

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 969 487**

51 Int. Cl.:

C07D 207/267 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.07.2020** **PCT/KR2020/008854**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.01.2021** **WO21006598**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.07.2020** **E 20793543 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.12.2023** **EP 3932905**

54 Título: **Método para la purificación de una solución de mezcla de N-metil-2-pirrolidona residual**

30 Prioridad:

08.07.2019 KR 20190082112

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:

20.05.2024

73 Titular/es:

JAEWON INDUSTRIAL CO., LTD (50.0%)
(Nakpo-dong) 79, Nakpodanji-gil, Yeosu-si
Jeollanam-do 59618, KR y
EM TECH. CO.,LTD (50.0%)

72 Inventor/es:

SHIM, SUNG WON

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 969 487 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para la purificación de una solución de mezcla de N-metil-2-pirrolidona residual

5 Referencia cruzada a solicitud relacionada

La presente solicitud de patente reivindica la prioridad y los derechos conforme a 35 U.S.C. §119 a §121 y §365 (35 U.S.C §119 a §121, §365) de la solicitud de patente coreana n.º 10-2019-0082112, presentada el 8 de julio de 2019. Además, la presente solicitud reivindica los derechos de prioridad en países distintos de EE. UU.

10 Antecedentes

Campo técnico

La presente invención se refiere a un método para la purificación de una solución mixta de N-metil-2-pirrolidona (en lo sucesivo en el presente documento denominada NMP) y, en particular, a un método para la purificación de una solución mixta de NMP usando una base.

20 Antecedentes de la técnica

La NMP es un disolvente orgánico de baja viscosidad, incoloro y no tóxico con una excelente resistencia al calor. Debido a que la NMP es un disolvente químicamente estable y altamente polar, resulta muy útil para diversas reacciones químicas que requieren un medio inerte.

A medida que las normas medioambientales actuales se vuelven más estrictas, la NMP se convierte en un producto ecológico y no tóxico en los campos de un disolvente para la polimerización y el procesamiento de polímeros, un disolvente para la fabricación de pinturas, un limpiador de superficies metálicas, un disolvente para la síntesis y purificación de productos farmacéuticos, un disolvente de procesamiento para semiconductores y materiales electrónicos, un disolvente para la fabricación de baterías de litio y similares y su demanda está aumentando.

En particular, la NMP se usa como disolvente para la formación de un material activo durante el proceso de preparación de un electrodo positivo y un electrodo negativo en el proceso de fabricación de una batería secundaria y se puede usar si está contenida en un aglutinante. La NMP se puede usar como disolvente de dispersión en un tanque de mezclado del material activo y, después de la formación del electrodo, se puede recuperar en forma de vapor en una etapa de secado. En ese momento, una NMP residual puede contener aproximadamente el 30 % en peso de agua.

Por otro lado, cuando se recupera y reusa en el proceso la NMP residual usada, resulta significativo no solo el efecto económico, sino también el efecto de la reducción de la emisión de fuentes de contaminación medioambiental. Por lo tanto, se llevan a cabo activamente investigaciones sobre métodos para la purificación de la NMP residual usada para producir NMP de alta pureza.

Una determinada cantidad de GBL (γ-butirolactona) permanece en el proceso de síntesis de la NMP y la GBL no se retira fácilmente durante la purificación por destilación, dado que el punto de ebullición de NMP (punto de ebullición de 202 °C) es muy similar al de la impureza GBL (punto de ebullición de 204 °C), por lo que todos los productos de NMP contienen aproximadamente entre 200 y 400 ppm en peso de GBL.



Además, la NMP se oxida con el oxígeno del aire durante el almacenamiento, transporte y uso y se produce una cantidad significativa de NMS (N-metilsuccinimida, con un punto de ebullición de 234 °C); como resultado, la NMS está contenida en una cantidad significativa en los productos de NMP y la NMP residual puede contener entre 200 y 500 ppm en peso o más de NMS.

El punto de ebullición de la NMS es significativamente diferente al de la NMP, pero existe el problema de que la NMS no se retira completamente durante el proceso de purificación de la solución mixta de NMP residual mediante destilación. En particular, dado que, en la industria, se requiere NMP de alta pureza del 99,9 % en peso o más como disolvente de procesamiento para semiconductores y materiales electrónicos y disolvente para la fabricación de baterías de litio, se deben retirar la NMS y GBL, pero actualmente no existe ninguna solución para eso.

Además, cada una de 1,3-DMP (1,3-dimetil-2-pirrolidona) y 1,4-DMP (1,4-dimetil-2-pirrolidona) que no se retiran mediante destilación fraccionada normalmente es de aproximadamente 300-350 ppm en peso en los productos de NMP y la solución mixta de NMP residual. Por lo tanto, se requiere retirar la NMS y GBL con el fin de recuperar la NMP de alta pureza después de la purificación de la solución mixta de NMP residual.

La publicación de patente coreana abierta a inspección pública n.º 10-2015-0085065 divulga un método para la purificación y la reutilización de N-alquilpirrolidona mediante la adición de un compuesto básico a la N-alquilpirrolidona que se va a purificar y, a continuación, su sometimiento a destilación, la publicación de patente coreana abierta a inspección pública n.º 10-2018-0069284 divulga un método para la purificación de NMP de alta pureza mediante la retirada simultánea de NM3P (N-metil-3-pirrolin-2-ona) y NMS (N-metilsuccinimida) mediante la adición de un compuesto básico a la solución mixta de NMP residual y el documento US 2.964.535 divulga un método para la retirada de GBL, que es una impureza contenida en la NMP. Asimismo, el documento KR 950 017 953 divulga un método para la purificación de NMP y el documento US 2013/150591 divulga un método para la purificación de pirrolidona N-alquilsustituida.

Sin embargo, no se ha propuesto un método para la purificación de la solución mixta de NMP residual mediante la retirada simultánea de impurezas, tales como NMS (N-metilsuccinimida) y GBL (γ -butirolactona), que son impurezas presentes en la solución mixta de NMP residual.

[Técnica anterior]

1. Publicación de patente coreana abierta a inspección pública n.º 10-2015-0085065 (publicada el 22 de julio de 2015)
2. Publicación de patente coreana abierta a inspección pública n.º 10-2015-0069284 (publicada el 25 de junio de 2018)
3. Patente estadounidense 2.964.535 (registrada el 13 de diciembre de 1960)

Objeto, solución técnica y efectos de la invención

El problema que debe resolver la presente invención consiste en proporcionar un método para la recuperación de NMP de alta pureza mediante la aplicación de un proceso de destilación fraccionada después de la retirada simultánea de NMS y GBL, que son impurezas presentes en una solución mixta de NMP residual.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la purificación de una solución mixta de NMP residual que retira simultáneamente NMS (N-metilsuccinimida) y GBL (γ -butirolactona) mediante la adición de una base a la solución mixta de NMP residual, en donde NMS y GBL son subproductos de NMP existentes en la solución mixta de NMP residual o generados en el proceso de purificación y la base puede ser SBH(NaBH_4).

En el método para la purificación de una solución mixta de NMP residual de acuerdo con la presente invención, el SBH se añade en una cantidad del 0,05 al 0,10 % en peso, basándose en el peso total de la solución mixta de NMP residual.

En el método para la purificación de una solución mixta de NMP residual de acuerdo con la presente invención, se añade humedad (agua) en una cantidad del 5 al 20 % en peso, basándose en el peso total del reactivo total, la temperatura de reacción es de 100 a 150 °C y el tiempo de reacción es de 10 a 60 minutos.

En el método de purificación de la solución mixta de NMP residual de acuerdo con otra realización de la presente invención, el SBH se puede añadir después de su disolución en NaOH con una concentración del 10 % (p/v).

De acuerdo con el método para la purificación de una solución mixta de NMP residual de la presente invención, la NMP de alta pureza se puede recuperar mediante la retirada simultánea de NMS y GBL mediante la aplicación de una base.

Breve descripción de los dibujos

La FIG. 1 muestra el resultado del análisis por GC (cromatografía de gases) de una solución mixta de NMP residual que contiene NMS y GBL como impurezas.

La FIG. 2 muestra el resultado del análisis por GC después del tratamiento con SBH con respecto a la solución mixta de NMP residual.

Descripción detallada

En lo sucesivo en el presente documento, se describirán con detalle las realizaciones de la presente invención con referencia a los dibujos adjuntos.

En la descripción de los elementos constitutivos de la presente invención, se pueden usar términos, tales como

primario/a, secundario/a, terciario/a, primer/a, segundo/a, A, B, (a), (b). Estos términos se usan para distinguir los elementos constitutivos de otros elementos constitutivos y los términos no limitan la naturaleza, el orden, la secuencia o similares de los elementos constitutivos. Además, en la descripción de la presente invención, se omitirá la descripción detallada cuando se considere que una descripción específica de configuraciones o funciones conocidas incorporadas en el presente documento oscurece la esencia de la presente invención.

A menos que se definan de otro modo, todos los términos en la presente memoria descriptiva coinciden con el significado general de los términos entendidos por aquellos con experiencia habitual en la materia a la que pertenece la presente invención y los términos se definen tal como se usan en el presente documento en caso de conflicto con el significado de los términos usados en la presente memoria descriptiva. A lo largo de la memoria descriptiva, cuando una parte "comprende" un determinado componente, esto significa que se pueden incluir, además, otros componentes en lugar de excluir otros componentes, a menos que se indique de manera específica lo contrario.

En una realización de un aspecto, la presente invención puede proporcionar un método para la purificación de una solución mixta de NMP residual mediante la adición de una base a la solución mixta de NMP residual con el fin de retirar simultáneamente la NMS (N-metilsuccinimida) y GBL (gamma-butirolactona), que son subproductos de la NMP contenida en la solución mixta de NMP residual.

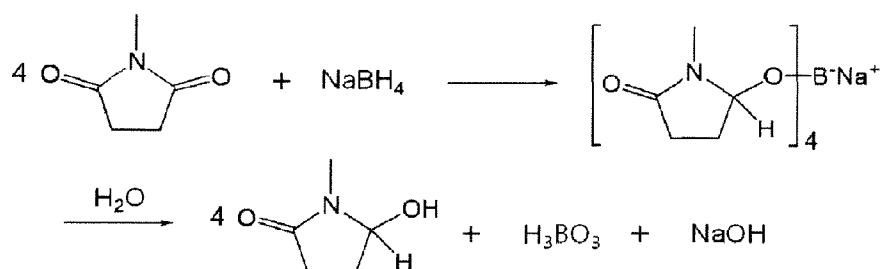
La NMS (N-metilsuccinimida) y GBL (gamma-butirolactona), que son impurezas, están contenidas en la solución mixta de NMP residual; esto se puede observar claramente en la FIG. 1. La FIG. 1 muestra el resultado del análisis por GC (cromatografía de gases) de la solución mixta de NMP residual. Con referencia a la FIG. 1, se observan picos en la NMS (N-metilsuccinimida) y GBL (gamma-butirolactona).

De acuerdo con la presente invención, la NMS y GBL, que son impurezas, se pueden retirar completamente al mismo tiempo mediante la reacción de una solución mixta de NMP residual con un agente reductor, tal como SBH. Es decir, la NMS (punto de ebullición: 234 °C) contenida en la solución mixta de NMP residual se hace reaccionar con SBH para convertirse en 5-hidroxi-N-metil-2-pirrolidona (punto de ebullición: 276 °C), tal como se muestra en el Esquema 1, a continuación, y la GBL (punto de ebullición: 204 °C) contenida en la solución mixta de NMP residual se hace reaccionar con SBH para convertirse en 1,4-butanodiol (punto de ebullición: 230 °C), tal como se muestra en el Esquema 2, a continuación.

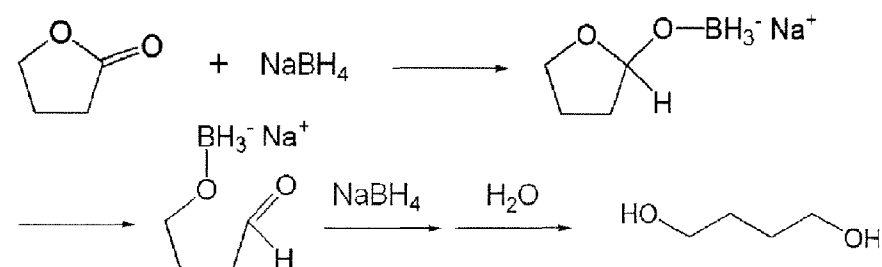
El punto de ebullición de la NMP es 202 °C y es similar al de la GBL. Por lo tanto, resulta muy difícil retirar la GBL cuando se aplica destilación fraccionada directamente a la solución mixta de NMP residual. Sin embargo, cuando la GBL se hace reaccionar con SBH de acuerdo con la presente invención, la GBL se puede convertir en un material que tiene un punto de ebullición más alto que la NMP y el material convertido se puede retirar mediante destilación fraccionada. Esto se puede observar en la FIG. 2.

La FIG. 2 muestra el resultado del análisis por GC después del tratamiento con SBH con respecto a la solución mixta de NMP residual y no se observan picos en GBL o NMS, a diferencia de la FIG. 1.

[Esquema de Reacción 1]



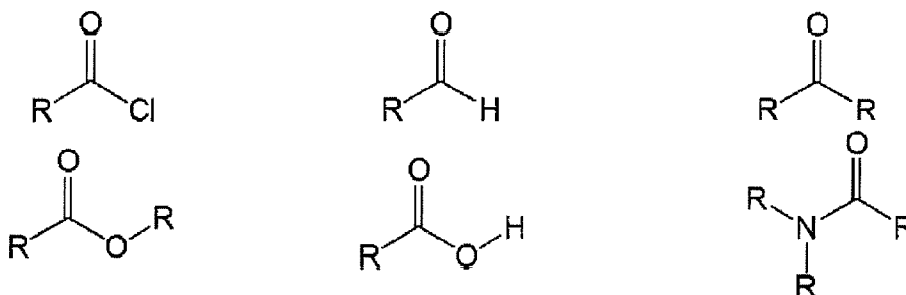
[Esquema de Reacción 2]



Al mismo tiempo, en el método para la purificación de una solución mixta de NMP residual de acuerdo con una realización de la presente invención, la base puede ser SBH (borohidruro de sodio, NaBH_4).

En general, la reacción de reducción entre reacciones químicas orgánicas es una reacción que se combina con hidrógeno o reduce el estado de oxidación. Entre los agentes reductores que provocan esta reacción de reducción, existen los hidruros metálicos que aportan directamente aniones de hidrógeno (H^- , Hidruro). Típicamente, existen el hidruro de litio y aluminio (LAH, LiAlH_4) y el borohidruro de sodio (SBH, NaBH_4) como hidruros metálicos.

Entre los LAH y SBH, el LAH tiene un poder reductor mucho más fuerte que el SBH y, en general, el LAH puede convertir los grupos carbonilo de todos los siguientes compuestos de carbonilo ($\text{C}=\text{O}$) en grupos metileno (CH_2). Sin embargo, el SBH tiene un poder reductor más débil que el LAH, por lo que, generalmente, se sabe que el SBH puede reducir únicamente cetonas en el orden de los siguientes compuestos.



Esta reacción de reducción se produce cuando el anión hidruro ataca al C del grupo carbonilo, en donde C es parcialmente positivo en $\text{C}=\text{O}$. En el caso del éster, la electricidad positiva parcial de C es débil porque el O que está al lado del C de $\text{C}=\text{O}$ empuja los electrones hacia el C debido al efecto inductivo y, por tanto, se sabe que el SBH que tiene un poder reductor débil no puede provocar una reacción de reducción del éster.

Sin embargo, parece que, en el caso de la NMS, la reacción se lleva a cabo fácilmente, dado que la NMS tiene $\text{C}=\text{O}$ en ambos lados del grupo N-metilo y, por tanto, los electrones son atraídos hacia ambos lados y la electricidad positiva parcial de C de un $\text{C}=\text{O}$ aumenta, pero, en el caso de la NMP, no se puede producir la reacción porque tiene $\text{C}=\text{O}$ únicamente en un lado.

Por otro lado, parece que, en el caso de la GBL, aunque es un éster, la reacción continúa, dado que el éster cíclico (lactona) es más reactivo que la amida y se convierte en una estructura estable a medida que se libera la estructura pentagonal (la tensión se relaja).

En el método para la purificación de una solución mixta de NMP residual de la presente invención, el SBH se añade en una cantidad del 0,05 al 0,10 % en peso, basándose en el peso total de la solución mixta de NMP residual. Cuando la cantidad de SBH añadida se encuentra fuera del intervalo anterior, resulta posible que la NMS y la GBL contenidas en la solución mixta de NMP residual no se retiren completamente al mismo tiempo.

En el método para la purificación de una solución mixta de NMP residual de la presente invención, se añade agua en una cantidad del 5 al 20 % en peso, basándose en el peso total del reactivo total, la temperatura de reacción es de 100 a 150 °C y el tiempo de reacción es de 10 a 60 minutos. Cuando las condiciones de reacción se encuentran fuera del intervalo anterior, resulta posible que la NMS y la GBL contenidas en la solución mixta de NMP residual no se retiren completamente al mismo tiempo.

En el método de purificación de la solución mixta de NMP residual de acuerdo con otra realización de la presente invención, el SBH se puede disolver en NaOH al 10 % (p/v) y añadirse. Cuando las condiciones de reacción se encuentran fuera del intervalo anterior, resulta posible que la NMS y la GBL contenidas en la solución mixta de NMP residual no se retiren completamente al mismo tiempo.

En lo sucesivo en el presente documento, se describirá un método para la purificación de una solución mixta de NMP residual de acuerdo con una realización de la presente invención a modo de ejemplo. Los siguientes Ejemplos se presentan únicamente con fines ilustrativos y el alcance de la presente invención no está limitado por estos Ejemplos.

Ejemplos y ejemplos comparativos

<Ejemplo 1> a <Ejemplo 10>

Se colocaron 200 g de una solución mixta de NMP residual que contenía NMS y GBL en un matraz de fondo redondo de 500 ml, en donde el peso de NMS es de 200 a 500 ppm en peso y el peso de GBL es de 200 a 400 ppm en peso, basándose en el peso total de la solución mixta de NMP residual. A continuación, se añadió una solución de SBH que

se disolvía en una solución acuosa de NaOH al 10 % (p/v) a la solución mixta de NMP residual, al tiempo que se agitaba la solución mixta de NMP residual a entre 200 y 250 rpm a entre 25 y 150 °C. En este caso, la composición de la solución residual, la cantidad de entrada de SBH y la temperatura de reacción se muestran en la Tabla 1, a continuación. En la Tabla 1, a continuación, la cantidad de entrada de SBH es la cantidad basada en el peso total de la solución mixta residual.

<Ejemplo comparativo 1> a <Ejemplo comparativo 11>

Se añadieron 200 g de una mezcla de NMP residual que contenía NMS y GBL a un matraz de fondo redondo de 500 ml, en donde el peso de NMS es de 200 a 500 ppm en peso y el peso de GBL es de 200 a 400 ppm en peso, basándose en el peso total de la solución mixta de NMP residual. A continuación, al tiempo se agitaba la solución mixta de NMP residual a entre 25 y 150 °C a entre 200 y 250 rpm, se añadió una solución acuosa de NaOH al 10 % (p/v) a la solución mixta de NMP residual. En este caso, la composición de la solución residual, la cantidad de entrada de SBH y la temperatura de reacción se muestran en la Tabla 1, a continuación.

Como resultado de realizar la reacción de acuerdo con los Ejemplos 1 a 10 y los Ejemplos comparativos 1 a 11, la composición de la solución residual después de la reacción se muestra en la Tabla 1, a continuación. En la Tabla 1, el contenido de cada componente de la solución residual, los Ejemplos comparativos y los Ejemplos es el contenido de materia orgánica excluyendo el agua.

[Tabla 1]

Clasificación	Entrada de SBH (% en peso)	Temperatura de reacción (°C)	Tiempo de reacción (minutos)	GBL (ppm en peso)	NMP (% en peso)	1,3-DMP (ppm en peso)	1,4-DMP (ppm en peso)	NMS (ppm en peso)	Agua (% en peso)
Solución residual	-	-	-	254	99,87	325	344	294	0,03
Ej. comp. 1	0,02	25	10	245	99,88	327	354	170	0,03
Ej. comp. 2	0,05	25	20	168	99,89	324	342	160	0,03
Ej. comp. 3	0,1	25	30	112	99,9	325	340	152	0,03
Ej. comp. 4	0,3	25	60	62	99,9	323	342	140	0,03
Ej. comp. 5	0,02	100	10	238	99,89	326	348	152	0,03
Ej. comp. 6	0,05	100	20	146	99,9	328	340	140	0,03
Ej. comp. 7	0,1	100	60	104	99,9	320	352	132	0,03
Ej. comp. 8	0,05	70	10	112	99,91	334	348	62	10
Ej. comp. 9	0,02	100	10	90	99,91	322	360	38	10
Ej. comp. 10	0,05	100	5	102	99,91	334	351	67	10
Ej. comp. 11	0,05	25	10	83	99,91	338	378	104	20
Ejemplo 1	0,05	100	10	0	99,92	338	349	0	5
Ejemplo 2	0,1	100	10	0	99,92	331	362	0	5
Ejemplo 3	0,05	100	10	0	99,92	329	357	0	10
Ejemplo 4	0,05	100	10	0	99,92	319	362	0	10
Ejemplo 5	0,05	100	30	0	99,92	341	376	0	10
Ejemplo 6	0,05	100	60	0	99,92	322	364	0	10
Ejemplo 7	0,1	100	10	0	99,92	325	382	0	10
Ejemplo 8	0,05	100	10	0	99,92	329	357	0	20
Ejemplo 9	0,1	100	10	0	99,92	337	371	0	20
Ejemplo 10	0,05	150	10	0	99,92	331	370	0	10

Tal como se puede observar en la Tabla 1, cuando se usa una solución residual que contiene aproximadamente 300 ppm en peso de NMS y aproximadamente 250 ppm en peso de GBL, la GBL y NMS permanecen en el Ejemplo comparativo, de modo que la GBL y NMS no se observan en absoluto en los Ejemplos de la presente invención. Por lo tanto, se puede observar que, de acuerdo con la presente invención, la NMS y GBL se pueden retirar completamente de la solución mixta de NMP residual al mismo tiempo, cuando el contenido de SBH es del 0,05 al 0,10 % en peso en las condiciones de reacción, ese contenido de agua es del 5 al 20 % en peso, la temperatura de reacción es de 100 a 150 °C y el tiempo de reacción es de 10 a 60 minutos.

Además, a partir de los resultados de los Ejemplos comparativos 1 a 11 en la Tabla 1, se puede observar que la NMS y GBL no se retiran completamente al mismo tiempo de la solución mixta de NMP residual donde las condiciones experimentales se encuentran fuera del intervalo de los Ejemplos 1 a 10.

<Ejemplo 11>

Este es el caso en el que se trató una solución acuosa de NaOH al 10 % (p/v) en la que se disolvió SBH a una temperatura de reacción de 100 °C para obtener una solución mixta de NMP residual que contenía el 0,12 % en peso de NMS y aproximadamente 270 ppm en peso de GBL.

<Ejemplo comparativo 12> a <Ejemplo comparativo 14>

Los Ejemplos comparativos 12 a 14 son iguales que el Ejemplo 11, con la excepción de que se usó una solución acuosa de NaOH al 10 % (p/v) en la que no se disuelve SBH.

Cuando se trata la solución residual de acuerdo con el Ejemplo 11 y los Ejemplos comparativos 12 a 14, los componentes de la mezcla después del tratamiento se muestran en la Tabla 2, a continuación.

[Tabla 2]

Clasificación	Conc. de NaOH ac. (%)	Entrada de SBH (% en peso)	Entrada de NaOH (% en peso)	Temperatura de reacción (°C)	Tiempo de reacción (minutos)	GBL (ppm en peso)	NMP (% en peso)	1,3-DMP (ppm en peso)	1,4-DMP (ppm en peso)	NMS (ppm en peso)	Agua (% en peso)	pH
Solución residual	-	-	-	-	-	270	99,66	323	342	1200	12	5,3
Ej. comp. 12	10	0	0,04	100	10	245	99,67	313	341	1100	12,4	6,2
Ej. comp. 13	10	0	0,07	100	10	170	99,72	326	352	730	12,7	7,7
Ej. comp. 14	10	0,04	0,04	100	10	77	99,78	327	352	222	12,4	7,2
Ejemplo 11	10	0,07	0,07	100	10	0	99,81	323	388	0	12,7	9,9

Tal como se puede observar en la Tabla 2, en el caso de los Ejemplos comparativos 12 y 13, la NMS y GBL apenas se retiraron de la solución residual y, en el caso del Ejemplo comparativo 14, se retiraron más NMS y GBL que en los Ejemplos comparativos 12 y 13, pero no se retiraron por completo. Por otro lado, se puede observar que, en el Ejemplo 11 de la presente invención, se retiraron por completo la NMS y GBL en la solución mixta de NMP residual.

<Ejemplo 12> Destilación fraccionada usando una columna de destilación

En los Ejemplos 7 y 12, la solución mixta de NMP residual de la cual se retiraron completamente NMS y GBL al mismo tiempo mediante la aplicación de SBH se fraccionó y destiló a una presión de 40-100 mm de Hg usando una columna de destilación de bandeja de tamiz de 30 etapas piloto a escala de 5 l para retirar del 0 al 15 % de humedad e impurezas que tuvieran un punto de ebullición bajo y recuperar del 15 al 80 % de la NMP purificada. Los resultados de recuperación se muestran en la Tabla 3, a continuación. En la Tabla 3, a continuación, el contenido de la solución residual y los componentes de cada uno de los Ejemplos son el contenido de las sustancias orgánicas excluyendo el agua.

[Tabla 3]

Ejemplo	Clasificación	GBL (ppm en peso)	NMP (%) en peso)	1,3-DMP (ppm en peso)	1,4-DMP (ppm en peso)	NMS (ppm en peso)	Agua (% en peso)
-	Solución residual	254	99,87	325	344	294	10
Ejemplo 7	Solución residual (después de la reacción con SBH)	0	99,92	325	382	0	10
Ejemplo 12	Solución residual (después de la reacción con SBH y la purificación por destilación fraccionada)	0	99,92	332	392	0	0,03

Tal como se puede observar en la Tabla 3, en el caso de los Ejemplos 7 y 12 de la presente invención, ni la NMS ni GBL existían en la mezcla obtenida mediante destilación fraccionada. Por consiguiente, se puede observar que las impurezas, tales como GBL y NMS, se pueden retirar mediante destilación fraccionada después de tratar la solución mixta de NMP residual con SBH de acuerdo con la presente invención.

La descripción anterior es para ilustrar simplemente el alcance técnico de la presente invención y aquellos expertos en la materia pueden realizar diversas modificaciones sin apartarse del alcance de las características esenciales de la presente invención, tal como se define en las reivindicaciones. Por lo tanto, las realizaciones divulgadas en la presente invención no pretenden limitar la presente invención, sino explicar la presente invención, y el alcance de la presente invención no estará limitado por las realizaciones. El alcance protector de la presente invención se interpretará tal como se define en las reivindicaciones y todas las tecnologías dentro del alcance equivalente a las mismas se deben interpretar como incluidas en el alcance de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Un método de purificación de una solución mixta de N-metil-2-pirrolidona (en lo sucesivo en el presente documento denominada NMP) residual, en donde la solución mixta de NMP residual comprende N-metilsuccinimida (en lo sucesivo en el presente documento denominada NMS) y γ -butirolactona (en lo sucesivo en el presente documento denominada GBL), que es un subproducto de NMP, la NMS y la GBL se retiran simultáneamente mediante la adición de una base a la solución mixta de NMP residual, la base es NaBH_4 (en lo sucesivo en el presente documento denominado SBH), y la NMS se hace reaccionar con el SBH para convertirse en 5-hidroxi-N-metil-2-pirrolidona y la GBL se hace reaccionar con el SBH para convertirse en 1,4-butanodiol,

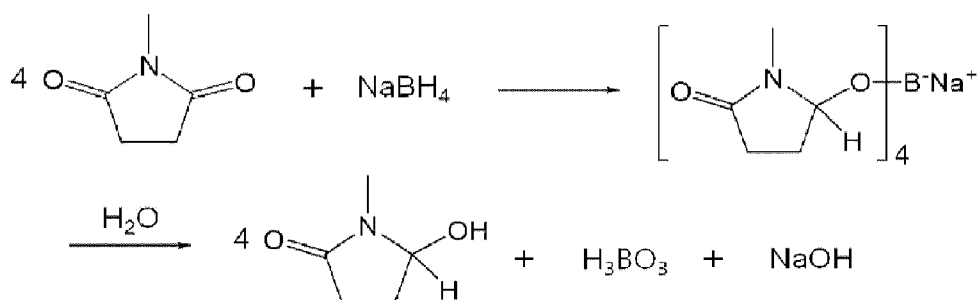
en donde el SBH se añade en una cantidad del 0,05 al 0,10 % en peso, basándose en el peso total de la solución mixta de NMP residual, y

en donde se añade agua en una cantidad del 5 al 20 % en peso, basándose en el peso total del reactivo total, la temperatura de reacción es de 100 a 150 °C y el tiempo de reacción es de 10 a 60 minutos.

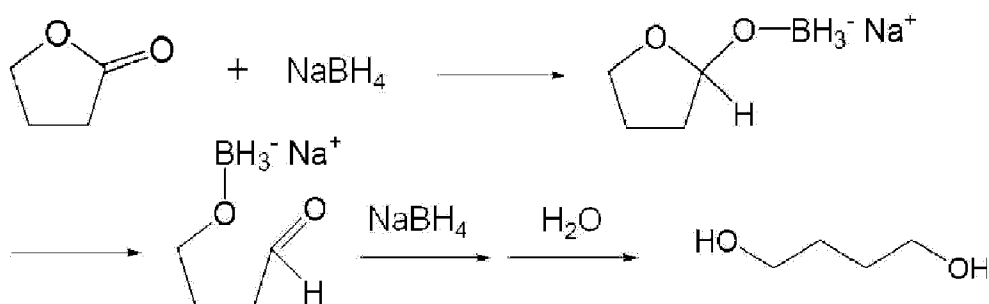
2. El método de purificación de una solución mixta de NMP residual de la reivindicación 1, en donde el SBH se disuelve en NaOH con una concentración del 10 % (p/v) y se añade.

3. El método de purificación de una solución mixta de NMP residual de la reivindicación 1, en donde la 5-hidroxi-N-metil-2-pirrolidona se forma mediante el siguiente Esquema de reacción 1 y el 1,4-butanodiol se forma mediante el siguiente Esquema de reacción 2:

[Esquema de Reacción 1]



[Esquema de Reacción 2]



4. El método de purificación de una solución mixta de NMP residual de la reivindicación 1, en donde la solución mixta de NMP residual se deriva de una solución residual usada en el proceso de fabricación de baterías secundarias.

Fig 1.

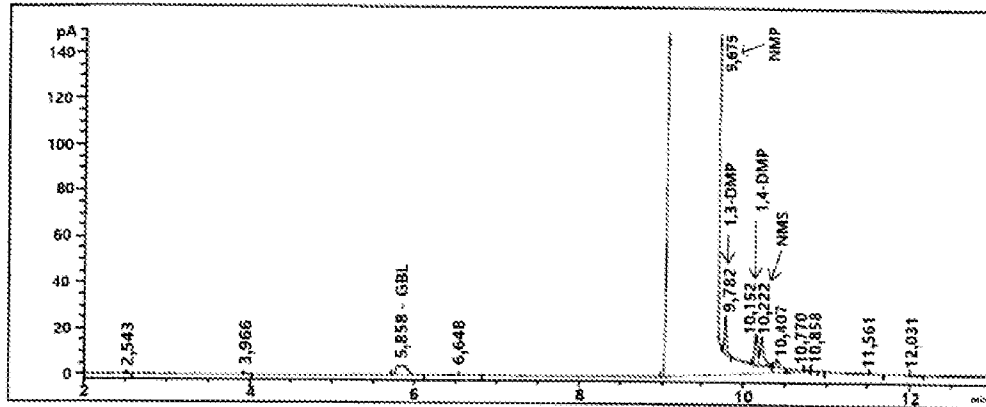


Fig 2.

