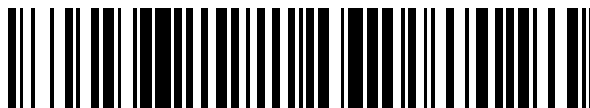


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 702 429**

21 Número de solicitud: 201830842

51 Int. Cl.:

C07C 29/84 (2006.01)

C07C 31/04 (2006.01)

C07C 68/08 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

24.08.2018

30 Prioridad:

28.08.2017 CN 201710749187

28.08.2017 CN 201710749211

28.08.2017 CN 201710749443

28.08.2017 CN 201710749452

28.08.2017 CN 201710749458

43 Fecha de publicación de la solicitud:

28.02.2019

71 Solicitantes:

**CHINA PETROLEUM & CHEMICAL
CORPORATION (50.0%)**

**No.22 Chaoyangmen North Street, Chaoyang
District**

100728 Beijing CN y

**SHANGHAI RESEARCH INSTITUTE OF
PETROCHEMICAL TECHNOLOGY, SINOPEC
(50.0%)**

72 Inventor/es:

YANG, Weimin;

LI, Jun;

HE, Wenjun;

GE, Junwei;

WANG, Jiahua y

FEI, Taikang

74 Agente/Representante:

MARTÍN BADAJOZ, Irene

54 Título: **Método para separar carbonato de dimetilo de metanol**

57 Resumen:

Método para separar carbonato de dimetilo de metanol.

Se divulga un método para separar carbonato de dimetilo de metanol. El método incluye someter un material de partida que contiene carbonato de dimetilo y metanol a destilación por extracción, en el que se usa un agente de extracción que comprende un compuesto que tiene una fórmula general de $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_3$, siendo n un número entero de 2-8, en la destilación por extracción. El método tiene las ventajas de buen efecto de separación, alta pureza de producto y ser respetuoso con el medio ambiente.

ES 2 702 429 A1

DESCRIPCIÓN

MÉTODO PARA SEPARAR CARBONATO DE DIMETILO DE METANOL

5 REFERENCIA CRUZADA A APLICACIONES RELACIONADAS

La presente solicitud reivindica las prioridades de las solicitudes de patente chinas presentadas el 28 de agosto de 2017,

1. CN201710749187,9, titulada “method for continuously separating mixture of dimethyl carbonate and methanol”;
- 10 2. CN201710749211,9, titulada “method for separating azeotrope of dimethyl carbonate and methanol by continuous extractive distillation”;
3. CN201710749443,4, titulada “method for separating azeotrope of dimethyl carbonate and methanol”;
- 15 4. CN201710749452,3, titulada “method for separating mixture of dimethyl carbonate and methanol by extractive distillation”; y
5. CN201710749458,0, titulada “method for purifying dimethyl carbonate”, que se incorporan en su totalidad al presente documento como referencia.

20 CAMPO DE LA INVENCION

La presente divulgación se refiere a un método para separar carbonato de dimetilo de metanol.

25 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El carbonato de dimetilo (DMC) es un producto intermedio químico respetuoso con el medio ambiente, y se usa ampliamente en metilación, carbonilación, carbonilo-metilación, metoxilación así como en otras reacciones. Por tanto, el carbonato de dimetilo se considera la “nueva piedra angular” de la síntesis orgánica actualmente. El carbonato de dimetilo se produce generalmente mediante el método de transesterificación en la industria. Durante el procedimiento de producción, el carbonato de dimetilo y el metanol forman un azeótropo y difícilmente pueden separarse mediante el método de destilación común.

35 En los últimos años, hay tecnologías de destilación por extracción, destilación por cambios de presión, destilación azeotrópica y separación por membrana que se usan para producir carbonato de dimetilo de alta pureza. En comparación con las tres últimas tecnologías, la

tecnología de destilación por extracción tiene las ventajas de bajo consumo de energía, procedimiento de producción sencillo y amplio surtido de disolventes, y por tanto se ha convertido en una tendencia técnica para separar el azeótropo de carbonato de dimetilo y metanol para la conservación de energía y la reducción del consumo.

5

La solicitud de patente CN103159586A divulga un método de separación continuo de destilación por extracción del azeótropo de carbonato de dimetilo y metanol. A presión normal, se usa etilenglicol como agente de extracción, y la razón de disolventes oscila entre 1 y 3. Puede obtenerse metanol con pureza del 99,56 % y carbonato de dimetilo con pureza del 99,86 %. Sin embargo, hay una sección de separación de fases entre el agente de extracción etilenglicol y una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. Como resultado, la eficacia de separación es baja y el consumo de energía aumenta. La solicitud de patente CN105037162A divulga un método para separar el azeótropo de carbonato de dimetilo y metanol con N,N-dimetilamida, N-formilmorfolina, o una mezcla de los dos con cualquier razón como agente de extracción. La razón del producto en la parte superior de una columna de destilación por extracción con respecto al agente de extracción oscila entre 0,5:1-10:1, y la razón de alimentación (masa) del agente de extracción con respecto a la mezcla oscila entre 1:10-5:1. Se usa N,N-dimetilamida, N-formilmorfolina volátiles, o una mezcla de los dos como agente de extracción, lo que conducirá a contaminación ambiental. La solicitud de patente CN1367772A divulga un método para separar carbonato de dimetilo de metanol en una columna de destilación a través de destilación por extracción, y se retira una corriente secundaria de vapor de la columna de destilación. Se usa fenol como agente de extracción. En el producto, la pureza del metanol es del 97 %, y la pureza del carbonato de dimetilo es del 94 %. Además, puesto que el punto de fusión del fenol es relativamente alto, cristalizará fácilmente a temperatura normal y por tanto conducirá a problemas de bloqueo en los conductos.

SUMARIO DE LA INVENCION

En vista de las condiciones técnicas en la técnica anterior, la presente divulgación tiene como objetivo proporcionar un nuevo método para separar carbonato de dimetilo de metanol, y el método tiene las ventajas de buen efecto de separación, alta pureza de producto y ser respetuoso con el medio ambiente.

La presente divulgación proporciona un método para separar carbonato de dimetilo de metanol. El método comprende someter un material de partida que contiene carbonato de dimetilo y metanol a destilación por extracción, en el que se usa un agente de extracción que comprende un compuesto que tiene una fórmula general de $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_3$, siendo n

un número entero de 2-8 en la destilación por extracción. Preferiblemente, n es un número entero de 2-6.

5 Según algunas realizaciones preferidas del método, el agente de extracción comprende dimetil éter de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol, dimetil éter de tetraetilenglicol, dimetil éter de pentaetilenglicol, dimetil éter de hexaetilenglicol, dimetil éter de heptaetilenglicol, dimetil éter de octaetilenglicol o una mezcla de los mismos.

10 Según algunas realizaciones preferidas del método, la mezcla contenida en el agente de extracción es un dimetil éter de polietilenglicol. Preferiblemente, el dimetil éter de polietilenglicol comprende dimetil éter de trietilenglicol, dimetil éter de tetraetilenglicol, dimetil éter de pentaetilenglicol y dimetil éter de hexaetilenglicol, y tiene un peso molecular relativo promedio de los mismos que oscila entre 240 y 270, preferiblemente entre 250 y 260.

15 Según algunas otras realizaciones preferidas del método, la mezcla contenida en el agente de extracción comprende o consiste en dimetil éter de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol y dimetil éter de tetraetilenglicol.

20 Según algunas realizaciones preferidas del método, el agente de extracción comprende adicionalmente un líquido iónico.

25 Según algunas realizaciones preferidas del método, el agente de extracción está compuesto por uno o más seleccionado de un grupo que consiste en dimetil éter de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol, dimetil éter de tetraetilenglicol y dimetil éter de polietilenglicol, y un líquido iónico.

Según algunas realizaciones preferidas del método, el agente de extracción está compuesto por dimetil éter de dietilenglicol y un líquido iónico.

30 Según algunas realizaciones preferidas del método, el agente de extracción está compuesto por dimetil éter de trietilenglicol y un líquido iónico.

35 Según algunas realizaciones preferidas del método, el agente de extracción está compuesto por dimetil éter de tetraetilenglicol y un líquido iónico.

Según algunas realizaciones preferidas del método, el agente de extracción está compuesto por dimetil éter de polietilenglicol y un líquido iónico.

Según algunas realizaciones preferidas del método, en el agente de extracción, el contenido del líquido iónico oscila entre el 40 % en peso y el 80 % en peso, preferiblemente oscila entre el 50 % en peso y el 80 % en peso, tal como el 50 % en peso, el 60 % en peso, el 70 % en peso, el 80 % en peso.

Según algunas realizaciones preferidas del método, el líquido iónico es al menos uno seleccionado de un grupo que consiste en líquidos iónicos de imidazol y líquidos iónicos de piridina.

Según algunas realizaciones preferidas del método, el líquido iónico tiene un catión, en el que el catión es uno o más seleccionado de un grupo que consiste en catión imidazolio sustituido con 1,3-alquilo $[R_1R_3im]^+$ y catión N-alquilpiridina $[Rpy]^+$, en que el alquilo se selecciona de alquilo lineal C1-C8 o alquilo ramificado C1-C8, preferiblemente se selecciona de metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo, terc-butilo, hexilo y heptilo.

El líquido iónico que puede usarse en el método de la presente divulgación comprende, pero no se limita a, hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ($[hmim][PF_6]$), hexafluorofosfato de 1-butil-3-metilimidazolio ($[bmim][PF_6]$), hexafluorofosfato de N-butilpiridinio ($[bpy][PF_6]$), bis((trifluorometil)sulfonyl)imida de 1-etil-3-metilimidazolio ($[emim][NTf_2]$), bis((trifluorometil)sulfonyl)imida de 1-butil-3-metilimidazolio ($[bmim][NTf_2]$), bis(trifluorometilsulfonyl)imida de 1-butilpiridinio ($[bpy][NTf_2]$), tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio ($[hmim][BF_4]$), tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio ($[bmim][BF_4]$) y tetrafluoroborato de n-butilpiridinio ($[bpy][BF_4]$).

Según algunas realizaciones preferidas del método, el agente de extracción está compuesto por dimetil éter de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol, dimetil éter de tetraetilenglicol, o una mezcla de dimetil éter de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol y dimetil éter de tetraetilenglicol. Preferiblemente, el agente de extracción está compuesto por el 10-40 % en peso de dimetil éter de dietilenglicol, el 20-60 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 10-40 % en peso de dimetil éter de tetraetilenglicol. En algunas realizaciones, el agente de extracción está compuesto por el 30 % en peso de dimetil éter de dietilenglicol, el 60 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 10 % en peso de dimetil éter de tetraetilenglicol.

Según algunas realizaciones preferidas del método, la razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida que contiene carbonato de dimetilo y metanol oscila entre 1 y 12, preferiblemente entre 5 y 9, más preferiblemente entre 6 y 8, tal como 5, 6,

7, 8.

Según algunas realizaciones preferidas del método, la razón molar del agente de extracción con respecto al material de partida que contiene carbonato de dimetilo y metanol oscila entre 0,8 y 3, preferiblemente oscila entre 0,9 y 2,1, tal como 1,1, 1,2, 1,3.

Según algunas realizaciones preferidas del método, en el material de partida que contiene carbonato de dimetilo y metanol, el contenido de carbonato de dimetilo oscila entre el 1 % en peso y el 60 % en peso, preferiblemente oscila entre el 20 % en peso y el 50 % en peso, tal como el 20 % en peso, el 25 % en peso, el 30 % en peso, el 35 % en peso, el 40 % en peso.

Según algunas realizaciones preferidas del método, la destilación por extracción se lleva a cabo en una columna de destilación por extracción. El agente de extracción puede añadirse a la columna de destilación por extracción desde una parte superior de la misma, el material de partida que contiene carbonato de dimetilo y metanol puede añadirse a la columna de destilación por extracción desde una parte inferior de la misma. El producto en la parte superior de la columna de destilación por extracción es metanol, y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción es una mezcla de carbonato de dimetilo y el agente de extracción. La presión de trabajo de la columna de destilación por extracción puede oscilar entre 0,05 Mpa y 0,2 Mpa, preferiblemente entre 0,09 Mpa y 0,12 Mpa; la relación de reflujo puede oscilar entre 0,5 y 5, preferiblemente entre 0,5 y 3; y el número de platos teóricos puede oscilar entre 20 y 50, preferiblemente entre 30 y 50. La temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción puede oscilar entre 160 °C y 250 °C, preferiblemente entre 170 °C y 220 °C, tal como 170 °C, 180 °C, 190 °C, 200 °C, 210 °C, 220 °C. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción puede oscilar entre 50 °C y 80 °C, preferiblemente entre 60 °C y 70 °C.

Según algunas realizaciones preferidas del método, el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se alimenta a una columna de recirculación de disolvente para obtener carbonato de dimetilo en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tras la destilación, y el agente de extracción obtenido en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente se alimenta de nuevo a la columna de destilación por extracción. La presión de trabajo de la columna de recirculación de disolvente puede oscilar entre 1 KPa y 110 KPa, tal como entre 1 KPa y 5 KPa, entre 5 KPa y 20 KPa, entre 5 KPa y 105 KPa, y entre 20 KPa y 105 KPa; la relación de reflujo puede oscilar entre 0,5 y 5, preferiblemente entre 0,5 y 3; y el número de platos teóricos puede oscilar entre 15 y 25. La temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente puede

oscilar entre 120 °C y 250 °C, tal como 120 °C, 130 °C, 140 °C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C, 200 °C, 210 °C, 220 °C, 230 °C, 240 °C o 250 °C. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente puede oscilar entre 20 °C y 100 °C, tal como 20 °C, 30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C, 70 °C, 80 °C o 90 °C.

5

En algunas realizaciones, el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se alimenta a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. Puede obtenerse carbonato de dimetilo en la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tras la etapa ultrarrápida, y el agente de extracción obtenido en la parte inferior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se alimenta de nuevo a la columna de destilación por extracción.

Según la presente divulgación, la columna de destilación por extracción puede ser una columna de platos o una columna de relleno. La columna de platos puede ser una columna de burbujas, una columna de tamices y una columna de válvulas. Preferiblemente, se usa la columna de tamices. El relleno usado en la columna de relleno puede ser relleno al azar y relleno estructurado. Preferiblemente, se usa relleno de anillos Pall o relleno estructurado de malla metálica.

En el método para separar carbonato de dimetilo según la presente divulgación, se usa un agente de extracción específico para la destilación por extracción, por lo que puede mejorarse la volatilidad relativa del carbonato de dimetilo y el metanol, y puede obtenerse carbonato de dimetilo de alta pureza. El método tiene una alta eficacia de separación, un bajo consumo de energía y un buen efecto técnico. Por tanto, el método puede usarse en la producción industrial para separar de manera continua carbonato de dimetilo de metanol. Además, el agente de extracción usado en la presente divulgación tiene las características deseables de economía, baja toxicidad, propiedades estables, baja presión de vapor, buena solubilidad mutua, etc., y por tanto tiene un determinado potencial de aplicación industrial. En el método para separar carbonato de dimetilo proporcionado en el presente documento, se usa un agente de extracción mixto que contiene líquido iónico. A través del efecto sinérgico de un compuesto que tiene una fórmula general de $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_3$ y un líquido iónico, el agente de extracción mixto no sólo conserva las propiedades del líquido iónico de no ser volátil y buena estabilidad térmica, sino que también tiene un buen efecto de separación en el sistema azeotrópico, por lo que puede mejorarse la estabilidad en funcionamiento continuo del dispositivo, y puede disminuirse el umbral de uso de los líquidos iónicos en la industria.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 muestra curvas isotérmicas de equilibrio de gas-líquido de un sistema de tres componentes de dimetil éter de trietilenglicol, carbonato de dimetilo y metanol. Tal como se muestra en la figura 1, la concentración de metanol representa la fracción molar de metanol obtenida tras la normalización de la concentración del metanol y el carbonato de dimetilo además del dimetil éter de trietilenglicol en el sistema de tres componentes de dimetil éter de trietilenglicol, carbonato de dimetilo y metanol. Las razones de disolventes de dimetil éter de trietilenglicol con respecto a la mezcla de carbonato de dimetilo y metanol son respectivamente 0,11, 0,67 y 1 (medido en molaridad).

La figura 2 es un diagrama de un procedimiento de separación de destilación por extracción, en el que T1 indica una columna de destilación por extracción, T2 indica una columna de recirculación de disolvente, 1 indica una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol, 2 indica un agente de extracción, 3 indica metanol y 4 indica carbonato de dimetilo. El agente de extracción se añade a la columna de destilación por extracción desde una parte superior de la misma, y el material de partida que contiene carbonato de dimetilo y metanol se añade a la columna de destilación por extracción desde una parte inferior de la misma. Tras la destilación por extracción, el producto en la parte superior de la columna de destilación por extracción es metanol, y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción es una mezcla de carbonato de dimetilo y el agente de extracción. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombea a una columna de recirculación de disolvente para obtener carbonato de dimetilo de alta pureza en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tras la destilación, y el agente de extracción obtenido en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente se alimenta de nuevo a la columna de destilación por extracción que va a reutilizarse.

La figura 3 es un diagrama de calidad del producto obtenido tras 160 horas continuas de separación de destilación por extracción del azeótropo de carbonato de dimetilo y metanol con un disolvente mixto de dimetil éter de polietilenglicol (PEGDM) y un líquido iónico, hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]), como agente de extracción.

La figura 4 es un diagrama de calidad del producto obtenido tras 200 horas continuas de separación de destilación por extracción del azeótropo de carbonato de dimetilo y metanol con un disolvente mixto de dimetil éter de trietilenglicol (TEGDM) y un líquido iónico, hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]), como agente de extracción.

La figura 5 es un diagrama de calidad del producto obtenido tras 150 horas continuas de separación de destilación por extracción del azeótropo de carbonato de dimetilo y metanol con un disolvente mixto de dimetil éter de trietilenglicol (TEGDM) y un líquido iónico, bis[(trifluorometil)sulfonil]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf2]), como agente de extracción.

La figura 6 es un diagrama de calidad del producto obtenido tras 150 horas continuas de separación de destilación por extracción del azeótropo de carbonato de dimetilo y metanol con un disolvente mixto de dimetil éter de trietilenglicol (TEGDM) y un líquido iónico, tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][BF₄]), como agente de extracción.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LAS REALIZACIONES

La presente divulgación se ilustrará en detalle a continuación en el presente documento con referencia a ejemplos específicos, pero la presente divulgación no se limita a los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1A

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió el agente de extracción dimetil éter de dietilenglicol a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 500 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 35º plato de la misma con un flujo másico de 100 g/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 5. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,6. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 70,1 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,75 % en peso. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y se hizo funcionar a presión normal. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 29,9 kg/h, y pudo obtenerse

carbonato de dimetilo con una pureza del 99,73 % en peso.

Ejemplo 2A

5 Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió el agente de extracción dimetil éter de trietilenglicol a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 500 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 35º plato de la misma con un flujo másico de 100 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 5. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,6. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 70 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,76 % en peso. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y se hizo funcionar a presión normal. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 30 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,83 % en peso.

25 Ejemplo 3A

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió el agente de extracción dimetil éter de trietilenglicol a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 700 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 35º plato de la misma con un flujo másico de 100 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto de la parte superior de la

columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 70 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,8 % en peso. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y se hizo funcionar a presión normal. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 30 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,9 % en peso.

10 Ejemplo 4A

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió el agente de extracción dimetil éter de trietilenglicol a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 800 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 35º plato de la misma con un flujo másico de 100 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 70 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,9 % en peso. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y se hizo funcionar a presión normal. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 30 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,92 % en peso.

Ejemplo 5A

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 50 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió el agente de extracción dimetil éter de trietilenglicol a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico

de 700 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 20 % en peso y metanol con un contenido del 80 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 45° plato de la misma con un flujo másico de 100 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 2. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 80 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,88 % en peso. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 18 platos teóricos y se hizo funcionar a presión normal. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 1,5. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 20 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,9 % en peso.

Ejemplo 6A

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió el agente de extracción dimetil éter de trietilenglicol a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 700 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 50 % en peso y metanol con un contenido del 50 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 35° plato de la misma con un flujo másico de 100 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,4. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 50 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,92 % en peso. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y se hizo funcionar a presión normal. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 2,5. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 50 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,93 % en peso.

Ejemplo 7A

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió el agente de extracción dimetil éter de tetraetilenglicol a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 700 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 31º plato de la misma con un flujo másico de 100 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,4. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 70 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,83 % en peso. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y se hizo funcionar a presión normal. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 30 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,91 % en peso.

Ejemplo 8A

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de dietilenglicol, el 60 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 10 % en peso de dimetil éter de tetraetilenglicol a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 700 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 31º plato de la misma con un flujo másico de 100 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de

reflujo fue de 1,4. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 70 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,85 % en peso. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y se hizo funcionar a presión normal. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 30 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,92 % en peso.

10

Ejemplo 1B

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 33 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular relativo promedio de 250) y el 70 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 5. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,5. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,6 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 200 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 kPa y a una temperatura de 170 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,1 % en peso.

35

Ejemplo 2B

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 33 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular relativo promedio de 250) y el 70 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,4. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,79 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 200 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 kPa y a una temperatura de 170 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,5 % en peso.

25

Ejemplo 3B

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 33 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular relativo promedio de 250) y el 70 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 9 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 9. Se hizo

35

funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,85 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 200 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 KPa y a una temperatura de 170 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,65 % en peso.

Ejemplo 4B

15

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 20 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular relativo promedio de 250) y el 80 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 26^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,85 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 210 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 KPa y a una temperatura de 135 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,67 % en peso.

Ejemplo 5B

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 50 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular relativo promedio de 240) y el 50 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 36^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,68 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 200 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 3 KPa y a una temperatura de 145 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,3 % en peso.

Ejemplo 6B

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 33 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular relativo promedio de 270) y el 70 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 40 % en peso y metanol con un contenido del 60 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La

razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,5. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,6 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,8 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 180 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 KPa y a una temperatura de 130 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,4 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,7 % en peso.

15 Ejemplo 7B

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 50 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular promedio de 250) y el 70 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 6° plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 20 % en peso y metanol con un contenido del 80 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 45° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,5. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,8 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,8 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 220 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 KPa y a una temperatura de 130 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,4 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de

dimetilo con una pureza del 99,2 % en peso.

Ejemplo 8B

5 Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 20 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular relativo promedio de 250) y el 80 % en peso de hexafluorofosfato de 1-butil-3-metilimidazolio ([bmim][PF₆]) a la columna
10 de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 26^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo
15 funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,8 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por
20 extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 210 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 KPa y a una temperatura de 135 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de
25 recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,53 % en peso.

Ejemplo 9B

30 Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 20 % en peso de dimetil éter de polietilenglicol (con un peso molecular relativo promedio de 250) y el 80 % en peso de hexafluorofosfato de N-butilpiridinio ([bpy][PF₆]) a la columna de
35 destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de

destilación por extracción a través del 26° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,80 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 202 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 KPa y a una temperatura de 135 °C. El producto de la parte superior de la columna ultrarrápida de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,62 % en peso.

15

Ejemplo 10B

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. Se llevó a cabo la reacción en el ejemplo 4B de manera continua, y se hizo funcionar el dispositivo durante 160 horas para obtener una calidad de producto tal como se muestra en la figura 3. Tal como se muestra en la figura 3, la concentración de metanol siempre fue mayor del 99,8 %, y la concentración de carbonato de dimetilo osciló en torno al 99,7 %. El dispositivo se hizo funcionar de manera estable.

25

Ejemplo comparativo 1B

En la patente CN104761422A, se usó cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio como agente de extracción para separar una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. El experimento se llevó a cabo en el mismo dispositivo de trabajo y en la misma condición de trabajo que el ejemplo 2B. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 26° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La

relación de reflujo fue de 1,3. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 KPa y a una temperatura de 135 °C. Tras hacerse funcionar el dispositivo durante 1 hora, se produjo el fenómeno de bloqueo en los conductos para los conductos de circulación del líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio, y forzó la terminación del procedimiento de extracción continuo. Esto se debe posiblemente a que el cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio tiene un punto de fusión de 65 °C y tiene una viscosidad relativamente alta.

10 Ejemplo comparativo 2B

Se usó hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF6]) solo como agente de extracción para separar una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. El experimento se llevó a cabo en el mismo dispositivo de trabajo y en la misma condición de trabajo que el ejemplo 4B. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 26º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna ultrarrápida de recirculación de disolvente. La columna ultrarrápida de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 KPa y a una temperatura de 135 °C. Durante el procedimiento de trabajo, se descubrió que la potencia de la bomba de circulación aumentaba; el material de alimentación en la fase líquida fluctuaba; y el líquido iónico tenía una viscosidad relativamente alta. Como resultado, la eficacia de transferencia de masa de gas-líquido en las columnas disminuía. La concentración en masa del metanol fue del 99,5 %, y la concentración en masa del carbonato de dimetilo fue menor del 98,8 %.

Ejemplo 1C

35 Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió agente de extracción que se componía del 30 % en

peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 27° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,6. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,89 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 185 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 18 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8° plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 10 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,3. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,6 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 30 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 150 °C.

25

Ejemplo 2C

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió agente de extracción que se componía del 20 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 80 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 6,5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 30° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 6,5. Se hizo funcionar la columna de destilación por

extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,5. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,93 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 196 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 12 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 5° plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,84 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 20 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 130 °C.

Ejemplo 3C

20

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 50 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 50 % en peso de hexafluorofosfato de 1-butil-3-metilimidazolio ([bmim][PF6]) a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 9 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 36° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 9. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 3. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,7 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64°C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 170 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de

recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 10º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 20 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,4 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 47 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 170 °C.

Ejemplo 4C

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 60 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 40 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF6]) a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 10 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 50 % en peso y metanol con un contenido del 50 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 10. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,8. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,5 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,81 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 160 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 25 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 14º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,05. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,5 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,81 %

en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 20 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 130 °C.

5 Ejemplo 5C

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de dietilenglicol y el 70 % en peso de hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF6]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 5,5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 20^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 5,5. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,5. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,7 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 160 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 15 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8^o plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 10 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,3. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,3 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 30 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 150 °C.

35 Ejemplo 6C

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en

la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 33 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30% en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70% en peso de hexafluorofosfato de N-butilpiridinio ([bpy][PF₆]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30% en peso y metanol con un contenido del 70% en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,2. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,7% en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64°C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 180°C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 10 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 3^{er} plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 10 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,3. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,3% en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 30°C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 150°C.

Ejemplo 7C

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. Se llevó a cabo la reacción en el ejemplo 2C de manera continua, y se hizo funcionar el dispositivo durante 200 horas para obtener una calidad de producto tal como se muestra en la figura 4. Tal como se muestra en la figura 4, la concentración de metanol fue mayor del 99,8%, y la concentración de carbonato de dimetilo osciló en torno al 99,7%. El dispositivo se hizo funcionar de manera estable.

Ejemplo comparativo 1C

En la patente CN104761422A, se usó cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio como agente de extracción para separar una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. El experimento se llevó a cabo en el mismo dispositivo de trabajo y en la misma condición de trabajo que el ejemplo 2C. La columna de destilación por extracción comprendía 38 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 34º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 18 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 0,005 MPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. Tras hacerse funcionar el dispositivo durante 1 hora, se produjo el fenómeno de bloqueo en los conductos para los conductos de circulación del líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio, y forzó la terminación del procedimiento de extracción continuo. Esto se debe posiblemente a que el cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio tiene un punto de fusión de 65 °C y tiene una viscosidad relativamente alta.

25

Ejemplo comparativo 2C

Se usó hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]) como agente de extracción para separar una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. El experimento se llevó a cabo en el mismo dispositivo de trabajo y en la misma condición de trabajo que el ejemplo 4C. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 6,5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 34º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se

llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 12 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 5° plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El dispositivo se hizo funcionar de manera estable durante las primeras 5 horas, y pudieron obtenerse metanol con una concentración en masa del 99,8 % y carbonato de dimetilo con una concentración en masa del 97 %. Sin embargo, durante el procedimiento de funcionamiento posterior, se descubrió que la potencia de la bomba de circulación aumentaba; el material de alimentación en la fase líquida fluctuaba; y el líquido iónico tenía una viscosidad relativamente alta. Como resultado, la eficacia de transferencia de masa de gas-líquido en las columnas disminuía, y la columna de destilación por extracción trabajaba en un estado inestable. La concentración en masa del metanol disminuyó hasta el 99,5 %, y la concentración en masa del carbonato de dimetilo fue menor del 98,8 %.

Ejemplo 1D

20

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70 % en peso de bis[(trifluorometil)sulfonil]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf2]) a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 27° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,4. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,8 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 186 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de

recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 16 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 10 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,53 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 30 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 153 °C.

Ejemplo 2D

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70 % en peso de bis[(trifluorometil)sulfonil]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf2]) a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 27º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,4. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,6 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 185 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 16 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 10 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,1 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de

recirculación de disolvente fue de 30 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 153 °C.

Ejemplo 3D

5

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 30 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70 % en peso de bis[(trifluorometil)sulfonyl]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf2]) a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 10 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 27º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 10. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,23. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,92 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 187 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 16 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 10 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,2. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,68% en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 30 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 155 °C.

35

Ejemplo 4D

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos

(numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 20 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 80 % en peso de bis[(trifluorometil)sulfonil]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf2]) a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 30º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,5. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,84 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 196 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 12 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 5º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,63 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 20 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 130 °C.

Ejemplo 5D

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70 % en peso de bis[(trifluorometil)sulfonil]imida de 1-butil-3-metilimidazolio ([bmim][NTf2]) a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 40 % en peso y metanol con un contenido del 60 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 36º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción

con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 3. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,6 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,88 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 170 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 10º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 20 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,4 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,82 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 47 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 170 °C.

20 Ejemplo 6D

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 40 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 60 % en peso de bis[[trifluorometil]sulfonil]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf2]) a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 50 % en peso y metanol con un contenido del 50 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 2. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,5 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,8 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 160 °C. El producto en la parte

inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 25 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 14º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,05. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,5 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,8 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 20 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 130 °C.

Ejemplo 7D

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de dietilenglicol y el 70 % en peso de bis[(trifluorometil)sulfonil]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf2]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 20º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,5. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,74 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 160 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 15 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 10 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,3. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de

disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,4 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 30 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 150 °C.

5

Ejemplo 8D

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 40 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70 % en peso de bis(trifluorometilsulfonil)imida de 1-butilpiridinio ([bpy][NTf₂]) a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 8 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 36° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 8. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudo obtenerse metanol con una pureza del 99,78 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 180 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 10 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 3^{er} plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 10 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,3. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudo obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,56 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 30 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 150 °C.

35

Ejemplo 9D

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. Se llevó a cabo la reacción en el ejemplo 2D de manera continua, y se hizo funcionar el dispositivo durante 150 horas para obtener una calidad de producto tal como se muestra en la figura 5. Tal como se muestra en la figura 5, la concentración de metanol siempre fue mayor del 99,8 %, y la concentración de carbonato de dimetilo osciló en torno al 99,6 %. El dispositivo se hizo funcionar de manera estable.

Ejemplo comparativo 1D

En la patente CN104761422A, se usó cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio como agente de extracción para separar una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. El experimento se llevó a cabo en el mismo dispositivo de trabajo y en la misma condición de trabajo que el ejemplo 2D. La columna de destilación por extracción comprendía 38 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 34º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 18 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 0,005 MPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. Tras hacerse funcionar el dispositivo durante 1 hora, se produjo el fenómeno de bloqueo en los conductos para los conductos de circulación del líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio, y forzó la terminación del procedimiento de extracción continuo. Esto se debe posiblemente a que el cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio tiene un punto de fusión de 65°C y tiene una viscosidad relativamente alta.

Ejemplo comparativo 2D

Se usó bis[(trifluorometil)sulfonyl]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf2]) como agente de extracción para separar una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. El experimento

se llevó a cabo en el mismo dispositivo de trabajo y en la misma condición de trabajo que el ejemplo 2D. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió bis[(trifluorometil)sulfonil]imida de 1-etil-3-metilimidazolio a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 6,5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 34º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 12 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 5º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 5 KPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El dispositivo se hizo funcionar de manera estable durante las primeras 5 horas, y pudieron obtenerse metanol con una concentración en masa del 99,8 % y carbonato de dimetilo con una concentración en masa del 97 %. Sin embargo, durante el procedimiento de funcionamiento posterior, se descubrió que la potencia de la bomba de circulación aumentaba; el material de alimentación en la fase líquida fluctuaba; y el líquido iónico tenía una viscosidad relativamente alta. Como resultado, la eficacia de transferencia de masa de gas-líquido en las columnas disminuía, y la columna de destilación por extracción trabajaba en un estado inestable. La concentración en masa del metanol disminuyó hasta el 99,5 %, y la concentración en masa del carbonato de dimetilo fue menor del 98,8 %.

Ejemplo 1E

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 33 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70 % en peso de tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][BF₄]) a la columna de destilación por extracción a través del 3º plato de la misma con un flujo másico de 7,5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción

con respecto al material de partida fue de 7,5. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,2. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y
5 pudieron obtenerse metanol con una pureza del 99,81 % en peso y carbonato de dimetilo con una pureza del 0,19 %. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 184 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de
10 recirculación de disolvente comprendía 18 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8° plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 bar. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,3. El producto de la parte superior de la columna
15 de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudieron obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,6 % en peso y metanol con una pureza del 0,4 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 88 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 240 °C.

20

Ejemplo 2E

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 38 platos teóricos
25 (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 20 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 80 % en peso de tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][BF₄]) a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con
30 un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 34° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto de la
35 parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudieron obtenerse metanol con una pureza del 99,9 % en peso y carbonato de dimetilo con una pureza del 0,12 %. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por

extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 194 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 18 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8° plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 0,05 bar. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudieron obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,77 % en peso y metanol con una pureza del 0,23 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 20 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 130 °C.

15 Ejemplo 3E

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 42 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 50 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 50 % en peso de tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio ([bmim][BF₄]) a la columna de destilación por extracción a través del 4° plato de la misma con un flujo másico de 7,5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 37° plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7,5. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,2. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudieron obtenerse metanol con una pureza del 99,8 % en peso y carbonato de dimetilo con una pureza del 0,2 %. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 170 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 20 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 10° plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 0,8 bar.

Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudieron obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,53 % en peso y metanol con una pureza del 0,47 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 70 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 190 °C.

Ejemplo 4E

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 35 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 60 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 40 % en peso de tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][BF₄]) a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 10 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 50 % en peso y metanol con un contenido del 50 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 10. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,8. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,5 kg/h, y pudieron obtenerse metanol con una pureza del 99,83 % en peso y carbonato de dimetilo con una pureza del 0,17 %. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 160 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 25 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 14º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 0,1 bar. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,05. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,5 kg/h, y pudieron obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,83 % en peso y metanol con una pureza del 0,17 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 88 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de

disolvente fue de 200 °C.

Ejemplo 5E

5 Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 33 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de dietilenglicol y el 70 % en peso de tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][BF₄]) a la columna de destilación por extracción a través del
10 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 7,5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7,5. Se hizo funcionar la columna de destilación por
15 extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,2. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudieron obtenerse metanol con una pureza del 99,65 % en peso y carbonato de dimetilo con una pureza del 0,35 %. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por
20 extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción fue de 160 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 10 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 3^{er} plato de la
25 misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 bar. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,3. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudieron obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,18 % en peso y metanol con una pureza del
30 0,82 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente fue de 88 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 197 °C.

Ejemplo 6E

35

Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. La columna de destilación por extracción comprendía 33 platos teóricos

(numerados de arriba abajo). Se añadió un agente de extracción que se componía del 30 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 70 % en peso de tetrafluoroborato de n-butilpiridinio ([bpy][BF₄]) a la columna de destilación por extracción a través del 3^{er} plato de la misma con un flujo másico de 7,5 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una
5 mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 29^o plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. La razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida fue de 7,5. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de
10 la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,2. El producto de la parte superior de la columna de destilación por extracción tuvo un flujo másico de 0,7 kg/h, y pudieron obtenerse metanol con una pureza del 99,76 % en peso y carbonato de dimetilo con una pureza del 0,3 %. La temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción fue de 64 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por
15 extracción fue de 180 °C. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 10 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 3^{er} plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 1 bar.
20 Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,3. El producto de la parte superior de la columna de recirculación de disolvente tuvo un flujo másico de 0,3 kg/h, y pudieron obtenerse carbonato de dimetilo con una pureza del 99,44 % en peso y metanol con una pureza del 0,56 % en peso. La temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de
25 disolvente fue de 88 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente fue de 232 °C.

Ejemplo 7E

30 Se usó un procedimiento de separación de destilación por extracción tal como se muestra en la figura 2. Se llevó a cabo la reacción en el ejemplo 2E de manera continua, y se hizo funcionar el dispositivo durante 150 horas para obtener una calidad de producto tal como se muestra en la figura 6. Tal como se muestra en la figura 6, la concentración de metanol siempre fue mayor del 99,8 %, y la concentración de carbonato de dimetilo osciló en torno al
35 99,6 %. El dispositivo se hizo funcionar de manera estable.

Ejemplo comparativo 1E

En la patente CN104761422A, se usó cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio como agente de extracción para separar una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. El experimento se llevó a cabo en el mismo dispositivo de trabajo y en la misma condición de trabajo que el ejemplo 2E. La columna de destilación por extracción comprendía 38 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 34º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 18 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8º plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 0,005 MPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. Tras hacerse funcionar el dispositivo durante 1 hora, se produjo el fenómeno de bloqueo en los conductos para los conductos de circulación del líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio, y forzó la terminación del procedimiento de extracción continuo. Esto se debe posiblemente a que el cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio tiene un punto de fusión de 65 °C y tiene una viscosidad relativamente alta.

25

Ejemplo comparativo 2E

Se usó tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][BF₄]) como agente de extracción para separar una mezcla de carbonato de dimetilo y metanol. El experimento se llevó a cabo en el mismo dispositivo de trabajo y en la misma condición de trabajo que el ejemplo 2E. La columna de destilación por extracción comprendía 38 platos teóricos (numerados de arriba abajo). Se añadió tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio a la columna de destilación por extracción a través del 4º plato de la misma con un flujo másico de 7 kg/h, y se añadió un material de partida (es decir, una mezcla de carbonato de dimetilo con un contenido del 30 % en peso y metanol con un contenido del 70 % en peso) a la columna de destilación por extracción a través del 34º plato de la misma con un flujo másico de 1 kg/h. Se hizo funcionar la columna de destilación por extracción a presión normal, y se

llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de destilación por extracción. La relación de reflujo fue de 1,3. El producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a una columna de recirculación de disolvente. La columna de recirculación de disolvente comprendía 18 platos teóricos y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se bombeó a su interior a través del 8° plato de la misma. La columna de recirculación de disolvente se hizo funcionar a una presión de 0,005 MPa. Se llevó a cabo condensación completa en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente. La relación de reflujo fue de 0,1. El dispositivo se hizo funcionar de manera estable durante las primeras 5 horas, y pudieron obtenerse metanol con una concentración en masa del 99,8 % y carbonato de dimetilo con una concentración en masa del 97 %. Sin embargo, durante el procedimiento de funcionamiento posterior, se descubrió que la potencia de la bomba de circulación aumentaba; el material de alimentación en la fase líquida fluctuaba; y el líquido iónico tenía una viscosidad relativamente alta. Como resultado, la eficacia de transferencia de masa de gas-líquido en las columnas disminuía, y la columna de destilación por extracción trabajaba en un estado inestable. La concentración en masa del metanol disminuyó hasta el 99,5 %, y la concentración en masa del carbonato de dimetilo fue menor del 98,8 %.

La presente divulgación se ilustra en detalle en combinación con realizaciones preferidas anteriormente en el presente documento, pero puede entenderse que las realizaciones divulgadas en el presente documento pueden mejorarse o sustituirse sin apartarse del alcance de protección de la presente divulgación. En particular, siempre que no haya conflictos estructurales, las características técnicas divulgadas en todas y cada una de las realizaciones de la presente divulgación pueden combinarse entre sí de cualquier modo, y las características combinadas formadas de ese modo están dentro del alcance de protección de la presente divulgación. La presente divulgación no describe las combinaciones de estas características de manera exhaustiva por motivos de concisión. La presente divulgación no está limitada por las realizaciones específicas divulgadas en el presente documento, sino que incluye todas las soluciones técnicas que se encuentran dentro del alcance de protección de las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Método para separar carbonato de dimetilo de metanol, que comprende:
someter un material de partida que contiene carbonato de dimetilo y metanol a destilación por
5 extracción, en el que se usa un agente de extracción que comprende al menos un compuesto
que tiene una fórmula general de $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_3$, siendo n un número entero de 2-8,
en la destilación por extracción.
2. Método según la reivindicación 1, en el que el agente de extracción comprende dimetil éter
10 de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol, dimetil éter de tetraetilenglicol, dimetil éter de
pentaetilenglicol, dimetil éter de hexaetilenglicol, dimetil éter de heptaetilenglicol, dimetil éter
de octaetilenglicol o una mezcla de los mismos.
3. Método según la reivindicación 1 ó 2, en el que el agente de extracción está compuesto por
15 dimetil éter de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol, dimetil éter de tetraetilenglicol, o una
mezcla de dimetil éter de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol y dimetil éter de
tetraetilenglicol, y preferiblemente, la mezcla está compuesta por el 10-40 % en peso de
dimetil éter de dietilenglicol, el 20-60 % en peso de dimetil éter de trietilenglicol y el 10-40 %
en peso de dimetil éter de tetraetilenglicol.
- 20
4. Método según la reivindicación 2, en el que la mezcla es un dimetil éter de polietilenglicol,
preferiblemente el dimetil éter de polietilenglicol comprende dimetil éter de trietilenglicol,
dimetil éter de tetraetilenglicol, dimetil éter de pentaetilenglicol y dimetil éter de
hexaetilenglicol, y un peso molecular relativo promedio de los mismos oscila entre 240 y 270,
25 preferiblemente entre 250 y 260.
5. Método según la reivindicación 1, 2 ó 4, en el que el agente de extracción comprende
adicionalmente un líquido iónico, siendo preferiblemente el líquido iónico al menos uno
seleccionado de líquido iónico de imidazol y líquido iónico de piridina.
- 30
6. Método según la reivindicación 5, en el que el anión del líquido iónico comprende uno o
más seleccionado de un grupo que consiste en hexafluorofosfatos, tetrafluoroboratos y
bistrifluorometanosulfonimidias; y/o, el catión del líquido iónico comprende uno o más
seleccionado de un grupo que consiste en catión imidazolio sustituido con 1,3-alquilo
35 $[\text{R}_1\text{R}_3\text{im}]^+$ y catión N-alquilpiridina $[\text{Rpy}]^+$, en que el alquilo se selecciona de alquilo lineal
C1-C8 o alquilo ramificado C1-C8, preferiblemente se selecciona de metilo, etilo, propilo,
isopropilo, n-butilo, sec-butilo, terc-butilo, hexilo y heptilo.

7. Método según la reivindicación 5 ó 6, en el que el líquido iónico comprende uno o más seleccionado de un grupo que consiste en hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][PF₆]), hexafluorofosfato de 1-butil-3-metilimidazolio ([bmim][PF₆]), hexafluorofosfato de N-butilpiridinio ([bpy][PF₆]), bis[(trifluorometil)sulfonyl]imida de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim][NTf₂]), bis[(trifluorometil)sulfonyl]imida de 1-butil-3-metilimidazolio ([bmim][NTf₂]), bis(trifluorometilsulfonyl)imida de 1-butilpiridinio ([bpy][NTf₂]), tetrafluoroborato de 1-hexil-3-metilimidazolio ([hmim][BF₄]), tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio ([bmim][BF₄]) y tetrafluoroborato de n-butilpiridinio ([bpy][BF₄]).
8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en el que en el agente de extracción, el contenido del líquido iónico oscila entre el 40 % en peso y el 80 % en peso, preferiblemente oscila entre el 50 % en peso y el 80 % en peso.
9. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la razón en masa del agente de extracción con respecto al material de partida oscila entre 1 y 12, preferiblemente oscila entre 5 y 9, y más preferiblemente oscila entre 6 y 8.
10. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la razón molar del agente de extracción con respecto al material de partida oscila entre 0,8 y 3, preferiblemente oscila entre 0,9 y 2,1.
11. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 10, en el que en el material de partida, el contenido de carbonato de dimetilo oscila entre el 1 % en peso y el 60 % en peso, preferiblemente oscila entre el 20 % en peso y el 50 % en peso.
12. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la destilación por extracción se realiza en la columna de destilación por extracción, el agente de extracción se añade a la columna de destilación por extracción desde una parte superior de la misma, el material de partida se añade a la columna de destilación por extracción desde una parte inferior de la misma, el producto en la parte superior de la columna de destilación por extracción es metanol, y el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción es una mezcla de carbonato de dimetilo y el agente de extracción.
13. Método según la reivindicación 12, en el que el producto en la parte inferior de la columna de destilación por extracción se alimenta a una columna de recirculación de disolvente para obtener carbonato de dimetilo en la parte superior de la columna de recirculación de

disolvente tras la destilación, y el agente de extracción obtenido en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente se alimenta de nuevo a la columna de destilación por extracción.

5 14. Método según la reivindicación 13, en el que la presión de trabajo de la columna de destilación por extracción oscila entre 0,05 Mpa y 0,2 Mpa, preferiblemente entre 0,09 Mpa y 0,12 Mpa; la relación de reflujo oscila entre 0,5 y 5, preferiblemente entre 0,5 y 3; el número de platos teóricos oscila entre 20 y 50, preferiblemente entre 30 y 50; la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación por extracción oscila entre 160 °C y 250 °C,
10 preferiblemente entre 170 °C y 220 °C; y la temperatura en la parte superior de la columna de destilación por extracción oscila entre 50 °C y 80 °C, preferiblemente entre 60 °C y 70 °C.

15 15. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, en el que la presión de trabajo de la columna de recirculación de disolvente oscila entre 1 KPa y 110 KPa, tal como entre 1 KPa y 5 KPa, entre 5 KPa y 20 KPa, entre 5 KPa y 105 KPa y entre 20 KPa y 105 KPa; la relación de reflujo oscila entre 0,5 y 5, preferiblemente entre 0,5 y 3; el número de platos teóricos oscila entre 15 y 25; la temperatura en la parte inferior de la columna de recirculación de disolvente oscila entre 120 °C y 250 °C; y la temperatura en la parte superior de la columna de recirculación de disolvente oscila entre 20 °C y 100 °C.

20

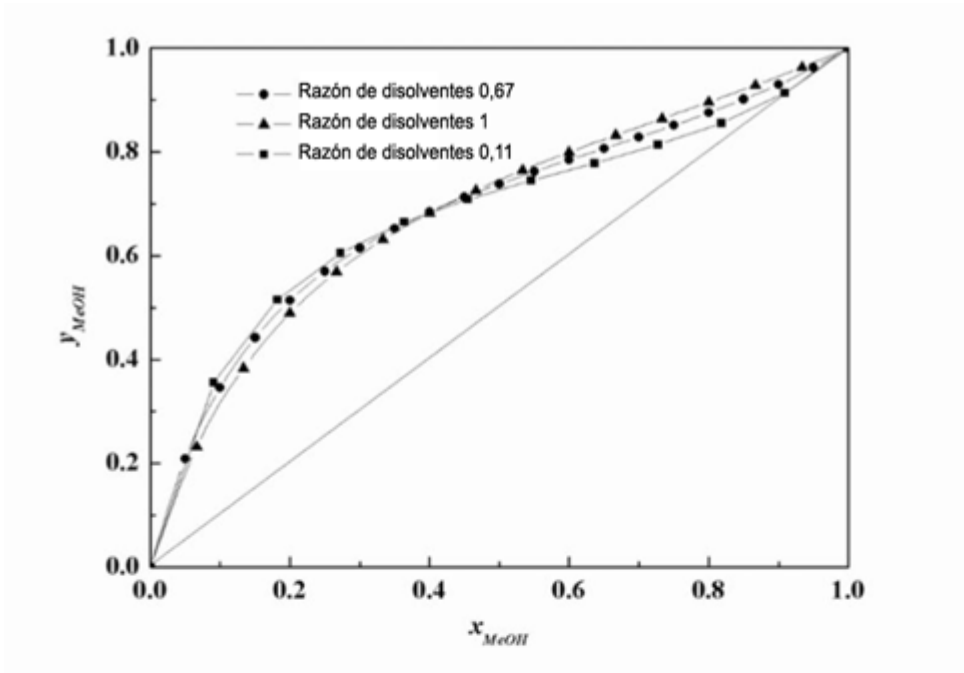


Fig. 1

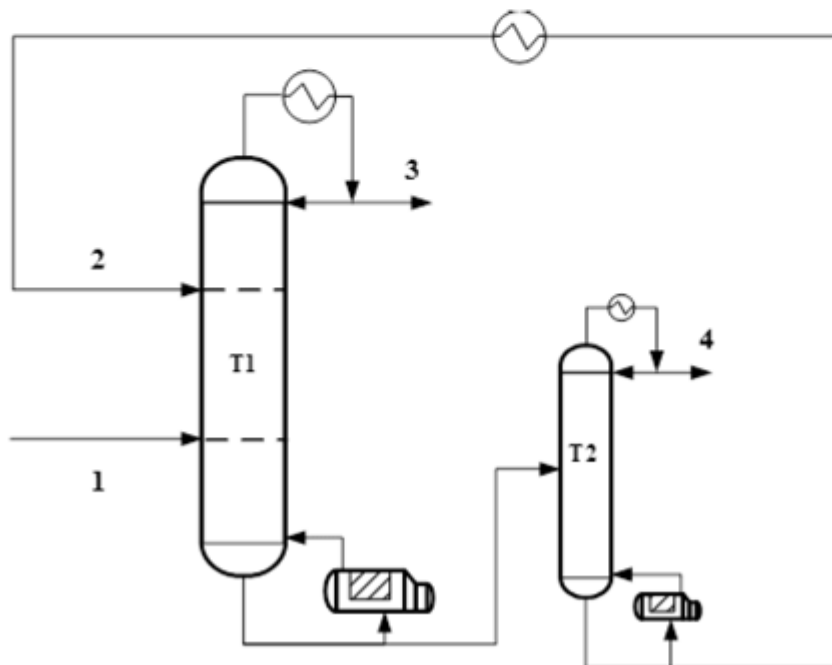


Fig. 2

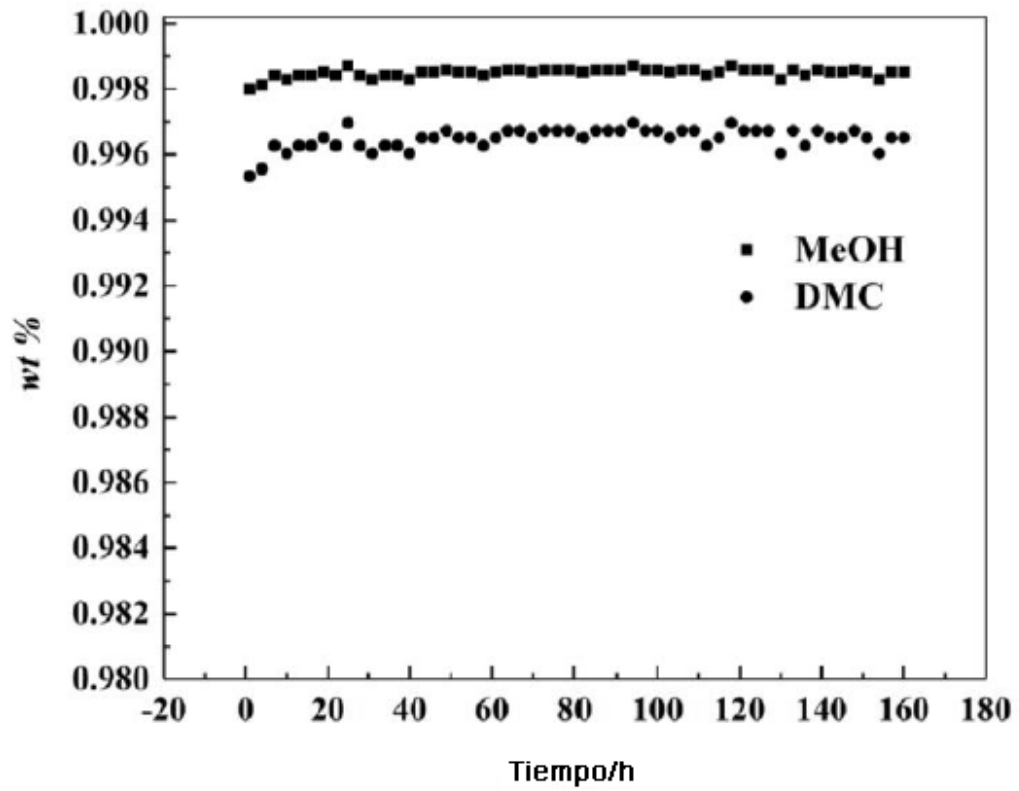


Fig. 3

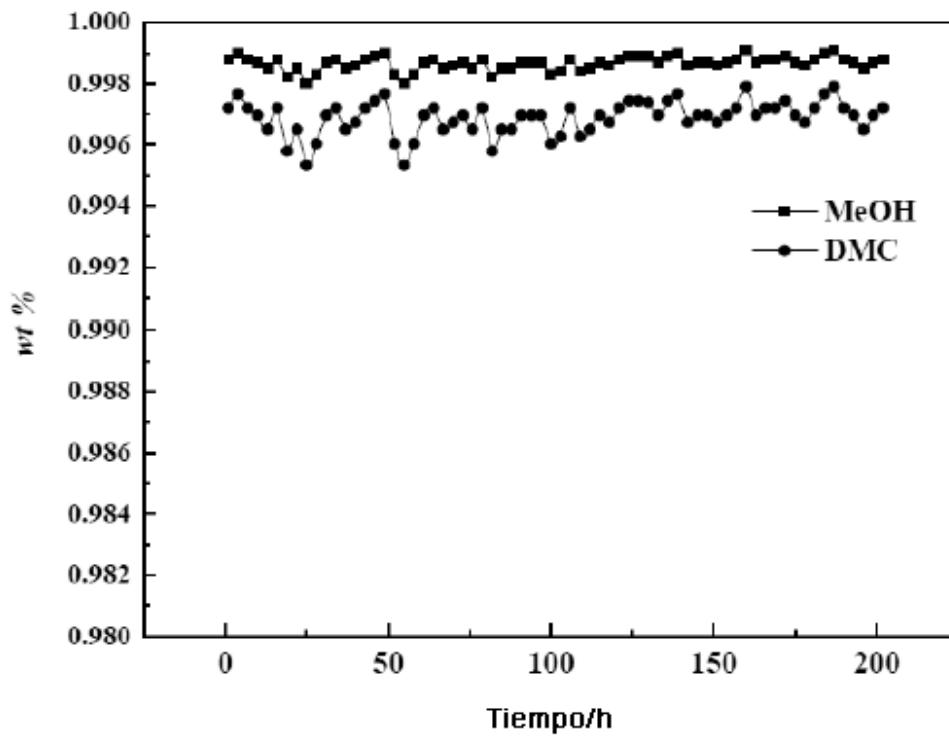


Fig. 4

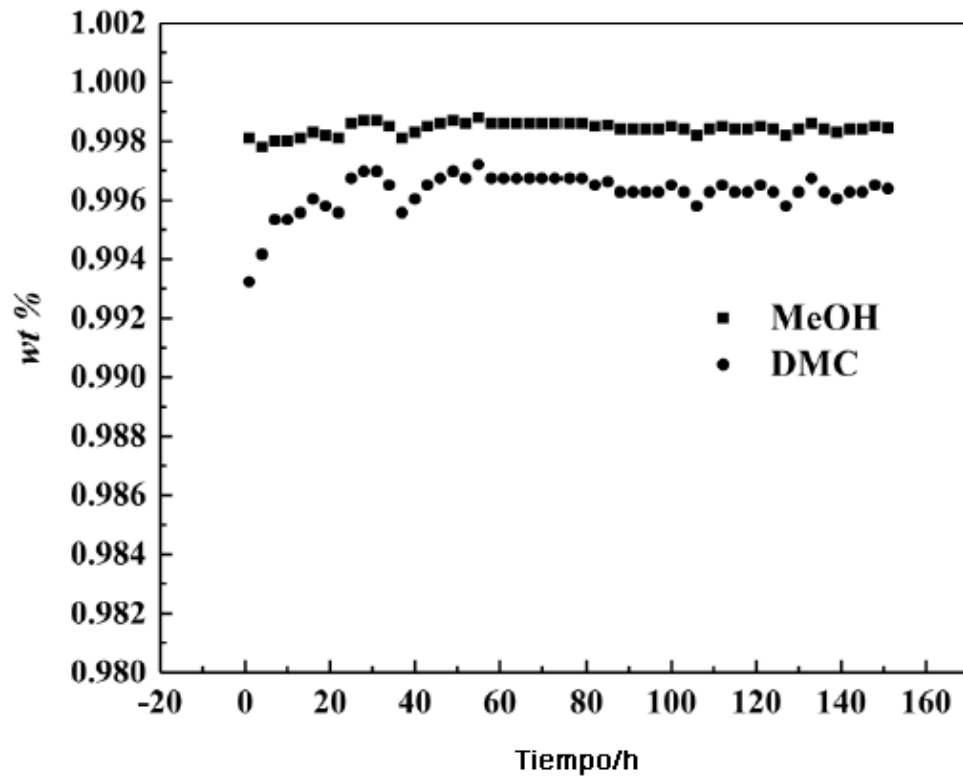


Fig. 5

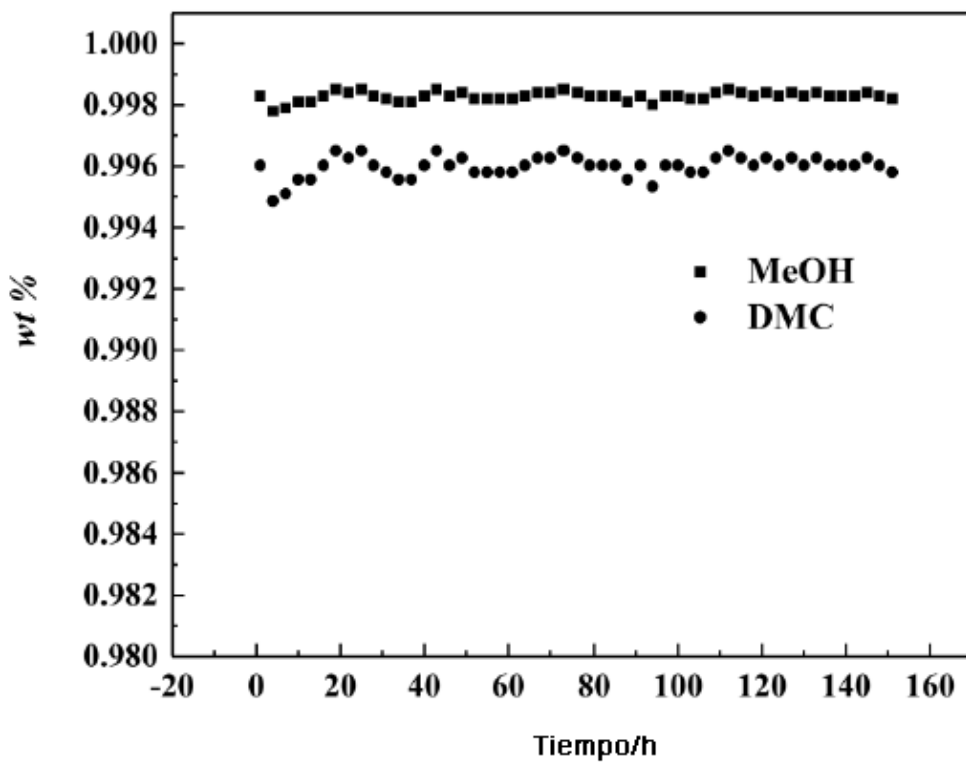


Fig. 6



②① N.º solicitud: 201830842

②② Fecha de presentación de la solicitud: 24.08.2018

②③ Fecha de prioridad: **28-08-2017**
28-08-2017
28-08-2017

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	A BLAHUT et al. Ionic liquid 1-ethyl-3-methylimidazolium tetracyanoborate: An efficient entrainer to separate metanol dimethyl carbonate azeotropic mixture. Fluid Phase Equilibria, 2016, Vol. 423, Páginas 120-127. todo el documento, en especial apartado 5 Conclusiones	1-15
Y	CN 103159586 A (SHENYANG UNIVERSITY OF CHEMICAL TECHNOLOGY) 19/06/2013, resumen obtenido de la base de datos World Patent Index, nº de acceso 2013-S06396	1-15
A	Z ZHANG et al. Separation of metanol dimethyl carbonate azeotropic mixture using ionic liquids as entrainers. Fluid Phase equilibria, 2017, Vol. 435, Páginas 98-103. resumen, conclusiones	1-15
A	CN 104761422 A (LANZHOU INSTITUTE OF CHEMICAL PHYSICS) 08/07/2015, resumen obtenido de la base de datos World Patent Index, nº de acceso 2015-531985	1-15
P,X	CN 108067012 A (INST PROCESS ENG CHINESE ACADEMY SCIENCES) 25/05/2018, resumen obtenido de la base de datos World Patent Index, nº de acceso 2018-423687	1-15

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
28.01.2019

Examinador
M. P. Fernández Fernández

Página
1/2

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

C07C29/84 (2006.01)

C07C31/04 (2006.01)

C07C68/08 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C07C

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, ESPACENET, CAS