

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

225 481

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 14 05 82

(21) PV 3525 - 82

(51) Int. Cl. C 08 K 5/34,
C 08 L 23/12

(40) Zverejnené 24 06 83

(45) Vydané 15 04 85

(75)

Autor vynálezu

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

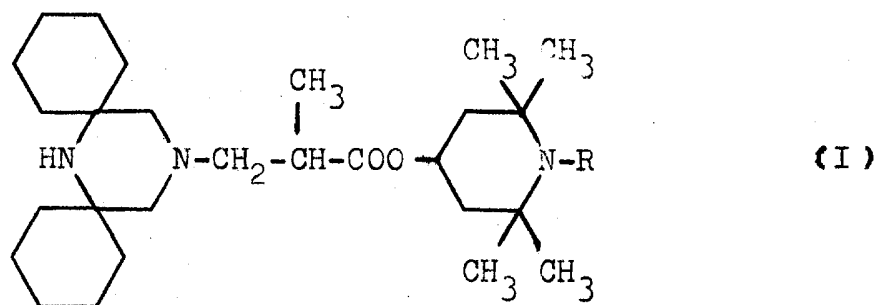
(54)

Svetelný stabilizátor typu stéricky bráneného amínu a spôsob jeho prípravy

Vynález sa týka svetelného stabilizátora typu stéricky bráneného amínu, ktorý predstavujú zlúčeniny 2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidylester, resp. 1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidylester kyseliny 2-metyl-3-{15-/7,15-diazadisp[5,1,5,3]hexadecyl/} propánovej a spôsobu ich prípravy.

Stéricky bránené amíny sú modernou triedou svetelných stabilizátorov plastických látok. Z literárnych údajov je známe, že stabilizátory obsahujúce v molekule dve aktívne zložky sú účinnéjšie ako stabilizátory obsahujúce iba jednu aktívnu zložku. Podobné zlúčeniny s jednou aktívnou zložkou sú predmetom US patentu 3 992 351.

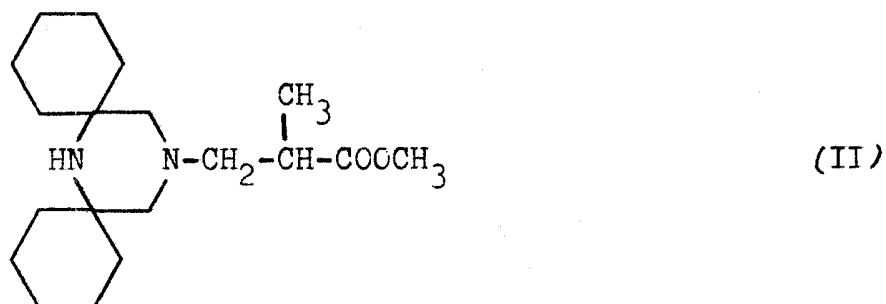
Uvedenú nevýhodu v podstatnej miere odstraňuje tento vynález, ktorého podstatou je svetelný stabilizátor typu stéricky bráneného amínu, predstavujúci zlúčeninu 2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidylester kyseliny 2-metyl-3-{15-/7,15-diazadisp[5,1,5,3]hexadecyl/} propánovej obecného vzorca I



kde R je protón alebo metyl

Ďalej je podstatou vynálezu spôsob prípravy týchto zlúčenín, ktorý sa vyznačuje tým, že na metylester kyseliny 2-metyl-3-{15-/7,15-diazadisp[5,1,5,3]hexadecyl/} propánovej obecného

vzorca II



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



kde R je protón alebo metyl

vo vyššie vrúcom /110 až 160 °C/ uhľovodíkovom rozpúšťadle za prítomnosti reesterifikačného katalyzátora /amid lítny, tetrapropyl-ortotitanát a pod./.

Predmetné zlúčeniny obsahujú v molekule dve aktívne zložky, čím sa znečne zvyšuje ich účinnosť v procese stabilizácie.

Príklad 1

Roztok 1 mólu metylesteru kyseliny 2-metyl-3-[15-/7,15-diaza-dispiro[5,1,5,3]hexadecyl/ propánovej a 1,2 mólu 4-hydroxy-2,2,6,6-tetrametylpiperidínu v 150 ml xylénu sa refluxoval 8 hodín za prítomnosti amidu lítneho. Po ochladení sa reakčná zmes premyla vodou a vysušila síranom horečnatým. Surový produkt, získaný oddestilovaním xylénu na rotačnej vákuovej odparke, sa čistil kryštalizáciou z n-hexánu. Produkt v podobe bielej kryštalickej látky /t. t. = 70 až 72 °C/ sa získal vo výťažku 70 %.

Analýza pre $C_{27}H_{49}N_3O_2$ molekulová hmotnosť 447,72

Vypočítané 72,44 % C 11,33 % H 9,38 % N

Zistené 72,68 % C 11,60 % H 9,92 % N

Príklad 2

Roztok 1 mólu metylesteru kyseliny 2-metyl-3-{15-/7,15-diaza-dispiro[5,1,5,3]hexadecyl}propánovej a 1,2 mólu 4-hydroxy-1,2,2,6,6-pentametylpiperidínu v 1 500 ml xylénu sa refluxoval 8 hodín za prítomnosti tetrapropylortotitanátu. Reakčná zmes sa premyla vodou, vysušila síranom horečnatým a xylén sa oddestiloval na vákuovej odparke. Produkt v podobe bledožltej olejovitej kvapaliny sa získal v 68 % výťažku.

Analýza pre	$C_{28}H_{51}N_3O_2$	molekulová hmotnosť: 461,83		
Vypočítané	72,82 % C	11,15 % H	9,10 % N	
Zistené	72,98 % C	11,36 % H	8,79 % N	

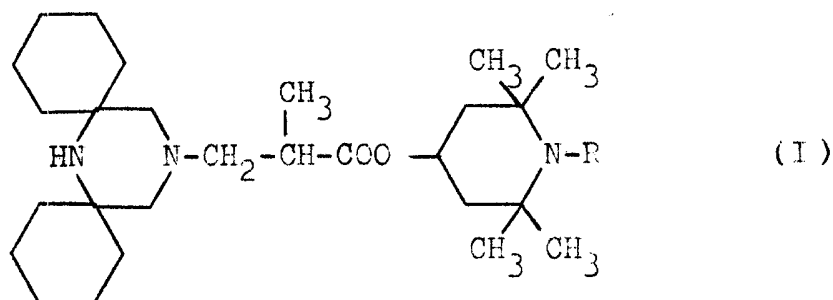
Príklad 3

Zmes polypropylénu s 0,1 % obsahom antioxidantu (2,6-di-terc. butyl-4-metylfenol) 0,15 % obsahom stearátu vápenatého a 0,2 % obsahom stabilizátora stála v dichlórmétáne 18 hodín pri laboratórnej teplote. Po oddestilovaní dichlórmétánu na rotačnej vákuovej odparke sa získal prášok, ktorý sa ďalej homogenizoval v miešacej komore plastografu 5 minút pri teplote 200 °C. Zo zmesi sa vylisovali fólie hrúbky 0,18 mm pri $t. = 190\text{ }^{\circ}\text{C}$ a dobe lisovania 30 sekúnd. Kontrolná fólia sa pripravila rovnakým spôsobom, len sa nepridal stabilizátor. Fólie sa ožarovali ortuťovou výbojkou 125 W. Rovnomernosť ožarovania sa dosiahla 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 spektrofotometra. Fólia bez svetelného stabilizátora dosiahla nárast karbonylových skupín $\Delta A_{CO} = 0,3$ po 300 hodinách. Fólia obsahujúca svetelný stabilizátor podľa vzorca II dosiahla $\Delta A_{CO} = 0,3$ po 600 hodinách. V prípade svetelného stabilizátora pripraveného v príklade 1 sa dosiahla hodnota $\Delta A_{CO} = 0,3$ po 1 600 hodinách a u svetelného stabilizátora pripraveného podľa príkladu 2 nárast karbonylových skupín $\Delta A_{CO} = 0,3$ sa dosiahol po 1 300 hodinách.

Uvedené zlúčeniny sa môžu využiť ako svetelné stabilizátory do polymérov, predovšetkým do polyolefínov.

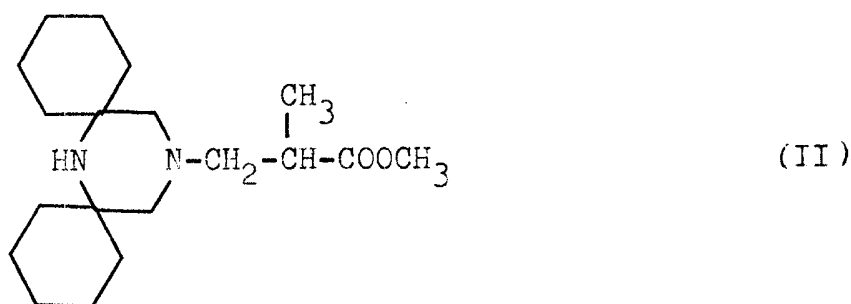
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

- 1 . Svetelný stabilizátor typu stéricky bráneného amínu, ktorý predstavuje zlúčenina 2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidylester kyseliny 2-metyl-3-{15-/7,15-diazadispíro[5,1,5,3]hexadecyl/} propánovej obecného vzorca I



kde R je protón alebo metyl

2. Spôsob prípravy zlúčenín, obecného vzorca I podľa bodu 1, ktorý sa vyznačuje tým, že na metylester kyseliny 2-metyl-3-{15-/7,15-diazadispíro[5,1,5,3]hexadecyl/} propánovej obecného vzorca II



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



kde R je protón alebo metyl

8 hodín v xyléne pri 150 °C za katalitického účinku amidu lítneho alebo tetrapropylortotitanátu.