



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

218714

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 07. 09. 81
(21) (PV 6575-81)

(40) Zverejnené 25. 06. 82

(45) Vydané 01. 06. 85

(51) Int. Cl.³
C 07 D 295/22

(75)

Autor vynálezu

JONIAK DUŠAN prom. chem. CSc., KOŠÍKOVÁ BOŽENA ing. CSc.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy N-metylmorfolín-N-oxidu

Vynález sa týka spôsobu prípravy N-metylmorfolín-N-oxidu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že na N-metylmorfolín sa pôsobí peroxidom vodíka, zmes sa po ochladení premyje acetónom a po pridaní benzénu sa N-metylmorfolín-N-oxid získa azeotropickou destiláciou.

Význam vynálezu spočíva v použití N-metylmorfolín-N-oxidu ako perspektívneho rozpúšťadla pre celulózu pri náhrade viskóзовého procesu zvlákňovania.

Vynález sa týka spôsobu prípravy N-metylmorfolín-N-oxidu. V súvislosti s ochranou životného prostredia a zložitou prípravou viskóзовých vlákien hľadajú sa v súčasnej dobe rozpúšťadlá pre celulózu, ktoré by umožňovali jej zvlákňovanie spôsobom používaným pre syntetické polyméry. Medzi rozličnými popísanými novými rozpúšťadlami pre celulózu veľká pozornosť sa venuje použitiu nasýtených cyklických amín-oxidov ako napr. N-metylmorfolín-N-oxidu. Príprava týchto zlúčenín je predmetom patentu D. L. Johnsona (U. S. Patent 3447939 – 1969). Nevýhodou tohto postupu je enzymatický rozklad nadbytočného peroxidu.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že na N-metylmorfolín sa pôsobí 96 až 98 hmot. % 30 % peroxidu vodíka pri teplote 67 až 72 °C počas 2 až 6 hodín, zmes sa po ochladení premyje acetónom a po pridaní benzénu sa N-metylmorfolín-N-oxid získa po odstránení vody azeotropickou destiláciou. Pri použití nadbytku N-metylmorfolínu pri uvedenej reakcii nie je potrebné odstraňovať prebytočný peroxid vodíka katalázou. Po ukončení reakcie test s jodidom draselným na peroxidy musí byť negatívny. Malé množstvo nezreagovaného N-metylmorfolínu sa ľahko odstráni extrakciou s acetónom. Acetónom sa súčasne vyextrahuje podstatná časť vody z reakčného prostredia. Zariadenie tohto extrakčného stupňa skráti dobu nasledujúceho azeotropického odstraňovania vody benzénom.

Popísaný modifikovaný podstup prípravy N-metylmorfolín-N-oxidu poskytuje produkt v rovnakom výťažku ako pôvodný postup.

Výhoda predmetného vynálezu spočíva v tom, že postup je ekonomickejší, pretože nie je potrebné používať enzým-katalázu, ktorý je drahý a ťažko dostupný; nevyžaduje vysokú čistotu východiskového produktu; spôsob sa zjednoduší tým, že sa

vynechá jeden stupeň – odstraňovanie prebytočného peroxidu vodíka katalázou a skráti sa stupeň zahrňujúci odstraňovanie vody azeotropickou destiláciou reakčnej zmesi s benzénom; tento modifikovaný spôsob dá sa použiť aj na prečistenie N-metylmorfolín-N-oxidu, ktorý dlhším uskladňovaním nabera vlhkosť a čiastočne sa rozkladá.

Vzhľadom k tomu, že N-metylmorfolín-N-oxid predstavuje jedno z najperspektívnejších rozpúšťadiel pre celulózu pri náhrade viskóзовého procesu zvlákňovania, vylepšenie jeho prípravy umožní menej náročnú a lacnejšiu výrobu tejto látky vo výrobnom procese.

Príklad 1

Do 21 banky umiestnenej vo vodnom kúpeli, opatrenej skleneným miešadlom, pridávajúcim lievikom a teplomerom, sa umiestnilo 500 g N-metylmorfolínu. Po zahriatí na 67 °C sa v priebehu 4 hodín pridávalo po kvapkách 550 g 30 % peroxidu vodíka. Teplota reakčnej zmesi sa udržiavala v rozmedzí 67 °C až 72 °C. Po pridaní celého množstva peroxidu vodíka sa reakčná zmes miešala pri tejto teplote ešte 2 hodiny.

Po ochladení reakčnej zmesi na teplotu miestnosti (test s jodidom draselným na peroxidy bol negatívny) sa pridalo 1,5 l acetónu. Olejovitý produkt sa oddelil a premyl ešte 2 × 1 l acetónu. Zo získanej olejovitej látky po pridaní 500 ml benzénu sa odstránila voda azeotropickou destiláciou, až kým vzorka N-metylmorfolín-N-oxidu nemala teplotu topenia 74 až 76 °C. N-metylmorfolín-N-oxid sa získal vo výťažku 504 g.

Príklad 2

500 g dlhšie uskladňovaného N-metylmorfolín-N-oxidu sa premylo 2 × 1 l suchého acetónu. Zbytok vody sa azeotropicky destiluje s benzénom, ako je popísané v príklade 1.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy N-metylmorfolín-N-oxidu vyznačujúci sa tým, že na N-metylmorfolín sa po zahriatí na 67 °C pôsobí 96 až 98 hmot. % 30 % peroxidu vodíka pri teplote 67 až 72 °C počas 2 až

6 hodín, zmes sa po ochladení premyje acetónom a po pridaní benzénu sa N-metylmorfolín-N-oxid získa po odstránení vody azeotropickou destiláciou.