



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

250593

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 19 12 85

(21) [PV 9511-85]

(40) Zverejnené 18 09 86

(45) Vydané 15 07 88

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 07 D 471/10

(75)

Autor vynálezu

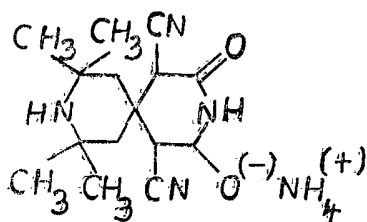
VAŠŠ FRANTIŠEK RNDr., BRATISLAVA, BIELIKOVÁ ANNA RNDr.,  
PIEŠŤANY, LUSTOŇ JOZEF ing. CSc., MAŇÁSEK ZDENĚK ing. CSc.,  
VAŠŠOVÁ GABRIELA ing., BRATISLAVA

(54) Amónium 1,5-dikyano-2,4-dioxo-8,8,10,10-tetrametyl-3,9-diazaspiro-  
[5,5]undekán a spôsob jeho prípravy

1

2

Vynález sa týka amónium 1,5-dikyano-2,4-  
-dioxo-8,8,10,10-tetrametyl-3,9-diazaspiro-  
[5,5]undekánu vzorca

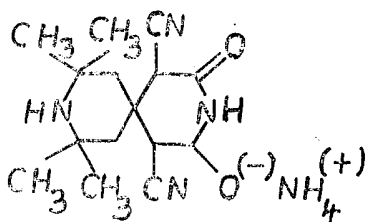


a spôsobu jeho prípravy, ktorý sa vyznaču-  
je tým, že sa na 1 mól 2,2,6,6-tetrametyl-4-  
-oxopiperidínu pôsobí 2 mólmí metyl alebo  
etylkyanoacetátu a nasýteným alkoholickým  
roztokom amoniaku, najvýhodnejšie pri tep-  
lote v rozmedzí od -20 °C do 0 °C po dobu  
2 dní. Vynález má použitie v chémii poly-  
mérov pre syntézu svetelných stabilizátorov  
polyalkylpiperidínového typu so zvýšenou  
molekulovou hmotnosťou.

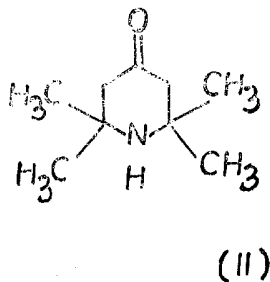
Vynález sa týka amónium 1,5-dikyano-2,4-dioxo-8,8,10,10-tetrametyl-3,9-diazaspiro[5,5]undekánu a spôsobu jeho prípravy.

Stéricky bránené amíny predstavujú novú skupinu svetelných stabilizátorov polymérov. Na tieto stabilizátory sú kladené požiadavky vysokej účinnosti, nízkej toxicity a malej vyperateľnosti z polymérov. Okrem aplikácií v polyolefínoch sú tieto stabilizátory účinné i v polystyréne, polyuretánoch a polyamidoch.

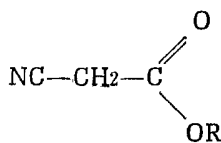
Podstatou vynálezu je amónium 1,5-dikyano-2,4-dioxo-8,8,10,10-tetrametyl-3,9-diazaspiro[5,5]undekán vzorca I



Podstatou vynálezu je ďalej spôsob prípravy zlúčeniny I, ktorý sa vyznačuje tým, že sa na 1 mól 2,2,6,6-tetrametyl-4-oxopiperidínu vzorca II



pôsobí 2 móľmi alkylkyanoacetátu vzorca III



kde

R značí metylovú alebo etylovú skupinu a nasýteným alkoholickým roztokom amoniaku najvýhodnejšie pri teplote v rozmedzí od  $-20^{\circ}\text{C}$  do  $0^{\circ}\text{C}$  po dobu 2 dní.

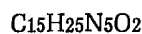
Výhodou uvedeného vynálezu je prípra-

va východiskovej látky pre syntézu svetelných stabilizátorov polymérov polyalkylpiperidínového typu so zvýšenou molekulovou hmotnosťou, s eliminovanou prchavosťou a zníženou extrahovateľnosťou.

#### Príklad 1

K zmesi 9,81 g [0,063 móla] 2,2,6,6-tetrametyl-4-oxopiperidínu a 12,52 g [0,126 móla] metylkyanoacetátu sa pridá 125 ml metanolu sýteného amoniakom. Reakčná zmes sa nechá stáť 2 dni pri teplote  $-15^{\circ}\text{C}$ . Vzniknutý tuhý podiel sa odsaje a premyje malým množstvom metanolu. Po vysušení sa získa produkt v podobe bielej práškovitej látky s teplotou topenia  $184$  až  $185,5^{\circ}\text{C}$ .

Elementárna analýza pre:



vypočítané:

58,61 % C, 8,20 % H, 22,78 % N;

nájdene:

58,34 % C, 7,91 % H, 23,18 % N.

IČ spektrum (nujol)

3 360 [str]- $\nu_{(\text{N-H})}$ ,  
2 960 [s],  
2 830- $\nu_{\text{as}}$ ,  $\nu_{\text{s}}(\text{C-H})$ ,  
2 700 [Sl]- $\nu_{(\text{NH}_3^+)}$ ,  
1 665 [s],  
1 630 [s]- $\nu_{(\text{C=O amidy})}$ ,  
1 590 [s]- $\delta_{(\text{N-H amidy})}$ ,  
1 450 [s]- $\delta_{(\text{CH}_2)}$ ,  
1 375 + 1 360 [s] dublet- $\delta_{(\text{gem. CH}_3)}$ ,  
1 290- $\nu_{(\text{C-N amidy})}$ ,  
1 265 [s]- $\nu_{(\text{C-N})}$   $\text{cm}^{-1}$ .

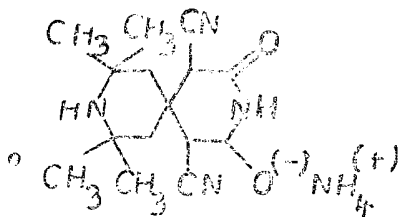
#### Príklad 2

Konkrétnym príkladom využitia amónium 1,5-dikyano-2,4-dioxo-8,8,10,10-tetrametyl-3,9-diazaspiro[5,5]undekánu je jeho hydrolyza kyselinou sírovou na hydrogénsíran kyseliny 2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidíndioctovej, ako východiskovej látky pre prípravu polymérnych svetelných stabilizátorov polykondenzačného typu.

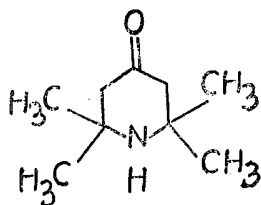
Vynález má použitie v chémii polymérov pre syntézu svetelných stabilizátorov so zvýšenou molekulovou hmotnosťou, napríklad hydrogénsíranu kyseliny 2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidíndioctovej a jej polykondenzačných produktov s diolmi.

## PREDMET VYNÁLEZU

1. Amónium 1,5-dikyano-2,4-dioxo-8,8,10,10-tetrametyl-3,9-diazaspiro[5,5]undekán vzorca I

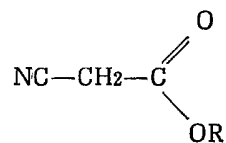


2. Spôsob prípravy zlúčeniny vzorca I podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa na 1 mól 2,2,6,6-tetrametyl-4-oxopiperidínu vzorca II



(II)

pôsobí 2 mólmi alkylkyanoacetátu obecného vzorca III



(III)

kde

R značí metylovú alebo etylovú skupinu a nasýteným alkoholickým roztokom amoniaku pri teplote v rozmedzí od  $-20^{\circ}\text{C}$  do  $0^{\circ}\text{C}$  po dobu 2 dní.