



DEUTSCHES PATENTAMT

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Aufrechterhaltung kann Einspruch eingelegt werden

(21) Aktenzeichen:	(22) Anmeldetag:	(44) Veröff.-tag der DD-Patentschrift:	(45) Veröff.-tag der Aufrechterhaltung:
DD C 08 J / 318 562 7	02. 08. 88	20. 12. 89	31. 10. 96

(30) Unionspriorität:

—

(72) Erfinder: Michels, Christoph, Dipl.-Chem. Dr., 07407 Rudolstadt, DE; Malitzke, Peter; Dipl.-Chem., 07407 Rudolstadt, DE; Mertel, Horst, Dipl.-Chem. Dr., 07407 Rudolstadt, DE
(73) Patentinhaber: Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung e. V., Breitscheidstr. 97, 07407 Rudolstadt, DE

(54) Verfahren zur Rückgewinnung von N-Methylmorpholin-N-oxid

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:
ULLMANNS ENCYKLOPÄDIE der technischen Chemie, 4. Auflage, Verlag Chemie, Weinheim, 1979,
Bd. 13, S. 282–297, S. 312; – ISBN 3-527-20013-4

Patentanspruch:

Verfahren zur Rückgewinnung von N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMNO) aus verdünnten wässrigen Lösungen mit Austauscherharzen, **gekennzeichnet dadurch**, daß man die wässrigen NMMNO-Lösungen über Austauschersäulen, die mit SO_3H -Gruppen enthaltendem Styren-Divinylbenzen-Copolymerisat gefüllt sind, bis zur maximal äquimolaren Beladung leitet, anschließend das NMMNO durch äquimolare Mengen Natriumhydroxidlösung verdrängt und die Austauschersäulen mit äquimolaren Mengen Säure und Wasser regeneriert.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Rückgewinnung von N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMNO) aus verdünnten wässrigen Lösungen, die beim Lösen und Regenerieren von Polymeren in der Chemiefaser- bzw. Plasteindustrie anfallen.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es ist bekannt, NMMNO aus wässrigen Lösungen zu isolieren, indem man diese durch Vakuumdestillation auf etwa 86 Masseanteile NMMNO in % einengt, das ausfallende NMMNO-Monohydrat abtrennt und gegebenenfalls aus Aceton umkristallisiert (US-PS 3447939).

Diese Methode ist insbesondere bei sehr verdünnten Lösungen zeit- und energieaufwendig.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in einem vereinfachten Verfahren zur Anreicherung und Rückgewinnung von NMMNO aus verdünnten wässrigen Lösungen mit geringem Zeit- und Energieaufwand.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht in der Beseitigung der genannten Mängel durch ein Verfahren zur Anreicherung und Rückgewinnung von NMMNO aus verdünnten wässrigen Lösungen über eine Behandlung mit Austauscherharzen. Erfindungsgemäß werden die wässrigen NMMNO-Lösungen bis zur maximal äquimolaren Beladung über mit SO_3H -Gruppenhaltigen Styren-Divinylbenzen-Copolymerisat gefüllte Austauschersäulen geleitet, anschließend das NMMNO durch äquimolare Mengen Natriumhydroxidlösung verdrängt und die Austauschersäulen mit äquimolaren Mengen Säure und Wasser regeneriert.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist besonders vorteilhaft geeignet für die Anreicherung und Rückgewinnung von NMMNO aus Waschbädern der Celluloseregeneratfaserstoffherstellung, die in der letzten Waschstufe nur etwa 0,5 Masseanteile in % NMMNO enthalten.

Ausführungsbeispiele

Die Erfindung soll nachstehend an Beispielen erläutert werden.

Beispiel 1

Waschbadlösung aus der letzten Stufe der Celluloseregeneratfaserstoffherstellung mit 0,3–0,5 Masseanteilen in % an NMMNO wird im Kreislauf über eine Austauschersäule geleitet, die mit SO_3H -Gruppenhaltigen Styren-Divinylbenzen-Copolymerisat (z. B. Wofatit KS 11) gefüllt ist. Die Säule ist äquimolar beladen, wenn 1,3 Mol NMMNO pro 1000 ml Austauscherharz gebunden sind. Durch Überleiten von äquimolaren Mengen Natriumhydroxid in Form einer 6 Masseanteile in % NaOH enthaltenden Lösung erhält man eine etwa 18 Masseanteile in % NMMNO enthaltende Lösung.

Die Lösung wird nach bekannten Verfahren gereinigt, aufkonzentriert und im Prozeß wieder eingesetzt.

Beispiel 2

Wässrige Lösungen mit etwa 3 Masseanteilen in % an NMMNO werden analog Beispiel 1 über eine Austauschersäule geleitet. Der Austausch des NMMNO erfolgt mit 3 Masseanteilen in % NaOH enthaltender Lösung. Man erhält eine etwa 9 Masseanteile in % NMMNO-haltige Lösung, die zur weiteren Aufkonzentrierung als Spinnbad bei der Celluloseregeneratfaserstoffherstellung eingesetzt wird.