



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

212509

(11)

(B1)

(22) Prihlásené 23 05 80
(21) (PV 3647-80)

(51) Int. Cl.³

C 08 K 5/34
C 07 D 211/44

(40) Zverejnené 31 03 81

(45) Vydané 15 08 84

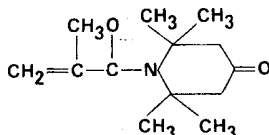
(75)
Autor vynálezu

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

(54) 1-Methakryloyl-2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidín a spôsob
jeho prípravy

1

Vynález sa týka 1-methakryloyl-2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidínu vzorca:



a spôsobu jeho prípravy.

Príprava tejto zlúčeniny sa zakladá na reakcii 2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidínu s chloridom kyseliny methakrylovej.

Táto zlúčenina môže samotná slúžiť ako svetelný stabilizátor pre polyméry. Prítomnosť aktívnej nenasýtenej skupiny v molekule uvedenej zlúčeniny ju radí k potenciálnym monomérom na prípravu polymérnych svetelných stabilizátorov. V takom prípade by sa eliminovali fyzikálne straty stabilizátora z polyméru odparovaním alebo extrakciou, čo je sprievodným znakom pri použití nízkomolekulových derivátov ako stabilizátorov polymérov.

Táto zlúčenina sa podľa predmetu vynálezu môže pripraviť priamo z chloridu kyseliny methakrylovej a 2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidínu pri prebytku prvej zložky, alebo z roztoku suchých organických rozpúšťadiel, napríklad benzénu, toluénu, alifatických a alicyklických uhľovodíkov a iné. Na viazanie chlorovodíka, ktorý sa pri reakcii uvoľňuje, sa s výhodou môžu použiť organické bázy, ako napríklad triethylamín alebo pyridín.

P r í k l a d 1

Do banky, opatrenej miešadlom, prívodom a odvodom dusíka sa vložilo 1,55 g 2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidínu a 5,2 g chloridu kyseliny methakrylovej. V inertnej atmosfére sa zmes smiešala pri izbovej teplote 2 hodiny. Potom sa za vákua oddestiloval prebytočný chlorid kyseliny. Zbytok sa rozpustil vo vodnom roztoku hydroxidu sodného a odtiaľ sa produkt vyextrahoval éterom. Po oddestilovaní éteru a prekryštalizovaní z heptánu sa získali biele kryštálky s t. t. = 115 až 117 °C.

Elementárna analýza pro $C_{13}H_{21}NO_2$:

Vypočítané: C 69,96 %, H 9,42 %, N 6,28 %;

Nájdéné: C 69,18 %, H 9,42 %, N 6,60 %.

NMR ($CDCl_3$) - 6,38 m (1H), 5,82 m (1H), 2,98 a (4H), 2,38 s (3H), 1,80 s (12H)

IČ spektrum (CCl_4) ν_{max} = 3 000, 1 740, 1 652, 1 550, 1 469, 1 380, 1 330, 1 310, 1 270, 1 240, 1 050, 1 010, 940 cm^{-1} .

P r í k l a d 2

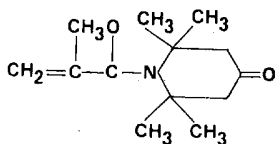
Do banky, opatrenej vyhrievaním, miešadlom, spätným chladičom, prívodom a odvodom dusíka a prikvapkávacím lievikom sa vložilo 1,55 g 2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidínu, 10 ml benzénu a 5 ml triethylamínu. Po vyhriatí k bodu varu sa za miešania prikvapkával roztok 1,2 g chloridu kyseliny methakrylovej v 5 ml benzénu počas 0,5 hodiny. Potom sa zmes nechala reagovať ešte 2 hodiny. Po ochladení sa odfiltrovala kryštalická látka. Matečný lúh sa odparil do sucha za zníženého tlaku a po kryštalizácii z heptánu sa získal biely kryštalický produkt s t. t. = 115 až 117 °C.

P r í k l a d 3

100 hmot. dielov polypropylénu sa zmiešalo s 0,15 hmot. dielmi zlúčeniny pripravenej podľa príkladu 1. Táto zmes sa homogenizovala v plastografe Brabender pri teplote 180 °C po dobu 10 minút. Zo zhomogenizovanej zmesi sa vylisovali fólie o hrúbke 0,1 mm pri teplote 190 °C a tlaku 20 MPa, po dobu 5 minút. Fólie sa ožarovali ortuťovou výbojkou o výkone 125 W vo vzdialenosti 7 cm od zdroja. Degradácia polyméru sa sledovala vývojom hydroperoxidového a karbonylového pásu. Kým doba dosiahnutia karbonylového indexu 0,2 u čistého polypropylénu bola 150 hodín, stabilizovaný polymér dosiahol túto hodnotu za 1 200 hodín.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. 1-Methakryloyl-2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidín vzorca



2. Spôsob prípravy 1-methakryloyl-2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidínu podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že na 2,2,6,6-tetramethyl-4-oxopiperidín sa pôsobí chloridom kyseliny methakrylovej v uhľovodíkovom rozpúšťadle v prítomnosti bázy pri teplotách od izbovej teploty po teplotu varu reakčnej zmesi.