



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UIBM

DOMANDA NUMERO	101997900609249
Data Deposito	07/07/1997
Data Pubblicazione	07/01/1999

Priorità	179128/96
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Priorità	179127/96
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Priorità	105998/97
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Priorità	105997/97
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	07	D		
Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	08	K		

Titolo

POLIAMMINOTRIAZINA, SUO PROCEDIMENTO DI PRODUZIONE ED UTILIZZO
--

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:

553593

"POLIAMMINOTRIAZINA, SUO PROCEDIMENTO DI PRODUZIONE ED UTILIZZO",

di: Sumitomo Chemical Company, Limited, nazionalità giapponese, 5-33, Kitahama 4-Chome, Chuo-ku, Osaka 541 (Giappone).

Inventori designati: Kunihiro Miyake; Kenji Kimura, Chikara Ohta.

Depositata il: 27 LUG. 1997.

TO 97A 000600

DESCRIZIONE

CAMPO DELL'INVENZIONE

La presente invenzione si riferisce ad una poliamminotriazina e ad un procedimento per la sua produzione ed al suo utilizzo.

SFONDO DELL'INVENZIONE

La poliamminotriazina è nota come stabilizzatore alla luce di prodotti organici come polietilene e polipropilene. Come procedimento per la sua produzione, per esempio, è noto un procedimento che prevede la reazione tra diclorotriazina e diammina in una quantità di circa 1 a 1,2 moli per mole di detta diclorotriazina, in presenza di una base (JP-A-52-71486 e JP-B-4-4329).

Tuttavia, poiché la poliamminotriazina ottenuta mediante il procedimento suddetto ha un punto di

FC/lc

JACOBBACCI & PERANI S.p.A.

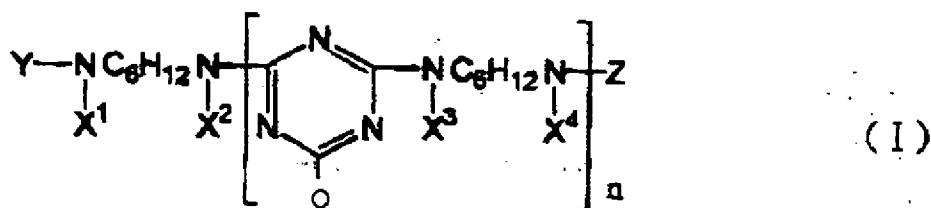
fusione elevato, è difficile miscelarla in forma liquida con un prodotto organico, ed è quindi necessario impiegarla in forma di polvere. In tal modo, insorge il problema relativo all'ambiente di lavoro al momento della manipolazione (per esempio nuvole di polvere che si formano al momento dell'impiego) e un altro problema consiste nella pesatura della poliamminotriazina nel caso di alimentazione continua.

In queste condizioni, i presenti inventori hanno studiato intensamente allo scopo di provvedere una poliamminotriazina avente punto di fusione basso. Come risultato, si è trovato che una poliamminotriazina avente punto di fusione basso ed in grado di essere impiegata in forma liquida può essere ottenuta facendo reagire una specifica diclorotriazina con una specifica diammina in condizioni prestabilite, o facendo reagire una specifica diclorotriazina ed una specifica monoclorotriazina con una diammina specifica in condizioni prestabilite. Si è pure trovato che il composto di poliamminotriazina ottenuto facendo reagire una specifica diclorotriazina ed una specifica monoclorotriazina con una diammina specifica in condizioni prestabilite difficilmente provoca trasudamento quando è

contenuto in un prodotto organico. È stata così completata la presente invenzione.

SOMMARIO DELL'INVENZIONE

La presente invenzione provvede una poliamminotriazina rappresentata dalla formula (I):



in cui

Q rappresenta un gruppo alchilamminico avente da 7 a 10 atomi di carbonio;

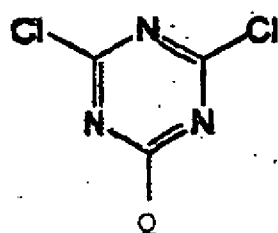
X¹, X², X³ e X⁴, che sono uguali o diversi l'uno dall'altro, rappresentano ciascuno un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile oppure idrogeno, purché almeno uno tra X¹ e X² ed almeno uno tra X³ e X⁴ rappresenti un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile;

Y e Z, che sono uguali o diversi l'uno dall'altro, rappresentano ciascuno idrogeno oppure un gruppo 4,6-bis(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazin-2-ile; e

n, che viene calcolato dal peso molecolare numerico medio misurato mediante cromatografia a permeazione di gel e convertito come polistirene, ammesso che

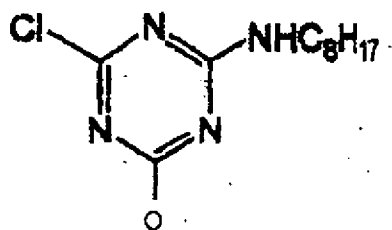
tutto Y e Z sia idrogeno nel calcolo, rappresenta un numero non superiore a 3, purché, quando sia Y che Z rappresentano idrogeno, n non sia superiore a 2.

La presente invenzione provvede pure un metodo industrialmente eccellente per produrre la poliamminotriazina rappresentata dalla formula (I) che comprende il far reagire diclorotriazina rappresentata dalla formula (II):



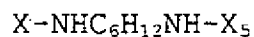
(II)

in cui Q è uguale a come precedentemente definito, e monoclorotriazina rappresentata dalla formula (III):



(III)

in cui Q è uguale a come precedentemente definito, in una quantità di 10 moli o meno per mole di detta diclorotriazina (II), con una diammina rappresentata dalla formula (IV)



(IV)

in cui X rappresenta un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile e X^5 rappresenta idrogeno oppure un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile, in una quantità da 0,5 a 2 moli per mole totale di detta diclorotriazina (II) e detta monoclorotriazina (III) in presenza di una base ed un solvente organico, purché, quando la quantità di monoclorotriazina (III) è di 0,1 mole o meno per mole di diclorotriazina (II), la quantità di diammina (IV) sia da 1,3 a 2 moli per mole totale di detta diclorotriazina (II) e detta monoclorotriazina (III).

La presente invenzione provvede inoltre l'uso di una poliamminotriazina rappresentata dalla formula (I).

DESCRIZIONE DETTAGLIATA DELL'INVENZIONE

Come "Q" nella formula (I), si preferisce un gruppo ottilamminico e particolarmente un gruppo 1,1,3,3-tetrametilbutilamminico.

La diclorotriazina (II) e la monoclorotriazina (III), che vengono usate come prodotto di partenza della presente invenzione, possono venire trattate, per esempio, facendo reagire cloruro di cianogeno con una alchilammina avente da 7 a 10 atomi di carbonio, secondo il metodo descritto in JP-A-52-

71486.

Secondo il metodo descritto in JP-A-52-71486, si può ottenere una miscela di diclorotriazina (II) e monoclorotriazina (III). La miscela può venire usata senza isolamento dalla massa di reazione. La diclorotriazina (II) e la monoclorotriazina (III) nella miscela possono venire separate dopo essere state isolate dalla massa di reazione e prima di venire usate per la produzione della poliamminotriazina della presente invenzione. Il composto separato può venire ulteriormente purificato mediante un metodo di purificazione quale la ricristallizzazione.

Esempi di diclorotriazina (II) comprendono 2,4-dicloro-6-(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazina, 2,4-dicloro-6-(n-ottilammino)-1,3,5-triazina ed una loro miscela. Tra queste, si preferisce la 2,4-dicloro-6-(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazina.

Esempi di monoclorotriazina (III) comprendono 2-cloro-4,6-bis(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazina, 2-cloro-4,6-bis(n-ottilammino)-1,3,5-triazina ed una loro miscela. Tra queste, si preferisce la 2-cloro-4,6-bis(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazina.

La monoclorotriazina (III) viene preferibilmente impiegata in una quantità da 0,1 a 10 moli, più preferibilmente da 0,25 a 5 moli, per mole della diclorotriazina (II).

La diammina (IV) che è un altro prodotto di partenza della presente invenzione, può venire ottenuta, per esempio, facendo reagire triacetonammina con ottilammina secondo il procedimento descritto in JP-A-64-50858. La diammina (IV) può venire usata senza isolamento dalla massa di reazione, ma viene preferibilmente usata dopo isolamento. La diammina isolata può venire ulteriormente purificata con un procedimento di purificazione quale la distillazione o la ricristallizzazione.

Esempi di diammina (IV) comprendono N,N'-bis (2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)esametilendiammina, N-(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)esametilendiammina ed una loro miscela. In particolare si preferisce usare il primo prodotto da solo oppure una miscela del primo e secondo in cui la quantità del secondo è non superiore ad 1/4 di mole per mole del primo per ottenere le poliamminotriazine aventi prestazioni molto migliori come fotostabilizzanti.

La diammina (IV) viene usata in una quantità da circa 0,5 a 2 moli, preferibilmente da circa 1 a

2 moli, per mole della quantità totale di diclorotriazina (II) e monoclorotriazina (III), purché, quando non si usa monoclorotriazina (III), cioè per produrre una poliamminotriazina di formula (I) in cui Y e Z rappresentano entrambi idrogeno, la quantità di diammina (IV) sia da 1,3 a 2 per mole della quantità di diclorotriazina (II). Quando la quantità è inferiore a 0,5 moli o superiore a 2 moli, la poliamminotriazina risultante può trasudare dal prodotto organico in cui la miscela di poliamminotriazina è contenuta. Quando la quantità è inferiore a 1,3 moli, nel caso non si impieghi monoclorotriazina (III), si ottiene una poliamminotriazina avente un alto punto di fusione, quindi non si può raggiungere lo scopo della presente invenzione.

Come base si impiega preferibilmente una base inorganica. Esempi di base inorganica comprendono idrossido di metallo alcalino come idrossido di sodio ed idrossido di potassio e carbonato di metallo alcalino come carbonato di sodio e carbonato di potassio. Tra questi, si preferisce particolarmente l'idrossido di sodio e l'idrossido di potassio.

La base viene normalmente usata in una quantità da circa 1 a 3 volte o anche più l'equivalente totale di diclorotriazina (II) e monoclorotriazina

(III), purch , quando non si usa monoclorotriazina (III), la quantit  di base sia normalmente tra 2 e 3 equivalenti, preferibilmente da 2,2 a 2,5 equivalenti. Quando la quantit  di base impiegata   inferiore a 1 equivalente, nel caso si impieghi monoclorotriazina (III), e quando   inferiore a 2 equivalenti, nel caso in cui non si impieghi monoclorotriazina (III),   difficile che la reazione venga completata. D'altro canto, anche quando la quantit  supera 3 equivalenti, l'effetto corrispondente alla quantit  in eccesso viene difficilmente constatato, e, quindi   economicamente non conveniente.

Il solvente organico pu  essere qualsiasi solvente inerte alla reazione e non   specificamente limitato. Si preferisce un solvente organico che non sia miscibile con l'acqua. Tra i solventi organici   pi  preferito un solvente aromatico. Esempi di solvente aromatico comprendono toluene, xilene, etilbenzene, mesitilene, o-diclorobenzene ed una loro miscela. Tra questi, sono preferiti in modo particolare lo xilene e l'etilbenzene.

La quantit  di solvente organico impiegata nella reazione   normalmente da circa 0,1 a 5 parti in peso, preferibilmente da circa 0,2 a 1,5 parti in peso rispetto al peso di diammina (IV) purch ,

nel caso in cui si produca una poliamminotriazina di formula (I) in cui Y e Z rappresentano ambedue idrogeno, la quantità di solvente organico sia normalmente tra circa 0,1 e 20 parti in peso, preferibilmente tra circa 0,5 e 10 parti in peso rispetto al peso di diclorotriazina (II).

La reazione viene normalmente realizzata alla temperatura non inferiore ai 140°C, preferibilmente tra 140 e 220°C, più preferibilmente tra 155 e 180°C. Quando la reazione viene realizzata ad una temperatura inferiore a 140°C, la velocità della reazione è bassa e si richiede un tempo lungo per completare la reazione. La reazione può venire realizzata sotto pressione normale oppure pressione elevata o ridotta, e si preferisce realizzare la reazione con l'eliminazione di acqua formata durante la reazione stessa.

La poliamminotriazina risultante (I) può venire isolata dalla massa di reazione, per esempio mediante lavaggio della massa di reazione con acqua, opzionalmente filtrando e distillando la frazione a basso punto di ebollizione. Si ottiene così la poliamminotriazina di formula (I).

Si preferisce che almeno il 5%, più preferibilmente almeno il 15% ed in modo particolarmente

preferibile almeno il 50% di Y e Z nella formula (I) rappresentino il gruppo 4,6-bis(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazin-2-ile per ridurre il trasudamento della poliamminotriazina dal prodotto organico.

Almeno uno tra X^1 e X^2 ed almeno uno tra X^3 e X^4 nella formula (I) rappresentano rispettivamente un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidilico. è preferibile che almeno il 75% molare della somma totale di X^1 , X^2 , X^3 e X^4 rappresenti un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile.

Il numero "n" nella formula (I) viene ottenuto dal peso molecolare numerico medio misurato mediante cromatografia a permeazione di gel e convertito in polistirene, ammettendo che tutti gli Y e Z siano idrogeno. Realizzando il calcolo per ottenere "n" dal peso molecolare numerico medio, si ammette che tutti gli Y e Z siano idrogeno anche se, in effetti, Y e/oppure Z non sono idrogeno. Nella formula (I), n rappresenta un numero non superiore a 3 purché, quando sia Y che Z rappresentano idrogeno, n non sia superiore a 2. Il numero "n" è preferibilmente tra 0,2 e 3, più preferibilmente tra 0,3 e 2 purché, quando sia Y che Z rappresentano idrogeno, n sia preferibilmente tra 0,2 e 2, più preferi-

bilmente tra 0,3 e 1,5. Il cromatogramma a permeazione di gel viene ottenuto impiegando un rivelatore UV.

Quando almeno il 5% di Y e Z nella formula (I) rappresenta il gruppo 4,6-bis(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazin-2-ile, il numero di ripetizione massima dell'unità ripetuta della poliamminotriazina (I) misurato mediante analisi spettrometrica di massa, sia preferibilmente 20 o meno.

La miscela di poliamminotriazina (I) della presente invenzione ha un punto di fusione tale da permettere di impiegarla in forma liquida, cioè un punto di fusione compreso tra circa 30 e 100°C.

Esempi di sostanze organiche che possono venire stabilizzate con la poliamminotriazina (I) della presente invenzione comprendono le seguenti:

- (1) polietilene, per esempio polietilene a bassa densità (LD-PE), polietilene ad alta densità (HD-PE), polietilene lineare a bassa densità (LLD-PE), ecc,
- (2) polipropilene,
- (3) copolimero etilene/propilene,
- (4) polimetilpentene,
- (5) resina EEA (copolimero etilene/etilacrilato),
- (6) resina EVA (copolimero etilene/vinilacetato),

- (7) copolimero etilene/alcool vinilico,
- (8) polistireni, come polistirene, poli(p-metil-stirene), poli(α -metilstirene), ecc.,
- (9) resina AS (copolimero acrilonitrile/stirene),
- (10) resina ABS (copolimero acrilonitrile/butadiene/stirene),
- (11) resina AAS (copolimero speciale gomma acrilica/acrilonitrile/stirene),
- (12) resina ACS (copolimero acrilonitrile/ polistirene clorurato/stirene),
- (13) polietilene clorurato, policloroprene, gomma clorurata,
- (14) cloruro di polivinile, cloruro di polivinilidene,
- (15) resina metacrilica,
- (16) fluororesina,
- (17) poliacetale,
- (18) resina di polifenilenetere innestato e di polifenilensolfito,
- (19) poliuretano,
- (20) poliammide,
- (21) polietilentereftalato, polibutilentereftalato,
- (22) policarbonato,
- (23) poliacrilato,
- (24) polisolfone, polietere etere chetone, poliete-

- re solfone,
- (25) resina di poliestere aromatico,
 - (26) resina epossidica,
 - (27) prepolimero di diallilftalato,
 - (28) resina siliconica,
 - (29) resina poliestere insatura,
 - (30) resina benzguanaminica modificata con resina
acrilica,
 - (31) resina benzguanamina/melamina,
 - (32) resina ureica,
 - (33) polibutadiene,
 - (34) 1,2-polibutadiene,
 - (35) poliisoprene,
 - (36) copolimero stirene/butadiene,
 - (37) copolimero butadiene/acrilonitrile,
 - (38) gomma siliconica,
 - (39) gomma epicloridrinica,
 - (40) gomma acrilica,
 - (41) gomma naturale,
 - (42) vernice di gomma clorurata,
 - (43) vernice di resina poliestere,
 - (44) vernice di resina uretanica,
 - (45) vernice di resina epossidica,
 - (46) vernice di resina acrilica,
 - (47) vernice di resina vinilica,

- (48) vernice di resina amminoalchidica,
- (49) vernice di resina alchidica,
- (50) vernice di resina nitrocellulosica,
- (51) pittura a olio,
- (52) cera, e
- (53) olio lubrificante.

Una miscela dei prodotti organici suddescritti può anche venire stabilizzata con la poliamminotriazina (I). I prodotti organici che possono essere stabilizzati con la poliamminotriazina (I) non sono limitati a quelli suddescritti.

Tra i prodotti organici summenzionati, i polietileni come polietilene a bassa densità (LD-PE), polietilene ad alta densità (HD-PE) e polietilene lineare a bassa densità (LLD-PE) e resine sintetiche come polipropilene, resine EVA e copolimero etilene/propilene sono particolarmente adatti per la stabilizzazione con la poliamminotriazina della presente invenzione.

La quantità da miscelare di poliamminotriazina della presente invenzione con il prodotto organico, è normalmente da circa 0,01 a 5 parti in peso, rispetto al materiale organico. Se necessario, il materiale organico miscelato con questa poliamminotriazina può contenere altri additivi come un an-

tiossidante fenolico, un antiossidante solforato, un antiossidante fosforato, assorbitore di ultravioletto, assorbitore ad ammina bloccata diversa dalla poliamminotriazina di formula (I), lubrificante, plastificante, alogeno o ritardante di fiamma fosforato, agente nucleante, agente di disattivazione dei metalli, agente antistatico, pigmento, carica inorganica, composto epossidico, inibitore di assorbimento ed agente decolorante. Questi additivi e poliamminotriazine di formula (I) possono venire miscelati simultaneamente. Alternativamente, questi additivi e le poliamminotriazine possono anche venire miscelati in fasi differenti.

Quando si miscela la poliamminotriazina di formula (I) ed altri additivi, che vengono usati opzionalmente, con la sostanza organica, si può usare qualsiasi metodo e dispositivo noto per ottenere una miscela omogenea. Per esempio, quando la sostanza organica è un polimero solido, la poliamminotriazina e un qualsiasi additivo può venire miscelata direttamente con il polimero solido. Alternativamente la poliamminotriazina e qualsiasi additivo può venire miscelato sotto forma di una carica di partenza con il polimero solido. Quando il prodotto organico è un polimero sintetico, la poliam-

minotriazina e qualsiasi additivo può venire manipolato sotto forma di una soluzione oppure una dispersione durante la polimerizzazione per la produzione del polimero sintetico o immediatamente dopo la polimerizzazione. D'altro canto, quando il materiale organico è un liquido come olio, la poliamminotriazina e qualsiasi additivo possono venire aggiunti direttamente e disciolti nel prodotto organico. Alternativamente, la poliamminotriazina e qualsiasi additivo possono anche venire aggiunti in soluzione o sospensione in un mezzo liquido.

Secondo la presente invenzione, si può provvedere una poliamminotriazina (I) avente un punto di fusione tale da permetterne l'impiego in forma liquida, per esempio tra circa 30 e 100°C. Inoltre, la miscela è vantaggiosa per l'uso pratico per l'eccellente resistenza al trasudamento.

I seguenti esempi illustrano ulteriormente la presente invenzione in dettaglio ma non intendono limitare il suo scopo. Negli esempi, "parti" e "%" sono in peso, a meno che sia altrimenti specificato.

Esempio di riferimento 1

Xilene (200 g), acqua (80 g) e cloruro di cianogeno (80 g) vengono caricati in un pallone, quin-

di si aggiungono 57,2 g di 1,1,3,3-tetrabutylammina e una soluzione acquosa di idrossido di sodio al 48% (37,6 g) che viene aggiunta in 3 ore e sotto agitazione a 10°C.

Dopo riscaldamento a 40°C, si aggiungono 21,3 g di 1,1,3,3-tetrametilbutylammina ed una soluzione acquosa al 48% di idrossido di sodio (15 g) nel tempo di 30 minuti, agitando poi a 40°C per 1 ora.

Dopo raffreddamento a temperatura ambiente, lo strato acquoso viene separato per ottenere 334 g di una soluzione di xilene contenente 0,17 moli di 2-cloro-4,6-bis-(1,1,3,3-tetrametilbutylammino)-1,3,5-triazina e 0,26 moli di 2,4-dicloro-6-(1,1,3,3-tetrametilbutylammino)-1,3,5-triazina.

Esempio 1

N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)esametilendiammina (231,3 g) e idrossido di sodio in polvere (32,5 g) vengono introdotti in un pallone dotato di agitatore e trappola Dean-Stark, quindi riscaldato a 160°C sotto agitazione.

Al pallone si aggiunge una soluzione di xilene costituita da una miscela di xilene (150 g) avente un punto di fusione di 138-141°C e 2,4-dicloro-6-(1,1,3,3-tetrametilbutylammino)-1,3,5-triazina (91,5 g) in 4 ore. Poiché la temperatura interna

comincia a diminuire durante l'aggiunta, una parte di xilene al ricadere viene distillato cosicché la temperatura interna non diminuisca a 160°C o meno.

Completata l'aggiunta, l'agitazione viene proseguita alla stessa temperatura per 5 ore separando l'acqua che distilla, dopo di che si raffredda a temperatura ambiente. Dopo avere aggiunto acqua ed agitato, lo strato acquoso viene separato e lo strato organico viene filtrato. Il filtrato viene quindi concentrato ottenendo 265 g di un solido.

Questo solido ha un punto di fusione di 41-44°C. Il peso molecolare numerico medio misurato mediante cromatografia a permeazione di gel, e convertito in polistirene è 660, e "n" calcolato dal peso molecolare numerico medio, è 0,4.

Esempio 2

Operando nello stesso modo descritto nell'esempio 1, salvo il fatto che la quantità di N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)esametilendiammina, viene portata a 209,7 g, la quantità di idrossido di sodio in polvere viene portata a 38 g, la quantità di miscela di xilene viene portata a 175 g e la quantità di 2,4-dicloro-6-(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazina viene portata a 105,4 g, ottenendo 244 g di un solido. Questo so-

lido ha un punto di fusione di 78-83°C. Il peso molecolare numerico medio misurato con la cromatografia a permeazione di gel e convertito in polistirene è di 865, e "n" calcolato dal peso molecolare numerico medio è di 0,8.

Esempio 3

Si caricano N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)esametilendiammina (196,9 g) e idrossido di sodio in polvere (43,3 g) in un pallone dotato di agitatore e trappola di Dean-Stark, quindi si riscalda a 160°C sotto agitazione. Si aggiunge quindi una soluzione di xilene (334 g) ottenuta nell'esempio di riferimento 1 in un tempo di 4 ore. Poiché la temperatura interna tende a diminuire durante l'aggiunta, una parte dello xilene al ricadere viene allontanato per distillazione cosicché la temperatura interna non scenda a 160°C o meno.

Si prosegue l'agitazione alla stessa temperatura per 5 ore dopo il completamento della soluzione in xilene, allontanando l'acqua che distilla, quindi si raffredda a temperatura ambiente. Dopo aver aggiunto acqua ed agitato, lo strato acquoso viene separato e lo strato organico viene filtrato. Il filtrato viene così concentrato ottenendo 275 g di un solido.

Il solido ha un punto di fusione di 63-70°C. Il peso molecolare numerico medio misurato mediante cromatografia a permeazione di gel e convertito in polistirene è 699, e "n" calcolato dal peso molecolare numerico medio è di 0,52. Il solido risultante viene sottoposto ad analisi spettrometrica di massa. Come risultato, si calcola un peso molecolare massimo di 5783 ed un numero ripetitivo massimo delle unità ripetute di 9.

Esempio 4

Operando nello stesso modo descritto nell'esempio 3, salvo il fatto che la soluzione di xilene ottenuta nell'esempio di riferimento 1 viene sostituita con una soluzione di xilene (325 g) contenente 0,09 moli di 2-cloro-4,6-bis-(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazina e 0,34 moli di 2,4-dicloro-6-(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazina, si ottengono 252 g di un prodotto solido.

Questo solido ha un punto di fusione di 90-96°C. Il peso molecolare numerico medio misurato mediante cromatografia a permeazione di gel e trasformato in polistirene è 882, e "n", calcolato dal peso molecolare numerico medio, è 0,82. Il solido risultante viene sottoposto ad una analisi spettro-

metrica di massa. Come risultato si è calcolato un peso molecolare massimo di 6974 ed il numero massimo di ripetizioni dell'unità ripetuta pari a 11.

Esempio comparativo 1

Si opera nello stesso modo descritto nell'esempio 3, salvo il fatto che la quantità di N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)esametilendiammina viene portata a 454 g, la quantità di idrossido di sodio in polvere viene portata a 100 g e la soluzione di xilene ottenuta nell'esempio di riferimento 1 viene sostituita con una soluzione di xilene costituita da xilene (461 g) e 2,4-dicloro-6-(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazina (279 g), si ottengono 620 g di solido.

Questo solido ha un punto di fusione di 115-121°C. Il peso molecolare numerico medio, misurato mediante cromatografia a permeazione di gel e convertito in polistirene, è 1819, e "n", calcolato dal peso molecolare numerico medio, è 2,4. Il solido risultante viene sottoposto ad una analisi spettrometrica di massa. Come risultato, è stato calcolato un peso molecolare massimo di 9388 e il numero massimo di ripetizioni dell'unità ripetuta è 15.

Esempi 5, 6, 7, 8 ed esempi comparativi 2, 3, 4 (valutazione delle proprietà di resistenza agli

agenti atmosferici)

Ad una resina polietilenica non stabilizzata (LLD-PE, 100 parti), si aggiunge la poliamminotriazina prodotta negli esempi 2,4 e nell'esempio comparativo 1 e CYASORB UV-3346 (punto di fusione: 110-130°C, prodotto da Cytec Co.). La miscela viene granulata usando un estrusore a 200°C, quindi si forma una pellicola avente uno spessore di 20 µm, usando una macchina a gonfiaggio a 200°C.

La pellicola di polietilene risultante viene distesa all'esterno e si valutano le proprietà di resistenza agli agenti atmosferici dal numero di giorni necessari per ridurre l'allungamento a tensione ottenuto con un test di frazione alla metà del valore iniziale. I risultati sono riportati nella tabella 1.

TABELLA 1

	Poliammino- triazina	Quantità da aggiungere (parti in peso)	Semivita dell'allungamento a trazione (giorni)
Esempio 5	Esempio 2	0,1	100
Esempio 6	Esempio 2	0,2	135
Esempio 7	Esempio 4	0,1	100
Esempio 8	Esempio 4	0,2	130
Es. compar. 2	Es. compar. 1	0,1	95
Es. compar. 3	Es. compar. 1	0,2	120
Es. compar. 4	UV-3346	0,2	100

Esempi 9, 10 ed esempio comparativo 5
(valutazione della resistenza al trasudamento)

Ad un omopolimero di propilene non stabilizzato (100 parti), si aggiungono stearato di calcio (0,05 parti), tetrakis [metilen-3-(3,5-di-t-butil-4 idrossibutil)propionato]metano (0,05 parti) e tris (2,4-di-t-butilfenil)fosfito (0,05 parti) e la poliamminotriazina (0,2 parti) prodotta negli esempi 3,4 e nell'esempio comparativo 1. La miscela viene granulata impiegando un estrusore a 230°C; quindi si prepara un foglio avente uno spessore di 1 mm usando un formatore ad iniezione a 230°C.

Il foglio risultante viene introdotto in una stufa a 80°C per 7 giorni, e la resistenza al tra-

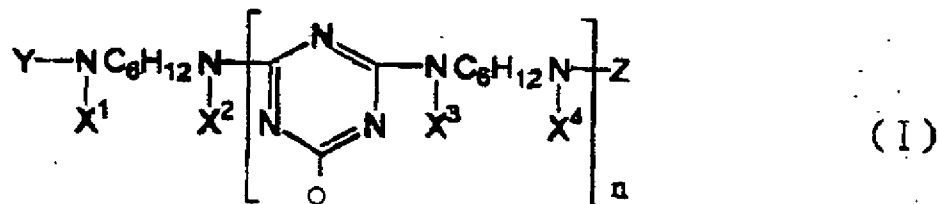
sudamento viene valutata misurando il valore di lucentezza (lucentezza speculare a 60°). I risultati sono riportati nella tabella 2. Quanto più alto è il valore di lucentezza, tanto migliore è la resistenza al trasudamento.

TABELLA 2

Poliamminotriazina		Valore di lucentezza
Esempio 3	Esempio 1	94,8
Esempio 4	Esempio 2	89,2
Es. compar. 2	Es. compar. 1	75,0

RIVENDICAZIONI

1. Poliamminotriazina rappresentata dalla formula (I):



in cui

Q rappresenta un gruppo alchilamminico avente da 7 a 10 atomi di carbonio;

X¹, X², X³ e X⁴, che sono uguali o diversi l'uno dall'altro, rappresentano ciascuno un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile o idrogeno, purché almeno uno tra X¹ e X² ed almeno uno tra X³ e X⁴ rappresenti un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile;

Y e Z, che sono uguali o diversi l'uno dall'altro, rappresentano ciascuno idrogeno oppure un gruppo 4,6-bis(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazin-2-ile; e

n, che viene calcolato dal peso molecolare numerico medio misurato mediante cromatografia a permeazione di gel e convertito in polistirene, ammettendo per il calcolo che tutti gli Y e Z siano idrogeno, rappresenta un numero non superiore a 3, purché,

quando sia Y che Z rappresentano idrogeno, n non sia superiore a 2.

2. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 1, in cui Q rappresenta un gruppo rappresentato dalla formula: $-NHC_3H_7$.

3. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 1, in cui almeno il 5% di Y e Z rappresenta un gruppo 4,6-bis(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazin-2-ile.

4. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 1, in cui almeno il 50% di Y e Z rappresenta un gruppo 4,6-bis(1,1,3,3-tetrametilbutilammino)-1,3,5-triazin-2-ile.

5. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 1, in cui Y e Z rappresentano entrambi idrogeno.

6. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 3, in cui n è 0,2-3.

7. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 3, in cui n è 0,3-2.

8. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 5, in cui n è 0,2-2.

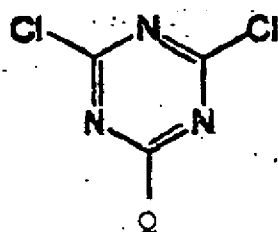
9. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 5, in cui n è 0,3-1,5.

10. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 1, in cui almeno 75 moli% della somma totale

di X^1 , x^2 , X^3 e X^4 , rappresenta un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile.

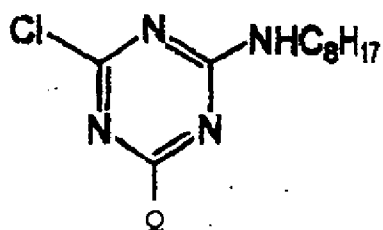
11. Poliamminotriazina secondo la rivendicazione 1, in cui il punto di fusione è compreso tra 30 e 100°C.

12. Procedimento per la produzione di poliamminotriazina rappresentata dalla formula (I) nella rivendicazione 1, che comprende il far reagire diclorotriazina rappresentata dalla formula (II):



(II)

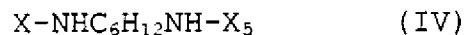
in cui Q ha lo stesso significato precedentemente indicato, e monoclorotriazina rappresentata dalla formula (III):



(III)

in cui Q ha lo stesso significato precedentemente indicato, in una quantità di 10 moli o meno per mole di detta diclorotriazina (II),

con una diammina rappresentata dalla formula(IV)



in cui X rappresenta un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile e X^5 rappresenta idrogeno oppure un gruppo 2,2,6,6,-tetrametil-4-piperidile, in una quantità da 0,5 a 2 moli per mole di detta diclorotriazina (II) e detta monoclorotriazina (IV) in presenza di una base ed un solvente organico, purché, quando la quantità di monoclorotriazina (III) è di 0,1 moli o meno per mole di diclorotriazina (II), la quantità di diammina (IV) è da 1,3 a 2 moli per mole di detta diclorotriazina (II) e detta monoclorotriazina (IV).

13. Procedimento secondo la rivendicazione 12, in cui la quantità di monoclorotriazina (III) è superiore a 0,1 mole per mole di diclorotriazina (II).

14. Procedimento secondo la rivendicazione 12, in cui non si impiega monoclorotriazina (III).

15. Procedimento secondo la rivendicazione 12, in cui si impiega la diammina (IV) in cui X e X^5 rappresentano rispettivamente un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile.

16. Procedimento secondo la rivendicazione 12, in cui si usa la diammina (IV) in cui almeno 75 mo-

11% del totale di X e X⁵ rappresentano un gruppo 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidile.

17. Procedimento secondo la rivendicazione 12, in cui la base è idrossido di sodio o idrossido di potassio.

18. Procedimento secondo la rivendicazione 12, in cui il solvente organico è almeno un solvente scelto tra xilene e etilbenzene.

19. Procedimento secondo la rivendicazione 12, in cui la reazione viene realizzata tra 140 e 220°C.

20. Materiale organico stabilizzato, comprendente un prodotto organico e la poliamminotriazina secondo la rivendicazione 1.

PER INCARICO


Ing. Paolo CIAN
N. licenz. ALBO 565
(a proprio e per gli altri)

