



GRAD PRQ VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

252983

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 19 12 85

(21) (PV 9510-85)

(40) Zverejnené 12 03 87

(45) Vydané 15 10 88

(51) Int. Cl.⁴
C 08 G 69/26
C 08 K 5/34

(75)

Autor vynálezu

LUSTOŇ JOZEF ing. CSc., VAŠŠ FRANTIŠEK RNDr.,
MAŇÁSEK ZDENĚK ing. CSc., VAŠŠOVÁ GABRIELA ing.,
BRATISLAVA

(54) Polyamid na báze kyseliny 2,3-bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyloxy)-butándiovej a spôsob jeho prípravy

1

Vynález sa týka polyamidu na báze kyseliny 2,3-bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyloxy)butándiovej a spôsobu jeho prípravy.

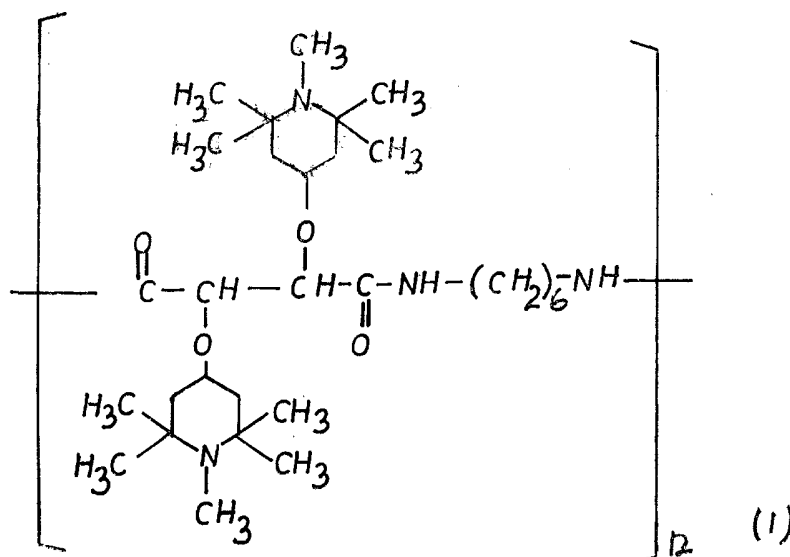
Stéricky bránené amíny sa vyznačujú vysokou fotostabilizačnou účinnosťou v rôznych polyméroch, najmä polyolefínoch. Nevýhodou nízkomolekulových zlúčenín tejto skupiny je ich značná prchavosť, vykvetanie

2

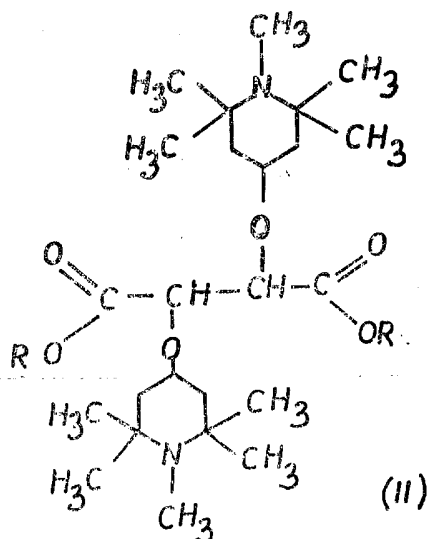
a extrahovateľnosť z polymérnych materiálov.

Riešenie týchto problémov môže poskytnúť použitie stabilizátorov s vyššou molekulovou hmotnosťou.

Podstatou vynálezu je polyamid na báze kyseliny 2,3-bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyloxy)butándiovej 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 2,3-bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl-oxy)butándiovej vzorca II



kde R je metylová alebo etylová skupina, pôsobí 1,6-hexándiámínom III v suchom xyléne v prítomnosti metanolátu sodného, lítiumamidu alebo tetraalkyltitanátu pri teplote v rozmedzí od 110 do 160 °C po dobu 6 až 10 hodín.

Výhodou uvedeného vynálezu je príprava oligomérneho až polymérneho svetelného stabilizátora polyalkylpiperidínového typu so zvýšenou molekulovou hmotnosťou, ktorý do značnej miery môže eliminovať spomínané nedostatky vyskytujúce sa u nízkomolekulových zlúčenín tejto skupiny.

Príklad 1

K reakčnej zmesi pozostávajúcej z 0,979 gramu (0,002 mólu) dimetylésteru kyseliny 2,3-bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl-oxy)butándiovej, 0,232 g (0,002 mólu) 1,6-hexándiámínu v 10 ml suchého toluénu, zahriatej na 110 °C sa pridá 0,05 g lítiumamidu ako katalyzátora. Zmes sa zahrieva 1 hodinu pri tej istej teplote, pričom časť reakč-

ného metanolu sa pomaly oddestiluje. Potom sa teplota zvýši na 130 až 135 °C a udržiava sa po dobu 5 hodín. Počas tejto doby oddestiluje zvyšná časť reakčného metanolu 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 ml 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 hodín sa získa tuhý, biely ľahko spráškovateľný polymér s teplotou mäknutia v rozmedzí 79 až 83 °C, ktorý vykazuje pri použití metódy VPO priemernú číselnú molekulovú hmotnosť v rozmedzí hodnôt 2 600 až 2 700.

Príklad 2

Pri polykondenzácii 1,025 g (0,002 mólu) dietylésteru kyseliny 2,3-bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl-oxy)butándiovej a 0,232 g (0,002 mólu) 1,6-hexándiámínu sa postupuje rovnako ako v príklade 1 len s tým rozdielom, že ako katalyzátor sa použije metanolát sodný pri celkovej dobe reakcie 6 hodín. Získa sa tuhý biely ľahko spráškovateľný polymér s teplotou mäknutia v rozmedzí 78 až 82 °C, ktorý má pri použití metódy VPO priemernú číselnú molekulovú hmotnosť v rozmedzí hodnôt 1 700 až 1 850.

Elementárna analýza pre $C_{30}H_{56}N_4O_4$

Vypočítané: N = 10,48 %

Nájdene: N = 10,24 %

IČ spektrum (chloroform)

3 350 (str) — ν (N—H, amid),

2 980 (s),

2 910 (s) — ν_{as}, ν_s (C—H),

2 820 (vyb) — ν (N—CH₃),

1 720 (s) — ν (C=O),

1 430 (str) — δ (CH₂),

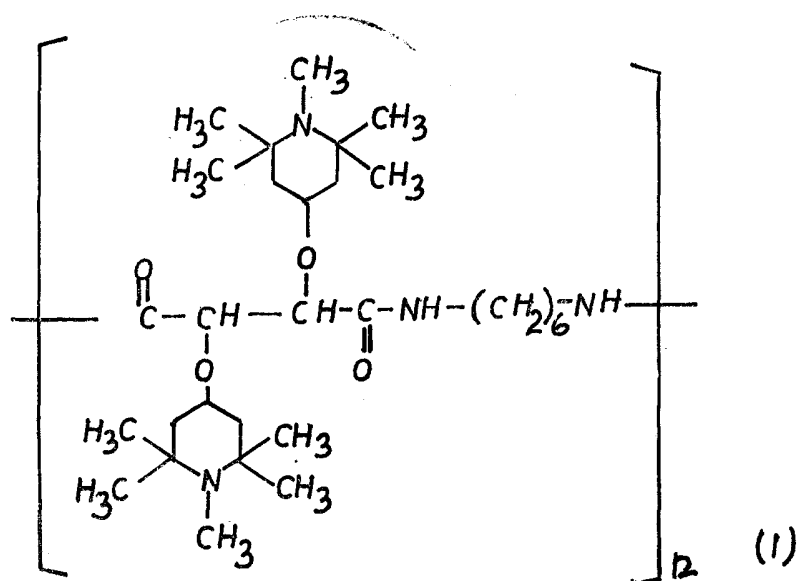
1 390 + 1 370 (s) dublet — δ_s (gem. CH₃),

1 330 (sl) — ν (C—N) cm^{-1}

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

PREDMET VYNÁLEZU

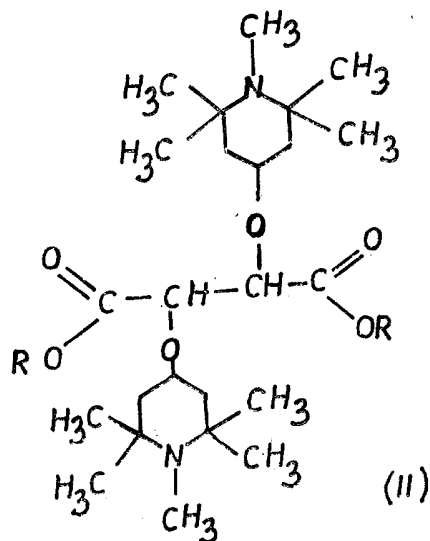
1. Polyamid na báze kyseliny 2,3-bis-(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyloxy)-butándiovej vzorca I



kde n je 2 až 100.

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

estery kyseliny 2,3-bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyloxy)butándiovej vzorca II



kde R je metylová alebo etylová skupina, pôsobí 1,6-hexándiamínom III v suchom xyléne v prítomnosti metanolátu sodného, lí-

tiumamidu alebo tetraalkyltitanátu pri teplote v rozmedzí od 110 do 160 °C po dobu 6 až 10 hodín.