

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(10)

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

220996 ✓
(11) (B1)



STÁT PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Prihlásené 04 09 81
(21) (PV 6548-81)

(40) Zverejnené 15 09 82

(45) Vydané 15 03 86

(51) Int. Cl.³
C 07 D 241/38

(75)

Autor vynálezu

VAŠŠ FRANTIŠEK prom. chem., HUMENNÉ, MAŇÁSEK ZDENĚK ing. CSc.,
LUSTOŇ JOZEF ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Polymerizovateľné svetelné stabilizátory na báze diesterov substituovanej kyseliny propándiovej a tetrasubstituovaných piperazínov a spôsob ich prípravy

1

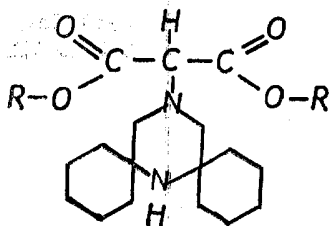
2

Vynález sa týka polymerizovateľných svetelných stabilizátorov na báze diesterov substituovanej kyseliny propándiovej a tetrasubstituovaných piperazínov a spôsobu ich prípravy.

Podstata spôsobu prípravy svetelných stabilizátorov spočíva v tom, že sa na tetrasubstituovaný piperazín pôsobí dialkylesterom kyseliny 2-halogenpropándiovej v suchom dimetylformamide alebo v suchom organicom rozpúšťadle v prítomnosti bázy.

Látky pripravené podľa vynálezu majú použitie ako svetelné stabilizátory polymérov.

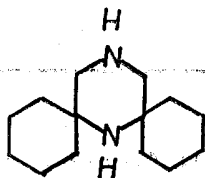
Vynález sa týka diesterov substituovanej kyseliny propándiovej zahrňujúcej vo svojej molekule ako zvyšok tetrasubstituovanú piperazínovú jednotku, ktoré majú nasledovný obecný vzorec



kde

R je metylová alebo etylová skupina a ďalej sa vynález týka spôsobu ich prípravy.

Spôsob prípravy polymerizovateľných svetelných stabilizátorov na báze diesterov substituovanej kyseliny propándiovej a tetrasubstituovanej kyseliny propándiovej a tetrasubstituovaných piperazínov je založený na reakcii zlúčeniny vzorca



s dimetyl — alebo dietylerom kyseliny 2-halogénpropándiovej v suchom dimetylformamide, alebo v suchom uhľovodíkovom rozpúšťadle (napríklad benzén, toluén, xy-lén) v prítomnosti bázy, ako napríklad trietylamínu, pyridínu atď.

Uvedené zlúčeniny patriace do skupiny stéricky bránených amínov môžu samotné pôsobiť ako svetelné stabilizátory polymérov. Nevýhodou nízkomolekulových zlúčenín tejto skupiny je ich značná prchavosť a vypiera-teľnosť z úžitkového polyméru. Prípravou poly-mérnych svetelných stabilizátorov sa tieto nedostatky môžu odstrániť. K tomuto účelu môžu slúžiť látky, ktoré sú predmetom vynálezu.

Príklad 1

K roztoku 2,22 g (0,01 mól) 7,15-diazadispiro(5,1,5,3)hexadekánú v 20 ml bezvodého dimetyl formamidu sa pri laboratórnej teplote za stáleho miešania pomaly prikvapkáva roztok 2,39 g (0,01 mól) dietyleru kyseliny 2-brómpropándiovej v 10 ml bezvodého dimetylformamidu. Zmes sa ďalej mieša 5 h, potom vleje do 60 ml vody a silne zalkalizu-

je 40 % roztokom hydroxidu sodného. Vyextrahuje sa trikrát chloroformom, spojené extrahy sa vysušia bezvodým síranom sodným a rozpúšťadlo sa odparí. Obdržaný zvyšok sa prekryštalizuje z etanolu. Získa sa produkt v podobe bielej kryštalickej látky s t. t. = 163 až 165 °C.

Elementárna analýza pre $C_{21}H_{36}N_2O_4$:

Vypočítané:

C 66,28 %, H 9,54 %, N 7,36 %,

Nájdene:

C 66,98 % H 9,61 %, N 7,52 %.

Príklad 2

K roztoku 6,66 g (0,03 mól) 7,15-g-diazadispiro(5,1,5,3)hexadekánú a 5 ml trietylamínu v 120 ml suchého benzénu sa pri laboratórnej teplote za stáleho miešania pomaly prikvapkáva roztok 7,17 g (0,03 mól) dietyleru kyseliny 2-brómpropándiovej. Reakčná zmes sa nechá pri laboratórnej teplote ďalej miešať po dobu 24 h. Vzniklý tuhý podiel sa odsaje, rozpustí v nasýtenom roztoku uhličitanu draselného a roztok sa dôkladne vyextrahuje éterom. Éterické extrakty sa spoja so získaným filtrátom, vysušia bezvodým síranom sodným a rozpúšťadlá sa odparia. Obdržaný zvyšok sa prekryštalizuje z etanolu. Získa sa produkt v podobe bielej kryštalickej látky s t. t. = 164 až 167 °C.

Elementárna analýza pre $C_{21}H_{36}N_2O_4$:

Vypočítané:

C 66,28 %, H 9,54 %, N 7,36 %.

Nájdene:

C 66,53 %, H 9,70 %, N 7,49 %.

IČ spektrum (chloroform):

ν_{\max} =

850, 920, 1045, 1095, 1145, 1205, 1250, 1285, 1335, 1360, 1385, 1450, 1670, 1720, 2930 cm^{-1}

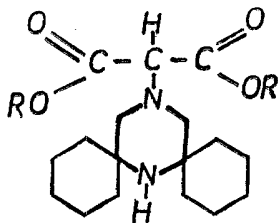
^1H -NMR spektrum (denaturovaný chloroform):

δ —

1,25 (triplet, 6H),
1,45 (široký pás, 2OH),
2,28 (singlet, 4H),
3,14 (široký pás, 1H),
4,22 (kvartet, 4H), ppm.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Polymerizovateľné svetelné stabilizátory na báze diesterov substituovanej kyseliny propándiovej a tetrasubstituovaných piperazínov obecného vzorca

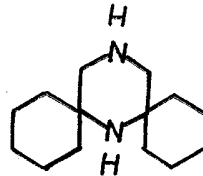


kde

R je metylová alebo etylová skupina.

2. Spôsob prípravy polymerizovateľných svetelných stabilizátorov na báze diesterov substituovanej kyseliny propándiovej a te-

trasubstituovaných piperazínov podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že na zlúčeninu vzorca



sa pôsobí pri laboratórnej teplote dimetyl- alebo dietylesteroom kyseliny 2-halogénpropándiovej v suchom organickom rozpúšťadle, výhodne dimetylformamide, benzéne, toluéne, v prítomnosti bázy, výhodne trietylamíne, pyridíne.