



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 18. XI. 1965 (P 111 666)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20. XI. 1967

Kl. 39 ~~39~~

MKP C 08 f

UKD

64,27/22

27/22

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Jerzy Cypriak, mgr inż. Bohdan Dawidowicz, mgr inż. Teresa Kapecka

Właściciel patentu: Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych, Łódź
(Polska)

Sposób utleniania polialkoholu winylowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób utleniania polialkoholu winylowego.

Znane są sposoby utleniania polialkoholu winylowego kwasem nadjodowym powodującym utlenianie wyłącznie wiązań 1,2 glikolowych z jednoczesnym rozerwaniem łańcucha polimeru, jak również utlenianie kwasem azotowym lub dwuchromianem sodowym z dodatkiem kwasu siarkowego, przez co uzyskuje się utlenianie również wiązań 1,3 glikolowych. W tej reakcji obok pęknięcia łańcucha z wytworzeniem się na jego końcach grup aldehydowych, powstają także w głównym łańcuchu polimeru grupy ketonowe.

Opisanym reakcjom towarzyszą takie zjawiska uboczne jak tworzenie się układów podwójnych wiązań i związane z tym żółknięcie polimeru, tworzenie się grup karboksylowych oraz znaczna degradacja łańcucha polimeru. Uzyskane produkty utleniania polialkoholu winylowego można stosować do wytwarzania włókien polialkoholowinylowych jedynie pod warunkiem wyeliminowania szkodliwych reakcji ubocznych.

Celem wynalazku jest wytwarzanie włókno-twórczego polialkoholu winylowego zawierającego grupy ketonowe lub aldehydowe, posiadającego małą ilość grup karboksylowych i możliwie nie zabarwionego, przez zastosowanie odpowiedniej metody utleniania.

Sposób według wynalazku polega na tym, że

2

polialkohol winylowy utlenia się w roztworze wodnym zawierającym 3–30% polialkoholu winylowego, do którego dodaje się nadtlenek wodoru w ilości 0,01–30% wagowych w stosunku do polialkoholu winylowego. Proces utleniania prowadzi się przy pH 2–10 w temperaturze 20–140°C w czasie 0,5–10 godzin. Utlenianie polimeru można prowadzić również w obecności znanych katalizatorów reakcji utleniania alkoholu do grup karbonylowych jak np. w obecności CuSO₄ lub NiSO₄. Utleniony w ten sposób polimer przerabia się dalej na włókno znanymi sposobami w postaci samoistnej lub w mieszaninie z polimerami nieutlenionymi.

Włókna otrzymane z utlenionego polialkoholu winylowego sposobem według wynalazku, wykazują podwyższoną elastyczność i zwiększoną odporność na działanie wody w stosunku do włókien otrzymanych z polialkoholu winylowego nie utlenionego, przy jednoczesnym niewielkim obniżeniu wytrzymałości mechanicznej.

Przykład I. Do 15%-owego wodnego roztworu polialkoholu winylowego o temperaturze 60°C dodaje się 30%-owego nadtlenu wodoru w ilości 1% wagowych w stosunku do polimeru, w przeliczeniu na 100% H₂O₂ oraz kwas octowy w ilości potrzebnej do uzyskania pH — 4 roztworu. Temperaturę roztworu podnosi się do 100°C i utrzymuje ją przez okres 2 godzin.

Otrzymuje się przezroczysty roztwór utlenio-

nego polimeru, z którego przedzie się włókna polialkoholowinyłowe znanymi sposobami.

Przykład II. Do 30%-owego wodnego roztworu polialkoholu winylowego o temperaturze 80°C dodaje się 30%-owy nadtlenek wodoru w ilości 30% wagowych w stosunku do polimeru, w przeliczeniu na 100%-owy H_2O_2 oraz 12,5% wagowych kwasu octowego w stosunku do roztworu (pH roztworu około 3,5). Proces prowadzi się przez okres 3 godzin. Otrzymuje się przezroczysty roztwór utlenionego polimeru. W celu oznaczenia ilości grup karbonylowych powstałych w polimerze, wytrąca się go z roztworu metanolem. Analiza wytrąconego polimeru wykazała zawartość 2,61% wagowych grup karbonylowych.

Z otrzymanego w ten sposób polimeru przedzie się włókna znanymi sposobami.

Przykład III. Do 20%-owego wodnego roztworu przedzalniczego polialkoholu winylowego, którego pH doprowadzono uprzednio do około 7,5 za pomocą 1 n NaOH, dodaje się 30%-owy H_2O_2 w ilości 0,2% w stosunku do polimeru. Temperaturę podnosi się do około 100°C i mieszając prowadzi się reakcję w tej temperaturze przez okres 0,5 godziny.

Otrzymany bezbarwny roztwór przedzalniczny wykazuje niższą lepkość od roztworu wyjściowego.

Z otrzymanego w ten sposób polimeru przedzie się włókna znanymi sposobami.

Przykład IV. Roztwór zawierający 15% wagowych polialkoholu winylowego, 0,7% wagowych H_2O_2 oraz 0,3% $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, przy pH—5 ogrzewa się przez okres 2 godzin w temperaturze 70°C. Utleniony polimer wytrąca się dwukrotnie nasyconym roztworem Na_2SO_4 , przemywa się go wodą i suszy w temperaturze 30°C. Tak otrzymany utleniony polimer miesza się z nieutlenionym polimerem polialkoholu winylowego w stosunku 1:3.

Z otrzymanej w ten sposób mieszaniny polimerów przedzie się włókna znanymi sposobami.

Zastrzeżenie patentowe

20 Sposób utleniania polialkoholu winylowego **znamienny tym**, że do wodnego roztworu 3—30%-owego polialkoholu winylowego dodaje się nadtlenek wodoru w ilości 0,01—30% wagowych w stosunku do polimeru, przy czym proces utleniania prowadzi się przy pH 2—10 w temperaturze 20—140°C.