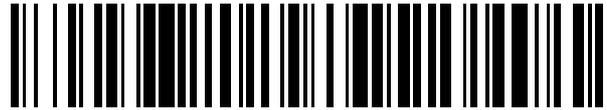


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 550 330**

51 Int. Cl.:

**C11B 9/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.06.2012 E 12729984 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.07.2015 EP 2726588**

54 Título: **Líquidos iónicos para la eliminación de residuos agrícolas**

30 Prioridad:

**28.06.2011 US 201161502011 P**

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

**06.11.2015**

73 Titular/es:

**GIVAUDAN SA (100.0%)  
Chemin de la Parfumerie 5  
1214 Vernier, CH**

72 Inventor/es:

**MCKEE, MARY AMANDA**

74 Agente/Representante:

**DURÁN MOYA, Carlos**

**ES 2 550 330 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**

Líquidos iónicos para la eliminación de residuos agrícolas

5 La presente memoria se refiere a un procedimiento de eliminación de residuos agrícolas a partir de aceites esenciales.

10 Los residuos agrícolas (en adelante denominados RA) son los restos de diversos productos químicos agrícolas aplicados a plantas y árboles cultivados y que se encuentran en las cosechas o en los productos derivados de las mismas, a veces en cantidades vestigiales, pero a menudo en proporciones más importantes. Estos materiales se aplican para controlar las plagas (insectos y arácnidos) y la proliferación de hongos. Son altamente tóxicos para los organismos diana, lo que a veces les hace tóxicos para los consumidores humanos. Por consiguiente, resulta deseable eliminar en la medida de lo posible dichos RA de los aceites esenciales de origen vegetal. Existen literalmente centenares de RA diferentes, y eliminarlos por completo resulta prácticamente imposible, además de ser económicamente inviable. Por consiguiente, resulta deseable reducir la cantidad total de RA en un grado aceptable, es decir, hasta un nivel que no sea peligroso para los consumidores humanos. Este nivel varía considerablemente según el RA de que se trate. En algunos casos resulta necesaria su eliminación esencialmente completa; en otros, son tolerables límites más altos.

20 El procedimiento tradicional de eliminación ha sido la destilación. Aunque ha sido eficaz, también es un procedimiento largo y considerablemente ineficiente desde el punto de vista energético, especialmente si se requieren múltiples ciclos a lo largo de un proceso de destilación. Otros procedimientos han incluido la absorción, el intercambio iónico y la extracción con disolventes. Sin embargo, a menudo ha surgido el problema de que dichos procedimientos también eliminan o destruyen componentes esenciales del aceite, volviéndole menos útil o incluso, a veces, completamente inútil. Esto es especialmente cierto para los aceites de cítricos, tales como el aceite de naranja.

30 Ahora se ha descubierto que la proporción de RA en un aceite esencial puede reducirse en un grado aceptable mediante un determinado procedimiento. Por consiguiente, se da a conocer un procedimiento para reducir la proporción de RA presentes en un aceite esencial, que comprende el tratamiento del aceite con un líquido iónico que tiene, como máximo, una solubilidad limitada en dicho aceite, presentando dicho líquido iónico un anión y un catión seleccionados entre los de la siguiente tabla:

catión	anión
dialquilimidazolio	alquilsulfato
trialquilimidazolio	dicianamida
dialquilpiridinio	alquilsulfonato
dialquilpiridinio	alquilsulfato
	tiocianato
	fluoroacetato
	fluoroalquilsulfonato
	tetrafluoroborato
	haluro

35 Los líquidos iónicos (LI) son líquidos que existen en forma completamente ionizada sin necesidad de ningún disolvente. Se distinguen porque prácticamente no tienen presión de vapor. Actualmente están disponibles en el mercado muchas variedades de los mismos y se han utilizado, por ejemplo, en diversas aplicaciones de química sintética y en algunos procesos de separación en la industria petroquímica.

40 La expresión “como máximo, una solubilidad limitada” significa que el LI nunca es completamente miscible con el aceite. En una realización particular, es sólo ligeramente miscible, o incluso completamente inmiscible, con dicho aceite. Según la naturaleza del aceite y del LI, las solubilidades varían considerablemente, pero el experto en la materia podrá encontrar una combinación con una simple experimentación rutinaria. Como indicación general, la expresión “como máximo, una solubilidad limitada” puede considerarse como que permanece un máximo del 1% del LI en el aceite tras someter una mezcla de aceite y LI a un lavado con agua, aunque hay casos en los que permanecerá una cantidad mayor y aun así se obtendrán resultados satisfactorios.

50 Entre los ejemplos no limitantes particulares de aceites esenciales útiles en este procedimiento se incluyen los aceites de cítricos, tales como los aceites de naranja, limón, pomelo y lima.

Se ha descubierto que los siguientes LI eliminan más del 50% de los RA presentes con una única extracción:

- tetrafluoroborato de 1-butil-2,3-dimetilimidazolio (trialquilimidazolio)
- dicianamida de 1-butil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)
- cloruro de 1-hexil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)

cloruro de 3-metil-1-octilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 metilsulfato de 1-butil-3-metilimidazolio  
 dicianamida de N-butil-3-metilpiridinio  
 dicianamida de 1-butil-1-metilpirrolidinio  
 tetrafluoroborato de 4-metil-N-butilpiridinio.

5

Se ha descubierto que los siguientes LI eliminan más del 20% de los RA totales con una única extracción:

dicianamida de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 p-toluenosulfonato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 dietilfosfato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 tiocianato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 etilsulfato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 trifluoroacetato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 trifluorometanosulfonato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 tetrafluoroborato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 trifluorometilsulfonato de 1-butil-2,3-dimetilimidazolio (dialquilimidazolio)  
 yoduro de 1-propil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio).

10

15

20

Los LI mencionados anteriormente son especialmente eficaces en el tratamiento de aceites de cítricos, particularmente el aceite de naranja. Un LI particularmente eficaz para los aceites de cítricos, especialmente el aceite de naranja, es el etilsulfato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio), que elimina prácticamente todos los RA, pero no elimina ninguno de los componentes esenciales del aceite de naranja.

25

El procedimiento comprende el mezclado del aceite esencial y el LI, por ejemplo, en una relación 1:1 en peso. La mezcla se deja reposar, por ejemplo, durante aproximadamente 30 minutos, a fin de separar las capas de aceite y de LI, y la capa de aceite puede separarse de la capa de LI por decantación. La fase oleosa se lava con agua (por ejemplo 1:1 en peso) y la capa de aceite puede decantarse. Este lavado con agua se puede repetir dos veces, y el aceite se puede secar, por ejemplo, utilizando sulfato de sodio o un tamiz molecular 3A.

30

El aceite resultante tiene una concentración considerablemente reducida de RA. Esto variará en función del aceite y de la naturaleza de los RA.

35

A continuación, la presente invención se describe haciendo referencia a los siguientes ejemplos prácticos, que representan realizaciones particulares y que no pretenden ser en modo alguno limitantes.

#### Ejemplo 1

40

Se mezclaron 20 g de cloruro de 1-hexil-3-metilimidazolio durante 30 minutos con un aceite de naranja que contenía, según análisis, los siguientes RA: éster 2,4-D 2-etilhexílico, 2-fenilfenol, bromopropilato, Carbaril™, Chlorpirifos™, Diazinon™, Dicofol™, Ethion™, Imazalil™, Malathion™, Metalaxyl™, Methidathion™, metil Parathion™, metil Pyrimiphos™, Prochloraz™, Propargite™, Pyridaphenthion™ y Tetradiphon™.

45

La mezcla LI/aceite se vertió en un embudo de decantación y se dejó caer la capa de LI. Se añadieron 20 g de agua desionizada al aceite del embudo de decantación y se mezcló. Las dos fases se dejaron separar y la capa acuosa se extrajo del embudo. El lavado con agua se repitió dos veces más y el aceite se secó con la adición de un 5% en peso de sulfato de sodio. La capa de aceite resultante mostró una reducción del 58% de la concentración total de RA, con una reducción del 95% del 2-fenilfenol y del 93% del bromopropilato.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para reducir la proporción de residuos agrícolas presentes en un aceite esencial, que comprende el tratamiento del aceite con un líquido iónico que tiene, como máximo, una solubilidad limitada en el aceite, presentando dicho líquido iónico un anión y un catión seleccionados entre los de la siguiente tabla:

catión	anión
dialquilimidazolio	alquilsulfato
trialquilimidazolio	dicianamida
dialquilpiridinio	alquilsulfonato
dialquilpiridinio	alquilfosfato
	tiocianato
	fluoroacetato
	fluoroalquilsulfonato
	tetrafluoroborato
	haluro

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el líquido iónico es, como mínimo, uno de los siguientes:

- 10 tetrafluoroborato de 1-butil-2,3-dimetilimidazolio (trialquilimidazolio),  
dicianamida de 1-butil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
cloruro de 1-hexil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
cloruro de 3-metil-1-octilimidazolio (dialquilimidazolio),  
metilsulfato de 1-butil-3-metilimidazolio,
- 15 dicianamida de N-butil-3-metilpiridinio,  
dicianamida de 1-butil-1-metilpirrolidinio,  
tetrafluoroborato de 4-metil-N-butilpiridinio,  
dicianamida de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
p-toluenosulfonato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
diethylfosfato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
20 tiocianato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
etilsulfato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
trifluoroacetato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
trifluorometanosulfonato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
25 tetrafluoroborato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio),  
trifluorometilsulfonato de 1-butil-2,3-dimetilimidazolio (trialquilimidazolio), o  
yoduro de 1-propil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio).

3. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el aceite esencial es un aceite de cítrico y el líquido iónico es etilsulfato de 1-etil-3-metilimidazolio (dialquilimidazolio).

4. Procedimiento, según la reivindicación 3, en el que el aceite de cítrico es aceite de naranja.

5. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el tratamiento del aceite con el líquido iónico comprende mezclar el aceite y el líquido iónico, permitir que una capa de aceite se separe de una capa del líquido iónico y eliminar, como mínimo, una de la capa de aceite o la capa de líquido iónico.

6. Procedimiento, según la reivindicación 5, en el que el aceite tratado se lava con agua y la capa de aceite lavada se separa del agua.

7. Procedimiento, según la reivindicación 6, en el que el aceite lavado se seca.