

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

240374

(11)

(31)



ORAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

[22] Prihlásené 14 03 84
[21] [PV 1827-84]

[40] Zverejnené 16 07 85

[45] Vydané 15 08 87

[51] Int. Cl.⁴
C 07 D 401/14

[75]

Autor vynálezu

CHMELA ŠTEFAN prom. chem. CSc., MACOV;
HRDLOVIČ PAVOL RNDr. CSc., MALACKY; LUKÁČ IVAN ing. CSc.;
ZVARA IVAN ing., BRATISLAVA

(54) N-(2',2',6',6'-tetrametyl-4'-piperidyl)-4-(2'',2'',6'',6''-tetrametyl-4''-piperidyl)oxykarbonyl-γ-laktám a spôsob jeho prípravy

1

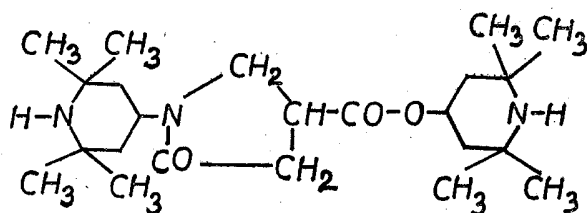
Vynález sa týka N-(2',2',6',6'-tetrametyl-4'-piperidyl)-4-(2'',2'',6'',6''-tetrametyl-4''-piperidyl)oxykarbonyl-γ-laktámu a spôsobu jeho prípravy.

Stéricky bránené amíny sú modernou triedou svetelných stabilizátorov plastických látok. Je známe, že stabilizátory obsahujúce

2

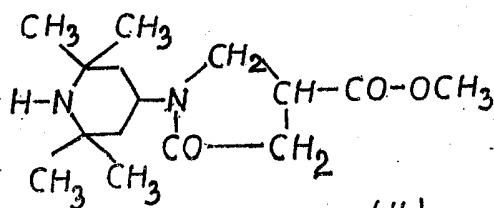
v molekule dve aktívne centrá sú omnoho účinnejšie ako stabilizátory obsahujúce iba jedno aktívne centrum.

Túto úlohu rieši predložený vynález. Podstatou vynálezu je N-(2',2',6',6'-tetrametyl-4'-piperidyl)-4-(2'',2'',6'',6''-tetrametyl-4''-piperidyl)oxykarbonyl-γ-laktám vzorca I



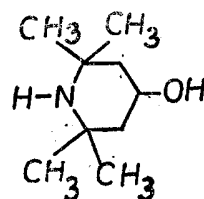
(I)

a ďalej spôsob prípravy zlúčeniny vzorca I, ktorý spočíva v tom, že na N-(2',2',6',6'-tetrametyl-4'-piperidyl)-4-metoxycarbonyl-γ-laktám vzorca II



(II)

sa pôsobí 4-hydroxy-2,2,6,6-tetrametylpiperidínom vzorca III



(III)

po dobu 6 až 10 hodín v xylénovom roztoku pri teplote 120 až 160 °C za katalýzy amidu

Predmetné zlúčeniny obsahujú dve aktívne centrá, čím sa značne zvyšuje ich účinnosť v procese stabilizácie.

Príklad 1

Roztok 1 molu N-(2',2',6',6'-tetrametyl-4'-piperidyl)-4-metoxycarbonyl- γ -laktámu a 1,2 molu 4-hydroxy-2,2,6,6-tetrametyl-piperidínu v 1500 ml xylénu sa refluxuje 8 hodín za prítomnosti 0,11 molu amidu lítneho. Po ochladení sa reakčná zmes premyje trikrát vodou a vysuší bezvodým síranom horečnatým. Surový produkt, získaný oddestilovaním xylénu na rotačnej odparke pri tlaku 3 kPa, sa čistí kryštalizáciou z n-hexánu. Produkt v podobe bielej kryštalickej látky má teplotu topenia 166 až 168 °C a získa sa vo výťažku 12 %.

Analýza pre:

N-(2',2',6',6'-tetrametyl-4'-piperidyl)-4-(2'',2'',6'',6''-tetrametyl-4''-piperidyl)-oxykarbonyl- γ -laktám $C_{23}H_{41}N_3O_4$

Molekulová hmotnosť:

407,60

Vypočítané:

67,77 % uhlíka, 10,13 % vodíka,
10,31 % dusíka

Zistené:

68,27 % uhlíka, 10,60 % vodíka,
10,13 dusíka

IČ-spektrum (chloroform):

3300, 1720, 1680, 1370, 1180 cm^{-1}

Príklad 2

Zmes polypropylénu s 0,1 % obsahom an-

tioxidantu (2,6-diterc.butyl-4-metylphenol), 0,15 % obsahom stearátu vápenatého a 0,2 % obsahom svetelného stabilizátora sa nechá stáť v dichlórmetáne po dobu 18 hodín pri teplote 20 °C. Po oddestilovaní dichlórmetánu na rotačnej odparke pri tlaku 5 kPa sa získa prášok, ktorý sa ďalej homogenizuje v miešacej komore plastografu (Brabender) po dobu 5 minút pri teplote 200 °C. Zo zmesi sa vytlisujú fólie hrúbky 0,18 mm pri teplote 190 °C a dobe lisovania 30 sekúnd. Kontrolná fólia sa pripraví rovnakým spôsobom, len sa nepridá svetelný stabilizátor. Fólie sa ožarujú ortuťovou výbojkou (RVC—125 W). Rovnomernosť ožarovania sa dosiahne otáčaním vzoriek okolo zdroja žiarenia. Nárast karbonylových skupín v závislosti od času ožarovania je mierou degradácie polyméru vplyvom UV žiarenia. Prírastok karbonylových skupín sa sledoval pomocou IČ spektrometra. Fólia bez svetelného stabilizátora dosiahla stupeň degradácie $\Delta A_{CO} = 0,3$ po 300 hodinách a fólia obsahujúca svetelný stabilizátor podľa vzorca I dosiahla ΔA_{OC} 0,3 po 1100 hodinách.

Príklad 3

Postupuje sa ako v príklade 1, s tým rozdielom, že reakčná doba je 6 hodín a reakčná teplota 160 °C. Výťažok je 23 %.

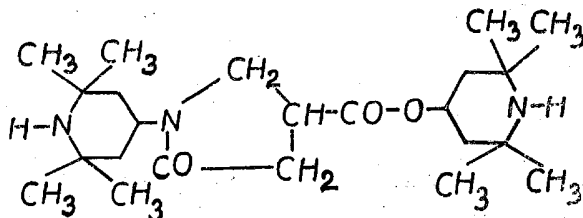
Príklad 4

Postupuje sa ako v príklade 1, s tým rozdielom, že reakčná doba je 10 hodín a reakčná teplota 120 °C. Výťažok je 20 %.

Vynález má použitie v chemickom priemysle a uvedená zlúčenina sa môže používať ako svetelný stabilizátor do polymérov predovšetkým do polyolefínov.

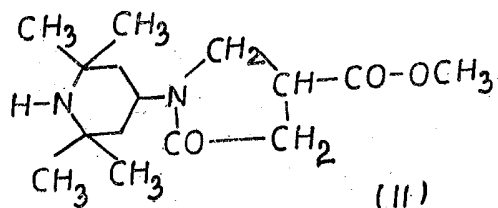
PREDMET VYNÁLEZU

1. N-(2',2',6',6'-tetrametyl-4'-piperidyl)-4-(2'',2'',6'',6''-tetrametyl-4''-piperidyl)-oxakarbonyl- γ -laktám vzorca I

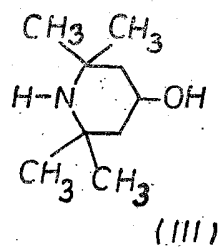


(1)

2. Spôsob prípravy zlúčeniny podľa bodu I vzorca I, vyznačujúci sa tým, že na N-(2',2',6',6'-tetrametyl-4'-piperidyl)-4-metoxykarbonyl- γ -laktám vzorca II



sa pôsobí 4-hydroxy-2,2,6,6-tetrametylpipe-
ridínom vzorca III



v xyléne za katalytického účinku amidu lít-
neho alebo tetrapropylortitanátu po dobu
6 až 10 hodín pri teplote 120 až 160 °C.