



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C07F 9/09 (2026.05); C08K 5/521 (2026.05)

(21)(22) Заявка: 2026113693, 26.06.2026

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
26.06.2026

Дата регистрации:
24.08.2026

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.06.2026

(45) Опубликовано: 24.08.2026 Бюл. № 24

Адрес для переписки:

420029, Респ. Татарстан, г. Казань, ул.
Сибирский Тракт, 34, корп. 10, помещ. 1013,
ООО "НТЦ "Ахмадуллины", Ахмадуллин
Ренат Маратович

(72) Автор(ы):

Ахмадуллин Ренат Маратович (RU),
Шкодич Валентина Федоровна (RU),
Афиногенова Нина Николаевна (RU),
Вольфсон Светослав Исаакович (RU),
Никифоров Антон Андреевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

ООО "НТЦ "Ахмадуллины" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: Аль-Базили Н. М., Багавеев А. М.,
Ахмадуллин А. Р., Качаева Э. А., Абдулганеев
Д. Р., Хузиахметов М. Р., Черезова Е. Н.,
Вольфсон С. И. Трис(3-(3,5-ди- третбутил-4-
гидроксифенил)пропил)фосфит: синтез,
антиоксидантная активность. Журн. Сиб.
федер. ун- та. Химия, 2026, 19(1). С.140-148. DE
2148080 A1, 25.05.1972. RU 2665039 C1,
27.08.2018.

(54) ПРИМЕНЕНИЕ ТРИС(3-(3,5-ДИ-ТРЕТ-БУТИЛ-4-ГИДРОКСИФЕНИЛ)ПРОПИЛ)ФОСФАТА В
КАЧЕСТВЕ КАТАЛИЗАТОРА-АНТИОКСИДАНТА ПРИ СИНТЕЗЕ ПОЛИФТАЛАМИДА 6I/6T

(57) Реферат:

Изобретение относится к применению трис(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата в качестве катализатора-антиоксиданта при синтезе полифталамида 6I/6T из гексаметилендиамина, изофталевой и терефталевой кислот. Технический результат заключается в повышении средней молекулярной

массы полифталамида, снижении содержания низкомолекулярных фракций, уменьшении полидисперсности и в уменьшении термоокислительного окрашивания полифталамида по сравнению с аналогичным процессом, проводимым без указанного соединения. 2 з.п. ф-лы, 2 ил., 1 табл., 3 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C07F 9/09 (2026.05); *C08K 5/521* (2026.05)(21)(22) Application: **2026113693, 26.06.2026**(24) Effective date for property rights:
26.06.2026Registration date:
24.08.2026

Priority:

(22) Date of filing: **26.06.2026**(45) Date of publication: **24.08.2026** Bull. № 24

Mail address:

**420029, Resp. Tatarstan, g. Kazan, ul. Sibirskij
Trakt, 34, korp. 10, pomesch. 1013, OOO "NTTS
"Akhmadulliny", Akhmadullin Renat Maratovich**

(72) Inventor(s):

**Akhmadullin R.M. (RU),
Shkodich V.F. (RU),
Afinogenova N.N. (RU),
Volfson S.I. (RU),
Nikiforov A.A. (RU)**

(73) Proprietor(s):

OOO "NTTs "Akhmadulliny" (RU)(54) **USE OF TRIS(3-(3,5-DI-TERT-BUTYL-4-HYDROXYPHENYL)PROPYL)PHOSPHATE AS ANTIOXIDANT CATALYST IN SYNTHESIS OF POLYPHTHALAMIDE 6I/6T**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: use of tris(3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propyl)phosphate as an antioxidant catalyst in the synthesis of polyphthalamide 6I/6T from hexamethylenediamine, isophthalic and terephthalic acids.

EFFECT: increasing the average molecular weight

of polyphthalamide, reducing the content of low-molecular fractions, decreasing polydispersity and decreasing the thermo-oxidative coloration of polyphthalamide compared to a similar process carried out without the said compound.

3 cl, 2 dwg, 1 tbl, 3 ex

Изобретение относится к органической химии и химии полимеров и касается применения фосфорорганического фенольного соединения - *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата - в качестве катализатора-антиоксиданта при синтезе полифталамида 6I/6T.

Из уровня техники известно соединение *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфат, раскрытое в документе DE 2148080 A1. Указанный документ рассматривается как наиболее близкий источник по химической природе заявляемого соединения. В нем также описана антиокислительная активность данного соединения и возможность его использования в качестве антиоксиданта.

Также из уровня техники известны фосфор- и фенолсодержащие стабилизирующие добавки для полимерных материалов, в том числе полиамидов, например соединения, раскрытые в RU 2665039 C1, применяемые для снижения термоокислительной деструкции полимеров. Указанные решения характеризуют общий уровень техники в области антиоксидантной стабилизации полимерных систем.

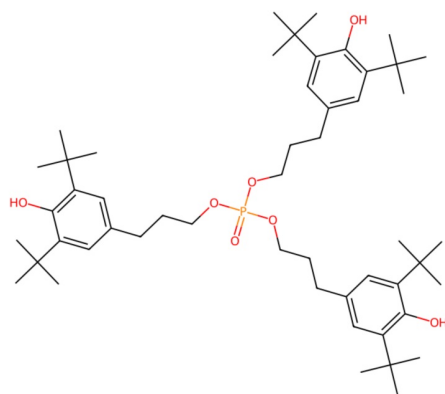
Однако в выявленных источниках не описано применение *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата при синтезе полифталамида 6I/6T в качестве добавки, совмещающей каталитическое действие и антиоксидантный эффект. В известных решениях данное соединение рассматривается как антиоксидант, тогда как заявляемое решение относится к применению данного соединения при синтезе полифталамида 6I/6T, где оно проявляет каталитическое действие и антиоксидантный эффект.

В материалах настоящей заявки показано, что использование *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата при синтезе полифталамида 6I/6T приводит к увеличению молекулярной массы полимера, снижению содержания низкомолекулярных фракций и улучшению цветности продукта, что подтверждает достижение заявленного технического результата.

Целью изобретения является расширение функционального назначения известного соединения *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата путем выявления и реализации его применения в качестве катализатора-антиоксиданта при синтезе полифталамида 6I/6T.

Технический результат заключается в повышении средней молекулярной массы полифталамида, снижении содержания низкомолекулярных фракций, уменьшении полидисперсности и в уменьшении термоокислительного окрашивания полифталамида по сравнению с аналогичным процессом, проводимым без указанного соединения.

Указанный технический результат достигается тем, что *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфат формулы (I) применяют в качестве катализатора-антиоксиданта при синтезе полифталамида 6I/6T.



В одном из предпочтительных вариантов указанное соединение используют при синтезе полифталамида 6I/6T из гексаметилендиамина, изофталевой кислоты и терефталевой кислоты. Применение одного и того же соединения как катализатора и как антиоксиданта обеспечивает получение полифталамида 6I/6T с повышенной молекулярной массой, пониженным содержанием низкомолекулярных фракций и улучшенной цветностью.

Известное соединение, используемое в заявляемом назначении, может быть получено реакцией этерификации фосфорилхлоридом при поэтапном фосфорилировании 2,6-ди-трет-бутил-4-(3-гидроксипропил)фенола в присутствии триэтиламина. Полученный продукт представляет собой прозрачную светло-желтую смолу с температурой размягчения 30-40°C, растворимую при обычной температуре в органических растворителях: толуол > диэтиловый эфир > ацетон > изопропанол, и нерастворимую в воде. Ниже приведен пример получения исходного соединения, используемого в заявляемом назначении.

Пример 1. Получение *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата

В стеклянную трехгорловую колбу объемом 50 мл с охлаждением в ледяной бане, снабженную перемешивающим устройством, капельной воронкой и газораспределительной трубкой для подачи азота, загружают 9,9 г 2,6-ди-трет-бутил-4-(3-гидроксипропил)фенола, подают азот, заливают 148 мл осушенного петролейного эфира и включают перемешивание, охлаждая до 0-10°C, затем добавляют 3,79 г осушенного триэтиламина.

В капельную воронку заливают смесь из 1,16 мл POCl₃ и 5 мл петролейного эфира и в течение 30 минут прикапывают ее в колбу при перемешивании. Образующуюся реакционную массу нагревают до 30-40°C, фильтруют от соли. Остатки петролейного эфира отгоняют под вакуумом (60-70 мм рт. ст.) в течение 1,5-2 часов. Выход конечного продукта составляет 87,6 %.

Элементный анализ: вычислено, %: C 73,17; H 9,75; O 13,38; P 3,70. Найдено, %: C 73,0; H 9,8; O 13,2; P 3,6. Брутто-формула соединения: C₅₁H₈₁O₇P. Для соединения зарегистрированы сигналы ³¹P ЯМР: δ = -13,12 ppm (s) и δ = -12,59 ppm (s), соответствующие фосфору атому в составе фосфатной группы. Данные ИК-спектроскопии подтверждают наличие свободных OH-групп (3400-3200 см⁻¹), фосфатного центра (1260 см⁻¹) и трех одинаковых алкокси-групп (1260/1170, 1015 см⁻¹).

Пример 2. Применение соединения при синтезе полифталамида 6I/6T

Синтез полифталамида 6I/6T проводят в реакторе высокого давления объемом 3000 мл, выполненном из сплава на основе титана (BT1-0), с мешалкой, представляющей комбинацию пропеллерной, рамной и сигма-образной мешалок. Нагрев осуществляют с помощью греющей ленты ЭНГЛУ-400. Вязкость среды в процессе поликонденсации контролируют с помощью ваттметра Л11, скорость перемешивания регулируют с помощью частотного преобразователя UZF1. Датчики температуры и давления имеют цифровые выходы для автоматического поддержания технологического режима. Процесс проводят в периодическом режиме в две стадии: преполиконденсации и дополиконденсации в расплаве.

Исходные компоненты: вода дистиллированная - 500 г; 1,3-бензолдикарбоновая кислота (изофталевая кислота) - 697,74 г; 1,4-бензолдикарбоновая кислота (терефталевая кислота) - 299,154 г; гексаметилендиамин - 699,6 г; уксусная кислота - 2 мл; *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфат (C₅₁H₈₁O₇P) - 0,45 г.

В реактор высокого давления загружают водный раствор гексаметилендиамина, изофталевую и терефталевую кислоты, уксусную кислоту и *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-

4-гидроксифенил)пропил)фосфат. Реакционную массу перемешивают в течение 10 минут. Далее устанавливают фторопластовую прокладку, крышку реактора герметично закрепляют, реакционную смесь 3-4 раза продувают азотом и создают азотную подушку 0,05 МПа. Включают нагрев до 180°C со скоростью 2-3°C/мин; по достижении заданной температуры выдерживают при перемешивании около 140 об/мин в течение 1,5 часа при давлении около 0,65-0,8 МПа.

На второй стадии реакционную смесь продолжают нагревать при перемешивании 140 об/мин до температуры 245°C и давления 2,0 МПа, поддерживая его постоянным путем удаления парообразной воды. Удаление воды осуществляют в течение 1-1,5 часа до момента начала снижения давления. Затем давление медленно снижают до остаточного 0,05 МПа в течение 30 минут, одновременно отгоняя оставшуюся воду. После этого реакционную массу нагревают до 260°C.

Стадию дополиконденсации проводят 30-60 минут при перемешивании 140 об/мин. При достижении электрической мощности 88-90 Вт, соответствующей требуемой вязкости, мешалку останавливают и отключают нагрев. Реактор охлаждают до 220-240°C, затем стравливают остаточное давление и выгружают образовавшийся полимер ПА6I/6T в виде расплава на поддон.

Пример 3. Сравнительный опыт без катализатора-антиоксиданта

Полифталамид 6I/6T получают по примеру 2, но без добавления *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата.

По данным гель-проникающей хроматографии (рисунок 1 - ГПХ-хроматограммы двух проб полифталамида 6I/6T, полученного без катализатора по примеру 3, и рисунок 2 - ГПХ-хроматограмма полифталамида 6I/6T, полученного в присутствии *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата по примеру 2), на рисунке 2 наблюдаются сокращение содержания низкомолекулярных фракций, отсутствие вторичных «плеч» основной вершины, повышение средней длины цепей и сужение молекулярно-массового распределения, что свидетельствует о проявлении каталитического действия и антиоксидантного эффекта.

Сравнительные показатели полученных образцов приведены в таблице 1. Как видно из таблицы, в присутствии заявляемого соединения M_n возрастает с 590 до 11703 г/моль, M_w - с 12900 до 42981 г/моль, коэффициент полидисперсности снижается с 22 до 3,67, характеристическая вязкость возрастает с 0,1 до 0,87 дл/г, а цвет полифталамида изменяется от желто-коричневого к бесцветному прозрачному.

Для образца, полученного без добавления заявляемого соединения, показатель текучести расплава не определяется вследствие отсутствия однородности расплава, что согласуется с широкой молекулярно-массовой характеристикой и ухудшением цветности материала.

Заявляемое применение может быть использовано при лабораторном и промышленном синтезе полифталамида 6I/6T. Соединение проявляет каталитическое действие и антиоксидантный эффект, что позволяет получать полифталамид 6I/6T повышенной молекулярной массы и пониженной окрашенности.

Таблица 1

Полифталамид ПФА 6I/6T	M_n , г/моль	M_w , г/моль	M_w/M_n	$[\eta]$, дл/г	ПТР, г/10 мин	Цвет
по примеру 3 (без катализатора-антиоксиданта)	590	12900	22	0,1	Не течет	Желто-коричневый
по примеру 2	11703	42981	3,67	0,87	18	Бесцветный, прозрачный

(57) Формула изобретения

1. Применение *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфата в качестве катализатора-антиоксиданта при синтезе полифталамида 6I/6T.

2. Применение по п. 1, отличающееся тем, что синтез полифталамида 6I/6T осуществляют поликонденсацией гексаметилендиамина, изофталевой кислоты и терефталевой кислоты, при этом преполиконденсацию проводят в присутствии воды и уксусной кислоты с последующей дополиконденсацией в расплаве.

3. Применение по любому из пп. 1, 2, отличающееся тем, что *трис*(3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропил)фосфат вводят в реакционную массу до стадии преполиконденсации.

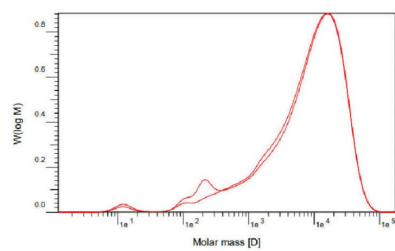


Рисунок 1

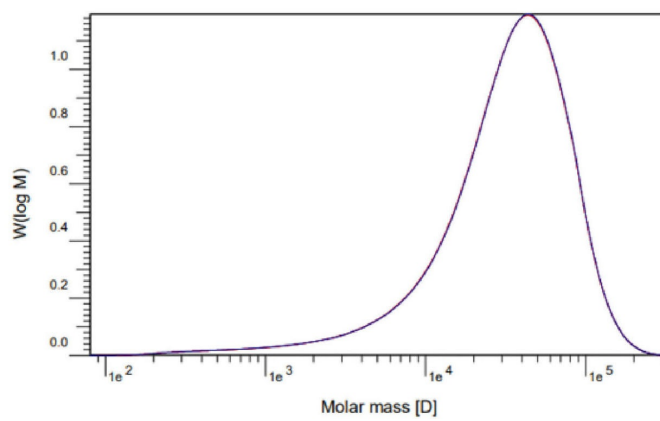


Рисунок 2