



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 612**

51 Int. Cl.:  
**C07B 63/00** (2006.01)  
**C07D 233/58** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05706843 .9**  
96 Fecha de presentación : **07.01.2005**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1708976**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.10.2006**

54 Título: **Destilación de líquidos iónicos.**

30 Prioridad: **16.01.2004 DE 10 2004 002 420**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**08.07.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**08.07.2011**

73 Titular/es: **BASF SE**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Maase, Matthias**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 362 612 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Destilación de líquidos iónicos.

La presente invención describe un procedimiento y su empleo para llevar a cabo la destilación de líquidos iónicos.

5 Los líquidos iónicos adquieren cada vez mayor significado como disolventes, por ejemplo para llevar a cabo la realización de reacciones químicas. La publicación del autor Peter Wasserscheidt, *Chemie in unserer Zeit* 37 (2003) Nr. 1, páginas 52-63 proporciona una recopilación sobre el empleo de los líquidos iónicos para la catálisis polifásica. En este caso se cita como una ventaja de los líquidos iónicos, cuando son empleados como disolventes, el hecho de que no se evapora disolvente como consecuencia de la baja presión de vapor del líquido iónico, que no puede ser medida.

10 Con ocasión de empleo de los líquidos iónicos para llevar a cabo la realización de reacciones químicas, tiene un gran significado la pureza del líquido iónico empleado. Las impurezas pueden tener, en general, un efecto negativo por ejemplo sobre el desarrollo de las reacciones químicas. De este modo, por ejemplo se hace referencia por los autores P. Tyson et al. en la publicación *Electrochemical Society Proceedings*, vol. 99-41, páginas 161-168, a los problemas que se plantean con ocasión del empleo de los líquidos iónicos que contienen cloro en la hidrogenación  
15 en fase líquida y en el caso de la reacción de Suzuki. Por lo tanto, cuando se lleva a cabo la obtención de los líquidos iónicos se plantean elevadas exigencias con respecto a la pureza del líquido deseado.

Los líquidos iónicos, en el sentido de esta invención, son aquellas sales que se presentan en estado de agregación líquido ya a bajas temperaturas, de manera preferente por debajo de los 100 °C.

20 Se conoce por la publicación WO-A 2005/019183 un procedimiento, según el cual se hace reaccionar una sal de imidazolio 1,3-substituida con una base fuerte para dar el correspondiente imidazol-2-iluro 1,3-substituido y el imidazol-2-iluro 1,3-substituido es separado por destilación y, a continuación, se pone en contacto con un ácido protónico.

La tarea de la presente invención consiste en desarrollar un procedimiento aplicable a escala industrial para llevar a cabo la purificación de líquidos iónicos.

25 Se ha observado que en un líquido iónico están presentes en equilibrio cationes, aniones y moléculas neutras que, por ejemplo, se obtienen por medio de una protonización o bien por medio de una alquilación de los aniones por medio de los cationes.

30 Con ocasión de la alquilación es transferido sobre el anión probablemente un resto alquilo, cargado positivamente, que está enlazado de manera preferente sobre un heteroátomo del catión. Los heteroátomos son, por ejemplo, el nitrógeno, el oxígeno, el fósforo o el azufre. En este caso, los alquilos adecuados son los alquilos con 1 hasta 18 átomos de carbono, siendo los alquilos preferentes los alquilos con 1 hasta 10 átomos de carbono, de manera especialmente preferente los alquilos con 1 hasta 6 átomos de carbono y siendo muy especialmente preferente como resto alquilo cargado positivamente el  $\text{CH}_3^+$ . A diferencia de lo anterior, en el caso de la protonización es transferido hasta el anión un protón de un heteroátomo del catión.

35 La solución de la tarea planteada consiste en un procedimiento para llevar a cabo la destilación de líquidos iónicos, según el cual es ajustada en una primera etapa una presión igual que la presión atmosférica o menor que la presión atmosférica y, en una segunda etapa, se calienta el líquido iónico hasta una temperatura situada en el intervalo comprendido entre 60°C y 350°C.

40 En una variante preferente de realización, están presentes en equilibrio en el líquido iónico cationes, aniones y moléculas neutras, que se forman de manera especial por medio de la protonización o bien por medio de la alquilación de los aniones por medio de los cationes.

En otra variante preferente de realización es separada por destilación, al menos, la molécula más fácilmente volátil de entre las moléculas neutras, con ocasión de la destilación.

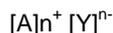
45 Aun cuando los líquidos iónicos no tienen una presión de vapor medible, se ha observado que estos pueden ser destilados a presiones < 1 bar, de manera preferente a presiones < 200 mbares, de una manera más preferente a presiones < 50 mbares y de una forma muy especialmente preferente a presiones < 5 mbares y a temperaturas de la zona situadas en el intervalo comprendido entre 60 °C y 350 °C, de manera preferente situadas en el intervalo comprendido entre 100 °C y 350 °C y, de manera especial, situadas en el intervalo comprendido entre 150 °C y 350 °C.

50 En una forma preferente de realización es recuperada de manera específica la molécula más fácilmente volátil de

entre las moléculas neutras, por medio de su separación. La molécula, recuperada de este modo, puede ser empleada de nuevo por ejemplo más tarde para llevar a cabo la obtención de un líquido iónico equivalente o de otro tipo.

- 5 En una forma especialmente preferente de realización son separadas por destilación ambas moléculas neutras del líquido iónico y ulteriormente son recombinadas de nuevo en un recipiente para dar el mismo líquido iónico. Por medio de esta separación selectiva de las moléculas neutras del líquido iónico y de su recombinación en el recipiente después de la condensación se obtiene un líquido iónico de mayor pureza.

Los líquidos iónicos en el sentido de la presente invención son las sales de la fórmula general



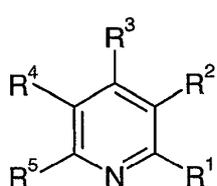
- 10 en la que  $n = 1, 2, 3$  ó  $4$ .

15 Los compuestos, que son adecuados para llevar a cabo la formación del catión  $[A]_n^+$  de los líquidos iónicos son conocidos, por ejemplo, por la publicación DE 102 02 838 A1. De este modo, dichos compuestos pueden contener átomos de oxígeno, de fósforo, de azufre o, de manera especial, de nitrógeno, por ejemplo al menos un átomo de nitrógeno, de manera preferente desde 1 hasta 10 átomos de nitrógeno, de manera especialmente preferente desde 1 hasta 5, de manera muy especialmente preferente desde 1 hasta 3 y, de manera especial desde 1 hasta 2 átomos de nitrógeno. En caso dado, pueden estar contenidos también otros heteroátomos tales como átomos de oxígeno, de azufre o de fósforo. El átomo de nitrógeno es un portador adecuado de la carga positiva en el catión del líquido iónico, desde el que puede ser en equilibrio a continuación un protón o bien un resto alquilo hasta el anión, con objeto de generar una molécula eléctricamente neutra.

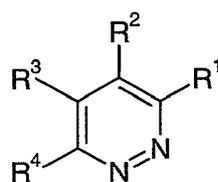
20 Son preferibles aquellos compuestos que contenga, al menos, un heterociclo con cinco hasta seis miembros, que presenten al menos un átomo de nitrógeno así como en caso dado un átomo de oxígeno o de azufre, siendo especialmente preferentes aquellos compuestos que contengan al menos un heterociclo con cinco hasta seis miembros, que presente uno, dos ó tres átomos de nitrógeno y un átomo de azufre o un átomo de oxígeno, siendo muy especialmente preferentes aquellos con dos átomos de nitrógeno.

25 Son especialmente preferentes aquellos compuestos que presenten un peso molecular situado por debajo de 1.000 g/mol, de una manera muy especialmente preferente situado por debajo de 500 g/mol y, de manera especial, situado por debajo de 250 g/mol.

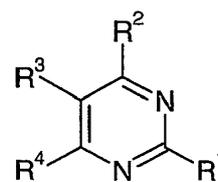
Por otra parte son preferentes aquellos compuestos para la formación del catión, que se eligen entre los compuestos de las fórmulas (Ia) hasta (Ii),



(a)

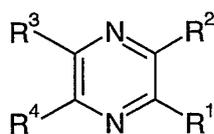


(b)

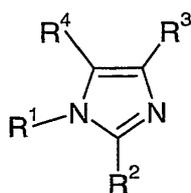


(c)

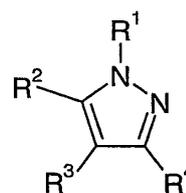
30



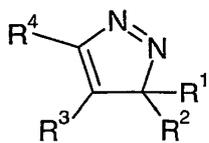
(d)



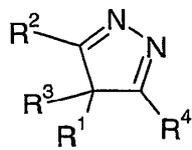
(e)



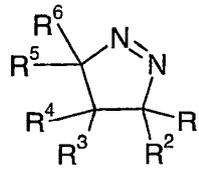
(f)



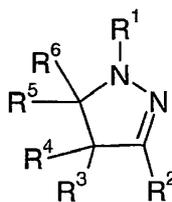
(g)



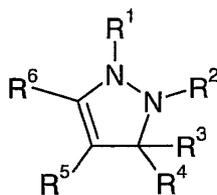
(h)



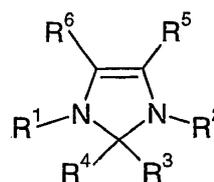
(i)



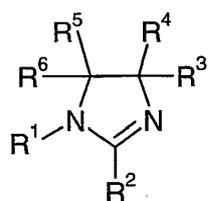
(j)



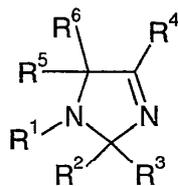
(k)



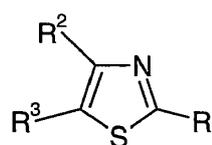
(l)



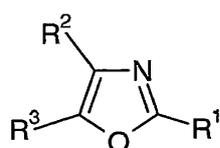
(m)



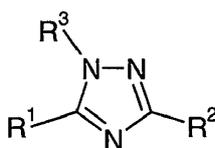
(n)



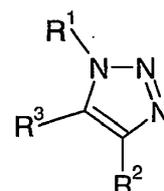
(o)



(p)



(q)



(r)

5 así como los oligómeros o bien los polímeros, que contengan estas estructuras, teniendo los sustituyentes y los índices el siguiente significado:

10  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  y  $R^6$  significan, independientemente entre sí, respectivamente hidrogeno, alquilo con 1 hasta 18 átomos de carbono, alquilo con 2 hasta 18 átomos de carbono interrumpido, en caso dado, por uno o por varios átomos de oxígeno y/o de azufre no contiguos y/o por uno o por varios grupos imino sustituidos o no sustituidos, arilo con 6 hasta 14 átomos de carbono, cicloalquilo con 5 hasta 12 átomos de carbono o un heterociclo con cinco hasta seis miembros, que presenta átomos de oxígeno, de nitrógeno y/o de azufre, o dos de los mismos forman en conjunto un anillo no saturado, saturado o aromático y, en caso dado, interrumpido por uno o por varios átomos de oxígeno y/o de azufre no adyacentes y/o por uno o por varios grupos imino sustituido o no sustituido, pudiendo estar sustituidos los restos citados, respectivamente, además por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos.

15

En ese caso alquilo con 1 hasta 18 átomos de carbono sustituido, en caso dado, por grupos funcionales, arilo,

- alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos significa, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec.-butilo, terc.-butilo, pentilo, hexilo, heptilo, octilo, 2-etilhexilo, 2,4,4-trimetilpentilo, decilo, dodecilo, tetradecilo, heptadecilo, octadecilo, 1,1-dimetilpropilo, 1,1-dimetilbutilo, 1,1,3,3-tetrametilbutilo, bencilo, 1-feniletilo,  $\alpha,\alpha$ -dimetilbencilo, benzhidrilo, p-tolilmetilo, 1-(p-butilfenil)-etilo, p-clorobencilo, 2,4-diclorobencilo, p-metoxibencilo, metoxibencilo, 2-cianoetilo, 2-cianopropilo, 2-metoxicarboniletilo, 2-etoxicarboniletilo, 2-butoxicarbonilpropilo, 1,2-di-(metoxicarbonil)-etilo, 2-metoxietilo, 2-etoxietilo, 2-butoxietilo, dietoximetilo, dietoxietilo, 1,3-dioxolan-2-ilo, 1,3-dioxan-2-ilo, 2-metil-1,3-dioxolan-2-ilo, 4-metil-1,3-dioxolan-2-ilo, 2-isopropoxietilo, 2-butoxipropilo, 2-octiloxietilo, clorometilo, triclorometilo, trifluórometilo, 1,1-dimetil-2-cloroetilo, 2-metoxi-isopropilo, 2-etoxietilo, butiltiometilo, 2-dodeciltioetilo, 2-feniltioetilo, 2,2,2-trifluóretilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, 3-hidroxipropilo, 4-hidroxibutilo, 6-hidroxihexilo, 2-aminoetilo, 2-aminopropilo, 4-aminobutilo, 6-aminohexilo, 2-metilaminoetilo, 2-metilaminopropilo, 3-metilaminopropilo, 4-metilaminobutilo, 6-metilaminohexilo, 2-dimetilaminoetilo, 2-dimetilaminopropilo, 3-dimetilaminopropilo, 4-dimetilaminobutilo, 6-dimetilaminohexilo, 2-hidroxi-2,2-dimetiletilo, 2-fenoxietilo, 2-fenoxipropilo, 3-fenoxipropilo, 4-fenoxibutilo, 6-fenoxihexilo, 2-metoxietilo, 2-metoxipropilo, 3-metoxipropilo, 4-metoxibutilo, 6-metoxihexilo, 2-etoxietilo, 2-etoxipropilo, 3-etoxipropilo, 4-etoxibutilo o 6-etoxihexilo.
- 15 Alquilo con 2 hasta 18 átomos de carbono interrumpido, en caso dado, por uno o por varios átomos de oxígeno y/o azufre no contiguos y/o por uno o por varios grupos imino substituidos o no substituidos significa, por ejemplo, 5-hidroxi-3-oxa-pentilo, 8-hidroxi-3,6-dioxa-octilo, 11-hidroxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-hidroxi-4-oxa-heptilo, 11-hidroxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-hidroxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-hidroxi-5-oxa-nonilo, 14-hidroxi-5,10-oxa-tetradecilo, 5-metoxi-3-oxa-pentilo, 8-metoxi-3,6-dioxa-octilo, 11-metoxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-metoxi-4-oxa-heptilo, 11-metoxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-metoxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-metoxi-5-oxa-nonilo, 14-metoxi-5,10-oxa-tetradecilo, 5-etoxi-3-oxa-pentilo, 8-etoxi-3,6-dioxa-octilo, 11-etoxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-etoxi-4-oxa-heptilo, 11-etoxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-etoxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-etoxi-5-oxa-nonilo o 14-etoxi-5,10-oxa-tetradecilo.
- 25 Cunado dos restos formen un anillo, estos restos pueden significar conjuntamente, por ejemplo, a título de componente fusionado, 1,3-propileno, 1,4-butileno, 2-oxa-1,3-propileno, 1-oxa-1,3-propileno, 2-oxa-1,3-propenileno, 1-aza-1,3-propenileno, 1-alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono-1-aza-1,3-propenileno, 1,4-buta-1,3-dienileno, 1-aza-1,4-buta-1,3-dienileno o 2-aza-1,4-buta-1,3-dienileno.
- 30 E número de los átomos de oxígeno y/o de azufre, no contiguos y/o el número de los grupos imino no está limitado en principio, o bien está limitado automáticamente por medio del tamaño del resto o del componente anular. Por regla general, este número no es mayor que 5 en el resto correspondiente, de manera preferente no es mayor que 4 o de una menara muy especialmente preferente no es mayor que 3. Por otra parte, entre dos heteroátomos se encuentran, por regla general, al menos uno, de manera preferente al menos dos átomos de carbono.
- Los grupos imino substituido y no substituidos pueden ser, por ejemplo, imino, metilimino, iso-propilimino, n-butylimino o terc.-butylimino.
- 35 Bajo el concepto de "grupos funcionales" deben entenderse, por ejemplo, los siguientes: carboxi, carboxamida, hidroxi, di-(alquilo con 1 a 4 átomos de carbono)-amino, alquiloxicarbonilo con 1 a 4 átomos de carbono, ciano o alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono. En ese caso, alquilo con 1 a 4 átomos de carbono significa metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec.-butilo o terc.-butilo.
- 40 Arilo con 6 a 14 átomos de carbono substituido, en caso dado, por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos significa, por ejemplo, fenilo, tolilo, xililo,  $\alpha$ -naftilo,  $\beta$ -naftilo, 4-difenililo, clorofenilo, diclorofenilo, triclorofenilo, difluórfenilo, metilfenilo, dimetilfenilo, trimetilfenilo, etilfenilo, dietilfenilo, isopropilfenilo, terc.-butilfenilo, dodecilfenilo, metoxifenilo, dimetoxifenilo, etoxifenilo, hexiloxifenilo, metilnaftilo, isopropilnaftilo, cloronaftilo, etoxinaftilo, 2,6-dimetilfenilo, 2,4,6-trimetilfenilo, 2,6-dimetoxifenilo, 2,6-diclorofenilo, 4-bromfenilo, 2-nitrofenilo o 4-nitrofenilo, 2,4- dinitrofenilo o 2,6-dinitrofenilo, 4-dimetilaminofenilo, 4-acetilfenilo, metoxietilfenilo o etoximetilfenilo.
- 45 Cicloalquilo con 5 a 12 átomos de carbono substituido, en caso dado, por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos significa, por ejemplo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclooctilo, ciclododecilo, metilciclopentilo, dimetilciclopentilo, metilciclohexilo, dimetilciclohexilo, dietilciclohexilo, butilciclohexilo, metoxiciclohexilo, dimetoxiciclohexilo, dietoxiciclohexilo, butiltiociclohexilo, clorociclohexilo, diclorociclohexilo, diclorociclopentilo así como un sistema bicíclico saturado o no saturado tal como norbornilo o norbornenilo.
- 50 Un heterociclo substituido, en caso dado, por los grupos correspondientes, con cinco hasta seis miembros, que presenta átomos de oxígeno, de nitrógeno y/o de azufre significa, por ejemplo, furilo, tiofenilo, pirrilo, piridilo, indolilo, benzoxazolilo, dioxolilo, dioxilo, bencimidazolilo, dimetilpiridilo, metilquinolilo, dimetilpirilo, metoxifurilo, dimetoxipiridilo, difluórpíridilo, metiltiofenilo, isopropiltiofenilo o terc.-butiltiofenilo.
- 55 De manera preferente  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  y  $R^6$  significan, independientemente entre sí, hidrógeno, metilo, etilo, n-butilo, 2-hidroxietilo, 2-cianoetilo, 2-(metoxicarbonil)-etilo, 2-(etoxicarbonil)-etilo, 2-(n-butoxicarbonil)-etilo,

dimetilamino, dietilamino y cloro.

5 Las piridinas (Ia) especialmente preferentes son aquellas en las que uno de los restos  $R^1$  hasta  $R^5$  significa metilo, etilo o cloro y todos los demás significan hidrógeno, o  $R^3$  significa dimetilamino y todos los demás significan hidrógeno, o todos significan hidrógeno, o  $R^2$  carboxi o carboxamida y todos los demás significan hidrógeno, o  $R^1$  y  $R^2$  o  $R^2$  y  $R^3$  significan 1,4-buta-1,3-dienileno y todos los demás significan hidrógeno.

Las piridazinas (Ib) especialmente preferentes son aquellas en las que los restos  $R^1$  hasta  $R^4$  significan metilo o etilo y todos los demás significan hidrógeno o todos significan hidrógeno.

10 Las pirimidinas (Ic) especialmente preferentes son aquellas en las que  $R^2$  hasta  $R^4$  significan hidrógeno o metilo y  $R^1$  significa hidrógeno, metilo o etilo, o  $R^2$  y  $R^4$  significa metilo,  $R^3$  significa hidrógeno y  $R^1$  significa hidrógeno, metilo o etilo.

Las pirazinas (Id) especialmente preferentes son aquellas en las que  $R^1$  hasta  $R^4$  significan todos metilo o todos significan hidrógeno.

15 Los imidazoles (Ie) especialmente preferentes son aquellos en los que, independientemente entre sí,  $R^1$  se elige entre metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, n-pentilo, n-octilo, 2-hidroxietilo o 2-cianoetilo y  $R^2$  hasta  $R^4$  significan, independientemente entre sí, hidrógeno, metilo o etilo.

Los 1H-pirazoles (If) especialmente preferentes son aquellos en los que, independientemente entre sí,  $R^1$  significa hidrógeno, metilo o etilo,  $R^2$ ,  $R^3$  y  $R^4$  se eligen entre hidrógeno o metilo.

Los 3H-pirazoles (Ig) especialmente preferentes son aquellos en los que, independientemente entre sí,  $R^1$  significa hidrógeno, metilo o etilo,  $R^2$ ,  $R^3$  y  $R^4$  se eligen entre hidrógeno o metil.

20 Los 4H-pirazoles (Ih) especialmente preferentes son aquellos en los que, independientemente entre sí,  $R^1$  hasta  $R^4$  se eligen entre hidrógeno o metilo.

Las 1-pirazolininas (Ii) especialmente preferentes son aquellas en las que, independientemente entre sí,  $R^1$  hasta  $R^6$  se eligen de entre hidrógeno o metilo.

25 Las 2-pirazolininas (Ij) especialmente preferentes son aquellas en las que, independientemente entre sí,  $R^1$  se elige entre hidrógeno, metilo, etilo o fenilo y  $R^2$  hasta  $R^6$  se eligen entre hidrógeno o metilo.

Las 3-pirazolininas (Ik) especialmente preferentes son aquellas en las que, independientemente entre sí,  $R^1$  o  $R^2$  se eligen entre hidrógeno, metilo, etilo o fenilo y  $R^3$  hasta  $R^6$  se eligen entre hidrógeno o metilo.

30 Las imidazolininas (Il) especialmente preferentes son aquellas en las que, independientemente entre sí,  $R^1$  o  $R^2$  se eligen entre hidrógeno, metilo, etilo, n-butilo o fenilo y  $R^3$  o  $R^4$  se eligen entre hidrógeno, metilo o etilo y  $R^5$  o  $R^6$  se eligen entre hidrógeno o metilo.

Las imidazolininas (Im) especialmente preferentes son aquellas en las que, independientemente entre sí,  $R^1$  o  $R^2$  se eligen entre hidrógeno, metilo o etilo y  $R^3$  hasta  $R^6$  se eligen entre hidrógeno o metilo.

Las imidazolininas (In) especialmente preferentes son aquellas en las que, independientemente entre sí,  $R^1$ ,  $R^2$  o  $R^3$  se eligen entre hidrógeno, metilo o etilo y  $R^4$  hasta  $R^6$  se eligen entre hidrógeno o metilo.

35 Los tiazoles (Io) o los oxazoles (Ip) especialmente preferentes son aquellos en los que, independientemente entre sí,  $R^1$  se elige entre hidrógeno, metilo, etilo o fenilo y  $R^2$  o  $R^3$  se eligen entre hidrógeno o metilo.

Los 1,2,4-triazoles (Iq) especialmente preferentes son aquellos en los que, independientemente entre sí,  $R^1$  o  $R^2$  se eligen entre hidrógeno, metilo, etilo o fenilo y  $R^3$  se elige entre hidrógeno, metilo o fenilo.

40 Los 1,2,3-triazoles (Ir) especialmente preferentes son aquellos en los que, independientemente entre sí,  $R^1$  se elige entre hidrógeno, metilo o etilo y  $R^2$  o  $R^3$  se eligen entre hidrógeno o metilo o  $R^2$  y  $R^3$  significan 1,4-buta-1,3-dienileno y todos los demás significan hidrógeno.

Entre los heterociclos, que han sido citados más arriba, son preferentes las piridinas y los imidazoles.

Los compuestos muy especialmente preferentes para llevar a cabo la formación del catión son la 3-cloropiridina, la 4-dimetilaminopiridina, la 2-etil-4-aminopiridina, la 2-metilpiridina, la 2-etilpiridina, la 2-etil-6-metilpiridina, la quinolina,

la isoquinolina, la piridina, los 1-alquilimidazoles con 1 a 4 átomos de carbono, el 1-metilimidazol, el 1,2-dimetilimidazol, el 1-n-butilimidazol, el 1,4,5-trimetilimidazol, el 1,4-dimetilimidazol, el imidazol, el 2-metilimidazol, el 1-butil-2-metilimidazol, el 4-metilimidazol, el 1-n-pentilimidazol, el 1-n-hexilimidazol, el 1-n-octilimidazol, el 1-(2'-aminoetil)-imidazol, el 2-etil-4-metilimidazol, el 1-vinilimidazol, el 2-etilimidazol, el 1-(2'-cianoetil)imidazol y el benzotriazol. Son especialmente preferentes el 1-n-butilimidazol, el 1-metilimidazol, la 2-metilpiridina y la 2-etilpiridina.

De igual modo, son adecuadas las aminas terciarias de la fórmula (II)



De manera independiente entre sí,  $\text{R}^a$ ,  $\text{R}^b$  y  $\text{R}^c$  significan, respectivamente, alquilo con 1 a 18 átomos de carbono, alquilo con 2 a 18 átomos de carbono interrumpido en caso dado por uno o por varios átomos de oxígeno y/o de azufre no contiguos y/o por uno o por varios grupos imino substituidos o no substituidos, arilo con 6 a 14 átomos de carbono o cicloalquilo con 5 a 12 átomos de carbono o significan un heterociclo con cinco hasta seis miembros, que presenta átomos de oxígeno, de nitrógeno y/o de azufre o dos de dichos restos, que forman en conjunto un anillo no saturado, saturado o aromático y, en caso dado, interrumpido por uno o por varios átomos de oxígeno y/o de azufre y/o por uno o por varios grupos imino substituidos o no substituidos, pudiendo estar substituidos los restos citados, respectivamente, por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquilo, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos con la condición de que al menos dos de los tres restos  $\text{R}^a$ ,  $\text{R}^b$  y  $\text{R}^c$  sean diferentes entre sí y los restos  $\text{R}^a$ ,  $\text{R}^b$  y  $\text{R}^c$  presenten, en conjunto, como mínimo 8, de manera preferente como mínimo 10, de manera especialmente preferente como mínimo 12 y de una manera muy especialmente preferente como mínimo 13 átomos de carbono.

De manera preferente  $\text{R}^a$ ,  $\text{R}^b$  y  $\text{R}^c$  significan, independientemente entre sí, respectivamente alquilo con 1 a 18 átomos de carbono, arilo con 6 a 12 átomos de carbono o cicloalquilo con 5 a 12 átomos de carbono y, de una forma especialmente preferente, significan alquilo con 1 a 18 átomos de carbono, pudiendo estar substituidos los restos citados, respectivamente, por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquilo, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos.

Más arriba ya han sido dados ejemplos de los grupos respectivos.

De manera preferente, los restos  $\text{R}^a$ ,  $\text{R}^b$  y  $\text{R}^c$  significan metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, sec.-butilo, terc.-butilo, n-pentilo (n-amilo), 2-pentilo (sec.-amilo), 3-pentilo, 2,2-dimetil-prop-1-ilo (neo-pentilo), n-hexilo, n-heptilo, n-octilo, iso-octilo, 2-etilhexilo, 1,1-dimetilpropilo, 1,1-dimetilbutilo, bencilo, 1-feniletilo, 2-feniletilo,  $\alpha$ , $\alpha$ -dimetilbencilo, fenilo, toliilo, xililo,  $\alpha$ -naftilo,  $\beta$ -naftilo, ciclopentilo o ciclohexilo.

Cuando dos restos  $\text{R}^a$ ,  $\text{R}^b$  y  $\text{R}^c$  formen una cadena, esta cadena podrá ser, por ejemplo, 1,4-butileno o 1,5-pentileno.

Ejemplos de las aminas terciarias de la fórmula (II) son la dietil-n-butilamina, la dietil-terc.-butilamina, la dietil-n-pentilamina, la dietil-hexilamina, la dietil-octilamina, la dietil-(2-etilhexil)-amina, la di-n-propil-butilamina, la di-n-propil-n-pentilamina, la di-n-propilhexilamina, la di-n-propil-octilamina, la di-n-propil-(2-etilhexil)-amina, la di-iso-propil-etilamina, la di-iso-propil-n-propilamina, la di-iso-propil-butilamina, la di-iso-propilpentilamina, la di-iso-propilhexilamina, la di-iso-propil-octilamina, la di-iso-propil-(2-etilhexil)-amina, la di-n-butil-etilamina, la di-n-butil-n-propilamina, la di-n-butil-n-pentilamina, la di-n-butil-hexilamina, la di-n-butil-octilamina, la di-n-butil-(2-etilhexil)-amina, la N-n-butil-pirrolidina, la N-sec.-butil-pirrolidina, la N-terc.-butil-pirrolidina, la N-n-pentilpirrolidina, la N,N-dimetilciclohexilamina, la N,N-dietilciclohexilamina, la N,N-di-n-butilciclohexilamina, la N-n-propil-piperidina, la N-iso-propilpiperidina, la N-n-butil-piperidina, la N-sec.-butil-piperidina, la N-terc.-butil-piperidina, la N-n-pentil-piperidina, la N-n-butilmorfolina, la N-sec.-butilmorfolina, la N-terc.-butilmorfolina, la N-n-pentilmorfolina, la N-bencil-N-etilanilina, la N-bencil-N-n-propil-anilina, la N-bencil-N-iso-propil-anilina, la N-bencil-N-n-butilanilina, la N,N-dimetil-p-toluidina, la N,N-dietil-p-toluidina, la N,N-di-n-butil-p-toluidina, la dietilbencilamina, la di-n-propilbencilamina, la di-n-butilbencilamina, la dietilfenilamina, la di-n-propilfenilamina y la di-n-butilfenilamina.

Las aminas terciarias (II) preferentes son la di-iso-propil-etilamina, la dietil-terc.-butilamina, la di-iso-propil-butilamina, la di-n-butil-n-pentilamina, la N,N-di-n-butilciclohexilamina así como las aminas terciarias de los isómeros de pentilo.

Las aminas terciarias especialmente preferentes son la di-n-butil-n-pentilamina y las aminas terciarias de los isómeros de pentilo.

Una amina terciaria, que es preferente igualmente y que puede ser empleada de conformidad con la invención pero que, sin embargo, presentan tres restos idénticos, en contra de lo que ocurre en el caso de las que han sido citadas más arriba, es la trialilamina.

Los aniones  $[\text{Y}]^-$  del líquido iónico son, por ejemplo, fluoruro, cloruro, bromuro, yoduro, nitrato, nitrito, carbonato, hidrógenocarbonato, sulfato, hidrógenosulfato, sulfito, hidrógenosulfito, fosfato, hidrógenofosfato, dihidrógenofosfato,

borato, hidrógenoborato, dihidrógenoborato, tetraflúorborato, tetracloroborato, hexaflúorofosfato, hexaflúor-antimoniato, hexaflúorarsoniato, flúorsulfato, diclorocuprato, triclorocincato, tetrabromuro de aluminio así como los cloruros de aluminio ( $AlCl_4^-$ ,  $Al_2Cl_7^-$ ,  $Al_3Cl_{10}^-$ ).

Por otra parte, los aniones preferentes son aquellos que se eligen entre

- 5  $R^1-COO^-$ ,  $R^1-OCOO^-$ ,  $R^1-SO_3^-$ ,  $R^1-OSO_3^-$ ,  $R^1-PO_4^{2-}$ ,  $R^1-R^2-PO_4^-$ ,  $R^1-BO_3^{2-}$ ,  $R^1-R^2-BO_3^-$ ,  $B(OR^1)(OR^2)(OR^3)(OR^4)^-$ ,  $(R^1-SO_2)_2N^-$ .

10 En los mismos,  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$  y  $R^4$  significan, independientemente entre sí, respectivamente, hidrógeno, alquilo con 1 hasta 18 átomos de carbono, alquilo con 2 hasta 18 átomos de carbono interrumpido, en caso dado, por uno o por varios átomos de oxígeno y/o de azufre no contiguos y/o por uno o por varios grupos imino substituidos o no substituidos, arilo con 6 a 14 átomos de carbono, cicloalquilo con 5 a 12 átomos de carbono, pudiendo estar substituidos los restos que han sido citados, respectivamente, además por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos.

15 En ese caso alquilo con 1 a 18 átomos de carbono substituido, en caso dado, por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos significan, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec.-butilo, terc.-butilo, pentilo, hexilo, heptilo, octilo, 2-etilhexilo, 2,4,4-trimetilpentilo, decilo, dodecilo, tetradecilo, heptadecilo, octadecilo, 1,1-dimetilpropilo, 1,1-dimetilbutilo, 1,1,3,3-tetrametilbutilo, bencilo, 1-feniletilo,  $\alpha,\alpha$ -dimetilbencilo, benzhidrilo, p-tolilmetilo, 1-(p-butilfenil)-etilo, p-clorobencilo, 2,4-diclorobencilo, p-metoxibencilo, metoxibencilo, 2-cianoetilo, 2-cianopropilo, 2-metoxicarboniletilo, 2-etoxicarboniletilo, 2-butoxicarbonilpropilo, 1,2-di-(metoxicarbonil)-etilo, 2-metoxietilo, 2-etoxietilo, 2-butoxietilo, dietoximetilo, dietoxietilo, 1,3-dioxolan-2-ilo, 1,3-dioxan-2-ilo, 2-metil-1,3-dioxolan-2-ilo, 4-metil-1,3-dioxolan-2-ilo, 2-isopropoxietilo, 2-butoxipropilo, 2-octiloxietilo, clorometilo, triclorometilo, trifluórometilo, 1,1-dimetil-2-cloroetilo, 2-metoxi-isopropilo, 2-etoxietilo, butiltiometilo, 2-dodeciltioetilo, 2-fenilitioetilo, 2,2,2-trifluóretilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, 3-hidroxipropilo, 4-hidroxibutilo, 6-hidroxihexilo, 2-aminoetilo, 2-aminopropilo, 4-aminobutilo, 6-aminohexilo, 2-metilaminoetilo, 2-metilaminopropilo, 3-metilaminopropilo, 4-metilaminobutilo, 6-metilaminohexilo, 2-dimetilaminoetilo, 2-dimetilaminopropilo, 3-dimetilaminopropilo, 4-dimetilaminobutilo, 6-dimetilaminohexilo, 2-hidroxi-2,2-dimetiletilo, 2-fenoxietilo, 2-fenoxipropilo, 3-fenoxipropilo, 4-fenoxibutilo, 6-fenoxihexilo, 2-metoxietilo, 2-metoxipropilo, 3-metoxipropilo, 4-metoxibutilo, 6-metoxihexilo, 2-etoxietilo, 2-etoxipropilo, 3-etoxipropilo, 4-etoxibutilo o 6-etoxihexilo.

30 Alquilo con 2 hasta 18 átomos de carbono interrumpido, en caso dado, por uno o por varios átomos de oxígeno y/o de azufre no contiguos y/o por uno o por varios grupos imino substituidos o no substituidos significa, por ejemplo, 5-hidroxi-3-oxa-pentilo, 8-hidroxi-3,6-dioxa-octilo, 11-hidroxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-hidroxi-4-oxa-heptilo, 11-hidroxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-hidroxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-hidroxi-5-oxa-nonilo, 14-hidroxi-5,10-oxa-tetradecilo, 5-metoxi-3-oxa-pentilo, 8-metoxi-3,6-dioxa-octilo, 11-metoxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-metoxi-4-oxa-heptilo, 11-metoxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-metoxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-metoxi-5-oxa-nonilo, 14-metoxi-5,10-oxa-tetradecilo, 5-etoxi-3-oxa-pentilo, 8-etoxi-3,6-dioxa-octilo, 11-etoxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-etoxi-4-oxa-heptilo, 11-etoxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-etoxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-etoxi-5-oxa-nonilo o 14-etoxi-5,10-oxa-tetradecilo.

35 Cuando dos restos formen un anillo, estos restos pueden significar, de manera conjunta, por ejemplo a título de componente fusionado 1,3-propileno, 1,4-butileno, 2-oxa-1,3-propileno, 1-oxa-1,3-propileno, 2-oxa-1,3-propenileno, 1-aza-1,3-propenileno, 1-alquilo con 1 a 4 átomos de carbono-1-aza-1,3-propenileno, 1,4-buta-1,3-dienileno, 1-aza-1,4-buta-1,3-dienileno o 2-aza-1,4-butadien-1,3-dienileno.

40 El número de los átomos de oxígeno y/o de azufre, no contiguos y/o el número de los grupos imino no está limitado en principio o bien está limitado automáticamente por el tamaño del resto o del componente anular. Por regla general, el número no es mayor que 5 en cada resto correspondiente, de manera preferente no es mayor que 4 o de una manera muy especialmente preferente no es mayor que 3. Por otra parte, entre dos heteroátomos se encuentran, por regla general al menos uno, de manera preferente al menos 2 átomos de carbono.

45 Los grupos imino substituidos y no substituidos pueden ser, por ejemplo, imino, metilimino, iso-propilimino, n-butylimino o terc.-butylimino.

50 Debe entenderse por la expresión "grupos funcionales" por ejemplo los siguientes: carboxi, carboxamida, hidroxil, di-(alquilo con 1 a 4 átomos de carbono)-amino, alquiloxicarbonilo con 1 a 4 átomos de carbono, ciano o alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono. En ese caso alquilo con 1 a 4 átomos de carbono es metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec.-butilo o terc.-butil.

Arilo con 6 a 14 átomos de carbono substituido, en caso dado, por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos significa, por ejemplo, fenilo, tolilo, xililo,  $\alpha$ -naftilo,  $\beta$ -naftilo, 4-difenililo, clorofenilo, diclorofenilo, triclorofenilo, difluórfenilo, metilfenilo, dimetilfenilo, trimetilfenilo, etilfenilo, dietilfenilo, iso-propilfenilo, terc.-butilfenilo, dodecilfenilo, metoxifenilo, dimetoxifenilo, etoxifenilo, hexiloxifenilo, metilnaftilo,

isopropilnaftilo, cloronaftilo, etoxinaftilo, 2,6-dimetilfenilo, 2,4,6-trimetilfenilo, 2,6-dimetoxifenilo, 2,6-diclorofenilo, 4-bromfenilo, 2-nitrofenilo o 4-nitrofenilo, 2,4-dinitrofenilo o 2,6-dinitrofenilo, 4-dimetilaminofenilo, 4-acetilfenilo, metoxietilfenilo o etoximetilfenilo.

5 Cicloalquilo con 5 a 12 átomos de carbono sustituido, en caso dado, por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos significa, por ejemplo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclooctilo, ciclododecilo, metilciclopentilo, dimetilciclopentilo, metilciclohexilo, dimetilciclohexilo, dietilciclohexilo, butilciclohexilo, metoxiciclohexilo, dimetoxiciclohexilo, dietoxiciclohexilo, butiltiociclohexilo, clorociclohexilo, diclorociclohexilo, diclorociclopentilo así como un sistema bicíclico saturado o no saturado tal como norbornilo o norbornenilo.

10 En el líquido iónico están presentes los cationes, así como los aniones. Dentro del líquido iónico es transferido un protón o un resto alquilo desde el catión hasta el anión. De este modo, se forman dos moléculas neutras. En ese caso, se establece un equilibrio, en el que están presentes aniones, cationes y las dos moléculas neutras.

15 Las moléculas neutras, que están presentes en equilibrio en el líquido iónico, pueden ser separadas por destilación a partir del líquido iónico. De este modo se ejerce un influjo sobre el equilibrio dentro del líquido iónico. De esta manera se protonizan o bien se alquilan de nuevo aniones por medio de los cationes, con objeto de establecer de nuevo el equilibrio. Este mecanismo hace que pueda ser destilado el líquido iónico.

En una forma preferente de realización se condensan las moléculas, que han sido separadas por destilación, y se acumulan en un recipiente. Por medio de un calentamiento se transforma el condensado de nuevo en un líquido iónico.

20 De manera ventajosa, el líquido iónico o bien el componente líquido iónico, que son obtenidos por medio de la destilación, están exentos de impurezas.

25 Cuando una de las moléculas, separada por destilación, sea fácilmente volátil, podrá suceder que esta molécula no se condense en el recipiente. De este modo puede ser recuperado de manera específica uno solo de los componentes. Esto puede ser controlado, también, de forma intencionada y específica por medio de un control adecuado de la temperatura y/o por medio de un control de la presión con ocasión de la destilación o bien con ocasión de la condensación en el recipiente. El componente, que es recuperado de este modo, se presenta igualmente con una pureza más elevada y puede ser empleado más tarde de nuevo para llevar a cabo la obtención de un líquido iónico. Por medio de la destilación del líquido iónico es posible llevar a cabo su purificación o bien su reciclado. De igual modo, se da la posibilidad de recuperar los componentes del anión o del catión, a partir del líquido iónico, en forma neutra desde el punto de vista de su carga.

30 Cuando se lleva a cabo una destilación de pequeñas cantidades de líquido iónico se lleva a cabo la destilación, de manera preferente, en un matraz de vidrio a través de un puente de destilación. De manera especial, es adecuada una de las instalaciones típicas de destilación como las que son conocidas en el laboratorio por el técnico en la materia.

35 Cuando se lleva a cabo una destilación discontinua, el líquido iónico puede ser dispuesto inicialmente en una retorta de destilación, dicho líquido se calienta a la temperatura de ebullición en la retorta y se evapora en parte. Las moléculas de neutras evaporadas procedentes del líquido iónico son retiradas de la retorta de destilación, son condensadas y enfriadas en un refrigerador por condensación y son captadas en un recipiente para el destilado. En el recipiente para el destilado pueden ser combinadas de nuevo las moléculas separadas – en tanto en cuanto sean destinados los dos tipos de componente – para formar el líquido iónico.

40 Para llevar a cabo la destilación continua de un líquido iónico, este líquido es aportado, de manera preferente, como cola a una columna de destilación. Los componentes evaporados son retirados, de manera preferente, a través de la cabeza de la columna. De manera preferente, los componentes, que son retirados a través de la cabeza, son condensados a continuación en un intercambiador de calor y, de manera preferente, son acumulados en un recipiente.

45 Las instalaciones de destilación, que son empleadas para llevar a cabo la destilación de los líquidos iónicos, están configuradas de manera preferente de tal modo, que sean estancas frente al medio ambiente con objeto de que, por ejemplo, pueda generarse un vacío en la instalación de destilación.

50 El calentamiento de la cola puede llevarse a cabo, por ejemplo, por vía eléctrica o con ayuda de un medio de calefacción. A título de medios de calefacción son adecuados, por ejemplo, el vapor de agua, los aceites térmicos o las fusiones salinas.

#### Ejemplos.

**Ejemplo 1****Destilación del EMIM Cl**

Se carga un matraz de vidrio, de 250 ml, con el líquido iónico EMIM Cl. En este caso el EMIM es una mezcla constituida por 1-metilimidazol y por 1-etilimidazol. El líquido es totalmente separado por destilación a través de un puente de destilación con una temperatura de transición de 59 °C a una presión de 2,4 mbares. En este caso, la temperatura de la cola es de 215 °C. el cloruro de metilo o bien el cloruro de etilo, que se forman durante la destilación, no son condensados. El destilado se ensaya por medio de una espectroscopía <sup>1</sup>H RMN. Este destilado contiene de manera exclusiva 1-metilimidazol y 1-etilimidazol en la relación de 1:2,7.

**Ejemplo 2****10 Destilación de EMIM fosfato de dietilo.**

Se cargan 62 g de EMIM fosfato de dietilo en un aparato de destilación. A una temperatura de transición de 54 °C se separa por destilación un líquido amarillo, anaranjado, a una presión de 0,2 mbares. La temperatura de la cola durante la destilación es de 223 °C. El ensayo del destilado por medio de una espectroscopía <sup>1</sup>H RMN muestra que el destilado está constituido por una mezcla constituida por 1-metilimidazol, por 1-etilimidazol así como por fosfato de trietilo.

**Ejemplo 3****Destilación de EMIM fosfato de dietilo sin vacío.**

Se cargan en un aparato de destilación 90 g de EMIM fosfato de dietilo. A una temperatura de la cola de 254 °C y a una temperatura de transición de 78 °C se separa por destilación un destilado incoloro.

**20 Ejemplo 4****Obtención y destilación de HMIM Cl.**

Se disponen inicialmente en un matraz de reacción 821,2 g (10 moles) de 1-metilimidazol. Se añaden al 1-metilimidazol, gota a gota, 985,4 g (10 mol) de HCl acuoso al 37%, hasta que la mezcla comience a hervir. A una presión de 40 mbares y a 37 °C se eliminan por destilación, en primer lugar, 65,6 g de agua. A continuación se separan por destilación, a una presión situada en el intervalo comprendido entre 0,2 y 0,5 mbares, a una temperatura de la cola de 200°C y a una temperatura de transición situada en el intervalo comprendido entre 145 °C y 159 °C, 1032 g de un líquido que, después de su enfriamiento, se solidifica para dar un producto sólido incoloro. El ensayo del producto se vio por medio de una espectroscopía <sup>1</sup>H RMN muestra que el producto sólido está constituido por HMIM Cl puro (cloruro de metilimidazol). Un análisis elemental del destilado muestra que el destilado contiene un 29,5% de cloruro.

**Ejemplo 5****Obtención, destilación y recombinación de MMIM fosfato de dimetilo.**

Se añaden, gota a gota, 70,0 g (0,5 moles) de fosfato de trimetilo, en el transcurso de 1 hora, a 41,5 g (0,5 moles) de N-metilimidazol. La temperatura asciende hasta 102 °C como consecuencia de la reacción exotérmica. Se agita durante otras 3 horas a 95°C. Se obtienen 111 g del líquido iónico constituido por el MMIM fosfato de dimetilo. El espectro <sup>1</sup>H RMN (CDCl<sub>3</sub>) muestra las señales correspondientes a 10,5 ppm (1H, N-CH-N), 7,6 ppm (2H, N-CH-CH-N), 4,0 ppm (6H, N-CH<sub>3</sub>) y un duplete a 3,6 ppm (6H, POCH<sub>3</sub>).

El MMIM fosfato de dimetilo fue separado por destilación a un vacío de 0,1 mbares, con una temperatura de la cola situada en el intervalo comprendido entre 110 y 196 °C y con una temperatura en la cabeza situada en el intervalo comprendido entre 23 y 25 °C. Se obtuvieron 68,6 g de destilado, que muestra en el espectro <sup>1</sup>H RMN (CDCl<sub>3</sub>) las señales del N-metilimidazol libre 7,4 ppm (1H, N-CH-N), 7,0 ppm (1H, N-CH-CH-N), 6,9 ppm (1H, N-CH-CH-N), 3,7 ppm (3H, N-CH<sub>3</sub>) y del fosfato de trimetilo libre 3,8 ppm (9H, POCH<sub>3</sub>).

El destilado, que está constituido por N-metilimidazol y por fosfato de trimetilo, se calentó durante 5 horas a 100°C y a la presión normal. El espectro <sup>1</sup>H RMN (CDCl<sub>3</sub>) del material obtenido mostró las señales del líquido iónico constituido por el MMIM fosfato de dimetilo a 10,3 ppm (1H, N-CH-N), 7,7 ppm (2H, N-CH-CH-N), 4,0 ppm (6H, N-CH<sub>3</sub>) y el duplete a 3,6 ppm (6H, POCH<sub>3</sub>).

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para la destilación de líquidos iónicos, que comprende las etapas siguientes:
  - A el ajuste de una presión, que es igual que la presión atmosférica o menor que la presión atmosférica,
  - B el calentamiento hasta una temperatura situada en el intervalo comprendido entre 60°C y 350°C.
- 5 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en el líquido iónico están presentes en equilibrio cationes, aniones y moléculas neutras, que se forman de manera especial por medio de una protonización o por bien por medio de una alquilación de los aniones por los cationes.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque en la destilación es separada por destilación, al menos, la molécula más fácilmente volátil de entre las moléculas neutras.
- 10 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la presión es < 200 mbares.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la presión es < 50 mbares.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la presión es < 5 mbares.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la temperatura está situada en el intervalo comprendido entre 100°C y 350°C.
- 15 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la temperatura está situada en el intervalo comprendido entre 150°C y 350°C.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque las dos moléculas neutras son separadas por destilación.
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque las moléculas neutras, separadas por destilación, son recombinadas de nuevo para formar un líquido iónico.
- 20 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque una de las dos moléculas neutras, separadas por destilación, es aprovechada para la obtención renovada de un líquido iónico de otro tipo o porque es utilizada para esta finalidad únicamente la molécula más fácilmente volátil.
12. Empleo del procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11 para la purificación de líquidos iónicos.
- 25 13. Empleo del procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11 para el reciclado de líquidos iónicos.