



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

232347

(11) (B1)

(22) Prihlášené 24 06 83
(21) (PV 4699-83)

(51) Int. Cl.³

C 07 D 241/38

(40) Zverejnené 18 06 84

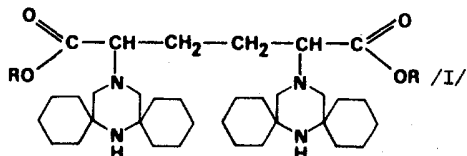
(45) Vydané 15 07 86

(75)
Autor vynálezu

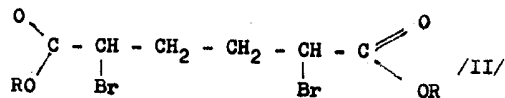
LUSTOŇ JOZEF ing. CSc., BRATISLAVA, VAŠŠ FRANTIŠEK prom.chem.,
HUMENÉ, MAŇASEK ZDENĚK ing. CSc., BRATISLAVA, HERCEGOVÁ GABRIELA ing.,
PRIEVIDZA

(54) Dialkylester kyseliny α,α' -bis(7,15-diazadispiro [5,1,5,3] hexadekán-15-yl)-
adipovej a spôsob jeho prípravy

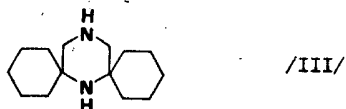
Vynález sa týka dialkylesteru kyseliny α,α' -bis(7,15-diazadispiro [5,1,5,3] hexadekán-15-yl)adipovej obecného vzorca I



kde R značí metylovú alebo etylovú skupinu a spôsob jeho prípravy, ktorý sa vyznačuje tým, že sa na dialkylester kyseliny α,α' -dibromadipovej obecného vzorca II



kde R značí metylovú alebo etylovú skupinu, pôsobí 7,15-diazadispiro [5,1,5,3] hexadekánom vzorca III

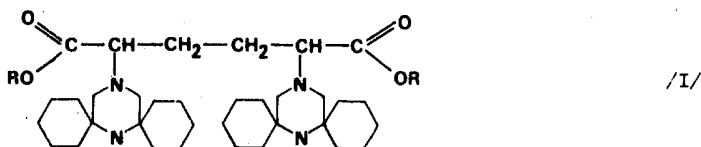


po dobu 24 hodín pri teplote 15 až 25 ° C za miešania v dimetylformamide, alebo v benzéne v prítomnosti trietylamínu. Vynález má použitie v chémii polymérov pre prípravu svetelných stabilizátorov polymérov.

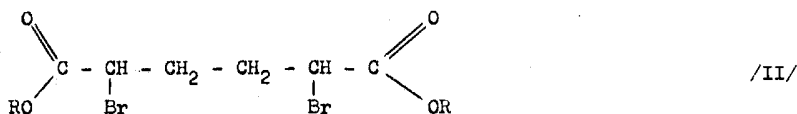
Vynález sa týka dialkylesteru kyseliny α, α' -bis(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-15-yl)adipovej a spôsobu jeho prípravy.

Stéricky bránené amíny sú vysokoúčinné svetelné stabilizátory polymérov. Nevýhodou nízkomolekulových zlúčenín tejto skupiny je ich značná prchavosť a vypierateľnosť.

Uvedené nevýhody tento vynález odstraňuje. Podstatou vynálezu je dialkylester kyseliny α, α' -bis(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-15-yl)adipovej obecného vzorca I



kde R značí metylovú alebo etylovú skupinu a ďalej spôsob prípravy zlúčeniny vzorca I, ktorý sa vyznačuje tým, že sa na dialkylester kyseliny α, α' -dibrómadipovej obecného vzorca II



kde R značí metylovú alebo etylovú skupinu, pôsobí 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekánom, vzorca III



po dobu 24 h pri teplote 15 až 25 °C, za miešania v dimetylformamide alebo v benzéne v prítomnosti trietylaminu.

Výhodou uvedeného vynálezu je jednak zväčšenie molekulovej hmotnosti samotného stabilizátora a jednak možnosť prípravy polymérneho svetelného stabilizátora, čo vedie k značnému eliminovaniu spomínaných nedostatkov vyskytujúcich sa u nízkomolekulových zlúčenín tejto skupiny.

Pr í k l a d 1

K roztoku 2,22 g (0,01 mol) 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekánu v 20 ml suchého dimetylformamidu sa pri teplote okolo 20 °C za stáleho miešania pomaly prikvapkáva roztok 3,6 g (0,01 mol) dietylésteru kyseliny α, α' -dibrómadipovej v 15 ml suchého dimetylformamidu. Zmes sa ďalej mieša 5 h, potom sa vleje do 60 ml vody a silne sa zalkalizuje 40 % roztokom hydroxidu sodného. Vyextrahuje sa trikrát chloroformom, spojené extrakty sa vysušia bezvodým síranom sodným a rozpúšťadlo sa odparí. Zostávajúci tuhý podiel sa prekryštalizuje z etanolu. Získa sa produkt v podobe bielej kryštalickej látky s teplotou topenia 89 až 92 °C.

Elementárna analýza pre $C_{38}H_{66}N_4O_4$

Vypočítané: C = 70,99 % H = 10,35 % N = 8,71 %
Nájdene: C = 70,93 % H = 10,40 % N = 8,80 %

Pr í k l a d 2

K roztoku 2,22 g (0,01 mol) 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekánu a 1,7 ml trietylaminu v 40 ml suchého benzénu sa pri teplote okolo 20 °C za stáleho miešania pomaly prikvapkáva roztok 3,6 g (0,01 mol) dietylésteru kyseliny α, α' -dibrómadipovej v 20 ml suchého benzénu.

Reakčná zmes sa nechá pri tej istej teplote ďalej miešať po dobu 24 h. Vzniknutý tuhý podiel sa odsaje, rozpustí v nasýtenom roztoku uhličitane draselného a roztok sa dôkladne vyextrahuje éterom. Benzénový filtrát a éterické extrakty sa spoja, vysušia sa bezvodým síranom sodným a rozpúšťadlá sa po filtrácii odparia. Tuhý zvyšok sa prekryštalizuje z etanolu, čím sa získa produkt v podobe bielej kryštalickej látky s teplotou topenia 89 až 92 °C.

Elementárna analýza pre $C_{38}H_{66}N_4O_4$

Vypočítané: C = 70,99 % H = 10,35 % N = 8,17 %

Nájdene: C = 70,85 % H = 10,30 % N = 8,66 %

IČ spektrum (chloroform):

$\nu_{\max}$ = 860, 920, 945, 970, 1 020, 1 075, 1 090, 1 155, 1 170, 1 230, 1 275, 1 285, 1 340, 1 370, 1 450, 1 720, 2 860, 2 940, 3 180, 3 360, 3 470 cm^{-1}

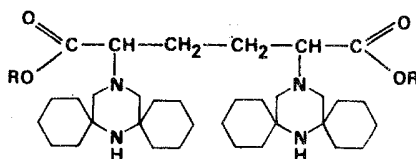
^1H - NMR spektrum (d-chloroform):

δ = 1,00 (singlet, 1H), 1,28 (triplet, 6H), 1,50 (široký pás, 20H), 2,23 (široký pás, 8H), 2,83 (multiplet, 4H), 3,43 (široký pás, 2H), 4,18 (kvartet, 4H) ppm

Vynález má použitie v chémii polymérov pre prípravu svetelných stabilizátorov polymérov.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

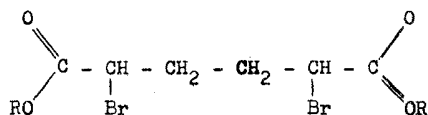
1. Dialkylester kyseliny α,α' -bis(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-15-yl)adipovej obecného vzorca I



/I/

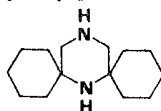
kde R značí metylovú alebo etylovú skupinu.

2. Spôsob prípravy zlúčeniny podľa bodu 1 obecného vzorca I, vyznačujúci sa tým, že sa na dialkylester kyseliny α,α' -dibromadipovej obecného vzorca II



/II/

kde R značí metylovú alebo etylovú skupinu, pôsobí 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekánom vzorca III



/III/

po dobu 24 hodín pri teplote 15 až 25 °C za miešania v dimetylformamide alebo v benzéne v prítomnosti trietylamínu.