

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 553 158**

21 Número de solicitud: 201430860

51 Int. Cl.:

**C07C 215/40** (2006.01)

**C07C 213/08** (2006.01)

**C02F 1/58** (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

**04.06.2014**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**04.12.2015**

71 Solicitantes:

**UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA  
(100.0%)**

**Jordi Girona, 31  
08034 Barcelona ES**

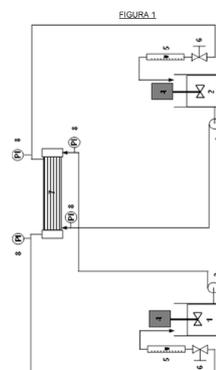
72 Inventor/es:

**FORTUNY SANROMÁ, Agustín;  
COLL AUSIÓ, María Teresa y  
SASTRE REQUENA, Ana María**

54 Título: **Líquido iónico para la extracción de compuestos de boro y composición y procedimientos correspondientes**

57 Resumen:

Líquido iónico para la extracción de compuestos de boro y composición y procedimientos correspondientes. Se presenta la síntesis de unos nuevos líquidos iónicos obtenidos por la reacción de haluros de alquilo con aminas primarias con sustituyentes 1,3-diólicos y su uso específico para la separación selectiva de boro aplicable en plantas desalinizadoras de agua de mar mediante tecnología de membranas líquidas soportadas. Este procedimiento es extensible a cualquier efluente acuoso del que se requiera la eliminación de boro.



## LÍQUIDO IÓNICO PARA LA EXTRACCIÓN DE COMPUESTOS DE BORO Y COMPOSICIÓN Y PROCEDIMIENTOS CORRESPONDIENTES

5

### DESCRIPCIÓN

#### Campo de la invención

La invención se refiere a un líquido iónico, compuesto por un catión y un anión, para la extracción de compuestos de boro de soluciones acuosas, y a una composición que lo comprende.

La invención también se refiere a un procedimiento de extracción de compuestos de boro de una solución acuosa.

La invención se refiere asimismo a un procedimiento de fabricación de un líquido iónico apto para la extracción de compuestos de boro de una solución acuosa.

#### Estado de la técnica

20

La problemática de la presencia de boro en aguas provenientes de la desalación de agua de mar ha sido tratada de diversas formas.

Las membranas de ósmosis inversa disponibles en el mercado proporcionan valores de rechazo para el boro superiores al 90%. Sin embargo, en las condiciones de operación de una planta, éste porcentaje disminuye y surgen problemas para poder cumplir con la concentración límite establecida para agua de consumo. Este valor depende de cada país, así para la UE, UK y algunos estados de EEUU, se especifica un máximo de 1 mg/L de boro en el agua de suministro. La falta de una tecnología económicamente viable para la reducción de boro en este tipo de plantas se hace patente en el progresivo incremento del valor de referencia que publica periódicamente la organización mundial de la salud y cuyo valor ha aumentado desde 0.3 mg/L antes de 1998, hasta el valor actual de 2.4 mg/L.

Si esta agua se utiliza para riego, la concentración de boro debería reducirse hasta un valor de 0.3 mg/L para cultivos muy sensibles, 1 mg/l para los sensibles y menor de 4 mg/L (2-4 mg/L) para los tolerantes, puesto que un exceso de boro inhibe el crecimiento de la planta y su producción de fruto. Teniendo en cuenta que la  
5 concentración promedio de boro en agua de mar es de 4-6 mg/L y que el boro se encuentra en forma de ácido bórico, el proceso de osmosis inversa es insuficiente para la eliminación de boro.

A nivel industrial, el proceso de adsorción mediante resinas con base glucamínica (N-  
10 metil-D-glucamina NMDG), tal como Amberlite (IRA-743, PWA10), Purolite S-108, Dowex XUS 43594.00, Diaion CRB02, es el más extendido y proporciona altos rendimientos de eliminación de boro en agua con carácter básico. Sin embargo, su aplicación en una planta desalinizadora de agua de mar no es viable debido al elevado volumen de agua a tratar cosa que implicaría un coste de regeneración de la resina  
15 inasumible.

Otro proceso específico para la separación de boro es la extracción líquido-líquido utilizando como agentes extractantes compuestos diólicos (2-etil-1,3-hexanodiol (EHD), 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol (TMPD), 2-metil-2,4-pentanodiol (MTPE), 2-butil-  
20 2-etil-1,3-propanodiol (BEPD)). Debido al carácter polar de estos compuestos, su uso como extractantes presenta el inconveniente de su solubilidad en medio acuoso, hecho que conlleva una disminución de la eficacia del proceso, la contaminación del medio acuoso y un coste adicional de reposición del reactivo diólico. La adición de modificadores de fase es un intento para minimizar este problema.

Por otro lado, el uso cada vez más extendido de los líquidos iónicos (ILs) en diferentes ámbitos industriales se ha extendido también a los procesos de separación siendo los líquidos iónicos utilizados tanto como agentes activos de separación o como diluyentes de bajo impacto ambiental. Los líquidos iónicos son sales orgánicas formadas por un  
25 catión orgánico y un anión que tanto puede ser orgánico como inorgánico. Se caracterizan por tener una presión de vapor muy baja y además son líquidos a temperatura ambiente. Algunos líquidos iónicos del tipo fosfónio (Cyphos IL 101, Cyphos IL 104) y amonio (ALiCY, ALiDEC) se han utilizado recientemente para la

separación de boro tanto en extracción con solventes como actuando de portador en sistemas de separación mediante membranas líquidas soportadas.

Las membranas líquidas soportadas (SLM) se utilizan en procesos avanzados de separación especialmente en módulos de fibras huecas y con tecnología de renovación de la membrana líquida (HFRLM). Esta tecnología permite prolongar la estabilidad de la membrana, realizar el proceso de extracción y reextracción (usualmente denominado mediante su expresión en inglés: stripping) en un único módulo y con un consumo bajo de energía para el transporte transmembrana.

10

El documento "Synthesis of glucaminium-based ionic liquids and their application in the removal of boron from water", Manishkumar D. Joshi, Guillaume Chalumot, Yong-wah Kim and Jared L. Anderson, Chem. Commun., 2012, 48, 1410-1412 describe una nueva clase de líquidos iónicos altamente selectivos para la extracción del boro, sintetizados a partir de N-metil -D-glucamina. Los líquidos iónicos descritos tienen como anión el tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato (FAP<sup>-</sup>).

15

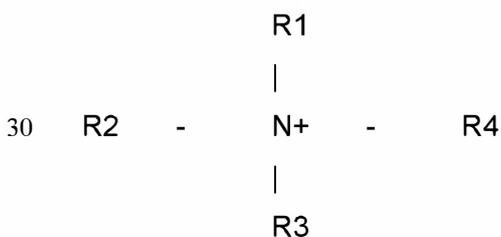
Sin embargo, sigue existiendo la necesidad de desarrollar nuevos compuestos que permitan una extracción del boro en condiciones industriales, en particular del agua de mar.

20

### Exposición de la invención

La invención tiene por objeto superar estos inconvenientes. Esta finalidad se consigue mediante un líquido iónico compuesto por un catión y un anión, donde dicho catión es de fórmula general

25



donde:

R1 es un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, no sustituido,

R2 es un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, no sustituido,

5

R3 es un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, no sustituido,

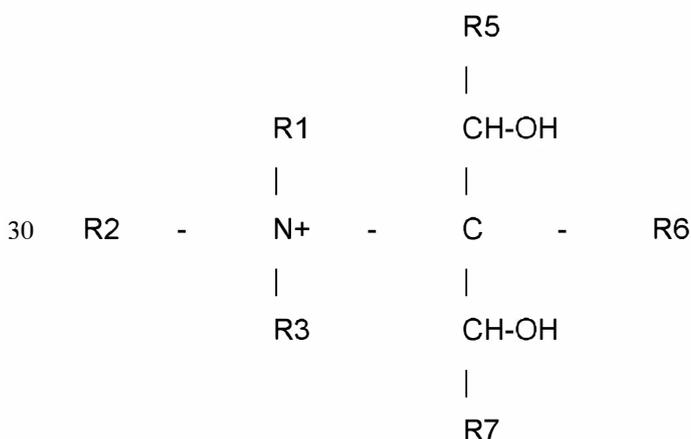
y R4 es un diol o un triol.

- 10 Como se verá a continuación, estos nuevos compuestos, líquidos e insolubles en fase acuosa, son particularmente adecuados para la separación selectiva de boro presente en medio acuoso con alto contenido en sales y pueden trabajar en un margen muy amplio de pH. Estos líquidos iónicos presentan una muy baja solubilidad en agua y, adicionalmente, la funcionalidad hidroxílica óptima para la extracción de boro. Los
- 15 líquidos iónicos de acuerdo con la invención pueden ser usados tanto en extracción con solventes como en procesos de separación mediante membranas líquidas soportadas.

20 En la presente descripción y reivindicaciones se entiende por líquido iónico a un compuesto consistente en una sal orgánica formada por un catión orgánico y un anión que tanto puede ser orgánico como inorgánico, donde el compuesto es líquido a temperatura ambiente (en general, a temperaturas comprendidas entre 10°C y 100°C).

Preferentemente el catión es de fórmula general

25



donde R1, R2, y R3 tienen los significados indicados anteriormente y

R5 es H o grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>

5 R6 es H o CH<sub>3</sub> o CH<sub>2</sub>OH

R7 es H o grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>.

10 Ventajosamente R1, R2 y R3 son un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado. Es particularmente ventajoso que R1, R2 y R3 sean un grupo alquilo C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, y que sean iguales entre sí. Efectivamente, ello simplifica el proceso de fabricación del líquido iónico, si bien es necesario que como mínimo sean un grupo alquilo C<sub>3</sub>, para así conseguir la hidrofobicidad necesaria.

15 Preferentemente R5 y/o R7 son H.

Ventajosamente R6 es CH<sub>3</sub> o CH<sub>2</sub>OH.

20 Una solución particularmente ventajosa es cuando R1 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub> lineal, R2 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub> lineal, R3 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub> lineal, R5 es H, R6 es CH<sub>3</sub> y R7 es H y, preferiblemente, R1, R2 y R3 son un grupo alquilo C<sub>6</sub> lineal.

25 Otra solución particularmente ventajosa es cuando R1 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> lineal, R2 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> lineal, R3 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> lineal, R5 es H, R6 es CH<sub>2</sub>OH y R7 es H y, preferiblemente, R1, R2 y R3 son un grupo alquilo C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub> lineal.

30 La invención también tiene por objeto una composición que comprende un líquido iónico de acuerdo con la invención disuelto en un solvente orgánico inmiscible con agua, preferentemente del grupo formado por decanol, queroseno y mezclas de los anteriores.

La invención tiene asimismo por objeto un procedimiento de extracción de compuestos de boro (en especial ácido bórico y/o boratos, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> y/o B(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup>) de una solución

acuosa caracterizado porque comprende el empleo de un líquido iónico o una composición de acuerdo con la invención. Preferentemente la extracción incluye el empleo de membranas líquidas soportadas, en las que el líquido iónico actúa como portador.

5

La invención tiene también por objeto un procedimiento de transporte de compuestos de boro (en especial ácido bórico y/o boratos,  $H_3BO_3$  y/o  $B(OH)_4^-$ ) a través de una solución orgánica inmiscible con agua, preferentemente con un solvente del grupo formado por decanol, queroseno y mezclas de los anteriores, caracterizado porque  
10 comprende la adición de un líquido iónico de acuerdo con la invención a la solución orgánica, la puesta en contacto de la solución orgánica con una solución acuosa que comprende los compuestos de boro, donde los compuestos de boro migran, por lo menos parcialmente, de la solución acuosa a la solución orgánica, y la puesta en contacto de la solución orgánica con una segunda solución acuosa de stripping, donde  
15 los compuestos de boro presentes en la solución orgánica migran, por lo menos parcialmente, a la segunda solución acuosa. Efectivamente, se ha observado que la citada solución orgánica presenta unas propiedades de transporte de los compuestos de boro muy elevadas, lo que la hace particularmente adecuada para la migración de los compuestos de boro de la fase acuosa a la segunda fase acuosa, en particular en  
20 el caso de su empleo en membranas líquidas soportadas, tanto planas como de fibras huecas.

Finalmente, la invención tiene también por objeto un procedimiento de fabricación de un líquido iónico de acuerdo con la invención, donde R5 y R7 son ambos H,  
25 caracterizado porque comprende una etapa de reacción de un ioduro de alquilo con 2-amino-2 metil-1,3-propanodiol o tris(hidroximetil)aminometano, en presencia de una base, donde el alquilo es un grupo alquilo  $C_3-C_{10}$ , lineal o ramificado, preferentemente un grupo alquilo  $C_4-C_{10}$ , lineal o ramificado, y muy preferentemente un grupo alquilo  $C_6-C_8$ , lineal o ramificado, a una temperatura de reflujo comprendida entre 50 y 70 °C  
30 en presencia de una base y posterior intercambio del anión  $I^-$  por un anión  $Cl^-$ . Ventajosamente la base es  $Na_2CO_3$ .

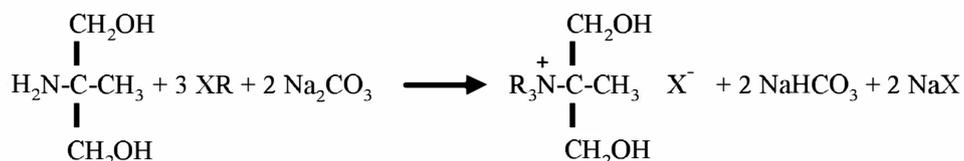
Breve descripción de los dibujos

Otras ventajas y características de la invención se aprecian a partir de la siguiente descripción, en la que, sin ningún carácter limitativo, se relatan unos modos preferentes de realización de la invención, haciendo mención de los dibujos que se acompañan. Las figuras muestran:

Fig. 1, un esquema de un módulo de membrana de fibra hueca con renovación de la membrana líquida (HFRLM).

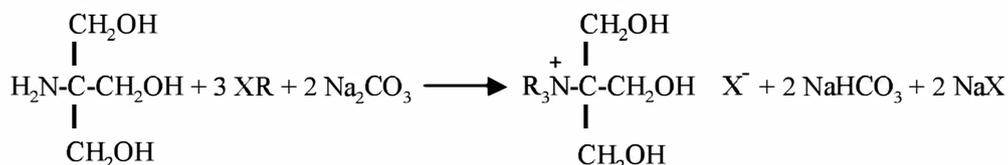
Descripción detallada de unas formas de realización de la invenciónSíntesis de los líquidos iónicos (IL)

- 15 A continuación se describe una metodología para la separación de boro mediante el uso de líquidos iónicos sintetizados a partir de la reacción, en medio básico, del ioduro de alquilo (IR<sub>n</sub>) con 2-amino-2 metil-1,3 propanodiol (BIS)



20

y con tris(hidroximetil) aminometano (TRIS)

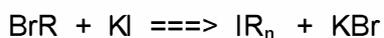


- 25 Las cadenas del ioduro de alquilo son lo suficientemente largas como para permitir insolubilizar la molécula sintetizada y lo más pequeñas posible para reducir su viscosidad con vistas a su mejor movilidad cuando se utilice en el proceso de membranas, por tanto, se han utilizado IR<sub>n</sub> con n=3, 4, 6, 8, y 10 (para simplificar: C3,

C4 C6, C8 y C10). Las aminas BIS y TRIS proporcionan la funcionalidad de los grupos alcohol y permiten las reacciones consecutivas de sustitución nucleófila (alquilación de Hoffmann SN<sub>2</sub>) de los grupos alquilo hasta la formación de la amina cuaternaria correspondiente.

5

Teniendo en cuenta el coste de los reactivos, la reacción permite la producción “in situ” de IR a partir de haluros de alquilo (Br<sup>-</sup> o Cl<sup>-</sup>) más económicos:



10

La reacción de sustitución se lleva a cabo a reflujo a 60 °C en presencia de una base (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) para eliminar los haloácidos (HX) formados y favorecer la formación de las aminas cuaternarias, utilizando como disolvente acetonitrilo (ACN). La reacción de obtención de estos productos finaliza cuando no se detectan cambios apreciables en la concertación del yoduro de alquilo en la mezcla reactante. Este seguimiento se lleva a cabo mediante cromatografía de gases. Tras este periodo (5-10 días, dependiendo de la longitud de la cadena) se separa el exceso de disolvente mediante destilación al vacío y posteriormente se intercambia el anión I<sup>-</sup> por el anión Cl<sup>-</sup> por metátesis usando una disolución acuosa concentrada de NaCl, se separan las fases y se procede a la obtención del producto exento de agua mediante destilación al vacío (o con arrastre de vapor) (P = 10 mbar y T = 60°C) obteniéndose los líquidos iónicos denominados BISC3, BISC4, BISC6, BISC8, BISC10 y TRIS3, TRIS4, TRIS6, TRIS8, TRIS10.

15

20

El grado de pureza obtenido se determina mediante valoración de las aminas presentes en la muestra. Los resultados se muestran en la tabla 1.

25

Tabla 1. Pureza de los diferentes líquidos iónicos obtenidos

	C3	C4	C6	C8	C10
BIS		64.8-65.4	72.4-76.7	59.0-63.6	95.5-97.3
TRIS		75.3-76.5	81.1-79.5	78.5-79.4	57.9-63.3

30

## **Procedimientos de extracción**

### **Reactivos**

5 Las disoluciones de boro, se han preparado pesando la cantidad deseada de  $H_3BO_3$  en una disolución 0.5 M de NaCl para simular la salinidad del agua de mar. En los ensayos de extracción y en los de membrana líquida soportada plana (FSSLM) generalmente se ha trabajado con una concentración inicial de boro de 1 g/L mientras que en las pruebas de HFRLM la concentración de boro ha sido de 10 mg/L. Como  
10 solución de “stripping”, en las pruebas de extracción, se ha utilizado una mezcla de 0.2 M de NaOH y 0.3 M NaCl para el stripping básico y una disolución 1.2 M de HCl en 0.4 M NaCl para el stripping ácido. En el transporte mediante membranas se ha utilizado generalmente stripping básico.

### **15 Análisis de las muestras**

La concentración de boro de las muestras se determina mediante espectrofotometría UV-Vis en un equipo Shimadzu (UV-1603) por el método de la Azomethine H ( $C_{17}H_{13}NO_8S_2$ ) utilizando como tampón una solución de ácido acético/acetato de  
20 amonio de pH 4.5. Este método permite cuantificar la masa de boro con un rango de linealidad de 0 a 30  $\mu g$  de boro en un aforado de 25 mL a una longitud de onda de 415 nm.

### **Procedimiento experimental extracción líquido-líquido**

25

Para la extracción líquido-líquido se han utilizado embudos de decantación de 30 mL de capacidad en los cuales se introducían volúmenes iguales de fase acuosa y de fase orgánica, generalmente 6 mL de cada una. Se procede a su mezclado en un agitador de vaivén (marca SBS) a 140 rpm durante 20 min, asegurando así, que se alcanzan  
30 las condiciones de equilibrio (una completa transferencia de boro), luego se dejan separar las fases y se recoge la fase acuosa para su análisis posterior.

La fase acuosa de alimentación contiene 1 g B/L disuelto en 0.5 M de NaCl con un pH natural de 6.3. La fase orgánica contiene el líquido iónico sintetizado (BISCn, TRISCn) disuelto en una mezcla del 50% decanol-queroseno (v/v).

- 5 Se procede a la recuperación del boro extraído mediante la adición de solución “stripping” (el mismo volumen) sobre la fase orgánica presente en el embudo de decantación posterior a la extracción, se agita el embudo durante 20 min y se analiza la concentración de boro en la muestra recogida. Este dato, además de cuantificar el boro reextraído, permite cerrar el balance de materia.

10

El porcentaje de stripping, tanto en el caso de stripping ácido (1,2 M de HCl en 0.4 M NaCl) como en el caso de stripping básico (0.2 M NaOH en 0.3 M de NaCl), es superior al 97% y por tanto la fase orgánica queda totalmente descargada de boro.

- 15 Durante el estudio de la reutilización del extractante se han realizado lavados intermedios de la fase orgánica con una solución de 0.5 M de NaCl ligeramente acidificada.

20 La concentración de boro transferida a la fase orgánica se determina por diferencia entre la concentración inicial de boro y la obtenida después de equilibrar las fases. Este resultado se corrobora analizando el boro presente en la fase de stripping considerando que el proceso de re-extracción es totalmente reversible.

25 La capacidad de extracción de boro que tienen los distintos líquidos iónicos sintetizados se ha determinado mediante el porcentaje de extracción (% E) definido como.

$$\% E = [B]_{org} * 100 / [B]_{ini}$$

30

**Procedimiento experimental en membranas líquidas soportadas planas (FSSLM)**

El dispositivo experimental consiste en dos celdas de metacrilato, idénticas, simétricas, de cuerpo cilíndrico, con una capacidad máxima de 230 mL, y con un sistema de  
 5 agitación cada una que permite la homogeneización en la celda y facilita la transferencia de materia a través de la membrana. Entre ellas se coloca el soporte polimérico hidrofóbico impregnado del agente portador (BISCn o TRISCn). Las dos celdas encajan perfectamente quedando el sistema totalmente estanco. La celda de alimentación se llenará con 210 mL de una disolución de 1 g B/L en 0.5 M NaCl y la  
 10 celda de stripping con 210 mL de una disolución de carácter básico o ácido según se desee (0.2 M NaOH en 0.3 M de NaCl) o 0,12 M de HCl en 0.4 M NaCl).

El soporte físico utilizado para mantener la membrana líquida ha sido una membrana comercial de PTFE, de la marca Millipore (FHLPO4700), cuyas características más  
 15 destacables se describen en la tabla 1A:

Tabla 1A. Características del soporte poroso

Material	PTFE
20 Carácter	hidrofóbico
Diámetro	47 mm
Espesor	150 $\mu\text{m}$
Porosidad	85%
Diámetro de poro	0.45 $\mu\text{m}$

25

El soporte se ha impregnado previamente mediante inmersión, durante 10 minutos, en la disolución orgánica con la concentración deseada del líquido iónico portador. Antes de colocar la membrana entre las dos celdas, se ha de lavar con agua bidestilada para eliminar el exceso de solución dejándola escurrir después durante unos minutos.

30

Se toman muestras de la celda de stripping en intervalos regulares de tiempo (cada hora) durante unas 10 horas y se analizan las muestras.

Para evaluar el transporte de boro se utiliza el coeficiente de permeabilidad ( $P$ , cm/s) definido como:

$$P = -V/A \ln([B]_{\text{strip}}/[B]_{\text{ini}}) t$$

5

donde  $V$  es el volumen de solución de alimentación en  $\text{cm}^3$ ,  $A$  el área de transferencia en  $\text{cm}^2$ ,  $t$  el tiempo y  $[B]$  la concentración de boro en la celda de stripping en un tiempo determinado y la concentración inicial en la celda alimentación.

#### 10 **Transporte de boro en el módulo de membrana de fibra hueca con renovación de la membrana líquida (HFRLM)**

El dispositivo experimental utilizado para llevar a cabo las pruebas de eliminación de boro mediante fibras huecas con la tecnología de renovación de la membrana líquida está constituido por diferentes elementos, siendo el módulo de fibras huecas impregnadas en el líquido iónico el componente base de esta tecnología. El módulo contiene un conjunto de fibras microporosas de polipropileno empaquetadas y contenidas en el interior de una carcasa de polietileno. El conjunto tiene una configuración similar a la de un intercambiador de calor de carcasa y tubos, permitiendo la circulación de uno de los fluidos por el interior de las fibras (tubos), y del otro a través del espacio entre fibras, (carcasa).

El módulo de fibras huecas utilizado en este trabajo es un módulo Liqui-Cel<sup>®</sup> Extra-Flow 2.5x8 suministrado por la empresa MEMBRANA, y tiene una configuración tubular. Las características de estos módulos se recogen en la Tabla 1B.

30

Tabla 1B. Características de la membrana de fibras huecas

	Material membrana	polipropileno
	Área del módulo	1.4 m <sup>2</sup>
5	Numero de fibras	10000
	Porosidad	40%
	OD/ID fibra	300/220 µm
Condiciones máximas de trabajo		
10	Carcasa	40 °C, 7.2 bar y 70 °C, 2.0 bar
	Tubos	25 °C, 4.8 bar
Volumen muerto		
	Carcasa	400 mL
	Tubos	250 mL
15		

Además del módulo de membrana de fibra hueca, también se necesita dos bombas rotativas de engranajes internos con sus respectivos rotámetros y cuatro indicadores de presión. Para evitar el paso de material orgánico desde la fase emulsión a la fase alimentación se ha trabajado con una presión diferencial ( $\Delta P = P_{acuosa} - P_{emulsión}$ ) 0.2 bar.

El esquema del dispositivo experimental completo se muestra en la figura 1, en el que se han empleado las siguientes referencias:

- 25
- 1 Depósito de alimentación
- 2 Depósito de stripping
- 3 Bomba
- 4 Agitador
- 30 5 Rotámetro
- 6 Válvula
- 7 Módulo de membrana
- 8 Medidor de presión

Se ha trabajado con un volumen de 4 L para la fase alimentación con una composición inicial de 10 mg/L de boro en 0.5 M NaCl. La concentración de boro en este depósito va disminuyendo a lo largo del tiempo ya que el boro se va transfiriendo a la fase de “stripping”. Cuando se trabaja con la tecnología de renovación de la membrana líquida la otra corriente que circula por el módulo es una emulsión que contiene la fase orgánica y también la disolución de “stripping” (0.2 M NaOH y 0.3 M NaCl). En este trabajo se ha dispuesto de un volumen de 450 mL para la fase emulsión de los cuales 50 mL corresponden a la fase orgánica y 400 mL a la disolución “stripping”, siendo por tanto el factor de concentración de 10.

10

El diseño del módulo utilizado presenta un deflector (en inglés, baffle) en dirección perpendicular a las fibras y un canal de distribución central del fluido que favorece la turbulencia en el fluido que circula por la carcasa. Aprovechando este hecho y teniendo en cuenta que la resistencia a la transferencia de boro será mayor en la interfase alimentación que en la interfase de emulsión, se hace circular la alimentación por la carcasa. Así la emulsión irá por el interior de los tubos, beneficiándonos también del menor volumen muerto que estos tienen. Las dos corrientes circularán en contracorriente.

15

El flujo de boro transferido desde la fase alimentación a la fase “stripping” se cuantifica analizando cada hora la concentración de boro en la alimentación y en el “stripping”, durante las 10 horas que dura el experimento.

20

## **Resultados**

### **Efecto de los diferentes líquidos iónicos sintetizados sobre la separación de boro**

25

Las dos familias de líquidos iónicos sintetizados los BISC<sub>n</sub> i TRISC<sub>n</sub> difieren entre ellas en el número de grupos alcohol que tiene la molécula, esta pequeña diferencia puede proporcionar comportamiento ligeramente diferentes. Dentro de cada familia, la longitud de las cadenas que están directamente ligadas al nitrógeno puede influir desde el punto de vista estérico y desde el punto de vista de estabilización del

compuesto formado con el boro. La tabla 2 presenta los resultados del porcentaje de extracción para el caso concreto de una concentración de líquido iónico de 100 g/L, la familia TRIS proporciona unos porcentajes de extracción superiores a los obtenidos por las moléculas tipo BIS, por tanto la presencia de los grupos alcohol favorecen la reacción de extracción. Por otro lado, el aumento de la longitud de las cadenas ligadas al nitrógeno de la amina no siguen una secuencia ya que se observa un máximo de extracción para las cadenas C6 y C8, cadenas más largas y voluminosas dificultan la formación del complejo extraído y más cortas incrementan la solubilización del líquido iónico y, por tanto, disminuye su disponibilidad.

Tabla 2. % Extracción de boro para una concentración nominal de líquido iónico de 100 g/L en queroseno/decanol 50% (v/v). Fase acuosa: 1 g B/L en 0.5 M de NaCl.

	C3	C4	C6	C8	C10
BIS	10.8	45.3	66.7	34.5	24.7
TRIS	22.8	53.1	76.3	85.1	53.5

### Efecto de la concentración de BISC<sub>n</sub> y TRISC<sub>n</sub>

Se establecen diferentes condiciones experimentales en las que se varía la concentración de BISC<sub>n</sub> y de TRISC<sub>n</sub> en decanol-queroseno y se mantienen las condiciones de la fase acuosa (1 g B/L en 0.5 M NaCl). La tabla 3.1 muestra el porcentaje de extracción obtenido en cada caso indicando que, un aumento de la concentración de líquido iónico conduce a un aumento en el grado de separación de boro. El intervalo de concentraciones utilizado ha sido 10-140 g IL/L.

Tabla 3.1. Porcentajes de extracción de boro en función de la concentración de líquidos iónicos sintetizados. Fase acuosa: 1 g B/L en 0.5 M NaCl

[IL], g/L		10	20	40	60	80	100	120	140
C3	BIS						10.8		
	TRIS						22.8		
C4	BIS	9.0	10.2	18.9	31.7	38.6	45.3	50.6	53.6
	TRIS	15.0	22.5	27.5	39.6	49.7	53.1	58.2	66.0
C6	BIS	15.9	24.6	36.4	47.3	56.5	63.1	73.3	78.1
	TRIS	11.5	23.2	40.8	54.6	66.6	76.3	83.2	88.4
C8	BIS	12.7	20.5	24.5	28.3	29.0	34.5	41.7	43.6
	TRIS	13.6	25.4	42.6	62.8	66.2	85.1	92.4	95.1
C10	BIS	9.8	12.4	18.0	16.4	20.7	24.7	28.3	30.7
	TRIS	12.3	19.6	29.6	39.0	47.5	53.5	63.8	73.4

5

Tal como se muestra en los resultados de la tabla 3, la separación de boro mejora con el aumento de la concentración de líquido iónico en la fase orgánica. Se pueden obtener resultados similares a los de la bibliografía utilizando menor cantidad de producto. Así trabajando con dioles o con otros líquidos iónicos como ALiCY, ALiDEC, se pueden conseguir alrededor de un 60% de extracción para una concentración de 0.54 M de dichos compuestos. En cambio, utilizando BISC<sub>n</sub> y TRISC<sub>n</sub> estos valores de extracción se alcanzan, en general, con menor concentración (0.1 - 0.2 M condiciones óptimas).

En la tabla 3.2 se especifican los rendimientos de extracción de boro en función de la concentración de los líquidos iónicos obtenidos, en este caso, para los líquidos iónicos sintetizados con cadenas alquílicas R1, R2 y R3 de diferente número de átomos de carbono. En concreto las moléculas utilizadas como extractantes se han denominado BISC<sub>864</sub> y TRISC<sub>864</sub> puesto que contienen radicales C8, C6 y C4. Como se puede observar los resultados obtenidos caen en el margen esperado y son comparables con los de las moléculas con los mismo grupo alquilo.

Tabla 3.2. Porcentajes de extracción de boro en función de la concentración de líquidos iónicos sintetizados. Fase acuosa: 1 g B/L en 0.5 M NaCl.

[IL], g/L		10	20	40	60	80	100
C864	BIS	16.8	25.9	44.9	61.9	72.6	80.9
	TRIS	9.2	15.0	32.0	43.2	51.9	64.5

5

### Efecto del pH

Para estudiar la influencia del pH de la alimentación, se realizan experimentos de extracción a diferentes pH, manteniendo tanto la concentración de BISC<sub>n</sub> o TRISC<sub>n</sub> en la fase orgánica como de boro en la fase alimentación (1 g B/L en 0.5 M de NaCl). El rango de pH estudiado ha sido entre 0.5 hasta 12.8. El comportamiento general observado es que a pH muy ácidos (pH<1) el porcentaje de extracción es muy bajo, menor del 10% y cuando el pH es muy básico (pH>11) el porcentaje de extracción disminuye drásticamente. Los porcentajes de extracción que se obtienen para las muestras con un pH de alimentación entre 2 y 8.5 son los mismos coincidiendo con el valor máximo de extracción para la correspondiente concentración de líquido iónico. Esto demuestra que, estos líquidos iónicos permiten una buena separación en un amplio margen de pH. En este rango los porcentajes se mantienen ya que la reacción de extracción conduce a un pH de equilibrio similar, 6-8, independientemente del pH de la solución de alimentación.

### Isotermas de extracción

El efecto de la concentración de boro en la alimentación se ha evaluado manteniendo la concentración de líquido iónico en la fase orgánica (60 g/L de IL en 50% decanol /queroseno) y variando la concentración de boro en la fase acuosa en un rango de 0.01 a 6 g/L en 0.5 M de NaCl. En la tabla 4 se presentan los valores del porcentaje de extracción obtenidos en estas condiciones de trabajo. Como se puede observar estos sistemas se ven favorecidos cuando la concentración de boro en la alimentación disminuye. Este resultado es muy interesante teniendo en cuenta que la concentración de boro en el agua de mar es de unos 5 mg/L

Tabla 4. Porcentajes de extracción para diferentes concentraciones de boro en la fase alimentación y una concentración nominal de líquido iónico de 60 g/L 50% K/D

	6 g B/L	1 g B/L	100 mg B/L	10 mg B/L
C6 TRIS	19.4	54.6	86.5	91.1
C8 TRIS	20.3	62.8	97.3	98.1
C10TRIS	16.0	39.0	95.3	96.1

5

### Selectividad respecto a los iones $\text{Ca}^{2+}$ i $\text{Mg}^{2+}$

La importancia de que los BISCn y TRISCn sintetizados no extraigan otros iones presentes en el agua a tratar se ha demostrado poniendo en contacto volúmenes iguales de fase orgánica, conteniendo cada una los respectivos líquidos iónicos, con una disolución acuosa de 1.3 g/L de  $\text{Mg}^{2+}$  y 0.4 g/L de  $\text{Ca}^{2+}$  en 0.5M de NaCl. Se analizaron las muestras después de la extracción, mediante absorción atómica, sin observar cambios significativos en la concentración de  $\text{Mg}^{2+}$  y de  $\text{Ca}^{2+}$  respecto a la de la muestra inicial verificando por tanto, que ni los BISCn ni los TRISCn sintetizados extraen estos iones.

15

### Reutilización de los líquidos iónicos

Se han realizado experimentos contactando fases frescas de alimentación (1 g B/L en 0.5 M NaCl) con la misma fase orgánica comprobando que los porcentajes de extracción se mantienen durante los seis ciclos realizados y que solo la primera extracción proporciona un valor ligeramente más elevado respecto a los cinco siguientes. Tomando como referencia el líquido iónico BISC6 y para una concentración de 1 g/L, los porcentajes de extracción alcanzan valores entre 55 y 56 % mientras que el primer contacto es aproximadamente del 63%

25

### Membranas líquidas soportadas

Los experimentos realizados pretenden optimizar las condiciones de operación en un sistema de membranas líquidas soportadas. Dada la complejidad de hacer estos

30

experimentos en módulos de fibra hueca y con la tecnología de renovación de la membrana líquida, (HFRLM), estos, se han llevado a cabo en primer lugar en dispositivos más simples (membranas líquidas soportadas planas, FSSLM) pero que permiten extrapolar los resultados obtenidos a plantas de mayor escala.

5

**Efecto del medio receptor**

Las condiciones de la fase receptora, celda donde se realiza el stripping de la molécula de boro transportada, puede tener carácter ácido o básico. El valor de la permeabilidad obtenido para los diferentes líquidos iónicos propuestos en función del medio receptor se muestra en la tabla 5. Trabajando en condiciones básicas se obtienen mejores resultados de transporte.

10

15 Tabla 5. Valores del coeficiente de permeabilidad en cm/s para diferentes líquidos iónicos con concentración de 100 g/L y strippings ácido y básico.

	0.12 M HCl + 0.4 M NaCl	0.2 M NaOH + 0.3 M NaCl
C3TRIS		6.483E-06
C3BIS		6.4796E-06
C4BIS	6.9583E-06	8.3806E-06
C6TRIS	1.11E-05	1.34556E-05
C8TRIS	5.31E-06	5.58E-06
C10TRIS	1.2136E-05	

20 En la tabla 6 se presentan los resultados obtenidos al evaluar la influencia de la concentración acida o básica de la fase receptora. Un aumento de la concentración de base en el medio conlleva una disminución en el transporte en cambio un incremento de la concentración de ácido conduce a un incremento en el transporte de boro.

25

Tabla 6. Valores del coeficiente de permeabilidad en cm/s para el líquido iónico TRISC10 con concentración de 60 g/L y strippings ácido y básico con concentraciones diferentes

	60 g/L
Stripping medio básico	
0.2 M NaOH + 0.3 M NaCl	6.23E-06
0.5 M NaOH + 0.3 M NaCl	3.11E-06
Stripping medio ácido	
0.12 M HCl + 0.4 M NaCl	1.06E-05
1.2 M HCl + 0.5 M NaCl	1.30E-05

5

**Efecto de la concentración de BISCn y TRISCn líquido iónico**

Como se puede observar en la tabla 7, un aumento en la concentración de IL, en concreto del TRISC10, proporciona un aumento del boro transportado. No siempre se observa este comportamiento ya que el aumento de la concentración implica un aumento de la viscosidad de la membrana. Al realizar las pruebas con TRISC10, que es el líquido iónico más desfavorable en este aspecto, nos permite hacer extensible los resultados a los otros TRISCn.

10

15

Tabla 7. Influencia de la concentración del líquido iónico sobre el coeficiente de permeabilidad expresado en cm/s

	60 g/L	100 g/L	140 g/L
Stripping medio ácido			
0.12 M HCl + 0.4 M NaCl	1.06E-05	1.21E-05	1.33E-05

20

**Membranas líquidas soportadas con módulo de fibra hueca con tecnología de renovación de la membrana (HFRLM)**

La evolución del boro transferido a través de la membrana, es decir mediante el líquido iónico que ocupa los poros de las fibras huecas, se ha determinado para diferentes concentraciones de BISC6 y los resultados se muestran en la tabla 8. Se puede observar que el flujo de boro a través de la membrana es mayor cuando la concentración de BISC6 es de 60 g/L. En las condiciones que se han realizado los experimentos, cuando se trabaja con 30 g/L de BISC6, el porcentaje de boro transferido va aumentando progresivamente con el tiempo. Sin embargo, para el caso de 60 g/L a partir de las 5 h el porcentaje de boro transferido se atenúa.

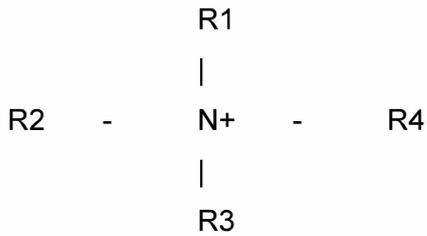
Tabla 8. Porcentaje de boro transferido en el módulo de fibras huecas con renovación de la membrana líquida utilizando diferentes concentraciones de BISC6 como agente portador.

tiempo, h	30 g IL/L	60 g IL/L
1.25	7.6	14.7
2.5	13.5	24.5
3.75	18.4	34.0
5	24.2	41.0
6.25	30.6	46.6
7.50	34.0	51.8
8.75	38.2	54.7
10	43.1	57.6

REIVINDICACIONES

1 - Líquido iónico compuesto por un catión y un anión, donde dicho catión es de fórmula general

5



10

donde:

R1 es un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, no sustituido,

15

R2 es un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, no sustituido,

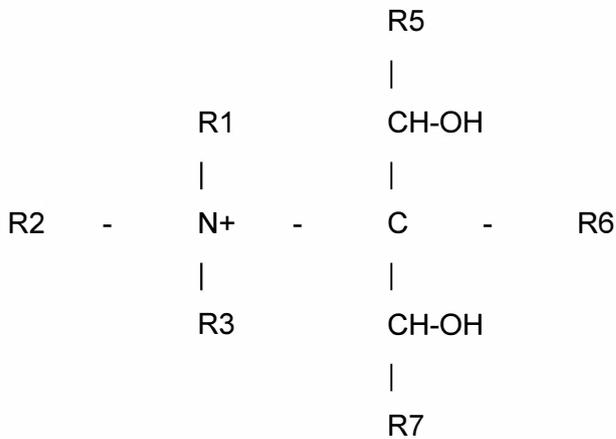
R3 es un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, no sustituido,

20

y R4 es un diol o un triol.

2 - Líquido iónico según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho catión es de fórmula general

25



30

donde R1, R2, y R3 tienen los significados indicados anteriormente y

R5 es H o grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>

5 R6 es H o CH<sub>3</sub> o CH<sub>2</sub>OH

R7 es H o grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>.

10 3 – Líquido iónico según la reivindicación 2, caracterizado porque R1, R2 y R3 son un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado

4 – Líquido iónico según la reivindicación 3, caracterizado porque R1, R2 y R3 son un grupo alquilo C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado y son iguales entre sí.

15 5 – Líquido iónico según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado porque R5 es H.

20 6 – Líquido iónico según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado porque R7 es H.

7 – Líquido iónico según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6, caracterizado porque R6 es CH<sub>3</sub>.

25 8 – Líquido iónico según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 7, caracterizado porque R6 es CH<sub>2</sub>OH.

30 9 – Líquido iónico según la reivindicación 3, caracterizado porque R1 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub> lineal, R2 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub> lineal, R3 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub> lineal, R5 es H, R6 es CH<sub>3</sub> y R7 es H y, preferiblemente, R1, R2 y R3 son un grupo alquilo C<sub>6</sub> lineal.

10 – Líquido iónico según la reivindicación 3, caracterizado porque R1 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> lineal, R2 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> lineal, R3 es un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>

lineal, R5 es H, R6 es CH<sub>2</sub>OH y R7 es H y, preferiblemente, R1, R2 y R3 son un grupo alquilo C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub> lineal.

5 11 – Composición que comprende un líquido iónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 disuelto en un solvente orgánico inmiscible con agua, preferentemente del grupo formado por decanol, queroseno y mezclas de los anteriores.

10 12 – Procedimiento de extracción de compuestos de boro de una solución acuosa caracterizado porque comprende el empleo de un líquido iónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.

15 13 – Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque dicha extracción incluye el empleo de membranas líquidas soportadas, en las que dicho líquido iónico actúa como portador.

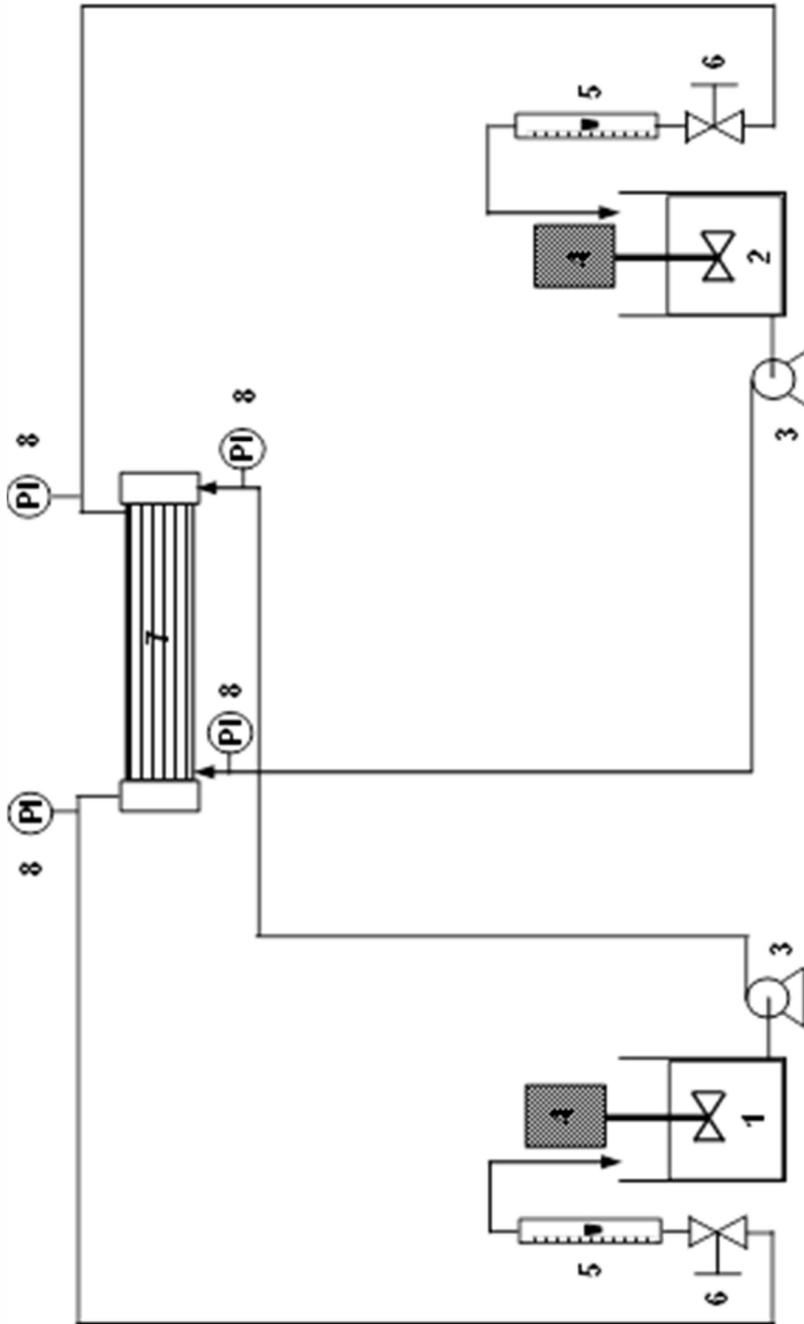
20 14 – Procedimiento de fabricación de un líquido iónico según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 10, donde R5 y R7 son ambos H, caracterizado porque comprende una etapa de reacción de un ioduro de alquilo con 2-amino-2 metil-1,3-propanodiol o tris(hidroximetil)aminometano, en presencia de una base, donde dicho alquilo es un grupo alquilo C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, preferentemente un grupo alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>, lineal o ramificado, y muy preferentemente un grupo alquilo C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>, lineal o ramificado, a una temperatura de reflujo comprendida entre 50 y 70 °C en presencia de una base y posterior intercambio del anión I<sup>-</sup> por un anión Cl<sup>-</sup>.

25 15 – Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque dicha base es Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

30 16 – Procedimiento de transporte de compuestos de boro a través de una solución orgánica inmiscible con agua, preferentemente con un solvente del grupo formado por decanol, queroseno y mezclas de los anteriores, caracterizado porque comprende la adición de un líquido iónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en dicha solución orgánica, la puesta en contacto de dicha solución orgánica con una solución acuosa que comprende dichos compuestos de boro, donde los compuestos de boro

migran, por lo menos parcialmente, de dicha solución acuosa a dicha solución orgánica, y la puesta en contacto de dicha solución orgánica con una segunda solución acuosa de stripping, donde los compuestos de boro presentes en la solución orgánica migran, por lo menos parcialmente, a dicha segunda solución acuosa.

FIGURA 1





OFICINA ESPAÑOLA  
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 201430860

②② Fecha de presentación de la solicitud: 04.06.2014

③② Fecha de prioridad:

## INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

### DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	WELLS, I.C. "Oxidation of choline-like substances by rat liver preparations. Inhibitors of choline oxidase". Journal of Biological Chemistry 1954, Volumen 207, páginas 575-583. Ver página 578, tabla 2, fórmula V; páginas 576-577, experimental.	1-3,5-7
X	ROSNATI, V. & BOVET, D. "Ricerche sui curare di sintesi. VIa. Variazioni alla struttura della succinilcolina. VIb. Derivati alifatici poliquaternari". Rendiconti dell'Istituto Superiore di Sanita (Ed. Italiana) 1951, Volumen 15, páginas 473-495. Ver página 481, compuesto XXVIII; página 492.	1-3,5-7
X	WO 9742200 A1 (BIOSHIELD TECHNOLOGIES, INC.) 13.11.1997, página 1, líneas 8-12; página 46, líneas 1-12.	1-3,5-7
A	JOSHI, M.D. & al. "Synthesis of glucaminium-based ionic liquids and their application in the removal of boron from water". Chemical Communications 2012, Volumen 48, páginas 1410-1412. Ver página 1410, resumen y columna 2, párrafo 3; página 1411, esquema 1; página 1412, esquema 2 y columna 2.	1-16
A	BICAK, N. et al. "Polymer supported amino bis-(cis-propan 2,3 diol) functions for removal of trace boron from water". Reactive & Functional Polymers 2005, Volumen 65, páginas 143-148. [Disponible en línea el 18.07.2005]. Ver página 143, resumen; páginas 146-147, apartado 4 y esquema 2.	1-16
A	US 4755298 A (GRINSTEAD, R.R.) 05.07.1988, columna 1, líneas 7-16; columna 2, líneas 7-33; columna 8, líneas 58-68; ejemplos.	1-16
A	BACHELIER, N. et al. "Facilitated transport of boric acid by 1,3-diols through supported liquid membranes". Journal of Membrane Science 1996, Volumen 119, páginas 285-294. Ver página 285, resumen; página 286, esquema 1; página 293, conclusiones.	1-16
A	US 4324771 A (BARLOW, E.W. & NEELAMEGGHAM, R.) 13.04.1982, columna 1, líneas 5-20.	1-16
A	US 6538032 B1 (NAMGOONG, S.K. & PARK, S.Y.) 25.03.2003, columna 1, líneas 6-22, fórmula 1.	1-16

#### 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  
26.02.2015

Examinador  
G. Esteban García

Página  
1/4

## CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

**C07C215/40** (2006.01)

**C07C213/08** (2006.01)

**C02F1/58** (2006.01)

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

C07C, C02F

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, REGISTRY, HCAPLUS, XPESP, MEDLINE, BIOSIS, EMBASE, NPL, XPTK, XPMISC, PUBCOMP, PUBSUBS, PUBMED, GOOGLE SCHOLAR

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 26.02.2015

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 4,8-16	<b>SI</b>
	Reivindicaciones 1-3,5-7	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones 4,8-16	<b>SI</b>
	Reivindicaciones 1-3,5-7	<b>NO</b>

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

**Base de la Opinión.-**

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

**1. Documentos considerados.-**

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	WELLS, I.C. Journal of Biological Chemistry 1954, Vol. 207, pp. 575-583.	1954
D02	ROSNATI, V. & BOVET, D. Rendiconti dell'Istituto Superiore di Sanita (Ed. Italiana) 1951, Vol. 15, pp. 473-495	1951
D03	WO 97/42200 A1 (BIOSHIELD TECHNOLOGIES, INC.)	13.11.1997

**2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**

El objeto de la invención es un **líquido iónico** compuesto por un anión y un catión amonio que comprende un diol o un triol, un procedimiento de **fabricación** de éste, una **composición** que comprende dicho líquido iónico, un procedimiento de **extracción** de compuestos de **boro** de una solución acuosa mediante el empleo del mismo y un procedimiento de **transporte** de compuestos de **boro** a través de una solución orgánica inmiscible con agua que comprende la adición del líquido iónico de la invención.

El documento D01 divulga una serie de compuestos derivados de colina (sales cuaternarias de amonio que contienen el catión N,N,N-trimetiletanolamina), entre los que se encuentran los compuestos de fórmula **V**, con estructura de cloruro de 2-amino-2-metilpropano-1,3-diol, que se incluyen dentro de la fórmula general de la invención, cuando en ésta R<sub>5</sub> y R<sub>7</sub> son H y R<sub>6</sub> es Metilo (ver página 578, tabla 2). En concreto, se divulgan los compuestos 2-trimetilamino y 2-trietilamino-2-metilpropano-1,3-diol (en los que R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> son iguales, siendo Metilo y Etilo, respectivamente). Estos compuestos se obtienen por alquilación de 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol con el yoduro de alquilo correspondiente en presencia de hidróxido de plata y posterior neutralización de la disolución de la base cuaternaria con ácido clorhídrico (ver páginas 576-577, experimental).

Por lo tanto, se considera que el objeto de las reivindicaciones **1-3**, **5-7** no es nuevo según lo divulgado en el documento D01.

Del mismo modo, documento D02 divulga derivados de amonio cuaternario, entre los que se encuentra el compuesto de fórmula **XXVIII**, bromuro de 2-trimetilamino-2-metil-1,3-propanodiol, que se incluye dentro de la fórmula general de la invención, cuando en ésta R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>6</sub> son Metilo y R<sub>5</sub> y R<sub>7</sub> son H (ver página 481). El documento divulga también un procedimiento para su preparación, que comprende el tratamiento de 2-metil-2-dimetilamino-1,3-propanodiol con bromuro de metilo (ver página 492).

Por tanto, se considera que el objeto de las reivindicaciones **1-3**, **5-7** no es nuevo respecto a lo divulgado en el documento D02.

El documento D03 divulga una serie de compuestos organosilanos estables en agua (ver página 1, líneas 8-12), que pueden obtenerse a partir de compuestos estabilizantes, como son sales de amonio cuaternarias de fórmula (OHCH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CN<sup>+</sup>(R<sub>14</sub>)(R<sub>15</sub>)(R<sub>16</sub>)U<sup>-</sup>, que solapa con la fórmula general de la invención cuando R<sub>14</sub> y R<sub>15</sub> (que equivalen a R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> en la fórmula de la invención) son grupos alquilo sin sustituir de 1 a 4 átomos de carbono y R<sub>16</sub> (que equivale a R<sub>3</sub> en la fórmula de la invención) es un grupo alquilo sin sustituir de 1 a 10 átomos de carbono (ver página 46, líneas 1-12).

En consecuencia, se considera que el objeto de las reivindicaciones **1-3**, **5-7** no presenta novedad a la luz de lo divulgado en el documento D03.

Sin embargo, no se ha encontrado en el estado de la técnica divulgación ni sugerencia alguna que pudiera dirigir al experto en la materia hacia la invención recogida en las reivindicaciones dependientes **4** y **8-10**, que se refieren a líquidos iónicos que poseen cadenas alquílicas C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub> y/o un tercer grupo hidroxilo, y, por tanto, tampoco hacia la reivindicación independiente **14**, relativa a un procedimiento de fabricación de los mismos; así como hacia la reivindicación independiente **11**, relativa a una **composición** que comprende el líquido iónico de la invención; hacia la reivindicación independiente **12**, relativa a un procedimiento de **extracción** de compuestos de **boro** de una solución acuosa mediante el líquido iónico de la invención; la reivindicación independiente **16**, que se refiere a un procedimiento de **transporte** de compuestos de **boro** a través de una solución orgánica inmiscible en agua que comprende la adición de un líquido iónico de la invención; y a las reivindicaciones dependientes que dependen de las independientes mencionadas.

Por consiguiente, se considera que el objeto de las reivindicaciones **4**, **8-16** reúne los requisitos de novedad y actividad inventiva recogidos en los Artículos 6.1 y 6.2 de la Ley de Patentes.