevýhodou nízkomolekulových zlúčenín tejto skupiny je ich prchavosť, extrahovateľnosť a toxicita.

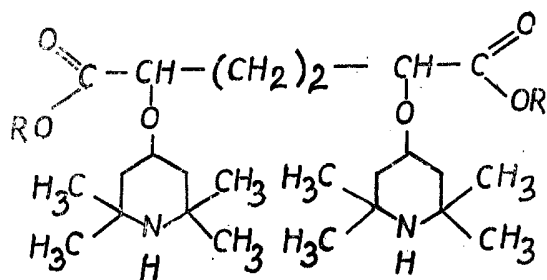
2

Uvedené nedostatky rieši zabudovanie stabilizátora do úžitkového polyméru alebo použitie stabilizátora s vyššou molekulovou hmotnosťou. Podstatou vynálezu je polyamid obsahujúci štruktúrne jednotky kyseliny 2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej vzorca I



kde n je 2 až 100. Podstatou vynálezu je ďalej spôsob prípravy zlúčeniny I, ktorý sa vyznačuje tým, že sa na dialkylestery kyseliny

2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej vzorca II



(II)

kde R je metylová, alebo etylová skupina, pôsobí 1,6-hexándiamínom III v suchom xyléne v prítomnosti metanolátu sodného, lítiumamidu, alebo tetraalkyltitanátu pri teplote v rozmedzí od 110 do 160 °C po dobu 6 až 10 hodín.

Výhodou uvedeného vynálezu je príprava oligomérneho, až polymérneho svetelného stabilizátora polyalkylpiperidínového typu so zvýšenou molekulovou hmotnosťou, ktorý pri aplikácii v polymérnych materiáloch môže do značnej miery eliminovať spomínané nedostatky vyskytujúce sa u nízkomolekulových zlúčenín tejto skupiny.

Príklad 1

K reakčnej zmesi pozostávajúcej z 0,51 g (0,001 mólu) dietylésteru kyseliny 2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej, 0,116 g (0,001 mólu) 1,6-hexándiamínu v 10 ml suchého toluénu, zahriatej na 110 °C sa pridá 0,03 g metanolátu sodného ako katalyzátora. Zmes sa zahrieva 1 h pri tej istej teplote, pričom časť reakčného etanolu sa postupne oddestiluje. Potom sa teplota zvýši na 130 až 135 °C a udržiava sa po dobu 5 hodín. Počas tejto doby oddestiluje zvyšná časť reakčného etanolu a teplota sa zvýši na 160 °C. Po odstránení rozpúšťadla sa zvyšok pri nezmenej teplote podrobil vákuu 0,1 až 0,2 kPa po dobu ďalších 4 hodín. Po ochladení sa surový polymér rozpustí v 20 ml toluénu, prečistí aktívnym uhlím, dôkladne premyje destilovanou vodou a roztok sa vysuší bezvodým síranom sodným. Po odparení toluénu a vysušení zvyšku vo vákuovej sušiarňi pri teplote 120 °C a tlaku

0,2 kPa po dobu 4 hodín, sa získal tuhý, biely, ľahko spráškovateľný polymér s teplotou mäknutia 96 až 102 °C s priemernou číselnou molekulovou hmotnosťou v rozmedzí hodnôt 1 800 až 1 950 (pri použití VPO).

Príklad 2

Pri polykondenzácii 0,483 g (0,001 mólu) dimetylésteru kyseliny 2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej a 0,116 g (0,001 mólu) 1,6-hexándiamínu sa postupuje rovnako ako v príklade 1, len s tým rozdielom, že ako katalyzátor sa použije lítiumamid a celková doba reakcie je 6 hodín. Získa sa tuhý biely, ľahko spracovateľný polymér s teplotou mäknutia 98 až 103 °C, s priemernou číselnou molekulovou hmotnosťou v rozmedzí 3 000 až 3 300.

Elementárna analýza pre $C_{28}H_{52}N_4O_4$

Vypočítané: N = 11,01 %

Nájdene: N = 10,65 %

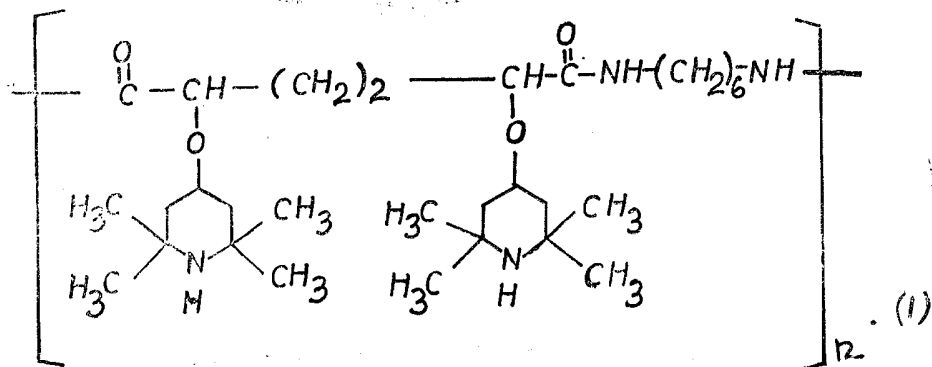
IČ spektrum (chloroform)

3 370 (str) — ν (N-H, amid),
2 980 (s),
2 930 (s) — ν_{as}, ν_s (C-H),
1 720 (s) — ν (C=O),
1 450 (str) — δ (CH₂),
1 390 + 1 370 (s) dublet — δ_s (gem. CH₃),
1 320 (sl) — ν (C-N) cm⁻¹

Vynález má použitie pre prípravu oligomérneho, až polymérneho svetelného stabilizátora polymérov, najmä polyolefínov.

PREDMET VYNÁLEZU

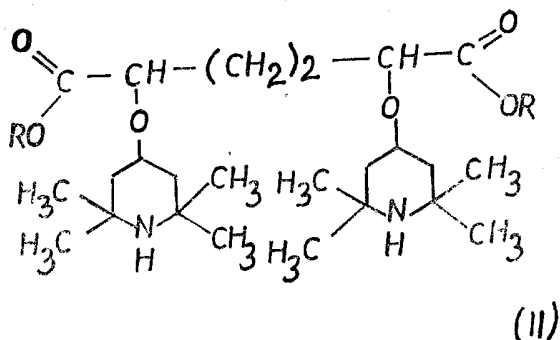
1. Polyamid obsahujúci štruktúrne jednotky kyseliny 2,5-bis[2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy]hexándiovej vzorca I



kde n je 2 až 100.

2. Spôsob prípravy zlúčeniny I podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa na dialkyl-

estery kyseliny 2,5-bis[2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy]hexándiovej vzorca II



kde R je metylová, alebo etylová skupina, pôsobí 1,6-hexándiamínom v suchom xyléne v prítomnosti metanolátu sodného, lí-

tiumamidu, alebo tetraalkyltitanátu pri teplote v rozmedzí od 110 do 160 °C po dobu 6 až 10 hodín.