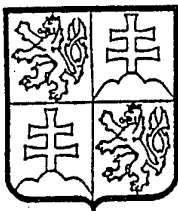


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

PATENTOVÝ SPIS 276 724

(21) Číslo přihlášky : 2877-87
(22) Přihlášeno : 23.04.87
(30) Prioritní data : 25.04.86 - CH -
86/1690
(40) Zveřejněno : 12.09.90
(47) Uděleno : 24.06.92
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 12.08.92

(13) Druh dokumentu : B6

(51) Int. Cl.⁵ :

C 08 K 5/3435

C 08 L 23/02

(73) Majitel patentu : Ciba-Geigy AG, Basilej, CH;
Sankyo Company Limited, Tokyo, JP

(72) Původce vynálezu : Gugumus Francois dr., Allschwil, CH;
Rody Jean dr., Riehen, CH

(54) Název vynálezu : Stabilizátor pro polyolefiny proti účinkům světla

(57) Anotace :

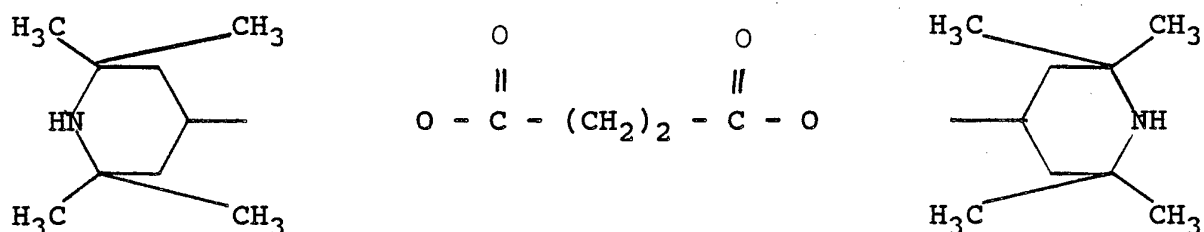
Prostředek ke stabilizaci termoplastických polymerů, zejména polyolefinů, vůči účinku světla, spočívá v tom, že obsahuje jako účinnou složku di-(2,2-6,6-tetramethyl-4-piperidiny)sukcinát. Popisují se také termoplastické polymery, zvláště polyolefiny a kopolymery olefinu, stabilizované výše charakterizovaným prostředkem.

Prostředek ke stabilizaci termoplastů vůči účinkům světla

Vynález se týká prostředku ke stabilizaci termoplastů, zejména polyolefinů, proti účinkům světla. Dále se vynález týká termoplastů, zejména polyolefinů stabilizovaných vůči účinkům světla. Stabilizace se přitom provádí přidavkem esteru jantarové kyseliny s 2,2,6,6-tetramethylpiperidin-4-olem.

Je známo, že většina termoplastů je poškozována účinkem světla, přičemž je rozhodující především krátkovlnná část (UV) světla. Zvláště intenzivní je poškozování světlem u polyolefinů, zejména u polypropylenu. Takovéto polymery se musí pro vnější použití stabilizovat vůči účinkům světla. Pro tyto účely existuje dnes řada plně účinných na trhu obvyklých prostředků k ochraně proti světlu, jako jsou například hydroxybenztriazoly, hydroxybenzofenony, sloučeniny niklu, oxalanilidy nebo arylbenzoáty. Nejúčinnější prostředky k ochraně proti účinkům světla, které jsou dnes známy, jsou však představovány stéricky bráněnými aminy, z nichž nejznámějšími jsou deriváty 2,2,6,6-tetramethylpiperidinu. Jako příklad těchto derivátů lze uvést di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)sebakát, který je znám na trhu pod označením Tinuvin^(R) 770.

Nyní bylo zjištěno, že se jako prostředek ke stabilizaci termoplastů proti účinkům světla zvláště dobře hodí ester jantarové kyseliny s 2,2,6,6-tetramethylpiperidin-4-olem. V jednotlivých substrátech je tato sloučenina účinnější, než srovnatelné známé prostředky k ochraně proti účinkům světla, například než odpovídající ester sebakové kyseliny. Tato sloučenina odpovídá vzorci



Předmětem tohoto vynálezu je proto prostředek ke stabilizaci termoplastických polymerů vůči účinku světla, který spočívá v tom, že jako účinnou složku obsahuje di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)sukcinát.

Předmětem vynálezu jsou dále termoplastické polymery stabilizované proti účinku světla, které obsahují jako prostředek k ochraně proti světlu di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)sukcinát.

V JP-A-84/53545 se navrhuje použití di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)sukcinátu jako prostředku k ochraně proti světlu pro latexy syntetických kaučuků, které obsahují oxid titaničitý. Tato sloučenina se v uvedené publikaci jmenuje, ale blíže se nepopisuje. Sloučenina se může vyrábět podle postupu, který se

popisuje v US patentovém spisu č. 3 840 494 reesterifikací 4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidinu dialkylsukcinátem. V US patentovém spisu č. 3 840 494 se uvádí také homologický di-(1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidiny)l)sukcinát. Tato sloučenina je však pro svou nízkou teplotu tání jakožto stabilizátor pro termoplastické polymery méně vhodná.

Naproti tomu taje di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)l)sukcinát při teplotě 118 °C, což umožňuje suché mísení s práškovým nebo granulovaným termoplastickým polymerem.

Jako příklady termoplastických polymerů, které se mohou stabilizovat shora uvedenými sloučeninami, lze uvést:

1. Polymery monoolefinů, jako je například polyethylen, polypropylen, polyisobutylen, 1-polybuten, polymethylpent-1-en, jakož i polymery cykloolefinů, jako například cyklopentenu nebo norbornenu.
2. Směsi polymerů uvedených ad 1), například směsi polypropylenu s polyisobutylenem s polyethylenem nebo s EPDM.
3. Kopolymery monoolefinů navzájem nebo s dalšími vinylovými monomery, jako jsou například kopolymery ethylenu a propylen, kopolymery propylenu a 1-butenu, kopolymery propylenu a isobutylenu, kopolymery ethylenu a 1-butenu, kopolymery ethylenu a alkylakrylátu, kopolymery ethylenu a alkylmethakrylátu, kopolymery ethylenu a vinylacetátu nebo kopolymery ethylenu a akrylové kyseliny a jejích solí (ionomery).
4. Polystyren, poly-(p-methylstyren) a kopolymery styrenu s dalšími vinylovými monomery, jako například kopolymery styrenu a akrylonitrilu, styrenu a alkylmethakrylátu, styrenu a anhydridu maleinové kyseliny, styrenu, akrylonitrilu a methylakrylátu.
5. Polymery obsahující halogen, jako je například polychloropren, chlorkaučuk, chlorovaný nebo chlorsulfonovaný polyethylen, homo- a kopolymery epichlorhydrinu, zejména polymery vinylových sloučenin obsahujících halogen, jako například polyvinylchlorid, polyvinylidenchlorid, polyvinylfluorid, polyvinylidenfluorid; jakož i jejich kopolymery, jako kopolymery vinylchloridu a vinylidenchloridu, kopolymery vinylchloridu a vinylacetátu nebo vinylidenchloridu a vinylacetátu.
6. Polymery, které se odvozují od α , β -nenasycených kyselin a jejich derivátů, jako polyakryláty a polymethakryláty, polyakrylamidy a polyakrylonitrily.
7. Kopolymery monomerů uvedených ad 6) navzájem nebo s jinými nenasyčenými monomery, jako například kopolymery akrylonitrilu a alkylakrylátu, akrylonitrilu a alkoxyalkylakrylátu nebo akrylonitrilu a vinylhalogenidu.
8. Polymery, které se odvozují od nenasyčených alkoholů a aminů popřípadě jejich acylderivátů nebo acetalů, jako polyvinylalkohol, polyvinylacetát, -stearát, -benzoát, maleát, polyvinyl-

butyral, polyallylftalát, polyallylmelamin.

9. Homo- a kopolymery cyklických etherů, jako polyalkylenglykoly, polyethylenoxid, polypropylenoxid nebo jejich kopolymery s bis-glycidylethery.
10. Polyacetaly, jako polyoxymethylen, jakož i takové polyoxymethyleny, které obsahují komonomery, jako například ethylenoxid.
11. Polyfenyloxyd a -sulfidy a jejich směsi se styrenovými polymery.
12. Polyurethany, které se odvozují od polyetherů s koncovými hydroxylovými skupinami na straně jedné a alifatických nebo aromatických polyisokyanátů na straně druhé, jakož i jejich meziprodukty.
13. Polyamidy a kopolyamidy, které se odvozují od diaminů a dikarboxylových kyselin nebo/a aminokarboxylových kyselin nebo odpovídajících laktamů, jako je polyamid 4, polyamid 6, polyamid 6/6, polyamid 6/10, polyamid 11, polyamid 12, poly-2,4,4-trimethylhexamethylentereftalamid, jakož i jejich blokové kopolymery a polyethery, jako například s polyethylenglykolem, polypropylenglykolem nebo polytetramethylenglykolem.
14. Polymočoviny, polyimidy, polyamid-imidy a polybenzimidazoly.
15. Polyestery, které se odvozují od dikarboxylových kyselin a dialkoholů nebo/a hydroxykarboxylových kyselin nebo odpovídajících laktonů, jako je polyethylentereftalát, polybutylentereftalát, poly-1,4-dimethylolcyklohexantereftalát, polyhydroxybenzoáty, jakož i blokové polyether-estery, které se odvozují od polyetherů s koncovými hydroxylovými skupinami.
16. Polykarbonáty a polyesterkarbonáty.
17. Polysulfony, polyethersulfony a polyetherketony.

Zvláštní význam má stabilizace polyolefinů a kopolymerů olefinu, uvedených shora ad 1) až 3), zejména však stabilizace polypropylenu a kopolymerů propylenu. Přidávané množství prostředku k ochraně proti světlu činí účelně 0,01 až 5 % hmot. výhodně 0,025 až 2 % hmot. vztaženo na stabilizovaný polymer.

Prostředek k ochraně proti světlu lze přidávat před, během nebo po polymeraci, avšak výhodně se přidává před nebo v průběhu tváření. Stabilizátor lze smísit například s práškovými polymery nebo se může přidávat k tavenině polymerů podle metod obvyklých pro tyto účely. Stabilizátor se může přimíchávat také ve formě předsměsi (masterbatch) obsahující například 5 až 25 % stabilizátoru.

Kromě stabilizátoru podle vynálezu se mohou k polymeru přidávat také ještě další, známé stabilizátory. Jako příklady těchto látek lze uvést následující skupiny stabilizátorů:

1. Antioxidační prostředky:

1.1 Alkylované monofenoly, například

2,6-di-terc.butyl-4-methylfenol
2-terc.butyl-4,6-dimethylfenol
2,6-di-terc.butyl-4-ethylfenol
2,6-di-terc.butyl-4-n-butylfenol
2,6-di-terc.butyl-4-isobutylfenol
2,6-dicyklopentyl-4-methylfenol
2-(α -methylcyklohexyl)-4,6-dimethylfenol
2,6-dioktadecyl-4-methylfenol
2,4,6-tricyklohexylfenol
2,6-di-terc.butyl-4-methoxymethylfenol

1.2 Alkylované hydrochinony, například

2,6-di-terc.butyl-4-methoxyfenol
2,5-di-terc.butylhydrochinon
2,5-di-terc.amylhydrochinon
2,6-difenyl-4-oktadecyloxyfenol

1.3 Hydroxylované thiodifenylethery, například

2,2'-thio-bis-(6-terc.butyl-4-methylfenol)
2,2'-thio-bis-(4-oktylfenol)
4,4'-thio-bis-(6-terc.butyl-3-methylfenol)
4,4'-thio-bis-(6-terc.butyl-2-methylfenol)

1.4 Alkyliden-bisfenoly, například

2,2'-metylen-bis-(6-terc.butyl-4-methylfenol)
2,2'-metylen-bis-(6-terc.butyl-4-ethylfenol)
2,2'-metylen-bis-[4-methyl-6-(α -methylcyklohexyl)fenol]
2,2'-metylen-bis-(4-methyl-6-cyklohexylfenol)
2,2'-metylen-bis-(6-nonyl-4-methylfenol)
2,2'-metylen-bis-(4,6-di-terc.butylfenol)
2,2'-ethyliden-bis-(4,6-di-terc.butylfenol)
2,2'-ethyliden-bis-(6-terc.butyl-4-isobutylfenol)
2,2'-metylen-bis-[6-(α -methylbenzyl)-4-nonylfenol]
2,2'-metylen-bis-[6-(α , α -dimethylbenzyl)-4-nonylfenol]
4,4'-metylen-bis-(2,6-di-terc.butylfenol)
4,4'-metylen-bis-(6-terc.butyl-2-methylfenol)
1,1-bis-(5-terc.butyl-4-hydroxy-2-methylfenyl)butan
2,6-di-(3-terc.butyl-5-methyl-2-hydroxybenzyl)-4-methylfenol
1,1,3-tris-(5-terc.butyl-4-hydroxy-2-methylfenyl)butan
1,1-bis-(5-terc.butyl-4-hydroxy-2-methylfenyl)-3-n-dodecylmer-
kaptobutan
ethylenglykol-bis-[3,3-bis-(3'-terc.butyl-4'-hydroxyfenyl)buty-
rát]
di-(3-terc.butyl-4-hydroxy-5-methylfenyl)dicyklopentadien
di-[2-(3'-terc.butyl-2'-hydroxy-5'-methylbenzyl)-6-terc.butyl-4-
-methylfenyl)tereftalát.

1.5 Benzylderiváty, například

1,3,5-tri-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxybenzyl)-2,4,6-trimethyl -

benzen
di-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxybenzyl)sulfid
isoktylester 3,5-di-terc.butyl-4-hydroxybenzylmerkaptooctové kyseliny
bis-(4-terc.butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)dithioltereftalát
1,3,5-tris-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxybenzyl)isokyanurát
1,3,5-tris-(4-terc.butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)isokyanurát
dioktadecylester 3,5-di-terc.butyl-4-hydroxybenzylfosfonové kyseliny
vápenatá sůl monoethylesteru 3,5-di-terc.butyl-4-hydroxybenzylfosfonové kyseliny.

1.6 Acylaminofenoly, například

anilid 4-hydroxylaurové kyseliny
anilid 4-hydroxystearové kyseliny
2,4-bis-oktylmerkapt-6-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyanilino)-s-triazin
oktylester N-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenyl)karbamové kyseliny

1.7 Estery β -(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenyl)propionové kyseliny

s jednomocnými nebo s vícemocnými alkoholy, jako například s

methanolem
oktadekanolem
1,6-hexandiolem
neopentylglykolem
thiodiethylenglykolem
diethylenglykolem
triethylenglykolem
pentaerythritolem
tris-hydroxyethyl-isokyanurátem
diamidem di-hydroxyethyl šťavelové kyseliny.

1.8 Estery β -(5-terc.butyl-4-hydroxy-3-methylfenyl)propionové kyseliny

s jednomocnými nebo vícemocnými alkoholy, jako například s

methanolem
oktadekanolem
1,6-hexandiolem
diethylenglykolem
triethylenglykolem
pentaerythritolem
neoptentylglykolem
thiodiethylenglykolem
tris-hydroxyethylisokyanurátem
diamidem dihydroxyethylšťavelové kyseliny

1.9 Amidy β -(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenyl)propionové kyseliny, jako například

N,N'-di-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenylpropionyl)hexamethylen-diamin

N,N'-di-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenylpropionyl)trimethylendi-amin

N,N'-di-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenylpropionyl)hydrazin

2. Absorbéry UV světla a prostředky k ochraně proti světlu

2.1 2-(2'-hydroxyfenyl)benztriazoly, jako například

5'-methyl-, 3',5'-di-terc.butyl-, 5'-terc.butyl-, 5'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-, 5-chlor-3',5'-di-terc.butyl-, 5-chlor-3'-terc.-butyl-5'-methyl-, 3'-sek.butyl-5'-terc.butyl-, 4'-oktoxy-, 3',5'-di-terc.amyl-, 3',5'-bis(α,α -dimethylbenzyl)derivát.

2.2 2-hydroxybenzofenony, jako například

4-hydroxy-, 4-methoxy-, 4-oktoxy-, 4-decyloxy-, 4-dodecyloxy, 4-benzyloxy-, 4,2',4'-trihydroxy-, 2'-hydroxy-4,4'-dimethoxyderivát.

2.3 Estery popřípadě substituovaných benzoových kyselin, jako například

4-terc.butylfenylsalicylát,
fenylsalicylát,
oktylfenylsalicylát,
dibenzoylresorcin,
bis-(4-terc.butylbenzyl)resorcin,
benzoylresorcin,
2,4-di-terc.butylfenylester 3,5-di-terc.butyl-4-hydroxybenzoové kyseliny,
hexadecylester 3,6-di-terc.butyl-4-hydroxybenzoové kyseliny.

2.4 Akryláty, jako například

ethylester α -kyan- β,β -difenylakrylové kyseliny,
isooktylester α -kyan- β,β -difenylakrylové kyseliny,
methylester α -methoxykarbonylskořicové kyseliny,
methylester, popřípadě butylester α -kyan- β -methyl-p-methoxyskořicové kyseliny,
methylester α -methoxykarbonyl-p-methoxyskořicové kyseliny,
N-(β -methoxykarbonyl- β -kyanvinyl)-2-methylindolin.

2.5 Sloučeniny niklu, jako například komplexy 2,2'-thio-bis-[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)fenolu] s niklem, jako

komplex 1:1 nebo komplex 1:2, popřípadě s přidavnými ligandy, jako s n-butylaminem, triethanolaminem nebo N-cyklohexyldiethanolaminem,
nikl-dibutyldithiokarbamat,
soli monoalkylesterů 4-hydroxy-3,5-di-terc.butylbenzylfosfonové kyseliny s niklem,
jako methylesteru nebo ethylesteru,
komplexy ketoximů s niklem,
jako komplex 2-hydroxy-4-methylfenylundecylketonoximu,
komplexy 1-fenyl-4-lauroyl-5-hydroxypyrazolu s niklem a popřípadě s přidavnými ligandy.

2.6 Stéricky bráněné aminy,
jako například

bis-(2,2,6,6-tetramethylpiperidyl)sebakát,
bis-(1,2,2,6,6-pentamethylpiperidyl)sebakát,
bis-(1,2,2,6,6-pentamethylpiperidyl)ester n-butyl-3,5-di-terc.
butyl-4-hydroxybenzylmalonové kyseliny,
tris-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)nitrilotriacetát,
tetrakis-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)-1,2,3,4-butanetetrakar-
boxylová kyselina,
1,1'-(1,2-ethandiyl)-bis-(3,3,5,5-tetramethylpiperazinon).

2.7 Diamidy šťavelové kyseliny,
jako například

4,4'-dioktyloxyoxanilid,
2,2'-dioktyloxy-5,5'-di-terc.butyloxanilid,
2,2'-didodecyloxy-5,5'-di-terc.butyloxanilid,
2-ethoxy-2'-ethyloxanilid,
N,N'-bis-(3-dimethylaminopropyl)oxalamid,
2-ethoxy-5-terc.butyl-2'-ethyloxanilid a jeho směs s 2-ethoxy-2'-
-ethyl-5,4'-di-terc.butyloxanilidem,
směsi ortho- a para-methoxy-, jakož i o- a p-ethoxy-disubstituo-
vaných oxanilidů.

3. Desaktivátory kovů,
jako například

N,N'-difenyloxaldiamid,
N-salicylal-N'-salicyloylhydrazin,
N,N'-bis-salicyloylhydrazin,
N,N'-bis-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenylpropionyl)hydrazin,
3-salicyloylamino-1,2,4-triazol,
bis-benzylidenoxaldihydrazid.

4. Fosfity a fosfonity,
jako například

trifenylofosfit,
difenyldialkylfosfit,
fenyldialkylfosfit,
tri-(nonylphenyl)fosfit,
trilaurylofosfit,
trioktadecylfosfit,
distearyl-pentaerythritdifosfit,
tris-(2,4-di-terc.butylphenyl)fosfit,
diisodecyl-pentaerythritdifosfit,
di-(2,4-di-terc.butylphenyl)-pentaerythritdifosfit,
tristearylsorbitrifosfit,
tetrakis-(2,4-di-terc.butylphenyl)-4,4'-bifenylen-difosfonit,
3,9-bis-(2,4-di-terc.butylfenoxy)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfa-
spiro [5,5]undekan.

5. Sloučeniny rozkládající peroxidy,
jako například

estery β -thiodipropionové kyseliny,

například laurylester, stearylester, myristylester nebo tridecylester, merkaptobenzimidazol, zinečnatá sůl 2-merkaptobenzimidazolu, dibutyldithiokarbamat zinečnatý, dioktadecyldisulfid, pentaerathrit-tetrakis-(β -dodecylmerkaptopropionát.

6. Stabilizátory polyamidů,
jako například

solí mědi v kombinaci s jodidy nebo/a sloučeninami fosforu a soli manganaté.

7. Bázecké pomocné stabilizátory,
jako například

melamin,
polyvinylpyrrolidon,
dikyandiamid,
triallylkyanurát,
deriváty močoviny,
deriváty hydrazinu,
aminy,
polyamidy,
polyurethany,
solí vyšších mastných kyselin s alkalickými kovy a s kovy alkalických zemin, například vápenatá sůl stearové kyseliny, zinečnatá sůl stearové kyseliny, hořečnatá sůl stearové kyseliny, natriumricinoleát, draselná sůl palmitové kyseliny, antiomon-pyrokatechinát nebo cín-pyrykatechinát.

Současné použití známých stabilizátorů může vést ke zvláště příznivým stabilizačním efektům, což je zvláště v případě současného použití absorberů UV světla nebo/a fenolických antioxidačních prostředků. Zvláštní význam má současné použití fenolických antioxidačních prostředků, fosfitů nebo fosfonitů a solí vyšších mastných kyselin s kovy alkalických zemin při stabilizaci polyolefinů. Přidávané množství jednotlivých kostabilizátorů činí také účelně 0,01 až 5 % hmot., výhodně 0,025 až 2 % hmot., vztaženo na polymer.

Dále se mohou přidávat další přísady, které jsou obvyklé v technologii plastických hmot, jako jsou například pigmenty, plnidla, ztužovadla, mazadla, ochranné látky proti ohni, antistatické přísady, nadouvadla nebo změkčovadla.

Takto stabilizované plastické hmoty se mohou používat v nejrozličnější formě, například jako fólie, vlákna, pásy, desky, nádoby, trubky nebo jiné profily.

Následující příklady popisují výrobu uvedených sloučenin a jejich použití v termoplastech. Díly znamenají díly hmot. a % znamenají % hmot., pokud není uvedeno jinak.

Příklad 1

Výroba di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidinyl)sukcinátu

322,3 g (2,05 mol) 4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidinu a 146,1 g (1 mol) dimethylesteru jantarové kyseliny se zahřívá ve 300 ml xylenu na teplotu 80 °C. Při této teplotě se přidá 1,2 g amidu lithného k reakční směsi a teplota vystoupí až na 120 až 125 °C. Za zavádění slabého proudu dusíku se nyní pozvolna oddestiluje směs methanolu a xylenu. Asi po 10 hodinách neoddestilová již prakticky žádný methanol, což ukazuje na konec reesterifikace. Obsah baňky se zředí 500 ml benzínu (s rozmezím teploty varu od 110 do 140 °C) a ještě teplá (60 až 70 °C) směs se promyje v dělicí nálevce třikrát vždy 100 ml vody. Z organické fáze vykrystaluje při ochlazení reakční produkt ve formě bezbarvých krystalů. Získaný di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidinyl)sukcinát taje při 118 °C.

Příklad 2

Ochranný účinek proti světlu v pásčích polypropylenu

100 dílů práškového polypropylenu [tavný index 2,4 g/10 min. (230 °C, 2160 g)] se smísí v bubnovém mísiči s 0,05 dílu pentaerythryl-tetrakis- $[\beta$ -(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenyl) -propionátu], 0,05 dílu tris-(2,4-di-terc.butylfenyl)fosfitu, 0,1 dílu vápenaté soli stearové kyseliny a 0,05 dílu prostředku k ochraně proti světlu a potom se získaná směs zpracuje na vytlačovacím stroji při teplotě 180 až 220 °C na granulát.

Získaný granulát se zpracuje ve druhém vytlačovacím stroji se šterbinovou hubicí (teplota 220 až 260 °C) na fólii, ze které se vyřezou pásy, které se potom při zvýšené teplotě dluží v poměru 1:6 a navíjejí se (titr pásků: 700 až 900 den; pevnost v tahu: 5,5 až 6,5 g/den).

Takto vyrobené polypropylenové pásy se umístí bez natažení na nosič vzorků a osvítlí se v zařízení Weather-O-Meter WRC 600. Po různých časových intervalech se odebere vždy 5 vzorků a stanoví se jejich pevnost v tahu. Jako měřítko ochranného účinku jednotlivých prostředků k ochraně proti světlu platí doba osvětlení, po které pevnost v tahu pásků poklesne na 50 % původní hodnoty. Získané výsledky jsou uvedeny v tabulce 1.

Tabulka 1

prostředek k ochraně proti světlu	dobu osvětlení až ke snížení pevnosti v tahu na 50 %
žádný	560 h
0,05 % di-(2,2,6,6-tetra- methyl-4-piperidinyl)sukcinátu	2820 h

Příklad 3

Ochranný účinek proti světlu v polypropylenových deskách o tloušťce 2 mm vyrobených vstřikováním

100 dílů práškového polypropylenu [tavný index 2,4 g/10 min 230 °C/2160 g]] se smísí v bubnovém mísiči s 0,05 dílu pentaerythrityl-tetrakis-[β -(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenyl)-propionátu], 0,05 dílu tris-(2,4-di-terc.butylfenyl)fosfitu, 0,1 dílu vápenaté soli stearové kyseliny, 0,1 dílu ftalocyaninové modři o 0,2 dílu prostředku k ochraně proti světlu a získaná směs se potom granuluje na vytlačovacím stroji při teplotě 200 až 220 °C.

Získaný granulát se zpracuje vstřikováním na vstřikovacím automatu při teplotě 190 až 220 °C na desky o tloušťce 2 mm.

Takto vyrobené polypropylenové desky se osvětlují v zařízení Weather-O-Meter 65 WR při teplotě černé desky 63 ± 3 °C (ASTM G 26-77). V pravidelných časových intervalech se vzorky zkoumají na křídování. Jako měřítko ochranného účinku jednotlivých prostředků k ochraně proti světlu slouží doba osvětlení až k počínajícímu křídování. Výsledky testu jsou uvedeny v tabulce 2.

Tabulka 2

prostředek k ochraně proti světlu (0,2 %)	doba osvětlování až k počí- najícímu křídování
di-(2,2,6,6-tetramethyl- piperidin-4-yl)sukcinát	6 100 h
žádný	510 h

Příklad 4

Ochranný účinek proti světlu v kopolymeru akrylnitrilu, butadienu a styrenu (ABS)

100 dílů granulátu ABS (Dow^(R) 2030), obsahujících 0,25 dílu oktadecyl-3-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenyl)propionátu jako základní stabilizované směsi, se v bubnovém mísiči smíchá s 0,25 díly 2-(2-hydroxy-5-methylfenyl)-2H-benztriazolu (UV-1) a 0,25 díly di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)l)sukcinátu (LS-1) a potom se získaná směs zpracuje na vytlačovacím stroji při maximální teplotě 220 °C na granulát. Získaný granulát se vstřikuje do vstřikovacího automatu, kde se získají destičky o tloušťce 2 mm. Takto vyrobené zkušební destičky se osvítlí v zařízení

Atlas-Weatherometer^(R) WRC 600. Po pravidelných časových intervalech se zkušební destičky výjmu z osvětlovacího zařízení a stanoví se index žloutnutí (YI) podle normy ASTM D 1925. Dále uvedená tabulka informuje o dosažených hodnotách a ukazuje na zřetelný účinek použitého prostředku, který stabilizuje proti účinkům světla. Malé hodnoty indexu YI znamenají malé žloutnutí a tudíž dobrou stabilizaci.

Tabulka 3

Stabilizátor	Index žloutnutí (YI) po hodinách					
	500	1000	1500	2000	2500	3000
UV-1 + LS-1	0	3	5	6	7	9
žádný	12	18	25	31	44	53

Příklad 5

Ochranný účinek proti světlu v polyurethanu

25 dílů nestabilizovaného polyurethanu (Estane^(R) 5707 F1) a 0,125 dílu di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)l)sukcinátu (LS-1) se rozpustí v 1000 ml dimethylformamidu. Roztok polymeru se třepe přes noc a po úplné homogenizaci vylije na skleněnou desku k vytvoření filmů o tloušťce 500 μm . Získané filmy na skleněných deskách se usuší v cirkulační sušárně za teploty 120 °C během 20 minut. Získané filmy, jejichž tloušťka činí přibližně 70 μm , se sejmou ze skleněných desek. Zkušební vzorky o rozměru 60 x 67 mm se vyrazí z filmu a osvítil v zařízení Weatherometer^(R) Ci 65. Zkušební vzorky se po pravidelných časových intervalech výjmou z osvětlovacího zařízení a stanoví se index žloutnutí (YI) podle normy ASTM D 1925. Dále uvedená tabulka informuje o dosažených hodnotách a ukazuje na zřetelný účinek použitého prostředku, který stabilizuje proti účinkům světla.

Tabulka 4

Stabilizátor	Index žloutnutí (YI) po hodinách					
	25	50	75	100	200	250
LS-1	6,9	10,9	13,9	16,3	23,3	26,1
žádný	14,6	24,6	32,3	x)	x)	x)

x) není možné změřit (pro silné zbarvení)

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Prostředek ke stabilizaci termoplastických polymerů proti účinkům světla, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)l)sukcinát.
2. Termoplastický polymer stabilizovaný proti účinku světla, vyznačující se tím, že jako prostředek k ochraně proti světlu obsahuje di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)l)sukcinát.
3. Termoplastický polymer stabilizovaný proti účinku světla podle nároku 2, vyznačující se tím, že obsahuje 0,01 až 5 % hmotnostních prostředku k ochraně proti světlu, vztaženo na čistý polymer.
4. Termoplastický polymer stabilizovaný proti účinku světla podle nároku 3, vyznačující se tím, že obsahuje 0,025 až 2 % hmotnostní prostředku k ochraně proti světlu, vztaženo na čistý polymer.
5. Termoplastický polymer stabilizovaný proti účinku světla podle nároku 2, vyznačující se tím, že obsahuje kromě prostředku k ochraně proti světlu absorbér UV světla a antioxidační prostředek.
6. Termoplastický polymer stabilizovaný proti účinku světla podle nároku 2, vyznačující se tím, že obsahuje kromě prostředku k ochraně proti světlu fenolický antioxidační prostředek, fosfit nebo fosfonit a sůl vyšší mastné kyseliny s kovem alkalické zeminy.
7. Polyolefin nebo kopolymer olefinu stabilizovaný proti účinku světla podle nároku 2, vyznačující se tím, že jako prostředek k ochraně proti světlu obsahuje di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)l)sukcinát.
8. Polypropylen nebo kopolymer propylenů stabilizovaný proti účinku světla podle nároku 7, vyznačující se tím, že jako prostředek k ochraně proti světlu obsahuje di-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidiny)l)sukcinát.

Konec dokumentu
