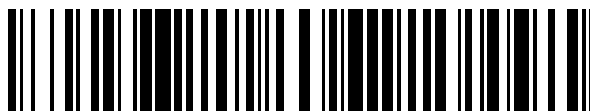


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 663 568**

51 Int. Cl.:

C07C 69/06 (2006.01)

C07C 68/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.10.2010 PCT/IB2010/002776**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.05.2011 WO11055204**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.10.2010 E 10790588 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2018 EP 2496547**

54 Título: **Procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza**

30 Prioridad:

04.11.2009 IT MI20091927

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

13.04.2018

73 Titular/es:

**VERSALIS S.P.A. (100.0%)
Piazza Boldrini, 1
20097 San Donato Milanese (MI), IT**

72 Inventor/es:

**GHIRARDINI, MAURIZIO;
DE NARDO, LAURA y
NOVELLO, ELENA**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 663 568 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

Procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de un carbonato de dimetilo de alta pureza.

5 Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de un carbonato de dimetilo de alta pureza, que comprende someter carbonato de dimetilo a un ciclo de enfriamiento y calentamiento, operando en condiciones de temperatura particulares y a velocidades de enfriamiento y calentamiento particulares.

Dicho carbonato de dimetilo es particularmente útil como disolvente orgánico en la industria electrónica, más específicamente, como disolvente orgánico para la producción del electrolito de baterías de litio.

10 La presente descripción se refiere también al uso de carbonato de dimetilo obtenido a partir del procedimiento mencionado anteriormente como disolvente orgánico en la industria electrónica, más específicamente como disolvente orgánico para la producción del electrolito de baterías de litio.

Se sabe que los carbonatos de dialquilo son compuestos intermedios importantes para la síntesis de productos químicos finos, productos farmacéuticos y materiales plásticos, y son útiles como lubricantes sintéticos, disolventes, plastificantes, monómeros para vidrios orgánicos y diversos polímeros, entre los cuales, policarbonatos.

15 En particular, gracias a su baja toxicidad y a su baja reactividad, el carbonato de dimetilo (DMC) puede usarse como fluido con un bajo impacto medioambiental en numerosas aplicaciones que requieren la presencia de un disolvente, por ejemplo, como sustituyente de disolventes que contienen flúor, usados en la industria electrónica.

Se sabe que la aplicación en electrónica, en particular como disolvente para la producción del electrolito de baterías de litio, requiere el uso de carbonato de dimetilo de alta pureza, es decir, más alta que 99,99%.

20 A este respecto, se conocen procedimientos en la técnica para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza.

25 La solicitud de patente china 1.944.392, por ejemplo, describe un procedimiento para la purificación de carbonato de dimetilo de alta pureza que comprende: enfriar un carbonato de dimetilo de calidad comercial hasta una temperatura de 4°C (es decir, la temperatura que corresponde al punto de fusión del carbonato de dimetilo) a fin de obtener un sólido cristalino; detener el enfriamiento cuando el sólido cristalino ha alcanzado una cantidad predeterminada, obteniendo una mezcla sólida/líquida; eliminar el líquido presente en dicha mezcla sólida/líquida obteniendo un sólido cristalino; calentar dicho sólido cristalino, obteniendo un producto líquido, es decir, un carbonato de dimetilo que tiene un grado de pureza más alto que 99,99%. Se dice que el carbonato de dimetilo obtenido con el procedimiento anterior es útil como disolvente para la producción del electrolito de baterías de litio.

30 La solicitud de patente coreana KR 713141 describe un procedimiento para obtener un carbonato de dimetilo de alta pureza que comprende las siguientes etapas: enfriar un material de partida que comprende al menos 85% en peso de un carbonato de dimetilo obtenido por la transesterificación de carbonato de alquileo con metanol, pasando de la temperatura ambiente a una temperatura que varía de -5°C a -25°C, a una velocidad de enfriamiento que varía de 0,05°C/min a 0,7°C/min, para obtener cristalización en ausencia de disolvente; calentar los cristales obtenidos de dicha cristalización hasta una temperatura que varía de 10°C a 20°C, a una velocidad de calentamiento que varía de 0,1°C/min a 0,5°C/min, para fundir parcialmente dichos cristales y, al mismo tiempo, para retirar las impurezas contenidas en dichos cristales, obteniendo un carbonato de dimetilo que tiene un grado de pureza más alto que al menos 99%.

40 Los procedimientos anteriores, sin embargo, no hacen referencia a la cantidad de cloro presente en el carbonato de dimetilo obtenido.

El Solicitante ha considerado el problema de encontrar un procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo que tenga, además de una alta pureza, es decir, que tenga un grado de pureza más alto que 99,99%, un contenido de cloro más bajo que o igual a 1 ppm.

45 El Solicitante ha encontrado ahora que sometiendo carbonato de dimetilo a un ciclo de enfriamiento y calentamiento, operando en condiciones de temperatura particulares y a velocidades de enfriamiento y calentamiento particulares, puede obtenerse un carbonato de dimetilo que tiene no sólo un grado de pureza más alto que 99,99% (es decir, con una alta pureza), sino también un contenido de cloro más bajo que o igual a 1 ppm. El alto grado de pureza y el extremadamente bajo contenido de cloro (es decir, más bajo que o igual a 1 ppm) hacen a dicho carbonato de dimetilo particularmente adecuado como disolvente orgánico en la industria electrónica, más específicamente, como disolvente orgánico para la producción del electrolito de baterías de litio.

50 La presente invención se define únicamente mediante las reivindicaciones adjuntas. Se describe un procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza que comprende:

- someter al menos un carbonato de dimetilo de calidad comercial, que tiene un contenido de cloro más alto que 1

ppm, que varía preferiblemente de 10 ppm a 100 ppm, a enfriamiento, operando a una temperatura de enfriamiento que varía de +6°C a -5°C, que varía preferiblemente de +5°C a -3°C, y a una velocidad de enfriamiento que varía de 0,5°C/hora a 2°C/hora, que varía preferiblemente de 0,8°C/hora a 1,5°C/hora, para obtener carbonato de dimetilo en forma sólida;

5 - someter dicho carbonato de dimetilo en forma sólida a un primer calentamiento, operando a una temperatura de calentamiento que varía de -5°C a +6°C, que varía preferiblemente de -3°C a +5°C, y a una velocidad de calentamiento que varía de 1°C/hora a 5°C/hora, que varía preferiblemente de 1,5°C/hora a 4°C/hora, para obtener una mezcla que comprende carbonato de dimetilo en forma sólida y una cantidad predeterminada de carbonato de dimetilo en forma líquida;

10 - separar dicho carbonato de dimetilo en forma líquida de dicha mezcla a fin de obtener carbonato de dimetilo en forma sólida;

- someter dicho carbonato de dimetilo en forma sólida a un segundo calentamiento, operando a una temperatura de calentamiento que varía de 20°C a 40°C, que varía preferiblemente de 25°C a 35°C, para obtener carbonato de dimetilo en forma líquida, teniendo dicho carbonato de dimetilo en forma líquida un grado de pureza más alto que 99,99% y un contenido de cloro más bajo que o igual a 1 ppm.

15

Para el fin de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, las definiciones de los intervalos numéricos siempre incluyen los extremos, a menos que se especifique lo contrario.

Para el fin de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "calidad comercial" se refiere a un carbonato de dimetilo que tiene un grado de pureza que varía de 98% a 99,95%.

20 Para el fin de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "temperatura de enfriamiento" se refiere a la temperatura del fluido de enfriamiento usado para el fin del procedimiento de la presente invención.

Para el fin de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "temperatura de calentamiento" se refiere a la temperatura del fluido de enfriamiento usado para el fin del procedimiento de la presente invención.

25 Según una realización preferida de la presente invención, dicho enfriamiento puede llevarse a cabo durante un tiempo que varía de 1 hora a 20 horas, que varía preferiblemente de 5 horas a 15 horas.

Según una realización preferida de la presente invención, dicho primer calentamiento puede llevarse a cabo durante un tiempo que varía de 2 horas a 10 horas, que varía preferiblemente de 3 horas a 8 horas.

30 Según una realización preferida de la presente invención, dicho primer calentamiento puede empezar cuando el carbonato de dimetilo de calidad comercial sometido a dicho enfriamiento ha alcanzado una temperatura más alta que o igual a -2°C, que varía preferiblemente de -1,8°C a -1°C.

Según la presente invención, dicho carbonato de dimetilo en forma líquida está en la mezcla obtenida después de dicho primer calentamiento, en una cantidad que varía de 15% en peso a 30% en peso, que varía preferiblemente de 18% en peso a 25% en peso, con respecto al peso total del carbonato de dimetilo de calidad comercial de partida.

35 Debe apuntarse que el cloro contenido en el carbonato de dimetilo de calidad comercial de partida permanece prevalentemente en el carbonato de dimetilo en forma líquida presente en la mezcla obtenida después de dicho primer calentamiento.

Según una realización preferida de la presente invención, el carbonato de dimetilo en forma líquida presente en la mezcla obtenida después de dicho primer calentamiento, es un carbonato de dimetilo que tiene un contenido de cloro más alto que o igual a 4 ppm, que varía preferiblemente de 40 ppm a 500 ppm.

40 La separación del carbonato de dimetilo en forma líquida del carbonato de dimetilo en forma sólida, ambos presentes en la mezcla obtenida después de dicho primer calentamiento, se lleva a cabo descargando dicho carbonato de dimetilo en forma líquida del equipo usado para el procedimiento mencionado anteriormente.

El procedimiento anterior puede llevarse a cabo en equipos conocidos en la técnica, tales como, por ejemplo, intercambiadores de calor, en particular en intercambiadores de calor equipados con tubos de aletas.

45 El carbonato de dimetilo obtenido según el procedimiento descrito anteriormente se usa como disolvente orgánico en la industria electrónica, en particular como disolvente orgánico para la producción del electrolito de baterías de litio.

Se proporcionan a continuación algunos ejemplos ilustrativos y no limitantes para un mejor entendimiento de la presente invención y para su realización.

Ejemplos

50 Ejemplo 1

ES 2 663 568 T3

Se alimentaron 4.450 kg de carbonato de dimetilo de calidad comercial, que tenía un grado de pureza de 99,9% y un contenido de cloro de 15 ppm, desde el lado de la carcasa, a un intercambiador de calor equipado con tubos de aletas. El lado del tubo, por otra parte, está conectado a un sistema de enfriamiento capaz de controlar la temperatura del fluido de enfriamiento que está dentro de los tubos de aletas.

- 5 Durante la alimentación, el líquido de enfriamiento se mantuvo a 22°C. Al final de la alimentación, después de 30 minutos, el fluido de enfriamiento se enfrió hasta una temperatura de 4,5°C en 20 minutos, y el carbonato de dimetilo se dejó a esta temperatura durante 30 minutos.

- 10 Posteriormente el fluido de enfriamiento se enfrió adicionalmente hasta una temperatura de -2,5°C, en 7 horas, operando a una velocidad de enfriamiento de 1°C/h, y el carbonato de dimetilo se deja a esta temperatura durante 3 horas. Al final, el carbonato de dimetilo alcanza una temperatura de -1,5°C y está en la forma de un sólido.

- 15 Posteriormente, el fluido de enfriamiento se calentó hasta una temperatura de 4,5°C, en 2 h, operando a una velocidad de calentamiento de 3,5°C/h, y el carbonato de dimetilo se dejó a esta temperatura durante 5 horas, obteniendo una mezcla que comprendía carbonato de dimetilo líquido (22,4% en peso con respecto al peso total del carbonato de dimetilo de partida) y carbonato de dimetilo sólido. El carbonato de dimetilo líquido, que tenía un contenido de cloro de 70 ppm, se descargó del intercambiador de calor.

Después el fluido de enfriamiento se calentó hasta una temperatura de 30°C, en 40 minutos, y el carbonato de dimetilo se deja a esta temperatura durante 4 h, obteniendo carbonato de dimetilo líquido. El carbonato de dimetilo líquido obtenido, que tenía un grado de pureza de 99,99% y un contenido de cloro menor que 1 ppm, se descargó del intercambiador de calor.

- 20 El grado de pureza se determinó por medio de análisis cromatográfico de gases, mientras que el contenido de cloro se determinó según el estándar ASTM D4929-07 (Método B).

La Figura 1 muestra la tendencia de la temperatura del fluido de enfriamiento y de la temperatura del carbonato de dimetilo durante el procedimiento descrito anteriormente: la ordenada indica la temperatura en °C y la abscisa el tiempo en horas.

25

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza, que comprende:
 - 5 - someter un carbonato de dimetilo de calidad comercial, que tiene un contenido de cloro más alto que 1 ppm, a enfriamiento, operando a una temperatura de enfriamiento que varía de +6°C a -5°C y a una velocidad de enfriamiento que varía de 0,5°C/hora a 2°C/hora, para obtener carbonato de dimetilo en forma sólida, haciendo referencia el término "temperatura de enfriamiento" a la temperatura de un fluido de enfriamiento;
 - 10 - someter dicho carbonato de dimetilo en forma sólida a un primer calentamiento, operando a una temperatura de calentamiento que varía de -5°C a +6°C y a una velocidad de calentamiento que varía de 1°C/hora a 5°C/hora, para obtener una mezcla que comprende carbonato de dimetilo en forma sólida y una cantidad predeterminada de carbonato de dimetilo en forma líquida, haciendo referencia el término "temperatura de calentamiento" a la temperatura de dicho fluido de enfriamiento;
 - separar dicho carbonato de dimetilo en forma líquida de dicha mezcla para obtener carbonato de dimetilo en forma sólida;
 - 15 - someter dicho carbonato de dimetilo en forma sólida a un segundo calentamiento, operando a una temperatura de calentamiento que varía de 20°C a 40°C, para obtener carbonato de dimetilo en forma líquida, teniendo dicho carbonato de dimetilo en forma líquida un grado de pureza más alto que 99,99% y un contenido de cloro más bajo que o igual a 1 ppm, haciendo referencia el término "temperatura de calentamiento" a la temperatura de dicho fluido de enfriamiento;
- 20 en donde dicho carbonato de dimetilo en forma líquida está presente en la mezcla obtenida después de dicho primer calentamiento en una cantidad que varía de 15% en peso a 30% en peso con respecto al peso total del carbonato de dimetilo de calidad comercial de partida;
- y en donde el término "calidad comercial" se refiere a un carbonato de dimetilo que tiene un grado de pureza que varía de 98% a 99,95%.
- 25 2. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según la reivindicación 1, en donde dicho carbonato de dimetilo de calidad comercial tiene un contenido de cloro que varía de 10 ppm a 100 ppm.
3. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho enfriamiento se lleva a cabo operando a una temperatura de enfriamiento que varía de +5°C a -3°C.
- 30 4. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho enfriamiento se lleva a cabo operando a una velocidad de enfriamiento que varía de 0,8°C/hora a 1,5°C/hora.
5. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho primer calentamiento se lleva a cabo operando a una temperatura de calentamiento que varía de -3°C a +5°C.
- 35 6. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho primer calentamiento se lleva a cabo operando a una velocidad de calentamiento que varía de 1,5°C/hora a 4°C/hora.
7. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho segundo calentamiento se lleva a cabo operando a una temperatura de calentamiento que varía de 25°C a 35°C.
- 40 8. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho enfriamiento se lleva a cabo operando durante un tiempo que varía de 1 hora a 20 horas.
9. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según la reivindicación 8, en donde dicho enfriamiento se lleva a cabo operando durante un tiempo que varía de 5 horas a 15 horas.
- 45 10. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho primer calentamiento se lleva a cabo operando durante un tiempo que varía de 2 horas a 10 horas.
- 50 11. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según la reivindicación 10, en donde dicho primer calentamiento se lleva a cabo operando durante un tiempo que varía de 3 horas a 8 horas.

12. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho primer calentamiento empieza cuando el carbonato de dimetilo de calidad comercial sometido a dicho enfriamiento ha alcanzado una temperatura más alta que o igual a -2°C .
- 5 13. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según la reivindicación 12, en donde dicho primer calentamiento empieza cuando el carbonato de dimetilo de calidad comercial sometido a dicho enfriamiento ha alcanzado una temperatura que varía de $-1,8^{\circ}\text{C}$ a -1°C .
- 10 14. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho carbonato de dimetilo en forma líquida está presente en la mezcla obtenida después de dicho primer calentamiento en una cantidad que varía de 18% en peso a 25% en peso con respecto al peso total del carbonato de dimetilo de calidad comercial de partida.
- 15 15. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho carbonato de dimetilo en forma líquida presente en la mezcla obtenida después de dicho primer calentamiento es un carbonato de dimetilo que tiene un contenido de cloro más alto que o igual a 4 ppm.
- 15 16. El procedimiento para la producción de carbonato de dimetilo de alta pureza según la reivindicación 15, en donde dicho carbonato de dimetilo en forma líquida presente en la mezcla obtenida después de dicho primer calentamiento es un carbonato de dimetilo que tiene un contenido de cloro que varía de 40 ppm a 500 ppm.

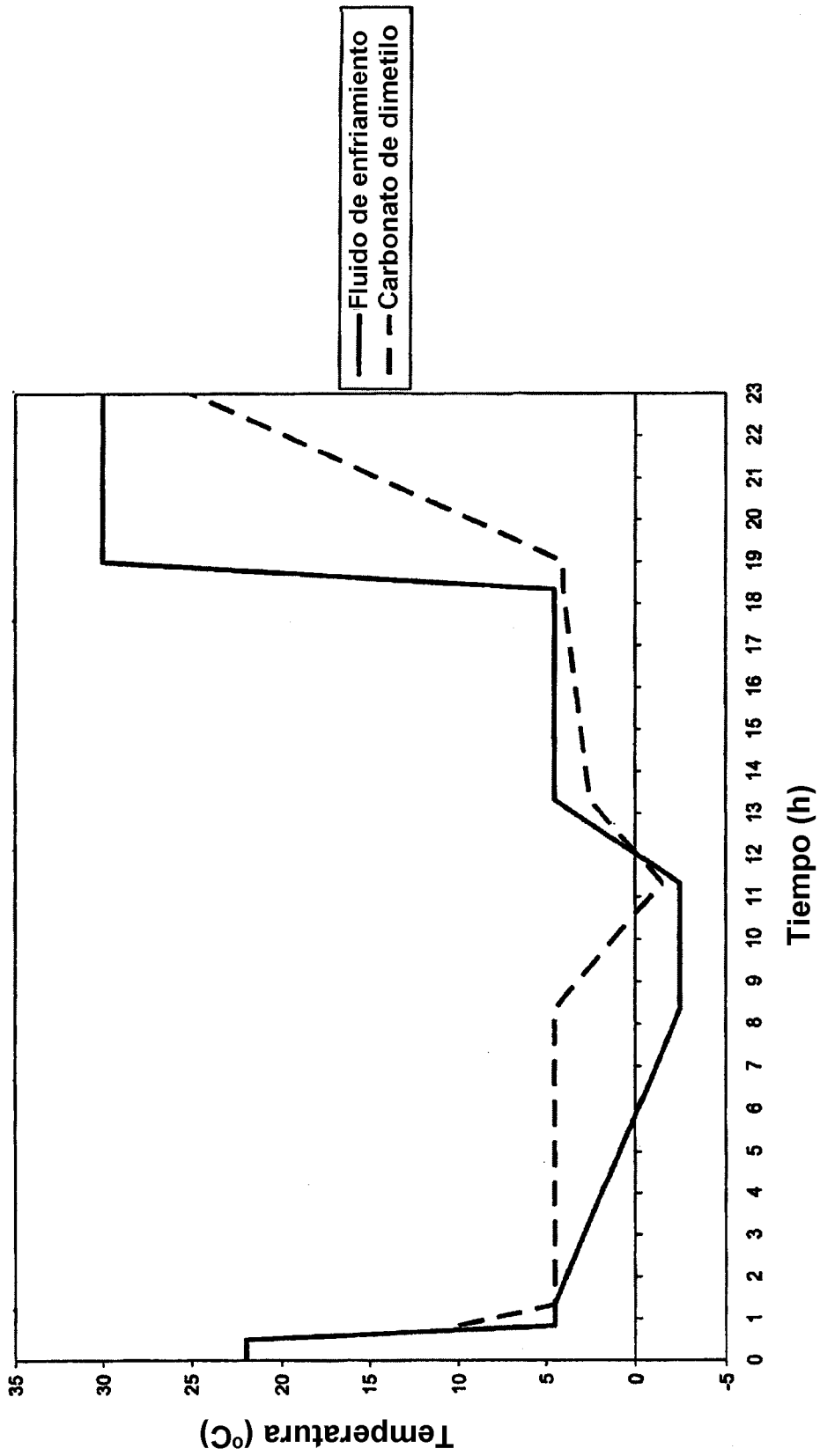


Fig. 1