



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

205212

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 07 03 79
/21/ /PV 1512-79/

(51) Int. Cl.³
C 07 F 9/141

(40) Zverejnené 30 05 80

(45) Vydané 15 01 83

(75)

Autor vynálezu

PARIČIOVÁ MARCELA RNDr., HOLČÍK JÁN ing. CSc.
a MAŠEK JÁN ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 4,9-di-[2-terc. butyl-4-(α,α' -dimetylbenzyl)fenyl]-
-3,5,8,10-tetraoxa-4,9-difosfa-spiro-[5,5']-hendekanu

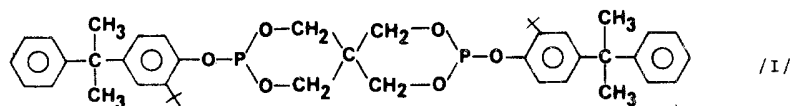
1

Mnohé polymérne materiály, najmä však polypropylén, polyetylén, polyamid a polyvinylchlorid pri tepelnom namáhaní v priebehu ich spracovania, ale aj v priebehu ich životnosti v podmienkach atmosférického stárnutia vyžadujú špeciálne typy prísad. Tieto ich majú chrániť proti vplyvu kyslíka, svetelného žiarenia, mechanickej degradácii a pôsobeniu vlhkosti tak, aby sa dosiahla ich maximálna doba životnosti, bez poklesu veľmi dobrých fyzikálne-mechanických vlastností.

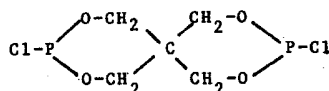
Je známy celý rad prísad s viac-menej dobrým ochranným účinkom. Medzi tieto treba zaradiť tiež látky obsahujúci fosfor odvodené od pentaerytritolu, ktoré sú predmetom patentových nárokov /americký patent č. 3 047 269, československé autorské osvedčenia 190 732 a 190 248/.

Mnohé z týchto látok však vplyvom vlhkosti podliehajú hydrolytickému rozkladu a vplyvom tepelného namáhania tepelnému rozkladu, v dôsledku čoho dochádza k rýchlejšej degradácii stabilizovaného substrátu a k stratám ochranného účinku.

Zistili sme, že z látok odvodených od difosfitov pentaerytritolu voči hydrolýze je odolný 4,9-di-[2-terc. butyl-4-(α,α' -dimetylbenzyl)fenyl]-3,5,8,10-tetraoxa-4,9-difosfa-spiro-[5,5']-hendekan vzorca I

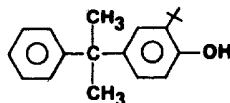


zlúčenina sa pripraví reakciou 4,9-dichlór-3,5,8,10-tetraoxa-4,9-difosfa-spiro-[5,5']-hendekánu vzorca II



/II/

s 2-terc.butyl-4- α,α' -dimetylbenzyl/fenolom vzorca III



/III/

v organických rozpúšťadlách typu aromatických uhľovodíkov za prítomnosti organickej bázy najvýhodnejšie trietylaminu pri teplote 10 až 50 °C.

Zlúčenina podľa vynálezu má ďalšiu výhodu v tom, že na rozdiel od viacerých látok tohoto typu je pevná látka, s relatívne vysokou teplotou topenia, dobrou termickou stabilitou pri vyšších teplotách, čo je zvlášť výhodné pri ich zapracovaní do polyolefinových, resp. polyamidových vlákien pri vysokých spracovateľských teplotách.

Ďalej uvedené príklady bližšie ozrejmiu podstatu vynálezu.

Pr í k l a d 1

Príprava 4,9-di[2-terc.butyl-4- α,α' -dimetylbenzyl/fenyl]-3,5,8,10-tetraoxa-4,9-difosfa-spiro-[5,5]-hendekanu

Do 100 ml štvorhrdlej baňky opatrenej miešadlom, spätným chladičom s chlóralkaliovým uzáverom, teplomerom a prikľapávacím lievikom sa vložilo 1,7 g /0,0069 mol/ difosfodichloridu pentaerytritolu, ktorý sa rozpustil v 50 ml absolútneho benzénu. Po 15 min miešania pri teplote miestnosti sa prikľapkal v priebehu 15 min roztok pozostávajúci z 3,4 g /0,012 mol/ 2-terc.butyl-4- α,α' -dimetylbenzyl/fenolu v 20 ml benzénu. Ďalej sa pridalo 1,5 g /0,014 mol/ trietylaminu. Z reakčnej zmesi vypadávala zrazenina trietylaminhydrochloridu, ktorá sa po 2 hodinách doreagovania odfiltrovala. Čirý benzénový filtrát sa vákuove zahustil. Izolovalo sa 8,73 g /94,3 % teorie/ bielej kryštalickej látky, s teplotou topenia 160 až 162 °C.

Analýza: % P vypočítané 8,45
 % P nájdené 8,26

Pr í k l a d 2

Termická analýza látky pripravenej podľa príkladu 1 v zrovnaní s komerčným typom prísady 4,9-distearyl-3,5,8,10-tetraoxa-4,9-difosfa-spiro-[5,5]-hendekánu /látky B/

Termická analýza bola prevedená na prístroji pre termickú analýzu /Derivatograph/ s návažkami 50 mg, atmosféra statická vzduchová, rýchlosť ohrevu 5 °C/min.

Teplota °C	látka podľa príkladu 1	látka B
120	0,00	1,7
140	0,47	3,5
160	0,93	6,5
180	1,40	9,9
200	1,40	15,1
220	1,40	22,7
240	1,86	31,7

Teplota °C	látka podľa príkladu 1	látka B
260	2,03	41,9
280	2,79	51,7
300	3,72	60,5
320	6,51	
340	21,87	

Pr í k l a d 3

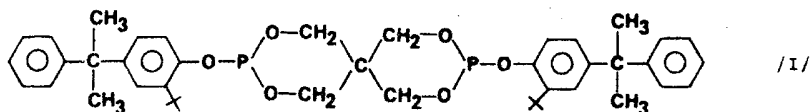
Porovnanie hydrolytickej stability

5,0 g vzorky pripravenej podľa príkladu 1 sa vložilo do 200 ml miešanej nádoby s elektromagnetickým miešadlom. Pridalo sa 100 ml destilovanej vody a obsah za miešania sa zahrieval na teplotu 100 °C po dobu 20 minút. Po skončení sa obsah reakčnej nádoby sfiltroval a filtrát sa titroval s 0,1 N roztokom KOH. Hydrolytickým rozkladom uvoľnené množstvo H_3PO_4 titrované roztokom 0,1 N KOH v prepočte spotreby mg KOH/g vzorky vyjadruje hydrolyzačný stupeň

	látka podľa príkladu 1	látka B
hydrolyzačný stupeň %	3,9	34,3

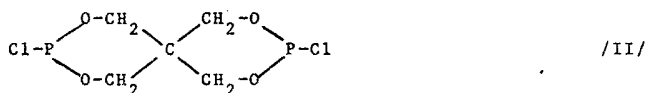
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby 4,9-di-[2-terc.butyl-4-/α, α'-dimetylbenzyl/fenyl]-3,5,8,10-tetraoxa-4,9-difosfa-spiro-[5,5]-henderekanu vzorca I



vyznačujúci sa tým, že sa

4,9-dichlór-3,5,8,10-tetraoxa-4,9-difosfa-spiro-[5,5]-henderekan vzorca II



nechá reagovať s 2-terc.butyl-4-/α, α'-dimetylbenzyl/fenolom vzorca III



v organických rozpúšťadlách typu aromatických uhľovodíkov za prítomnosti organickej bázy, najvýhodnejšie trietylaminu pri teplote 10 až 50 °C.