



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

232346

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 F 9/65

(22) Prihlášené 24 06 83
(21) (PV 4698-83)

(40) Zverejnené 18 06 84

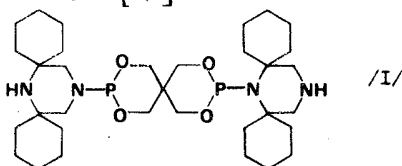
(45) Vydané 15 07 86

(75)
Autor vynálezu

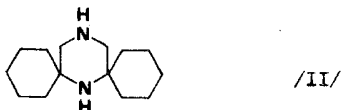
VAŠŠ FRANTIŠEK prom. chem., HUMENNÉ, MAŇÁSEK ZDENĚK ing. CSc.,
LUSTOŇ JOZEF ing. CSc., BRÁTISLAVA, PAPALOVÁ ANNA, ZÁŽRIVÁ,
HERCEGOVÁ GABRIELA ing., PRIEVIDZA

(54) 3,9-(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-15-yl)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfa-
spiro[5,5]undekán a spôsob jeho prípravy

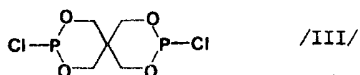
Vynález sa týka 3,9-(7,15-diazadispiro-
[5,1,5,3]hexadekán-15-yl)-2,4,8,10-tetraoxa-
3,9-difosfaspiro[5,5]undekánu vzorca I



a spôsobu jeho prípravy, ktorý sa vyznačuje
tým, že sa na 7, 15-diazadispiro[5,1,5,3]
hexadekán vzorca II



pôsobí 3,9-dichlór-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-
-difosfaspiro[5,5]undekánom vzorca III

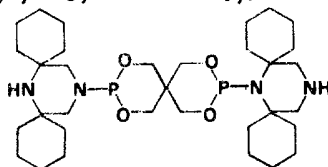


v pomere 2:1 v suchom dimetylformamide,
alebo v suchom benzéne alebo toluéne v prítomnosti trietylaminu. Vynález má použitie v chémii polymérov pre prípravu stabilizátora s kombinovaným účinkom.

Vynález sa týka 3,9-(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekan-15-yl)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfasp[5,5]undekánu a spôsobu jeho prípravy.

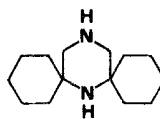
Stéricky bránené amíny sú vysokoúčinné svetelné stabilizátory polymérov. Fosfity patria v súčasnosti medzi významné druhy antioxidantov. Stéricky bránené amíny inhibujú radikálové procesy, ktoré prebiehajú pri fotooxidácii polymérov a fosfity pôsobia pri termooxidácii polymérov ako rozkladače peroxidov. Nevýhodou nízkomolekulových zlúčenín stéricky bránených piperidínov je ich značná prchavosť a vypierateľnosť.

Uvedené nevýhody tento vynález odstraňuje. Podstatou vynálezu je 3,9-(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekan-15-yl)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfasp[5,5]undekán vzorca I



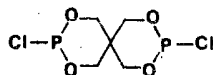
/I/

Podstatou vynálezu je ďalej spôsob prípravy zlúčeniny vzorca I, ktorý sa vyznačuje tým, že sa na 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekan vzorca II



/II/

pôsobí 3,9-dichlór-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfasp[5,5]undekánom vzorca III



/III/

v pomere 2:1 v suchom dimetylformamide, alebo v suchom benzéne alebo toluéne v prítomnosti trietylamínu.

Výhodou uvedeného vynálezu je jednak zväčšenie molekulovej hmotnosti stabilizátora a jednak príprava stabilizátora polymérov s kombinovaným účinkom, ktorý spája výhodné vlastnosti svetelných stabilizátorov typu stéricky bránených amínov a fosfitových antioxidantov.

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 prikvapáva roztok 1,265 g (0,005 mol) 3,9-dichlór-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfasp[5,5]undekánu v 15 ml suchého dimetylformamidu. Zmes sa ďalej mieša 5 h, potom sa vleje do 60 ml vody a silne zalkalizuje 40% roztoku 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 v rozmedzí 129 až 132 °C.

Elementárna analýza pre $C_{33}H_{58}N_4O_4P_2$

Vypočítané: C = 62,24 % H = 9,18 % N = 8,80 %
Nájdene: C = 62,32 % H = 9,10 % N = 8,72 %

P r í k l a d 2

K roztoku 2,22 g (0,01 mol) 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekánu a 1,4 ml trietylami-
nu v 50 ml suchého benzénu sa pri teplote okolo 20 °C za stáleho miešania pomaly prikvapká-
va roztok 1,265 g (0,005 mol) 3,9-dichlór-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfaspiro[5,5]undekánu
v 10 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 uhličitanu draselného
a roztok sa dôkladne vyextrahuje éterom. Benzenový filtrát a éterické extrakty sa spoja,
vysušia bezvodým síranom sodným a rozpúšťadlá sa odparia. Zostávajúci tuhý podiel sa pre-
kryštalizuje z etanolu. Získa sa produkt v podobe bielej kryštalickej látky s teplotou to-
penia v rozmedzí 129 až 132 °C.

Elementárna analýza pre $C_{33}H_{58}N_4O_4P_2$

Vypočítané: C = 62,24 % H = 9,18 % N = 8,80 %
Nájdene: C = 62,10 % H = 9,25 % N = 8,65 %

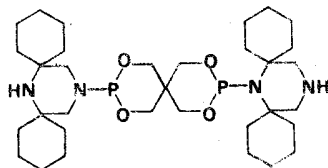
IČ spektrum (chloroform)

ν (N-H)=3 240, ν_{as} (C-H)=2 920, ν_s (C-H)=2 760, δ (N-H)=1 670, δ (C-H)=1 450, ν (P-O)=1 180, 990
 ν (P-N)=850 cm^{-1}

Vynález má použitie v chémii polymérov pre prípravu stabilizátora s kombinovaným
účinkom.

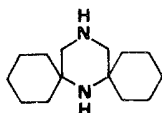
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. 3,9-(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-15-yl)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfaspiro-
[5,5]undekán vzorca I



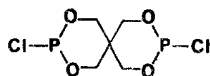
/I/

2. Spôsob prípravy zlúčeniny podľa bodu 1, vzorca I, vyznačený tým, že sa na 7,15-diaza-
dispiro[5,1,5,3]hexadekán vzorca II



/II/

pôsobí 3,9-dichlór-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfaspiro[5,5]undekánom vzorca III



/III/

v pomere 2:1 v suchom dimetylformamide, alebo v suchom benzéne alebo toluéne v prítomnosti
trietylamiínu.