

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
31. Januar 2008 (31.01.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/012231 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
C07D 207/26 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2007/057347

(22) Internationales Anmeldedatum:
17. Juli 2007 (17.07.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
06117926.3 27. Juli 2006 (27.07.2006) EP

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): **BASF AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE];
67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **WABNITZ, Tobias**
[DE/DE]; Langstr. 32, 68169 Mannheim (DE). **PINKOS,**
Rolf [DE/DE]; Birkental 3a, 67098 Bad Dürkheim (DE).
OTT, Karl [DE/DE]; Wilhelmstr.14, 68723 Plankstadt
(DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: **BASF AKTIENGE-**
SELLSCHAFT; 67056 Ludwigshafen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA,
CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE,
EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID,
IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC,
LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN,
MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH,
PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV,
SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN,
ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu ver-
öffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: USE OF 1,5-DIMETHYLPYRROLIDONE

(54) Bezeichnung: VERWENDUNG VON 1,5-DIMETHYLPYRROLIDON

(57) Abstract: The use of 1,5-dimethylpyrrolidone as a solvent, diluent, extractant, detergent, degreaser, absorbent and/or disper-
sant, especially as a partial or complete replacement for N-methyl-2-pyrrolidone (NMP), chlorinated hydrocarbons and/or ethers.

(57) Zusammenfassung: Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel, Verdünnungsmittel, Extraktionsmittel, Rei-
nigungsmittel, Entfettungsmittel, Absorptionsmittel und/oder Dispergierungsmittel, insbesondere als teilweiser oder vollständiger
Ersatz für N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP), chlorierte Kohlenwasserstoffe und/oder Ether.



WO 2008/012231 A2

Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon

Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft Verwendungen von 1,5-Dimethylpyrrolidon (1,5-Dimethyl-2-pyrrolidinon, DMP, CAS-Nr. 5075-92-3), insbesondere in bestimmten Verfahren.

10 Als ein hoch polares, aprotisches und breit anwendbares organisches Lösungsmittel mit geringer Viskosität, das mit Wasser und anderen organischen Lösungsmitteln homogen mischbar ist, ist N-Methylpyrrolidon (NMP) in der Forschung und in der Technik etabliert.

Beispielhaft seien hier folgende Publikationen betreffend NMP genannt:

15

W.C. Walsh, M. Waldrop and R. Atkins, "A process to Vacuum Vapor Degrease Metal Parts with N-Methyl Pyrrolidone", 1997, CA Abstract Nr. 127:7688.

20

Die Broschüre "Formulating Paint Strippers with N-Methylpyrrolidone", BASF Corporation, Chemical Intermediates, 1990, USA,

sowie die folgenden 17 Publikationen der BASF Corporation, Chemicals Division, USA:

25

W.C. Walsh, "Removal of Rosin and Resin based Solder Flux from electronic assemblies with N-methylpyrrolidone/water mixtures",

W.C. Walsh, "Degreasing and Solvent Regeneration in Metal Parts, Cleaning using N-Methylpyrrolidone", z.B.: <http://es.epa.gov/p2pubs/oaic/301.html>.

30

W.C. Walsh, "Surface Tension Modification of NMP-based Paint Strippers",

W.C. Walsh, "N-Methyl Pyrrolidone (NMP Technical Tips), Removal of Paints and Coatings from NMP Soluble Plastics",

35

Walsh, W.C. (1991), "Surface Tension Modification of NMP-based Paint Strippers". In: Reducing Risk in Paint Stripping, Washington D.C., 12-13 February 1991, pp. 177-184. Economics and Technology Division; Office of Toxic Substances; United States Environmental Protection Agency, Washington D.C., 1991,

40

W.C. Walsh, "N-Methyl Pyrrolidone (NMP Technical Tips), Maintenance Cleaning of Aircraft Ball Bearing Assemblies",

- W.C. Walsh, "N-Methyl Pyrrolidone (NMP Technical Tips); Cleaning of a Chlorinated Paraffin/Metal Stearate Based Drawing Compound Off of 1000 Ft. Long Coils of 0.25 Inch, 316 Stainless Steel Tubing",
- 5 W.C. Walsh, "N-Methyl Pyrrolidone (NMP Technical Tips), Chemical Warfare Resistant Coatings (CARC), Removal From Metal Surfaces",
- W.C. Walsh, W. Monahan and M. Waldrop, "Reflux Cleaning of Large Reactors with N-Methyl Pyrrolidone (NMP)",
- 10 W.C. Walsh, "Replacement of MEK with N-Methyl Pyrrolidone (NMP) in Coatings Plant Resin Clean Up Operations",
- W.C. Walsh, "N-Methyl Pyrrolidone (NMP) Technical Tips, Removal of POLYURE-
- 15 THANE/POLYUREA RESIDUE from the Interior Surfaces of a Batch Reactor Vessel",
- W.C. Walsh, "N-Methyl Pyrrolidone – Cleaning Applications in the Urethane Manufacturing and Processing Industries",
- 20 M.W. Waldrop and W.C. Walsh, "Modification of a Vapor Degreasing Machine for Immersion Cleaning using N-Methyl Pyrrolidone",
- W.C. Walsh, "Removal of N-Methyl Pyrrolidone From Metal Parts Using A Centrifugal Dryer",
- 25 W.C. Walsh, M. Waldrop and R. Atkins, "A Process to Vacuum Vapor Degrease Metal Parts with N-Methyl Pyrrolidone", <http://es.epa.gov/techpubs/3/15413.html>,
- W.C. Walsh, R.T. Chwalik, K.E. Hinzman and M. Waldrop, "Removal of N-Methyl Pyr-
- 30 rolidone (NMP) from Industrial Plant Exhaust Air with a Packed Column Scrubber", und
- W.C. Walsh, "N-Methyl Pyrrolidone (NMP Technical Tips), Reclaiming or Recycling of NMP", und weiterhin
- 35 "Electrical Insulation – From Wire enamel to Enamelled Wire", 1 Beck Information, July 1992, (Beck Electrical Insulation Systems, Hamburg).
- WO-A-05/090447, DE-A-102004015095, WO-A-05/092953 und DE-A-102004015092 (alle von BASF AG) betreffen die Verwendung von N-Ethylpyrrolidon, N-
- 40 Methylvalerolactam, N-Methylcaprolactam bzw. 3-Ethoxypropionicsäureethylester.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen Ersatz für NMP und auch chlorierte Kohlenwasserstoffe und/oder Ether zu finden, der zumindest annähernd, bevorzugt gleich gute, insbesondere auch verbesserte Eigenschaften in den Anwendungen aufweist, in denen diese Stoffe, insbesondere NMP, zum Einsatz kommen.

Dieser Ersatz für NMP sollte auch ähnliche physikalische Eigenschaften, z.B. betreffend Viskosität, Farblosigkeit, Polarität, Inertheit, Bioabbaubarkeit, homogene Mischbarkeit mit anderen organischen Lösungsmitteln und Wasser, aufweisen. Der Ersatz sollte insbesondere noch günstigere toxikologische Eigenschaften aufweisen, d.h. noch geringer toxisch sein, als NMP.

Erfindungsgemäß wurde erkannt, dass 1,5-Dimethylpyrrolidon ein solcher Ersatz für NMP und auch chlorierte Kohlenwasserstoffe und/oder Ether ist.

Gegenstand der Erfindung ist demgemäß die Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel, Verdünnungsmittel, Extraktionsmittel, Reinigungsmittel, Entfettungsmittel, Absorptionsmittel und/oder Dispergierungsmittel.

1,5-Dimethylpyrrolidon ist ein langsam verdampfendes, hoch polares, aprotisches und breit anwendbares organisches Lösungsmittel (Siedepunkt: 210 °C / 1013 mbar) mit günstigen ökologischen Daten (vergl. Sicherheitsdatenblatt zu 1,5-Dimethylpyrrolidon von Sigma Aldrich Chemie GmbH, Deutschland, Produkt-Nr. D184101).

Es handelt sich um eine farblose, niederviskose Flüssigkeit mit schwachem Amingeruch. 1,5-Dimethylpyrrolidon ist mit Wasser und den meisten organischen Lösungsmitteln vollständig mischbar.

Des weiteren weist 1,5-Dimethylpyrrolidon günstige toxikologische Daten auf. (vergl. Sicherheitsdatenblatt zu 1,5-Dimethylpyrrolidon von Sigma Aldrich Chemie GmbH, Deutschland, Produkt-Nr. D184101).

Im Vergleich mit herkömmlichen Lösungsmitteln zeichnet sich 1,5-Dimethylpyrrolidon durch einige hervorstechende Merkmale aus:

Es ist rezyklierbar und nicht korrosiv, hat einen hohen Flammpunkt von 89°C, eine hohe Zündtemperatur und eine geringe Oberflächenspannung, löst anorganische Stoffe wie anorganische Salze, trennt aromatische von aliphatischen Verbindungen und ist sehr gut biologisch abbaubar.

Beispiele für solche anorganischen Stoffe sind: Schwefel, Zinkchlorid, Natriumnitrit, Natriumbromid, Quecksilberchlorid, einige Eisen-, Kupfer- und Bleisalze.

Alle oben aufgeführten Merkmale machen 1,5-Dimethylpyrrolidon zu einer guten oder der besten Wahl für eine breite Palette verschiedener Anwendungen (siehe unten).

- 5 1,5-Dimethylpyrrolidon ist ein z.B. auf Lävulinsäure basierendes Lactam und eine sehr schwache Base. 1,5-Dimethylpyrrolidon ist ein chemisch stabiles und leistungsfähiges polares Lösungsmittel. Diese Eigenschaften sind bei verschiedenen chemischen Umsetzungen, bei denen ein inertes Medium von Bedeutung ist, sehr wertvoll:

Reaktionsmedium für die organische Synthese

- 10 Im Vergleich zu anderen Lösungsmitteln trägt 1,5-Dimethylpyrrolidon bei Verwendung als Lösungsmittel bei chemischen Umsetzungen oft wünschenswerte katalytische Effekte bei und ergibt bessere Umsätze. Diese vorteilhafte Eigenschaft ist von großer Bedeutung.

- 15 Alkylierung von Acetyliden

Die Herstellung von Acetyliden unter milden Bedingungen gelingt in 1,5-Dimethylpyrrolidon, wohingegen für diese Produkte im allgemeinen eine Alkylierung von Acetylenen in verflüssigtem Ammoniak erforderlich ist [vergl. beispielsweise: GE 944 311 (BASF, 1956)].

20

Reppe-Chemie

- Von Vorteil ist 1,5-Dimethylpyrrolidon auch als Reaktionsmedium, das einen besseren Verarbeitungsverlauf für die Ethinylierung und Vinylierung unter Reppe-Bedingungen bietet [vergl. beispielsweise: W. Chodkiewicz, Ann. de Chim. (Paris), 2 (13), 819
25 (1957); GE 940 981 (BASF), 1956)].

Synthese von Nitrilen

- Durch die Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel bei der Rosenmund-von-Braun-Nitrilsynthese wird die Ausbeute verbessert und die
30 Reaktionszeit verkürzt; ferner werden alle Reaktanten gelöst, so dass sich eine homogene flüssige Phase ergibt [vergl. beispielsweise: M.S. Newman and D.K. Philipps, J. Am. Chem. Soc. 81, 3667 (1959)].

Reaktionen von Synthesegas in 1,5-Dimethylpyrrolidon

- 35 Carbonsäuren, Carbonsäureanhydride und Carbonsäureester können durch Umsetzung von Alkoholen mit Synthesegas ($\text{CO} + \text{H}_2$) unter Verwendung von Nickel- oder Cobaltkomplexen in 1,5-Dimethylpyrrolidon hergestellt werden.
Ein anderes Verfahren ist die Herstellung von Ethylenglykol aus Synthesegas. Durch Zusammengeben einer Rhodiumcarbonyl-Spezies und 1,5-Dimethylpyrrolidon ergibt sich
40 eine Lösung mit hervorragender Aktivität und Selektivität für die Ethylenglykolbildung [vergl. beispielsweise: E. Watanabe et al., J. Chem. Soc., Chem. Commun. (3), 227 (1986)].

1,5-Dimethylpyrrolidon kann trotz seiner Stabilität bei bestimmten Umsetzungen auch eine aktive Rolle spielen, nämlich bei der Hydrolyse, Oxidation, Kondensation, Umsetzung mit Chlorierungsmitteln, Polymerisation und O-Alkylierung sowie bei
5 verwandten Umsetzungen.

Erfindungsgemäße Verwendung findet 1,5-Dimethylpyrrolidon bevorzugt auch in den folgenden bekannten Verfahren, in denen es NMP ersetzt (siehe z.B. die BASF-AG-Broschüre 'BASF Intermediates', „N-Methylpyrrolidone (NMP)“, Nr. CZ 3307 e-0291-
10 2.0 (ca. 1994) und die dort zitierte Literatur, worauf hiermit ausdrücklich Bezug genommen wird):

A) Gewinnung von reinen Kohlenwasserstoffen bei der petrochemischen Verarbeitung

15 Eine Anwendung für 1,5-Dimethylpyrrolidon besteht in der Gewinnung von Kohlenwasserstoffen durch Extraktivdestillation. Hierbei nutzt man die hohe Löslichkeit von Kohlenwasserstoffen in 1,5-Dimethylpyrrolidon und den Umstand, daß Flüchtigkeitsunterschiede in Gegenwart von 1,5-Dimethylpyrrolidon zuweilen erheblich vergrößert werden. Im Vergleich zu anderen kommerziellen Lösungsmitteln und
20 Extraktionsmedien bietet 1,5-Dimethylpyrrolidon die folgenden Vorteile: es werden keine Azeotrope mit Kohlenwasserstoffen gebildet; 1,5-Dimethylpyrrolidon ist sehr hitze- und chemikalienbeständig; und 1,5-Dimethylpyrrolidon hat ein günstiges toxikologisches und ökologisches Profil.

25 1,5-Dimethylpyrrolidon ist in allen Anteilen mit Wasser mischbar. Dies ermöglicht die Einstellung des Verfahrens auf die gewünschten Bedingungen und das Ausstreifen der gelösten Kohlenwasserstoffe aus dem Lösungsmittel. 1,5-Dimethylpyrrolidon hat einen mit niedrigem Dampfdruck einhergehenden hohen Siedepunkt, wodurch Verluste bei Trennverfahren in technischem Maßstab auf ein Minimum beschränkt
30 werden können. Die Viskosität ist bei den üblichen Einsatztemperaturen gering, was den Stofftransport begünstigt.

Acetylen

35 1,5-Dimethylpyrrolidon kann mit Erfolg zur Abtrennung und Reinigung von Acetylen aus Crackgasgemischen, die bei der partiellen Verbrennung gesättigter Kohlenwasserstoffe anfallen, verwendet werden [vergl. beispielsweise: H. Höfermann et al., Chem. Industrie 21, 860 (1969) ; H. Friz, Chem.-Ing.-Techn. 40 (20), 999 (1968)]. 8 bis 10 % des bei dieser Pyrolysereaktion erhaltenen Gasvolumens
40 bestehen aus Acetylen, etwa 4 % aus Kohlendioxid, Wasserstoff und Kohlenmonoxid. Bei Umgebungsbedingungen löst 1,5-Dimethylpyrrolidon ein Vielfaches seines Eigenvolumens an Acetylen. Acetylen kann leicht von der leichten

Schlüsselkomponente Kohlendioxid sowie von höheren Acetylenen abgetrennt werden. Ein besonderer Vorteil dieses Verfahrens besteht darin, daß kein Risiko einer spontanen Zersetzung des Acetylens besteht.

- 5 Erdgas, Naphtha oder Flüssiggas (LPG) werden im BASF-Tauchflammenverfahren in ein acetylenisches Gas umgewandelt [Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5. Aufl., VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, Band A1, 107 (1985)], wobei mit Wasser abgeschreckt wird und Koksablagerungen entfernt werden oder mit Öl abgeschreckt wird, Koksablagerungen entfernt werden und Wärme zurückgewonnen wird. Die Reinigung des anfallenden Crackgases besteht aus zwei
- 10 Strippsschritten, bei denen 1,5-Dimethylpyrrolidon als selektives Lösungsmittel verwendet werden kann.

1,3-Butadien

- 15 Bei der Herstellung von Ethylen nach dem Dampfspaltungsverfahren und ähnlichen großtechnischen Pyrolysereaktionen fällt als Nebenprodukt in großen Mengen eine C₄-Fraktion an. Der Butadiengehalt dieser Fraktionen beträgt üblicherweise etwa 40 bis 50 g / 100 g.
- 20 1,5-Dimethylpyrrolidon ist aufgrund seiner hervorragenden Selektivität für die Trennung von Butadien von Buten oder von C₄-Acetylenen hocheffektiv. Beim BASF-Butadien-Verfahren [U. Wagner and H.M. Weitz, Ind. Eng. Chem. 62, 43 (1970); B. Hausdörfer, U. Wagner und H.M. Weitz, Chem.-Ing.-Techn. 40 (23), 1147 (1968); K. Volkamer et al., Erdöl, Kohle, Erdgas, Petrochem. 34 (8), 343 (1981)] kann man 1,5-Dimethylpyrrolidon, das beispielsweise 5 bis 10 g Wasser/100 g enthält, bei einer zweistufigen
- 25 Gegenstromgaswäsche verwenden. Dabei erhält man Butadien von SBR-Qualität (SBR = Styrol-Butadien-Kautschuk) oder Poly-cis-Qualität. Die Konzentration von 1,5-Dimethylpyrrolidon in dem erhaltenen reinen Butadien beträgt höchstens 10 mg/kg (ppm). Nach der gleichen Verfahrensweise kann man auch C₄-Olefine und C₄-Paraffine trennen.
- 30 Beim BASF-Extraktivdestillationsverfahren [Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5. Aufl., VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, Band A4, 437 (1985); B. Linnhoff und W. Lenz, Chem.-Ing.-Techn. 59 (11), 851 (1987); CA Abstract Nr. 140:78725, 2004; CA Abstract Nr. 138:402099, 2003] erhält man aus C₄-Kohlenwasserstoffeinsätzen ein Butadien in hoher Reinheit (99,5 bis 99,9 g/100 g)
- 35 und hohen Ausbeuten (98 %). Als essentiellen Verfahrensschritt kann man 1,5-Dimethylpyrrolidon, das beispielsweise ungefähr 8 g Wasser / 100 g enthält, als selektives Lösungsmittel beispielsweise bei einer zweistufigen Extraktivdestillation verwenden.

- 40 Isopren

- Das BASF-Verfahren zur Gewinnung von Isopren (2-Methyl-1,3-butadien) ist eine Weiterentwicklung des oben beschriebenen Butadien-Verfahrens. Die Trennung kann entweder durch Extraktivdestillation oder durch Flüssig-Flüssig-Extraktion erfolgen. In der Regel enthalten C₅-Schnitte aus Pyrolysereaktionen 15 bis 20 g Isopren /100 g.
- 5 Die Reinheit des Endprodukts ist hoch, z.B. 99 % [H. Kröper und H. M. Weitz, Oil Gas J. 65 (2), 98 (1967)].

Aromaten

- 10 Nach dem LURGI-Arosolvan-Verfahren kann man aus Kohlenwasserstoffgemischen, wie Reformat- oder hydrierten Pyrolysebenzinen, Aromaten extrahieren [K. Eisenlohr, Erdöl und Kohle 16, 523 (1963); E. Müller und G. Höhfeld, Erdöl und Kohle 24, 573 (1971); E. Müller, Chemiker Zeitung 95, 996 (1971); E. Müller, Chem. and Industry 11, 518-22 (1973); E. Müller, VT Verfahrenstechnik 8 (3), 88 (1974)]. Man erhält eine hohe
- 15 Ausbeute an Benzol, Toluol, Xylol und anderen Aromaten mit Siedepunkten unter 180°C. Durch Zusatz von ausgesuchten Additiven zum 1,5-Dimethylpyrrolidon wird eine Lösungsmittelmischung mit optimaler Selektivität und hohem Lösungsvermögen gewährleistet. Der letztgenannte Begriff ist definiert als das Verhältnis der Aromatenkonzentration in der Lösungsmittelphase zur Aromatenkonzentration in der
- 20 Kohlenwasserstoffphase.
- 1,5-Dimethylpyrrolidon bietet gegenüber anderen Lösungsmitteln u.a. den Vorteil, daß die Bedingungen für die destillative Abtrennung der extrahierten Aromaten aufgrund der günstigen Lage seines Siedepunkts optimal sind. Vorteilhaft ist außerdem, daß die Phasen unter Ausnutzung des Dichteunterschieds recht schnell
- 25 getrennt werden können und daß 1,5-Dimethylpyrrolidon bei den in dem Verfahren angewandten Temperaturen chemisch und thermisch stabil ist.
- Beim Distapex-Verfahren der LURGI GmbH erfolgt die Extraktion von reinem Benzol aus dem Rohprodukt durch Extraktivdestillation mit NMP als Selektiv-Lösungsmittel, welches durch 1,5-Dimethylpyrrolidon ersetzt werden kann. Gleiches gilt für Toluol
- 30 bzw. Xylol aus den entsprechenden Destillationsphasen. Dieses Verfahren ist besonders vorteilhaft, wenn die Rohprodukte bereits als separate B-, T- oder X-Schnitte verfügbar sind und die Konzentration der aromatischen Verbindungen über 70 % liegt [I.B. Lane et al., Chem. Process Engng. 48 (1), 49 (1967); E. Müller, VT Verfahrenstechnik 14, 551 (1980)]. Mit einer Mischung aus 1,5-Dimethylpyrrolidon
- 35 und Wasser kann man auch Gemische von monocyclischen und polycyclischen alkylsubstituierten oder unsubstituierten Aromaten trennen [vergl.: Ohio Oil, US 2 943 122 (1960)]. Des weiteren gelingt die Abtrennung von aromatischen Kohlenwasserstoffen aus Naphtha und Kerosin mit einem Siedebereich von 30 bis 300°C durch selektive Extraktion mit 1,5-Dimethylpyrrolidon und Reextraktion mit
- 40 einem Cosolvens [vergl.: Metallgesellschaft, EP-A-87 832 (1983)].

B) Entschwefelung von Gasen und Abtrennung von sauren Verbindungen in Gasen

In natürlichen oder synthetischen Gasen liegen häufig hohe Konzentrationen an sauren Verbindungen vor. Beispiele hierfür sind Schwefelwasserstoff, Kohlenstoffoxidsulfid, Kohlendioxid und organische Schwefelverbindungen. Ihre Abtrennung kann abgesehen
5 von der Anwendung eines chemischen Verfahrens auch bevorzugt durch physikalisches Waschen in mehreren Stufen mit einem Gemisch aus 1,5-Dimethylpyrrolidon, Alkohol und Wasser erfolgen [vergl.: Metallgesellschaft, GB 938 392 (1963) und DE 2 250 169 (1974); EP-A-13177; CA Abstract Nr. 82:60774, 1984; CA Abstract Nr. 76:61312, 1984].

10 Der Unterschied zwischen dem Bunsenschen Löslichkeitskoeffizienten für Schwefelwasserstoff und demjenigen für Kohlendioxid ist so groß, daß diese Gase leicht getrennt und in reiner Form gewonnen werden können [vergl.: G. Hochgesand, Ind. Eng. Chem. 62 (7), 32 (1970)].

15 C) Schmieröle

Bei Hochleistungsschmierölen handelt es sich um eine Mischung von Erdölfraktionen, aus denen qualitätsmindernde Aromaten und Stickstoff-, Sauerstoff- oder
20 Schwefelverbindungen durch Lösungsmittelraffination extrahiert worden sind. Danach werden die Komponenten mit den besten Schmiereigenschaften – die Isoparaffine – von den n-Paraffinen getrennt.

Die Aromaten und anderen Verunreinigungen lösen sich in verschiedenem Maße in
25 organischen Hochsiedern. Diese Unterschiede nutzt man bei ihrer Abtrennung von den Paraffinen bei der technischen Lösungsmittelraffination. Ein vorteilhaftes Lösungsmittel für diesen Zweck ist 1,5-Dimethylpyrrolidon [vergl.: J. D. Bushnell und R. T. Fiocco, Hydrocarbon Proc. 59 (5), 119 (1980); A. Sequeira, P.B. Sherman, T.U. Donciere und E.O. McBride, Hydrocarbon Proc. 58 (9), 155 (1979)].

30 Beim Raffiniervorgang wird der Einsatzstoff dem Sumpf der Extraktionskolonne zugeführt und im Gegenstrom zu dem entgasten 1,5-Dimethylpyrrolidon strömen gelassen. Die Kolonne ist somit als mehrstufige Extraktionszone ausgeführt. Infolge der sich in allen Stufen einstellenden Gleichgewichte wird am Kopf ein raffiniertes Produkt abgezogen, welches die Paraffine enthält. Das Extrakt, das die löslicheren
35 Komponenten, d.h. die Aromaten und die anderen Verunreinigungen, enthält, wird aus dem Sumpf der Kolonne abgezogen. Zur Rückgewinnung des 1,5-Dimethylpyrrolidon müssen danach beide Ströme, das raffinierte Produkt und das Extrakt, bei erhöhter Temperatur oder vermindertem Druck destilliert werden. Schließlich erhält man drei getrennte Teile: die praktisch 1,5-Dimethylpyrrolidon-
40 freien Paraffine, die extrahierten Verunreinigungen und 1,5-Dimethylpyrrolidon, das wiederum zum Kopf des Extraktors zurückgeführt werden kann.

1,5-Dimethylpyrrolidon eignet sich viel besser als Furfural und Phenol für das Schmieröl-Extraktionsverfahren [vergl.: A. Sequeira et al., Hydrocarbon Proc. 58 (9), 155 (1979)].

- 5 Als Vorteile von 1,5-Dimethylpyrrolidon gegenüber anderen Lösungsmitteln seien beispielsweise genannt: 1,5-Dimethylpyrrolidon ist thermisch und chemisch stabil, hat günstige toxikologische und ökologische Eigenschaften und eine hervorragende Selektivität und ist ein sehr gutes Lösungsmittel im Hinblick auf die Raffinatausbeuten.

10

D) Plaste

- 1,5-Dimethylpyrrolidon kann als Lösungsmittel für natürliche und synthetische Plaste, Wachse, Harze, und verschiedene Arten von Anstrichmitteln verwendet werden. Es
- 15 löst Polymere, wie Cellulosederivate, Polymethylmethacrylat, Polyamide, Polyimide, Polyester, Polystyrol, Polyacrylnitril, Polyvinylchlorid, Polyvinylpyrrolidon, Polyvinylacetat, Polyurethane, Polycarbonate, Polyethersulfone, Polysulfone, Polyether und zahlreiche Copolymere.

- 20 1,5-Dimethylpyrrolidon ist mit den entsprechenden Monomeren und mit herkömmlichen organischen Lösungsmitteln und Wasser mischbar. Daher kann man die bestmögliche Lösungsmittelmischung für eine gegebene Anwendung ermitteln.

- Die folgenden Beispiele illustrieren die Vorteile von 1,5-Dimethylpyrrolidon unter
- 25 Aufzeigung von Möglichkeiten zur Lösung von Problemen, die in der Kunststoffindustrie auftreten können.

Formkörper

- 30 Die Herstellung von Fasern, Folien, Bändern usw. aus linearen Hochpolymeren stellt häufig technologische Probleme. Die Schwierigkeit besteht darin, daß es an Lösungsmitteln oder Weichmachern mangelt, die nicht korrosiv, physiologisch verträglich und bei der Verarbeitungstemperatur nicht entflammbar sind. In Fällen dieser Art ist 1,5-Dimethylpyrrolidon sehr nützlich, da damit aus Polyamiden,
- 35 Polyacrylnitril, Polyvinylchlorid, Polystyrol und Cellulosetriacetat hochkonzentrierte Lösungen oder formbare Massen hergestellt werden können. Gleiches gilt bei erhöhter Temperatur für Vinylfluorid-Homopolymere und -Copolymere. Dank seiner Quell- und Solubilisierungswirkung kann 1,5-Dimethylpyrrolidon auch zum Kaltschweißen von Kunststoffen verwendet werden.

40

Synthesefasern

- Aromatische Polyamide sind hervorragende Komponenten für die Herstellung von Folien, Fasern und Garnen, die die für technische Anwendungen benötigte extrem hohe Festigkeit bieten. Das in der Industrie als Ausgangsmaterial bevorzugte Poly(p-phenylenterephthalamid) ist durch Umsetzung von p-Phenylendiamin und
- 5 Terephthalsäuredichlorid in konzentrierten 1,5-Dimethylpyrrolidon-Lösungsmittelsystemen zugänglich. Aramid-Hochleistungsfasern und -garne können aus Spinnlösungen von Poly(p-phenylenterephthalamid) oder anderen Polymerzusammensetzungen auf Polyamid-Basis nach herkömmlichen Nass- und Trockenspinnverfahren hergestellt werden.
- 10 Lithiumchlorid enthaltendes 1,5-Dimethylpyrrolidon ist ein Lösungsmittel für die Herstellung von Polymeren aus aromatischen Diaminen und aromatischen Säurechloriden, wie Isophthalsäurechlorid, die Fasern und Überzüge bilden können und hochtemperaturbeständig sind.
- 15 Polyacrylnitril, das in den meisten organischen Lösungsmitteln unlöslich ist, kann in 1,5-Dimethylpyrrolidon mit kleinen Mengen niederaliphatischer Ketone gelöst werden. Diese Lösungen können bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen zu einheitlichen Fasern versponnen werden.
- Faserförmige Poly(arylenethersulfon)-Poly(arylenterephthalat)-Blockcopolymere
- 20 können unter Verwendung einer Lösung von Kaliumcarbonat und 1,5-Dimethylpyrrolidon nach Grenzflächenverfahren hergestellt werden. Fasern aus Poly(arylacetylen) können in organischen Lösungsmitteln wie 1,5-Dimethylpyrrolidon naß versponnen werden.
- Harnstoff kann in 1,5-Dimethylpyrrolidon bei Temperaturen oberhalb von 150°C mit
- 25 Diaminen kondensiert werden. Die so erhaltenen linearen, unvernetzten Polyharnstoffe haben ein hohes Molekulargewicht und gute mechanische Eigenschaften und können zu Fasern verarbeitet werden. 1,5-Dimethylpyrrolidon löst bei erhöhten Temperaturen sowohl die Polymere als auch die Monomere, aber die Polymere fallen beim Abkühlen der Lösung auf Raumtemperatur aus. Daher ist 1,5-
- 30 Dimethylpyrrolidon einem phenolischen Lösungsmittel überlegen, da es das Verfahren vereinfacht und die Qualität verbessert.
- Bei der Synthese von hochschmelzenden Polyharnstoffen aus aromatischen Diaminen und aromatischen Diisocyanaten eignet sich 1,5-Dimethylpyrrolidon als nicht korrosives, inertes Lösungsmittel für die Kondensationsreaktion und das
- 35 anschließende Verspinnen.
- Mischungen von Polyacrylnitril mit formyliertem Polyvinylalkohol in Lösung in 1,5-Dimethylpyrrolidon und von Polyacrylnitril mit Poly(alkyl-alpha-acylaminoacrylaten) sind stabil; sie trennen sich nicht und können zu homogenen, nicht segmentierenden Fasern mit hohem Erweichungspunkt und guter Farbstoffaffinität versponnen werden.
- 40 1,5-Dimethylpyrrolidon und Mischungen davon mit Tetrahydrofuran oder Phenol eignen sich zur Herstellung von Spinnlösungen von Vinylchlorid-Polymeren, Vinylidenchlorid-Polymeren und synthetischen linear kondensierten Polyestern, die

sich von Polyethylenterephthalaten ableiten. Die erhaltenen Lösungen sind stabil, gelieren nicht und haben eine geringe Viskosität bei hohem Feststoffgehalt. Sie ermöglichen die Herstellung von Fasern und Folien mit überlegenen physikalischen Eigenschaften für die Herstellung von Textilien nach Nass- oder Trockenverfahren.

5

Membranen

1,5-Dimethylpyrrolidon kann zur Herstellung von semipermeablen Membranen verwendet werden. Diese Membranen werden bei Trennverfahren wie Ultrafiltration und Umkehrosmose eingesetzt.

10

Polyethersulfonmembranen können aus Mehrkomponentenmischungen aus 1,5-Dimethylpyrrolidon, Wasser und den jeweiligen Polymeren hergestellt werden [vergl.: G. Tkacik and L. Zeman, J. Membr. Sci. 31 (2-3), 273 (1987)].

15

Die Eigenschaften von Polysulfonmembranen werden durch Lösungen in 1,5-Dimethylpyrrolidon und Dimethylsulfoxid und Calciumchlorid als Porenbildner beeinflusst.

Bei der Herstellung von verstärkten Polysulfonmembranen können Mischungen aus 1,5-Dimethylpyrrolidon und Polyethylenglykolen als Quellmittel verwendet werden [vergl.: X. Lu, C. Gao und X. Sun, Chem. Abstr. 104 (24) 208436v (1985)].

20

Synthese von Polymeren

1,5-Dimethylpyrrolidon ermöglicht die Synthese von neuen Polymeren und/oder die Synthese von Polymeren unter Verbesserung ihrer Qualität.

25

Bei der Herstellung von Polyurethanschaumstoffen katalysiert 1,5-Dimethylpyrrolidon die Verschäumungsreaktion zu hoch hydrophilen, weichen Artikeln. In verschäumten Polyetherurethanen wirkt 1,5-Dimethylpyrrolidon als Regler zur Gewährleistung offenzelliger Strukturen. Die Eigenschaften von Polyesterurethankautschuklösungen in Gegenwart von 1,5-Dimethylpyrrolidon sind vorteilhaft.

30

Lineare synthetische Polyamide sind in 1,5-Dimethylpyrrolidon bei 150 bis 200°C leicht löslich und bei Raumtemperatur schlecht löslich; Gleiches gilt für

Polycaprolactam und Copolymere von Caprolactam mit beispielsweise N-Vinylcaprolactam. Diese Eigenschaft ermöglicht die Abtrennung von Verunreinigungen, wie nicht umgesetzten Monomeren und gefärbten Substanzen durch Umkristallisieren.

35

Polykondensationsreaktionen unter Beteiligung von Aminocarbonsäuren und ihren Lactamen oder Salzen von Polycarbonsäuren und Polyamiden können in Phenol durchgeführt werden. Bei Ersatz dieses Lösungsmittels durch 1,5-Dimethylpyrrolidon

40

erhält man Fasern oder Formkörper mit überlegener Qualität und Vereinfachungen des Produktionsverfahrens.

Bei der Herstellung von linearen, hochviskosen Polyamiden aus β -Lactamen sind
5 Lösungsmittel wie 1,5-Dimethylpyrrolidon sehr gut geeignet. 1,5-Dimethylpyrrolidon löst das Monomer und den Aktivator und quillt das ausfallende Polymer auf.

Werden Acrylate oder Methacrylate in Gegenwart von dipolaren, aprotischen
Cokatalysatoren, wie 1,5-Dimethylpyrrolidon, anionisch polymerisiert, so steigt der
10 Anteil an syndiotaktischem Polymer, so dass die erhaltenen Produkte eine regelmäßigere Struktur aufweisen. Aufgrund der erhaltenen Verbesserungen der Wärmeformbeständigkeit, der Lösungsmittelbeständigkeit und der mechanischen Eigenschaften eignen sich diese Produkte als Formmassen und Bindemittel für Oberflächenbeschichtungen.

15 Die Handhabung des als Härter für Epoxyetherharze gut bekannten m-Phenylendiamins bei Raumtemperatur ist viel einfacher und weniger gefährlich, wenn es in 1,5-Dimethylpyrrolidon gelöst wird. Diese Lösung verlängert die Topfzeit des Harzes und beeinträchtigt das Härungsverhalten nicht. Eine bei niedrigen
20 Temperaturen fest gewordene Schmelze wird beim Auftauen wieder zu einer homogenen Flüssigkeit.

Die Photohärtung von Acrylepoxidharzen kann mit N-Vinylpyrrolidon als reaktivem
Verdünnungsmittel und 1,5-Dimethylpyrrolidon als unreaktivem Verdünnungsmittel
25 durchgeführt werden.

Amorphe Polyacrylether, die sehr temperaturbeständig sind, können
vorteilhafterweise unter Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon hergestellt werden.
Durch die Verwendung von schwachen Basen werden Nebenreaktionen vermieden
30 [vergl.: D. K. Mohanty et al., Polymer Preprints 25 (2), 19 (1984)].

1,5-Dimethylpyrrolidon kann als Reaktionsmedium bei der Synthese von
hochleistungsfähigem Poly(phenylensulfid) für die Polymerisation von p-
Dichlorbenzol und Natriumsulfid verwendet werden.

35 Die Ringöffnungspolymerisation von Poly(aminobenzoyllactamen) kann im Lösungsmittelsystem 1,5-Dimethylpyrrolidon und Lithiumchlorid erfolgen.

E) Oberflächenbeschichtungen

40 1,5-Dimethylpyrrolidon ist ein nicht korrosiver Hochsieder mit hervorragendem Lösungsvermögen und hervorragender Chemikalienbeständigkeit. Daher verbessert

- 1,5-Dimethylpyrrolidon die Eigenschaften vieler Oberflächenbeschichtungssysteme. Günstig sind diese Effekte insbesondere für Einbrennbeschichtungen, die bei relativ hohen Temperaturen gehärtet werden. 1,5-Dimethylpyrrolidon ermöglicht die Herstellung von hochgefüllten Anstrichmitteln und Lacken. Da es die rheologischen Eigenschaften verbessert, erhält man Anstrichmittel mit überlegenem Verlauf und überlegener Deckkraft. Die Beschichtungen sind daher homogener und nicht porös und zeigen keine Kraterbildung und eine größere Chemikalienbeständigkeit sowie eine höhere mechanische Festigkeit.
- 1,5-Dimethylpyrrolidon ist ein hervorragendes Lösungsmittel für die meisten Ausgangsmaterialien für Beschichtungen, wie Acrylate, Epoxidharze, Polyurethane, Polyvinylchloridsysteme, auf Polyamidimid basierende Drahtlacke, Wasserbasislacke und Druckfarben, z.B. für Tintenstrahldrucker, wie wasserfeste Tintenstrahldruckertinten, die gegebenenfalls ein UV-härtbares Harz enthalten.
- 1,5-Dimethylpyrrolidon ist ein nützliches Lösungsmittel für Butadien-Acrylnitril-Copolymere (z.B. Perbunan N), die zur Auskleidung von Tanks verwendet werden. Die Kautschuklösungen fließen und verlaufen besser als die mit Ketonen erhaltenen Lösungen.
- Durch Lösen von Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymeren in einer Mischung aus 1,5-Dimethylpyrrolidon und einkernigen aromatischen Kohlenwasserstoffen erhält man eine Lösung, die zum Foliengießen verwendet werden kann. Infolge des synergistischen Effekts zwischen den beiden Lösungsmitteln haben die Lösungen eine geringe Viskosität und können leicht aufgetragen werden.
- Polyisocyanate mit Imidgruppen können in Lösungsmittelsystemen mit 1,5-Dimethylpyrrolidon gelöst werden. Diese Lösungen können zur Gummierung von Verbunden und Metalloberflächen verwendet werden.
- Drahtlacke
- Ein wichtiges Merkmal von 1,5-Dimethylpyrrolidon bei der Herstellung von hitzehärtbaren Anstrichmitteln für die elektrische Isolierung ist sein hervorragendes Lösungsvermögen für Polycarbonsäuren und deren Anhydride, wie Trimellitsäure- und Pyromellitsäureanhydrid, und Polymere mit Amid- und Carboxylgruppen mit hohem Aromatengehalt.
- So werden bei der Kondensationsreaktion zwischen 1,5-Dimethylpyrrolidon-Lösungen von Anhydriden mehrbasiger Carbonsäuren und monomeren mehrwertigen Isocyanaten Amidgruppen enthaltende Polyisocyanate gebildet. Die erhaltenen Einbrennlacke ergeben Überzüge mit hervorragenden mechanischen und dielektrischen Eigenschaften auf Kupferleitern. Vom technischen Standpunkt bietet

1,5-Dimethylpyrrolidon den Vorteil, daß es eine Doppelfunktion ausübt: Es dient als Reaktionsmedium beim Herstellungsverfahren und verbleibt im fertigen Überzug als Viskositätsmodifikator.

- 5 1,5-Dimethylpyrrolidon eignet sich als Lösungsmittel für die harzartigen Copolyester bei der Umsetzung zwischen einem Diimid (wie dem aus Trimellitsäureanhydrid und 4,4'-Diaminodiphenylmethan erhaltenen) und mehrwertigen Alkoholen (wie Trishydroxyethylisocyanurat (THEIC) oder Ethylenglykol). Die so gebildeten Lösungen können zu sehr hitzebeständigen Drahtlacken gebrannt werden. 1,5-Dimethylpyrrolidon ist auch ein Lösungsmittel für Polyamid/Polyimid-Einbrennlacke,
10 die sich aus der Kondensation einer Tricarbonsäure mit aromatischen und aliphatischen Diaminen ableiten.

- Lösungsmittelmischungen aus 1,5-Dimethylpyrrolidon und Dicarbonsäureestern eignen sich zur Verwendung bei der Herstellung von Drahtlacken auf Basis von
15 Polyvinylformal.

F) Entlacken und Reinigen

- 20 Aufgrund seines hohen Lösungsvermögens für Plaste, Harze, Öl und Fett kann 1,5-Dimethylpyrrolidon mit Erfolg als Bestandteil in Lackentfernern, Reinigungsmitteln und Entfettungsmitteln eingesetzt werden. Seine Mischbarkeit mit Wasser und den meisten herkömmlichen organischen Lösungsmitteln ermöglicht die Herstellung von hochwirksamen Produkten, die gezielt auf verschiedene Anwendungszwecke
25 abgestellt werden können. Die ökologischen und toxikologischen Daten von 1,5-Dimethylpyrrolidon sind im Vergleich zu den meisten anderen Lösungsmitteln günstig. 1,5-Dimethylpyrrolidon ist nicht korrosiv. Mischungen, die 1,5-Dimethylpyrrolidon und andere Lösungsmittel enthalten, zeigen häufig
wünschenswerte synergistische Effekte.

- 30 1,5-Dimethylpyrrolidon kann für sich alleine (rein) oder in Mischungen zur Entfernung von Öl, Kohleablagerungen und anderen teerartigen polymeren Rückständen aus Metallkammern, Kolben und Zylindern sowie zur Nassreinigung von Verbrennungsmotoren eingesetzt werden.

- 35 1,5-Dimethylpyrrolidon kann Teil von Mischungen sein, die in der Industrie zur Reinigung verschmutzter Metallteile und Geräte verwendet werden. Bestimmte schwer zu lösende Polyurethane werden am besten mit Mischungen aus 1,5-Dimethylpyrrolidon und Dicarbonsäureestern abgereinigt.

- 40 Mischungen von 1,5-Dimethylpyrrolidon mit anderen organischen Lösungsmitteln und Hilfsstoffen werden zur Entfernung von Druckfarbenrückständen verwendet.

- Mit Mischungen, die als Schlüsselbestandteil 1,5-Dimethylpyrrolidon enthalten, entfernt man Epoxide und ähnliche chemisch beständige Überzüge von Stahloberflächen sowie zeitweilige Überzüge von Teilen optischer Instrumente. Lösungsmittelmischungen, die 1,5-Dimethylpyrrolidon als reaktiven Bestandteil
- 5 enthalten, eignen sich für die Herstellung eines Lackentferners vom Schaumtyp, der zur Verwendung bei der Entfernung verschiedener Anstrichmittel, Klarlacke, lufttrocknender Lacke und anderer Überzüge oder Lackierungen, insbesondere von relativ großen Oberflächen, geeignet ist.
- 10 1,5-Dimethylpyrrolidon kann zur Formulierung von Lackentfernern verwendet werden, die leicht zu handhaben sind, umweltfreundlich sind und die Brandgefahr reduzieren. Mischungen von 1,5-Dimethylpyrrolidon können zur Reinigung von Gegenständen oder Oberflächen, die durch Stoffe wie Öl, Fett, Ruß, Farbe und Klebstoff verschmutzt sind, durch Eintauchen in ein Bad verwendet werden. Ein wichtiges
- 15 Anwendungsgebiet ist in diesem Zusammenhang die Entfettung von Metallen vor der weiteren Oberflächenbehandlung, Beschichtung oder Galvanisierung. Zu verwendende Reinigungsbäder enthalten 1,5-Dimethylpyrrolidon, Geruchsmaskierungsmittel, Tenside und Verdünnungsmittel. Durch Verwendung einer die Absorption von Wasser verhindernden Schicht kann die Wasserabsorption
- 20 des Reinigers erheblich verzögert werden.

- Produkte auf der Basis von 1,5-Dimethylpyrrolidon eignen sich zur Verwendung bei der Entfernung von verwitterten Dispersionsfarben auf Außenwänden, zur Renovierung von Innenräumen, zur Entfernung von Graffiti und zur
- 25 Ultraschallreinigung von Gegenständen wie Linsen oder Zahnprothesen.

- Die folgenden Lösungsmittel können in Kombination mit Tensiden, Verdickungsmitteln und anderen Additiven zur Entwicklung von Systemen mit hohem Lösungs- und Quellvermögen verwendet werden:

- 30 Butanol, Butylacetat, Butylglykolacetat (1-Butoxy-ethylacetat), gamma-Butyrolacton, 2-Ethylhexylacetat, 1-Methoxy-2-propylacetat, Nonanol, Pentylacetat, Solvenon PM (1-Methyl-2-propanol) und Tridecanol.

35

G) Pflanzenschutz

- 1,5-Dimethylpyrrolidon kann als Lösungsmittel oder Cosolvens für die Formulierung von Wirkstoffen wie Insektiziden, Fungiziden, Herbiziden,
- 40 Saatgutbehandlungsprodukten und Bioregulatoren verwendet werden, wo hoch polare Verbindungen erforderlich sind. 1,5-Dimethylpyrrolidon wird gegenüber anderen hoch polaren Lösungsmitteln bevorzugt, da es bei Verwendung als Lösungsmittel oder

Cosolvens in Pestizidformulierungen, die auf wachsende Nutzpflanzen ausgebracht werden, von der Forderung nach einer Toleranz ausgenommen ist und ein günstiges toxikologisches und ökologisches Profil besitzt. Es eignet sich besonders gut für Mehrkomponentensysteme.

5

1,5-Dimethylpyrrolidon bildet Addukte mit Bakteriostatika, wie substituierten Harnstoffen, Carbaniliden, Thiocarbamaten, Guanidinen und Salicylaniliden. Diese Produkte sind bakterizid und erlauben eine bessere Kontrolle des Wachstums von Bakterienkulturen.

10

H) Herstellung von elektronischen Geräten

Für die Herstellung von integrierten Schaltungen (ICs) werden Produkte mit sehr hoher Reinheit verlangt. 1,5-Dimethylpyrrolidon, mit Elektronikqualität wird insbesondere nach den Verfahren gemäß EP-A1-1 038 867 (BASF AG) oder US-A-5,777,131 (BASF Corp.) hergestellt. Dies macht 1,5-Dimethylpyrrolidon zu einem hervorragenden Lösungsmittel für die Elektronikindustrie und Hersteller von Leiterplatten. Mischungen von 1,5-Dimethylpyrrolidon mit gängigen Lösungsmitteln können zur Reinigung und Entfettung von Einkristallsiliciumwafern für ICs verwendet werden.

15

20

Durch die Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Verdünnungsmittel in Polyamidimid-, Urethan- und Epoxidharzen erhält man eine glatte Oberfläche. Die langsame Verdampfungsgeschwindigkeit von 1,5-Dimethylpyrrolidon erlaubt die Bildung sehr homogener Beschichtungen.

25

In der Mikrophotolithographie (dem Schlüssel zur Herstellung von elektronischen Chips) zeigt 1,5-Dimethylpyrrolidon eine hervorragende Leistungsfähigkeit in Entwicklern für lichterhärtbare Polyimide und in Photoresist-Strippern.

30

Im letzten Produktionsschritt werden ICs mit Harzen, wie Epoxidformmassen, verkapselt. Hierbei bleibt auf dem gekapselten IC-Baustein oder dem Anschlußkamm sowie auf der Verkapselungsvorrichtung Harzaustrieb („Flash“) zurück. Man kann einen Endbearbeitungsschritt durchführen, indem man das Harz mit 1,5-Dimethylpyrrolidon, erweicht, so daß es dann leicht mit Druckluft oder Hochdruckwasser weggespült werden kann (chemisches Entflashen). Es wird empfohlen, dieses Verfahren unmittelbar nach dem Formen und vor der Nachhärtung durchzuführen.

35

Auf Leiterplatten werden Halbleiter und andere elektrische Bauelemente aufgelötet. Hierbei muß ein Flußmittel verwendet werden. Nach dem Löten müssen Flußmittelrückstände entfernt werden, um Korrosion zu verhindern. Dies kann mit Lösungsmittelmischungen geschehen, die als Schlüsselbestandteil 1,5-Dimethylpyrrolidon enthalten.

40

Ein anderes Anwendungsgebiet ist die selektive Entfernung von Polymerüberzügen von bestimmten Bereichen auf Leiterplatten.

- 5 I)
1,5-Dimethylpyrrolidon oder Mischungen davon können als Absorptionsmedien für die Entfernung oder Abtrennung von organischen Verbindungen aus Ab- oder Rauchgasen, wie Schwefeldioxid, Schwefelwasserstoff und Vinylchlorid, breite Anwendung finden.

- 10 Bei der Verarbeitung von organische Lösungsmittel enthaltenden Klebstoffen kann man einen Teil dieser Lösungsmittel durch 1,5-Dimethylpyrrolidon ersetzen, um die Dampfkonzentration zu verringern. PVC- oder ABS-Klebstoffe, die hauptsächlich aus 1,5-Dimethylpyrrolidon und/oder gamma-Butyrolacton bestehen, zeigen eine
15 verringerte Brandgefahr. Da beide Produkte einen verhältnismäßig geringen Dampfdruck haben, wird das Inhalationsrisiko erheblich verringert.

J) Farben und Pigmente

- 20 Für Farben mit Azo-Verbindungen können diazotierbare Amindispersionen mit 1,5-Dimethylpyrrolidon, das die Diazo- und Kupplungskomponenten auflöst, hergestellt werden. Zur Verbesserung der Bildung und Haltbarkeit von Farbtönen kann 1,5-Dimethylpyrrolidon bei Färbung von Polyamid-, Acryl-, Polyesterfasern, -geweben, -folien und von Polyester-Baumwollmischungen eingesetzt werden. In Farben,
25 lithographischen Tinten und anderen schützenden oder dekorativen Pigmentbeschichtungen dispergiert 1,5-Dimethylpyrrolidon wirkungsvoll viele organische oder anorganische Farbpigmente, ohne die Wasserempfindlichkeit des Films zu erhöhen. 1 % Lösungsmittel (auf Pigmentbasis) erleichtert das Mahlen und erhöht die Färbekraft infolge der Pigmentverfeinerung. 1,5-Dimethylpyrrolidon
30 verbessert die Stabilität gegen Veralterung, ergibt reduzierte Farbabdrift und stabilisiert das System gegen Ausflockung und Erstarrung.

K) Außerdem kann 1,5-Dimethylpyrrolidon Anwendung finden

- 35 als Lösungsmittel für Entwickler (Photo-/Reproduktionstechnik),

zur Herstellung von hochleistungsfähigen Klebstoffen und technischen Klebstoffentfernern,

40 als Lösungsmittel für Schleimbekämpfungsmittel, die bei der Papier- und Pappeherstellung verwendet werden,

als Reaktionsmedium oder Lösungsmittel bei der Synthese von organischen Zwischenprodukten und Pharmazeutika,

als Lösungsmittel für die Kohleextraktion und bei der Ölraffination,

5

als Komponente in Fluiden für die Herstellung von Druckplatten,

zur Entfernung von Verunreinigungen und Klebstoffen, insbesondere auf Cyanacrylat basierenden Klebstoffen, von Polymeren, Platten (z.B. Polymethacrylaten), Glas-,
10 Metall-, Keramik-, Stein- und Faseroberflächen und auch von der Haut.

L)

1,5-Dimethylpyrrolidon findet als NMP-Ersatz erfindungsgemäß insbesondere auch Verwendung in den eingangs zitierten Verfahren und Operationen bezüglich NMP.

15

M)

1,5-Dimethylpyrrolidon kann erfolgreich und vorteilhaft ersetzen:

Dimethylformamid (DMF), insbesondere in wässrigen Beschichtungen,

Methylenchlorid, insbesondere beim Strippen von Speicher-Chips, Perchlorethylen und

20

Trichlorethylen, insbesondere in Dampfentfettungsverfahren, chlorhaltige

Lösungsmittel (z.B. chlorierte Kohlenwasserstoffe, insbesondere chlorierte C1-C6

Kohlenwasserstoffe, wie Tetrachlorethylen und Trichlorethylen) z.B. in Ultraschall-

Reinigungsverfahren, Natronlauge beim Reinigen von Reaktoren z.B. zum Entfernen

von Urethanresten, Furfuralphenol in Schmiermittelextraktionen und Glykolether, z.B.

25

in Haushalts- und Industriereinigen und Beschichtungen, Ether wie z.B. THF,

Diethylenglykoldialkylether, 1,2-Diethoxyethan und 1,2-Dimethoxyethan, z.B. bei

chemischen Umsetzungen.

1,5-Dimethylpyrrolidon wird für die erfindungsgemäßen Verwendungen insbesondere

30

mit einer Reinheit von größer 97 Gew.-%, insbesondere von größer 98 Gew.-%, ganz besonders größer 99 Gew.-%, z.B. größer 99,8 oder größer 99,9 Gew.-%, eingesetzt.

Diese Reinheiten können durch ein- oder mehrfache Destillation oder Rektifikation erzielt werden.

35

1,5-Dimethylpyrrolidon mit hoher Reinheit zur erfindungsgemäßen Verwendung wird insbesondere mit den Verfahren gemäß EP-A-1 038 867 (BASF AG) und US-A-5,777,131 (BASF Corp.) (vgl. unten) erhalten.

Die Herstellung und Reinigung von 1,5-Dimethylpyrrolidon ist bekannt. Siehe

40

beispielsweise: JP-A-1186864, NL-A-7117842 (US 3,775,431), WO-A-2005 026115, US 2005 033062, JP-A-51016657.

Die Herstellung von 1,5-Dimethylpyrrolidon kann durch Umsetzung von gamma-Methylbutyrolacton mit Monomethylamin bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck unter Freisetzung von einem Moläquivalent Wasser, z. B. analog Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Band A22, 5. Aufl., Seite 459 (1993), erfolgen.

5

Die Herstellung von 1,5-Dimethylpyrrolidon kann auch durch Methylierung von gamma-Methylpyrrolidon, z.B. mit Methanol, erfolgen; siehe beispielsweise Chem. Abstract No. 120:191559 (RO-B1-102421) und Chem. Abstract No. 118:233904 (EP-A1-531 673) und DD-A1-267 729.

10

EP-A1-1 038 867 (BASF AG) und US-A-5,777,131 (BASF Corp.) beschreiben Verfahren zur Reinigung von N-substituierten Lactamen wie NMP und 1,5-Dimethylpyrrolidon, wobei man die verunreinigten N-substituierten Lactame mit einem sauren, insbesondere makroporösen, Kationenaustauscher behandelt.

Patentansprüche

1. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel, Verdünnungsmittel, Extraktionsmittel, Reinigungsmittel, Entfettungsmittel, Absorptionsmittel und/oder Dispergierungsmittel.
5
2. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel und/oder Extraktionsmittel in Verfahren zur Zerlegung von Gasgemischen.
- 10 3. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon nach dem vorhergehenden Anspruch, wobei man die Gasgemische bei Crackprozessen aus Kohlenwasserstoffen erhält.
- 15 4. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon nach einem der beiden vorhergehenden Ansprüche zur Abtrennung von Acetylen, 1,3-Butadien und/oder Aromaten.
5. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel für Polymere und/oder Copolymere.
- 20 6. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon nach dem vorhergehenden Anspruch, wobei es sich bei den Polymeren und/oder Copolymeren um Polymethylmethacrylate, Polyester, Polyacrylnitril, Acrylnitril-haltige Copolymere, Butadien-haltige Copolymere, Styrol-haltige Copolymere, N-Vinylpyrrolidon-haltige Copolymere, Vinylchlorid-haltige Copolymere, Vinylacetat-haltige
25 Copolymere, Methylmethacrylat-haltige Copolymere, Terephthalsäurepolyester, Polyvinylchlorid, Polyvinylpyrrolidon, Polyvinylacetate, Polycarbonate, Polyether, Polyethersulfone, Polystyrol, Polyamide, Polyimide und/oder Polyurethane handelt.
- 30 7. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel für Harze, Cellulose-Derivate und Farbstoffe.
8. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel, Verdünnungsmittel und/oder Dispergierungsmittel in chemischen Umsetzungen.
35
9. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon nach dem vorhergehenden Anspruch, wobei es sich bei den chemischen Umsetzungen um C-C-Verknüpfungsreaktionen und/oder Polymerisationen handelt.
- 40 10. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel in Verfahren zur Herstellung von Drahtlacken.

11. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel und/oder Absorptionsmittel in Verfahren zur Gaswäsche.
- 5 12. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon nach dem vorhergehenden Anspruch zur Abtrennung von SO₂, H₂S und/oder Vinylchlorid.
13. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als Lösungsmittel, Reinigungsmittel und/oder Entfettungsmittel in Verfahren zur Herstellung von integrierten Schaltungen (ICs).
- 10 14. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon als teilweiser oder vollständiger Ersatz für N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP).
- 15 15. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon nach einem der Ansprüche 1 bis 13 als teilweiser oder vollständiger Ersatz für chlorierte Kohlenwasserstoffe und/oder Ether.
- 20 16. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei 1,5-Dimethylpyrrolidon in einer Reinheit von > 99 Gew.-% eingesetzt wird.
17. Verwendung von 1,5-Dimethylpyrrolidon nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei 1,5-Dimethylpyrrolidon eingesetzt wird, das zuvor mit einem sauren Kationenaustauscher behandelt wurde.