



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

229080

(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>

C 07 D 241/38°

(22) Prihlášené 07 06 82  
(21) (PV 4207-82)

(40) Zverejnené 25 02 83

(45) Vydané 15 04 86

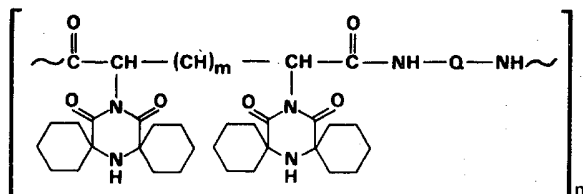
(75)  
Autor vynálezu

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

(54) Polyamidy typu stéricky bránených piperazindiónov na báze  $\alpha, \alpha'$ -disubstituovaných dikarboxylových alifatických kyselín

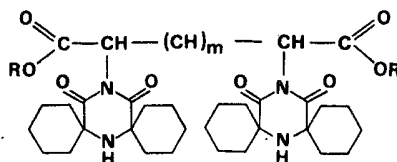
1

Vynález sa týka polyamidov typu stéricky bránených piperazindiónov na báze  $\alpha, \alpha'$ -disubstituovaných dikarboxylových alifatických kyselín zahrňujúcich vo svojom reťazci štruktúrnu jednotku obecného vzorca



kde Q je alkylénový reťazec s počtom atómov uhlíka 2 až 6,  $m$  má hodnotu v rozmedzí 0 až 6,  $n$  je v rozmedzí hodnôt 2 až 10 a spôsobu ich prípravy.

Spôsob prípravy polyamidov typu stéricky bránených piperazindiónov na báze  $\alpha, \alpha'$ -disubstituovaných dikarboxylových alifatických kyselín je založený na amonolýze zlúčeniny obecného vzorca



kde R je alkyl s 1 až 2 uhlíkovými atómami,  $n$  má hodnotu v rozmedzí 0 až 6, alifatickými diamínmi s počtom atómov uhlíka 2 až 6, ako napríklad etylendiamín, hexametylendiamín, pri teplote v rozmedzí od 100 do 150 °C v suchom uhľovodíkovom rozpúšťadle (toluén, xylén, nitrobenzén) v prítomnosti bázičného katalyzátora, ako napríklad lítiumamidu, tetrapropyltitanátu.

Stéricky bránené amíny sú vysokoučinnými svetelnými stabilizátormi mnohých druhov polymérov. Použitie nízkomolekulových látok tohoto typu má však niektoré obmedzenia. Ich hlavnými nevýhodami sú: veľká prchavosť, značná migracieschopnosť, ľahká extrahovateľnosť a v neposlednom rade dobrá absorbovateľnosť do bunkových priestorov živých organizmov.

Prvé tri nežiadúce vlastnosti sú príčinou ich postupného úbytku z úžitkového polyméru so súčasnou stratou ochranného účinku, najpr pri jeho tepelnom spracovaní, potom pri dlhšom skladovaní a nakoniec pri jeho chemickom čistení alebo praní. Ľahká prenikavosť bunkovými stenami živých organizmov pre značnú toxicitu nízkomolekulových derivátov stéricky bránených amínov ich vylučuje z aplikácie pri stabilizácii polymérnych materiálov v oblasti potravinárskeho priemyslu, prípadne v oblasti medicíny.

Zníženie, alebo eliminovanie týchto nevýhodných vlastností predpokladá použitie vyššiemolekulových, oligomérnych alebo polymérnych svetelných stabilizátorov s vyhovujúcou znášanlivosťou, alebo naviazanie stabilizujúcich štruktúr na reťazec úžitkového polyméru.

Polymérny svetelný stabilizátor piperazínového typu patriaci do skupiny stéricky bránených amínov, ktorý je predmetom vynálezu môže slúžiť k potlačeniu alebo eliminovaniu spomínaných nedostatkov nízkomolekulových látok uvedeného typu.

#### Pr í k l a d 1

Zmes 2,0967 g (0,003 mol) dietylésteru kyseliny 2,5-bis-(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]-hexadekán-14,16-diól-15-yl)hexándiovej a 0,34853 g (0,003 mol) hexametylendiamínu v 15 ml suchého xylénu sa zahreje na 110 °C a pridá sa 5 mol %  $\text{LiNH}_2$ . Zmes sa ďalej zahrieva po dobu 4 h pri tej istej teplote, pričom reakčný etanol pomaly oddestilováva. Po uplynulom čase sa zvýši teplota na 130 až 135 °C a udržiava sa ďalších 6 h, čím sa oddestiluje zvyšný reakčný etanol. Rozpúšťadlo sa vákuovo oddestiluje a zvyšok sa podrobí vysokému vákuu v priebehu 2 h.

Potom sa obsah banky nechá ochladiť, rozpustí sa v 50 ml toluénu a premyje trikrát malým množstvom vody. Toluénový roztok sa nakoniec vysuší bezvodým síranom sodným a prečistí aktívnym uhlím. Odparením rozpúšťadla a vystavením získaného zvyšku vysokému vákuu sa získa tuhý, ľahko spráškovateľný polymér s teplotou topenia v intervale 110 až 119 °C a priemernou číselnou molekulovou hmotnosťou 1 350 (stanovenú pomocou VPO osmometra).

Elementárna analýza pre  $\text{C}_{40}\text{H}_{62}\text{N}_6\text{O}_6$

Vypočítané: C 66,48 %, H 8,59 %, N 11,63 %;  
Nájdene: C 66,22 %, H 8,61 %, N 11,73 %.

#### Pr í k l a d 2

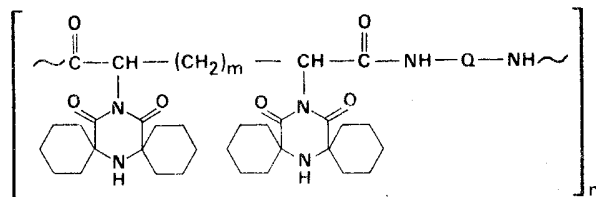
Postupovalo sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa reakcia uskutočnila v prítomnosti 5 mol % metoxidu sodného. Po izolácii sa získal polymér s teplotou topenia v intervale 115 až 124 °C a priemernou číselnou molekulovou hmotnosťou 1 120 (stanovená pomocou VPO osmometra).

Elementárna analýzy pre  $C_{40}H_{62}N_6O_6$

Vypočítané: C 66,48 %, H 8,59 %, N 11,63 %;  
Nájdene: C 66,75 % H 8,63 %, N 11,95 %.

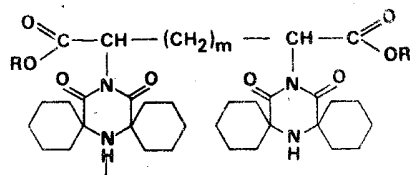
# P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Polyamidy typu stéricky bránených piperazindiónov na báze  $\alpha, \alpha'$ -disubstituovaných dikarboxylových alifatických kyselín, ktoré obsahujú v makromolekule opakujúce sa štruktúrne články obecného vzorca



kde Q je alkylénový retazec s počtom atómov uhlíka 2 až 6,  $m$  má hodnotu v rozmedzí 0 až 6 a  $n$  je v intervale 2 až 10.

2. Spôsob prípravy polyamidov typu stéricky bránených piperazindiónov na báze  $\alpha, \alpha'$ -disubstituovaných dikarboxylových alifatických kyselín podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa na zlúčeninu obecného vzorca



kde R je alkyl s 1 až 2 uhlíkovými atómami,  $m$  má hodnotu 0 až 6, pôsobí alifatickými diamínmi s počtom atómov uhlíka 2 až 6, ako napríklad etyléndiamínom alebo hexametyléndiamínom.

3. Spôsob podľa bodu 2 vyznačujúci sa tým, že sa reakcia uskutočňuje za prítomnosti bázičských katalyzátorov, ako napríklad lítiumamidu, tetrapropyltitanátu a reakcia sa vykonáva pri teplote v rozmedzí od 100 do 150 °C v suchom uhľovodíkovom rozpúšťadle, ako napríklad toluéne, xyléne a nitrobenzéne.