



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

252979
(11) (B1)

(22) Prihlášené 19 12 85
(21) [PV 9501-85]

(40) Zverejnené 12 03 87

(45) Vydané 15 10 88

(51) Int. Cl.⁴
C 08 G 63/16
C 08 K 5/34

(75)
Autor vynálezu

VAŠŠ FRANTIŠEK RNDr., LUSTOŇ JOZEF ing. CSc.,
MAŇÁSEK ZDENĚK ing. CSc., VAŠŠOVÁ GABRIELA ing.,
ROMANOV ANDREJ ing. DrSc., BRATISLAVA, BIELIKOVÁ ANNA RNDr.,
PIEŠŤANY

(54) Poly[etylén-2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándionát]
a spôsob jeho prípravy

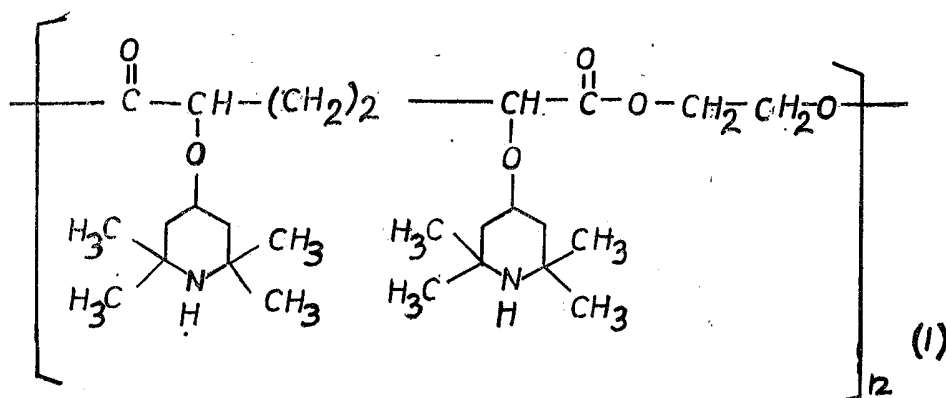
1

Vynález sa týka poly[etylén-2,5-bis-(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándionátu] a spôsobu jeho prípravy. Stericky bránené amíny sú vysokoúčinné svetelné stabilizátory polymérov. Inhibujú nežiaduce radikálové procesy sprevádzajúce fotooxidačnú degradáciu polymérov, najmä polyolefínov. Nevýhodou nízkomolekulových zlú-

2

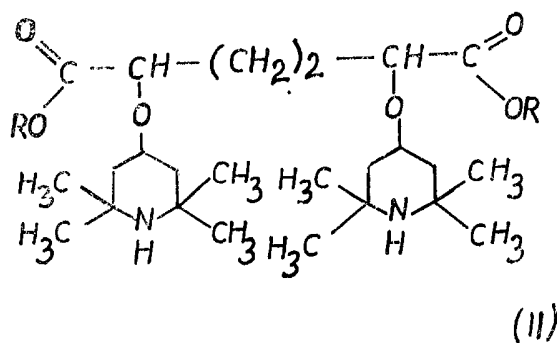
čenín tejto skupiny je ich značná prchavosť, vykvetanie a extrahovateľnosť z polymérnych materiálov.

Riešenie týchto problémov môže poskytnúť použitie vhodných polymérnych stabilizátorov. Podstatou vynálezu je poly[etylén-2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándionát] vzorca I



kde n je 2 až 100. Podstatou vynálezu je ďalej spôsob prípravy zlúčeniny I, ktorý sa vyznačuje tým, že sa na dialkylestery kyseliny

2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej vzorca II



kde R je metylová, alebo etylová skupina, pôsobí 1,2-etándiolom v suchom xyléne v prítomnosti metanolátu sodného, lítiumamidu, alebo tetraalkyltitanátu pri teplote v rozmedzí od 110 do 160 °C po dobu 7 až 10 hodín.

Výhodou uvedeného vynálezu je príprava oligomérneho, až polymérneho svetelného stabilizátora polyalkylpiperidínového typu so zvýšenou molekulovou hmotnosťou, ktorý pri aplikácii v polymérnych materiáloch môže do značnej miery eliminovať spomínané nedostatky vyskytujúce sa u nízko-molekulových zlúčenín tejto skupiny.

Príklad 1

K reakčnej zmesi pozostávajúcej z 0,51 g (0,001 mólu) dietylésteru kyseliny 2,5-bis-(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej, 0,125 g (0,002 mólu) 1,2-etándiolu v 10 ml suchého toluénu, zahriatej na 110 °C sa pridá 0,03 g tetrapropyltitanátu ako katalyzátora. Zmes sa zahrieva 1 h pri tej istej teplote, pričom časť reakčného etanolu sa postupne oddestiluje. Potom sa teplota zvýši na 130 až 135 °C a udržiava sa po dobu 5 hodín. Počas tejto doby oddestiluje zvyšná časť reakčného etanolu a teplota sa zvýši na 160 °C. Po odstránení rozpúšťadla sa zvyšok pri nezmenenej teplote podrobí vákuu 0,1 kPa po dobu ďalších 4 hodín. Po ochladení sa surový polymér rozpustí v 20 mililitroch toluénu, prečistí aktívnym uhlím, dôkladne premyje destilovanou vodou a roztok sa vysuší bezvodým síranom sodným. Po odparení toluénu a vysušení zvyšku vo vákuovej sušiarňi pri teplote 120 °C a tlaku 0,2 kPa po dobu 4 h, sa získa tuhý, žltkastý, krehký polymér s teplotou mäknu-

tia 72 až 75 °C a priemernou číselnou molekulovou hmotnosťou 2 800.

Príklad 2

Pri polykondenzácii 0,483 g (0,001 mólu) dimetylésteru kyseliny 2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej a 0,125 g (0,002 mólu) 1,2-etándiolu sa postupuje ako v príklade 1 len s tým rozdielom, že ako katalyzátor sa použije lítiumamid v množstve 0,03 g a reakčná zmes sa zahrieva 7 h v rozmedzí teplôt 110 až 160 °C. Získa sa tuhý, žltkastý, ľahko spráškovateľný polymér, ktorý vykazuje teplotu mäknutia v rozmedzí 73 až 77 °C a priemernú číselnú molekulovú hmotnosť 3 100, (pri stanovení pomocou VPO).

Elementárna analýza pre $C_{26}H_{46}N_2O_6$

Vypočítané: N = 5,80 %

Nájdene: N = 5,73 %

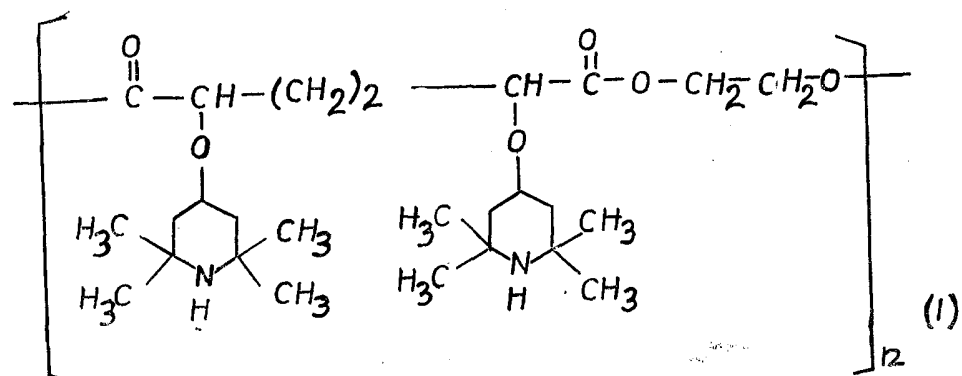
IČ spektrum (chloroform)

3 360 (s) — ν (N—H),
 2 980 (s),
 2 940 (s) — ν_{as}, ν_s (C—H),
 1 740 (s) ν (C=O),
 1 450 (s) — δ (C—H),
 1 380 (s) + 1 360 (s) dublet — δ (gem. CH₃),
 1 300 (s) — ν (C—H),
 1 260 (s) + 1 240 (s) — ν (C—O—C ester) cm^{-1}

Vynález má použitie pre prípravu oligomérneho, až polymérneho svetelného stabilizátora polymérov, najmä polyolefínov.

PREDMET VYNÁLEZU

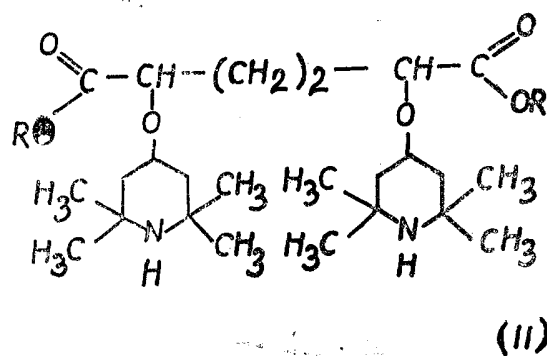
1. Poly[etylén-2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej vzorca II



kde n je 2 až 100.

2. Spôsob prípravy zlúčeniny I podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa na dialkyl-

estery kyseliny 2,5-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyloxy)hexándiovej vzorca II



kde R je metylová, alebo etylová skupina, pôsobí 1,2-etándiolom v suchom xyléne v prítomnosti metanolátu sodného, lítiumami-

du, alebo tetraalkyltitanátu pri teplote v rozmedzí od 110 do 160 °C po dobu 7 až 10 hodín.