



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

219192

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 04 09 81

(21) (PV 6516-81)

(40) Zverejnené 30 07 82

(45) Vydané 01 06 85

(51) Int. Cl.³

C 07 D 241/08

(75)

Autor vynálezu

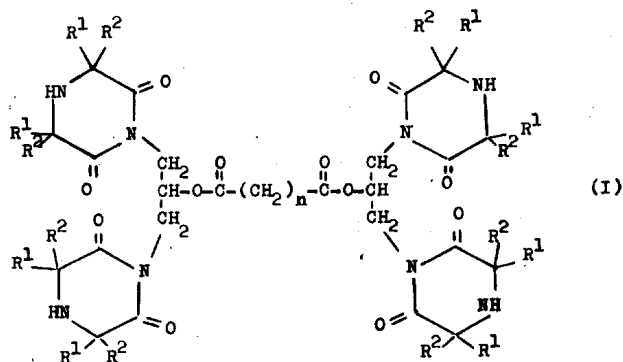
VAŠŠ FRANTIŠEK prom. chem., HUMENNÉ, LUSTOŇ JOZEF ing. CSc.,
MAŇÁSEK ZDENĚK ing. CSc., BRATISLAVA

(54) **Vyššiemolekulové svetelné stabilizátory na báze esterov alifatických dikarbo-
xylových kyselín a 2-hydroxy -1,3-disubstituovaných derivátov propánu
a spôsob ich prípravy**

Vynález sa týka vyššiemolekulových svetelných stabilizátorov na báze esterov alifatických dikarbo-xylových kyselín a 2-hydroxy-1,3-disubstituovaných derivátov propánu a spôsobu ich prípravy, ktorý spočíva v tom, že sa na zlúčeniny typu 2-hydroxy-1,3-bis(7,15-diazadispero-[5,1,5,3]hexadekán-14-16-dión-15-yl) propánu pôsobí zlúčeninami typu dichloridu kyseliny šťavelovej v prostredí suchého organického rozpúšťadla v prítomnosti organickej bázy, ako napr. trietylamin, tri-n-butylamin, benzyldimetylamin, pyridín a pod.

Význam vynálezu spočíva v príprave vyššiemolekulových svetelných stabilizátorov piperazínového typu, ktoré majú nižšiu prchavosť a vypierateľnosť z polymérnych výrobkov, vyznačujúcich sa veľkým povrchom oproti nízkomolekulovým látkam na báze stéricky tienených amínov.

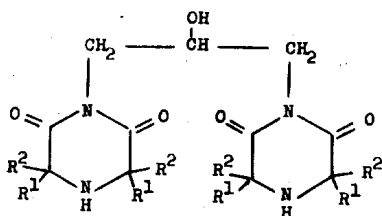
Vynález sa týka vyššiemolekulových svetelných stabilizátorov na báze esterov alifatických dikarboxylových kyselín a 2-hydroxy-1,3-disubstituovaných derivátov propánu, ktoré sú v polohe 1 a 3 substituované 7,15-diazadispiro(5,1,5,3)hexadekán-14,16-diónom, obecného vzorca I



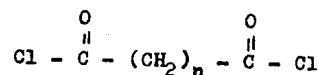
kde R^1 a R^2 sú rovnaké alebo rôzne alkylskupiny s 1 až 15 uhlíkovými atómami, alebo s uhlíkovým atómom, na ktorý sú viazané, vytvárajú monocyklický kruh s 5 až 10 uhlíkovými atómami a n je 0 až 16 a spôsobu ich prípravy.

Nevýhodou nízkomolekulových látok na báze stericky tienených amínov je ich značná prchavosť a vypierateľnosť z polymerných výrobkov, vyznačujúcich sa veľkým povrchom ako sú fólie a vlákna. K úbytku koncentrácie nízkomolekulových stabilizátorov z polymerných systémov dochádza už pri ich vysokoteplotnom spracovaní. Vypierateľnosť týchto stabilizátorov sa negatívne prejavuje pri chemickom čistení stabilizovaných textilných materiálov. U nízkomolekulových stabilizátorov na báze stericky tienených amínov, vzhľadom na ich prchavosť a vypierateľnosť je potrebné brať do úvahy ich toxicitu čo ich vylučuje z aplikácie pri stabilizácii polymerných materiálov v oblasti potravinárskeho priemyslu. Čiastkové riešenie týchto problémov poskytuje využitie stabilizátorov s vyššou molekulovou hmotnosťou a vyhovujúcou znášanlivosťou s úžitkovým polymérom.

Ďalej je podstatou vynálezu spôsob prípravy uvedených vyššiemolekulových svetelných stabilizátorov obecného vzorca I, vyznačujúci sa tým, že sa na zlúčeninu obecného vzorca II



kde R^1 a R^2 sú rovnaké alebo rôzne alkylskupiny s 1 až 15 uhlíkovými atómami, alebo s uhlíkovým atómom, na ktorý sú viazané, vytvárajú monocyklický kruh s 5 až 10 uhlíkovými atómami, pôsobí zlúčeninou obecného vzorca III



kde n je 0 až 16 pri teplote miestnosti v suchom organickom rozpúšťadle, ako napr. benzén, toluén, xylény, hexán, oktán, dietyléter, chloroform, dichlórmetán a pod., v prítomnosti organickej bázy, ako napr. trietylamín, tri-*n*-butylamín, benzyldimetylamín, pyridín a pod.

Vyššiemolekulové svetelné stabilizátory piperazínového typu podľa predmetu tohto vynálezu patria do skupiny stericky tienených amínov a môžu slúžiť k potlačeniu alebo eliminovaniu spomínaných nedostatkov nízkomolekulových látok uvedeného typu.

Príklad 1

K roztoku 0,8351 g (0,0015 mólu) 2-hydroxy-1,3-bis(7,15-diazadispiro-[5,1,5,3]hexadekán-14,16-dión-15-yl)propánu v 15 ml suchého toluénu a 1 ml trietylamínu sa za stáleho miešania pomaly prikvapká roztok 0,1794 g (0,00075 mólu) sebakoylchloridu v 10 ml suchého toluénu. Reakčná zmes sa nechá miešať pri teplote miestnosti 5 hodín, vzniklý trietylamínhydrochlorid sa odparí na rotačnej vákuovej odparke. Po dokonalom vysušení zvyšku za vysokého vákua sa získa žltkastý sklovitý produkt s teplotou topenia 44–46 °C, ktorý mal molekulovú hmotnosť 1230 (stanovená termoosmotricky).

Elementárna analýza pre $\text{C}_{72}\text{H}_{110}\text{N}_8\text{O}_{12}$:

Vypočítané: C = 67,57 % H = 8,66 % N = 8,76 %

Nájdene: C = 66,92 % H = 8,57 % N = 8,70 %

IČ spektrum (CHCl_3):

ν_{max} = 840, 870, 900, 930, 950, 980, 1030, 1050, 1090, 1140, 1185, 1210, 1240, 1280, 1295, 1350, 1465, 1680, 1730, 2960, 3360 cm^{-1}

NMR spektrum (CDCl_3):

δ = 1,25 (multiplet, 4H), 1,65 (široký pás, 80H), 2,25 (široký pás, 12H), 3,45 (multiplet, 2H), 3,9 (multiplet 8H) ppm

Príklad 2

K roztoku 0,835 g (0,0315 mólu) 2-hydroxy-1,3-bis(7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-14,16-dión-15-yl)propán v 15 ml suchého hexánu a 1 ml pyridínu sa za stáleho miešania pomaly prikvapká roztok 0,0952 g (0,00075 mól) dichloridu kyseliny šťavelovej v 10 ml suchého hexánu. Reakčná zmes sa nechá miešať pri laboratórnej teplote 5 hod. Zmes sa spracuje ako v príklade 1 a získa sa produkt s molekulovou hmotnosťou 1160 (stanovené osmometriou v parnej fáze).

Elementárna analýza pre $C_{64}H_{94}N_8O_{12}$:

Vypočítané: N = 9,59 %

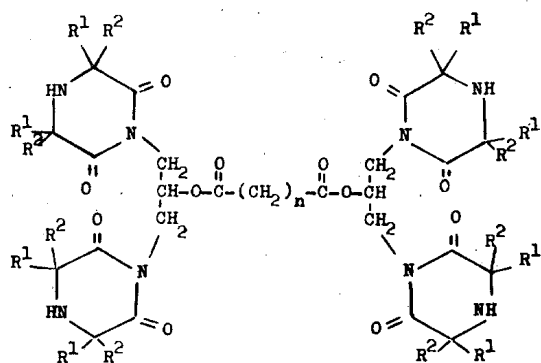
Nájdené: N = 9,40 %

Príklad 3

Postupovalo sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa ako rozpúšťadlo použil dietyléter a ako báza pyridín.

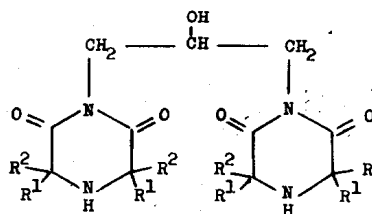
PREDMET VYNÁLEZU

1. Vyššiemolekulové svetelné stabilizátory na báze esterov alifatických dikarboxylových kyselín a 2-hydroxy-1,3-disubstituovaných derivátov propánu, ktoré sú v polohe 1 a 3 substituované 7,15-diazadispiro(5,1,5,3)hexadekán-14,16-diómom, obecného vzorca I

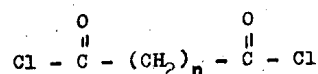


kde R_1 a R_2 sú rovnaké alebo rôzne alkylskupiny s 1 až 15 uhlíkovými atómami, alebo s uhlíkovým atómom, na ktorý sú viazané, vytvárajú monocyklický kruh s 5 až 10 uhlíkovými atómami a n je 0 až 16.

2. Spôsob prípravy látky obecného vzorca I podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa na zlúčeninu obecného vzorca II



kde R_1 a R_2 sú rovnaké alebo rôzne alkylskupiny s 1 až 15 uhlíkovými atómami, alebo s atómom uhlíka, na ktorý sú viazané, vytvárajú monocyklický kruh s 5 až 10 uhlíkovými atómami, pôsobí zlúčeninou obecného vzorca III



kde n je 0 až 16 pri teplote miestnosti v suchom organickom rozpúšťadle, ako je benzén, toluén, xylén, hexán, oktán dietyléter, chloroform, dichlórmetán, v prítomnosti organickej bázy, ako je trietylamin, tri-*n*-butylamin, benzyldimetylamin, pyridín.