

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

225 480

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 14 05 82
(21) PV 3524 - 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.,
ZVÁRA IVAN ing., BRATISLAVA

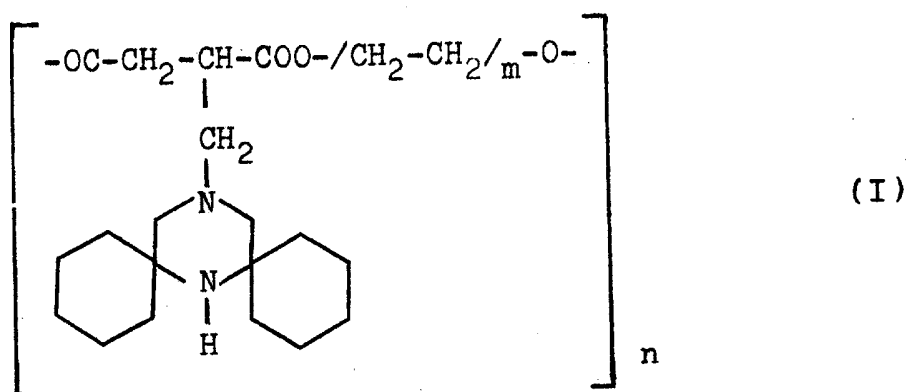
(54)

Polymérny svetelný stabilizátor a spôsob jeho prípravy

Vynález sa týka polymérneho svetelného stabilizátora, ktorý predstavujú polyestery kyseliny 15-/7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadecyl/metylénbutándiovej s α, ω -diolmi.

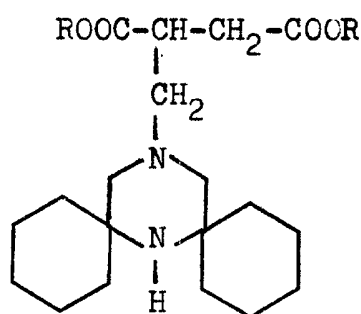
Stéricky bránené amíny sú modernou triedou svetelných stabilizátorov plastických látok, najmä polyolefínov a zvlášť polypropylénu. Ich použitie predstavuje kvalitatívny stupeň k zlepšeniu odolnosti polyolefínov voči stárnutiu. Určitou nevýhodou nízkomolekulových látok tejto triedy je ich vypierateľnosť.

Uvedenú nevýhodu v podstatnej miere odstraňuje tento vynález, ktorého podstatou je polymérny svetelný stabilizátor predstavujúci polyestery kyseliny 15-/7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadecyl/metylénbutándiovej s α, ω -diolmi obecného vzorca I



kde m je 1,2 a n je 3 až 20.

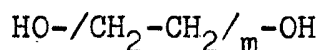
Ďalej je podstatou vynálezu spôsob prípravy týchto polyesterov, ktorý sa vyznačuje tým, že na dialkylestery kyseliny 15-/7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadecyl/betylénbutándiovej obecného vzorca II



(II)

kde R predstavuje metyl, etyl a propyl

sa pôsobí α, ω -diolmi obecného vzorca III:



(III)

kde m je 1 a 2

3 hodiny pri 110°C , 10 hodín pri 140°C za prítomnosti amidu lítneho alebo tetrapropylortotitanátu za prebublávania dusíkom. Nakoniec sa reakčná zmes zahrieva 2 hodiny pri 160°C za tlaku 18 Pa.

Výhodou predmetných zlúčenín je ich zvýšená molekulová hmotnosť, ktorá prispieva k značnému zníženiu ich vypierateľnosti zo stabilizovaného polyméru.

Príklad 1

Zmes 1 mólu dimetylésteru kyseliny 15-/7,15-diazadispiro [5,1,5,3]hexadecyl/metylénbutándiovej, 1,2 mólu etylénglykolu, 2 g amidu lítneho a 2,5 g 2,2'-metylén-bis-/4-metyl-6-terc.butyl-fenolu/v 1 200 ml xylénu sa zahrieva za prebublávania dusíkom 3 hodiny pri 110°C a 10 hodín pri 140°C . Potom sa z reakčnej zmesi oddestiloval xylén a ďalej sa zmes zahrieva pri 160°C 2 hodiny pri tlaku 18 Pa. Toluénový roztok reakčnej zmesi sa premyl vodou, oddestiloval toluén a produkt sa sušil vo vákuovej sušiarňi. Získal sa žltý prášok vo výťažku 81 % s priemernou molekulovou hmotnosťou 2 250 /osmometrické stanovenie/. Zmenou reakčnej teploty a času sa pripravili polyestery s priemernými molekulovými hmotnosťami 900 a 1 600.

Analýza pre $/C_{21}H_{34}N_2O_4/n$		molekulová hmotnosť $/378,51/n$	
Vypočítané	66,64 % C	9,05 % H	7,40 % N
Zistené	65,01 % C	9,26 % H	7,20 % N

Príklad 2

Zmes 1 mólu dietylésteru kyseliny 15-/7,15-diazadispiro [5,1,5,3]hexadecyl/metylénbutándiovej, 1,2 mólu 1,4-butándiolu, 5 g tetrapropylortotitanátu a 2,5 g 2,2'-metylén-bis-/4-metyl-6-terc.butylfenol/ v 1 200 ml xylénu sa zahrieva za prebublávania dusíkom pri 120 °C 2 hodiny a 8 hodín pri 150 °C. Po oddestilovaní xylénu sa zmes zahrieva 2 hodiny pri 160 °C pri tlaku 18 Pa. Toulénový roztok reakčnej zmesi sa premyl vodou, oddestiloval toluén a produkt sa sušil vo vákuovej sušiarňi. Získal sa bledožltý prášok vo výťažku 75 % s priemernou molekulovou hmotnosťou 2 000.

Analýza pre $/C_{23}H_{38}N_2O_4/n$		molekulová hmotnosť $/406,57/n$	
Vypočítané	67,95 % C	9,42 % H	6,89 % N
Zistené	67,10 % C	9,13 % H	6,78 % N

Príklad 3

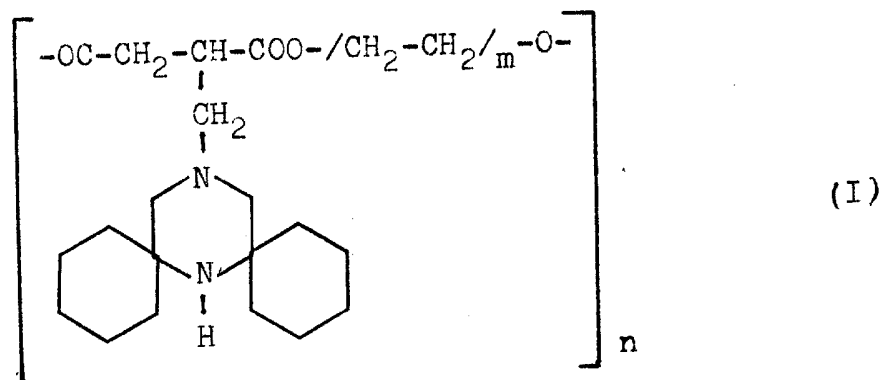
K polypropylénu sa pridá 0,1 % hmot. (2,2'-metylén-bis-/4-metyl-6-terc.butylfenol/) antioxidantu, 0,15 % hmot. stearátu vápenatého a 0,2 % hmot. svetelného stabilizátora pripraveného podľa príkladu 1 a 2. Zmes sa homogenizuje v plastografe 5 minút pri 200 °C. Zo zmesi sa lisujú fólie hrúbky 0,18 mm, ktoré sa ožarujú 125 W ortuťovou výbojkou. Kontrolné fólie sa pripravujú rovnakým postupom, len sa nepridá svetelný stabilizátor. Nárast karbonylových skupín v závislosti od času ožarovania je mierou degradácie polyméru vplyvom UV žiarenia. Prírastok karbonylových skupín sa sleduje pomocou IČ spektier. Fólia bez svetelného stabilizátora dosiahla prírastok karbonylového indexu $\Delta A_{CO} = 0,3$ po 300 hodinách. Fólia obsahujúca svetelný stabilizátor pripravený v príklade 1 $/M = 1,600/$ dosiahla $\Delta A_{CO} = 0,3$ po 600 hodinách a fólia obsahujúca svetelný stabilizátor pripravený podľa

príkladu 2 dosiahla $\Delta A_{CO} = 0,3$ po 620 hodinách. Fólia obsahujúca komerčný stabilizátor poly-1,4-/2,2,6,6-tetrametylpiperidinyloxy/sukcinát dosiahla $\Delta A_{CO} = 0,3$ po 670 hodinách.

Uvedené zlúčeniny sa môžu použiť ako svetelné stabilizátory so zníženou vypierateľnosťou predovšetkým do polyolefínov.

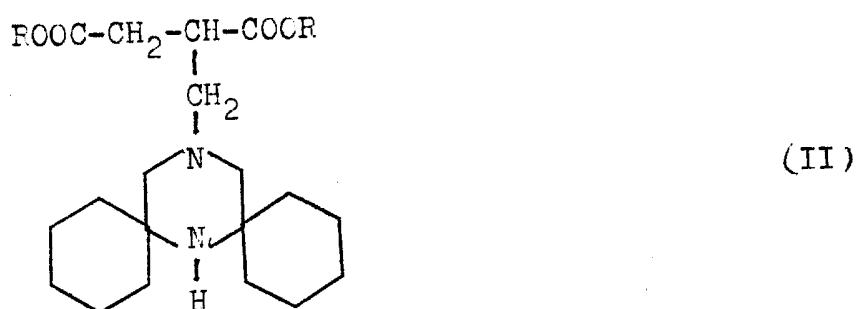
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Polymérny svetelný stabilizátor predstavujúci polyester kyseliny 15-/7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadecyl/metylénbutándiovej s ω , ω -diolmi obecného vzorca I



kde m je 1 a 2 a n je 3 až 20

2. Spôsob prípravy stabilizátorov obecného vzorca I podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že na dialkylester kyseliny 15-/7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadecyl/metylénbutándiovej obecného vzorca II



kde R je metyl, etyl a propyl

sa pôsobí ω , ω -diolmi obecného vzorca III



kde m je 1 a 2

3 hodiny pri 110 °C, 10 hodín pri 140 °C za prebublávania dusíkom a v prítomnosti amidu lítneho alebo tetrapropylortotitanátu a nakoniec 2 hodiny pri 160 °C a tlaku 18 Pa.