(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
28. Juli 2005 (28.07.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2005/068404 A1

(51) Internationale Patentklassifikation[7]: C07B 63/00, C07D 233/58

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/000084

(22) Internationales Anmeldedatum:
7. Januar 2005 (07.01.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2004 002 420.0 16. Januar 2004 (16.01.2004) DE

(71) Anmelder *(für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US)*: **BASF AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder *(nur für US)*: **MAASE, Matthias** [DE/DE]; Am Klipfelstor 4, 67346 Speyer (DE).

(74) Anwalt: **ISENBRUCK, Günter**; Isenbruck, Bösl, Hörschler, Wichmann & Huhn, Theodor-Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).

(81) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart)*: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart)*: ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:
— *mit internationalem Recherchenbericht*
— *vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen*

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: DISTILLATION OF IONIC LIQUIDS

(54) Bezeichnung: DESTILLATION VON IONISCHEN FLÜSSIGKEITEN

(57) Abstract: The invention relates to a method for the distillation of ionic liquids. According to said method, in one step the pressure is set to a value below the ambient pressure and in a subsequent step, the ionic liquid is heated to a temperature ranging between 60 °C and 350 °C. The method is used in particular for purifying ionic liquids.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Destillation ionischer Flüssigkeiten, bei welchem in einem Schritt en Druck unterhalb des Umgebungsdruckes eingestellt wird und in einem weitren Schritt die ionische Flüssigkeit auf eine Temperatur im Bereich von 60°C bis 350°C erwärmt wird. Das Verfahren dient insbesondere zur Reinigung ionischer Flüssigkeiten.

WO 2005/068404 A1

Destillation von ionischen Flüssigkeiten

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Verfahren und seine Verwendung zur Destillation von ionischen Flüssigkeiten.

Ionische Flüssigkeiten gewinnen als Lösungsmittel, z.B. bei Durchführung chemischer Reaktionen zunehmend an Bedeutung. Peter Wasserscheidt, Chemie in unserer Zeit 37 (2003) Nr. 1, Seiten 52-63 gibt einen Überblick über den Einsatz ionischer Flüssigkeiten zur Mehrphasenkatalyse. Dabei wird als ein Vorteil von ionischen Flüssigkeiten beim Einsatz als Lösungsmittel genannt, dass aufgrund des nicht messbaren niedrigen Dampfdruckes der ionischen Flüssigkeit kein Lösungsmittel verdampft.

Bei der Verwendung ionischer Flüssigkeiten zur Durchführung chemischer Reaktionen ist dabei die Reinheit der eingesetzten ionischen Flüssigkeit von großer Bedeutung. Verunreinigungen können z.B. den Verlauf der chemischen Reaktionen im Allgemeinen negativ beeinflussen. So wird z.B. durch P. Tyson et al. in Electrochemical Society Proceedings, vol. 99-41, Seite 161-168 auf Probleme beim Einsatz von chloridhaltigen ionischen Flüssigkeiten in der Flüssigphasenhydrierung und bei der Suzuki-Reaktion hingewiesen. Daher sind bei der Herstellung ionischer Flüssigkeiten hohe Anforderungen an die Reinheit der gewünschten Flüssigkeit zu stellen.

Ionische Flüssigkeiten im Sinne dieser Erfindung sind Salze, die bereits bei niedrigen Temperaturen, vorzugsweise unterhalb von 100 °C, in flüssigem Aggregatszustand vorliegen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein technisch einsetzbares Verfahren zur Reinigung von ionischen Flüssigkeiten zu entwickeln.

Es hat sich gezeigt, dass in einer ionischen Flüssigkeit Kationen, Anionen und neutrale Moleküle, die z. B. durch Protonierung bzw. Alkylierung der Anionen durch die Kationen entstehen, im Gleichgewicht vorliegen.

Bei der Alkylierung geht wahrscheinlich ein positiv geladener Alkylrest, der bevorzugt an ein Heteroatom des Kations gebunden ist, auf das Anion über. Heteroatome sind zum Beispiel Stickstoff, Sauerstoff, Phosphor oder Schwefel. Geeignete Alkyle hierbei sind C_1 bis C_{18} –Alkyle, bevorzugte Alkyle sind C_1 bis C_{10}-Alkyle, besonders bevorzugt C_1 bis C_6-Alkyle und ganz besonders bevorzugt ist als positiv geladener Alkylrest CH_3^+. Im Unterschied dazu geht bei der Protonierung ein Proton von einem Heteroatom des Kations auf das Anion über.

Die Lösung der gestellten Aufgabe ist ein Verfahren zur Destillation ionischer Flüssigkeiten, bei welchem in einem ersten Schritt ein Druck gleich dem Umgebungsdruck oder unterhalb des Umgebungsdruckes eingestellt wird und in einem zweiten Schritt die ionische Flüssigkeit auf eine Temperatur im Bereich von 60°C bis 350°C erwärmt wird.

In einer bevorzugten Ausführungsvariante liegen in der ionischen Flüssigkeit Kationen, Anionen und neutrale Moleküle, die insbesondere durch Protonierung bzw. Alkylierung der Anionen durch die Kationen entstehen, im Gleichgewicht vor.

In einer weiteren bevorzugten Verfahrensvariante wird bei der Destillation zumindest das leichter flüchtige der neutralen Moleküle abdestilliert.

Obwohl ionische Flüssigkeiten keinen messbaren Dampfdruck besitzen, hat sich gezeigt, dass sie sich bei Drücken < 1 bar, bevorzugt bei Drücken < 200 mbar, mehr bevorzugt bei Drücken < 50 mbar und ganz besonders bevorzugt bei Drücken < 5 mbar und bei Sumpftemperaturen im Bereich von 60 °C bis 350 °C, bevorzugt im Bereich von 100 °C bis 350 °C und insbesondere im Bereich von 150 °C bis 350 °C destillieren lassen.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird durch das Abtrennen des leichter flüchtigen der neutralen Moleküle dieses gezielt zurückgewonnen. Das so zurückgewonnene Molekül kann z.B. später erneut zur Herstellung einer gleichartigen oder andersartigen ionischen Flüssigkeit eingesetzt werden.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform werden beide neutralen Moleküle der ionischen Flüssigkeit abdestilliert und später in einer Vorlage wieder zur gleichen ionischen Flüssigkeit rekombiniert. Durch diese selektive Abtrennung der neutralen Moleküle der ionischen Flüssigkeit und deren Rekombination in der Vorlage nach der Kondensation wird eine ionische Flüssigkeit in hoher Reinheit gewonnen.

Ionische Flüssigkeiten im Sinne der vorliegenden Erfindung sind Salze der allgemeinen Formel

$$[A]_n^+ [Y]^{n-}$$

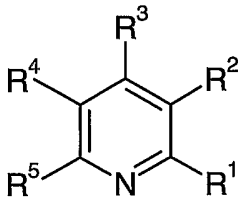
wobei n = 1, 2, 3 oder 4 ist.

Verbindungen, die sich zur Bildung des Kations $[A]_n^+$ von ionischen Flüssigkeiten eignen, sind z.B. aus DE 102 02 838 A1 bekannt. So können solche Verbindungen Sauerstoff-, Phosphor-, Schwefel- oder insbesondere Stickstoffatome enthalten, beispielsweise mindestens ein Stickstoffatom, bevorzugt 1-10 Stickstoffatome, besonders bevorzugt 1-5, ganz besonders bevorzugt 1-3 und insbesondere 1-2 Stickstoffatome. Gegebenenfalls können auch weitere Heteroatome wie Sauerstoff-, Schwefel- oder Phosphoratome enthalten sein. Das Stickstoffatom ist ein geeigneter Träger der positiven Ladung im Kation der ionischen Flüssigkeit, von dem im Gleichgewicht dann ein Proton bzw. ein Alkylrest auf das Anion übergehen kann, um ein elektrisch neutrales Molekül zu erzeugen.

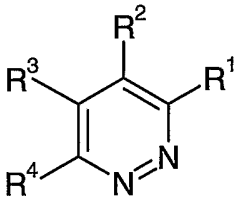
Bevorzugt sind solche Verbindungen, die mindestens einen fünf- bis sechsgliedrigen Heterocyclus enthalten, der mindestens ein Stickstoffatom sowie gegebenenfalls ein Sauerstoff- oder Schwefelatom aufweist, besonders bevorzugt solche Verbindungen, die mindestens einen fünf- bis sechsgliedrigen Heterocyclus enthalten, der ein, zwei oder drei Stickstoffatome und ein Schwefel- oder ein Sauerstoffatom aufweist, ganz besonders bevorzugt solche mit zwei Stickstoffatomen.

Besonders bevorzugte Verbindungen sind solche, die ein Molgewicht unter 1000 g/mol aufweisen, ganz besonders bevorzugt unter 500 g/mol und insbesondere unter 250 g/mol.

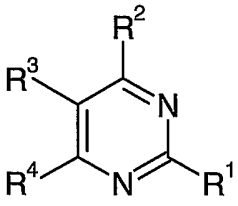
Weiterhin sind solche Verbindungen zur Bildung des Kations bevorzugt, die ausgewählt sind aus den Verbindungen der Formeln (Ia) bis (Ir),



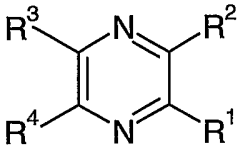
(a)



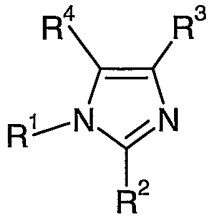
(b)



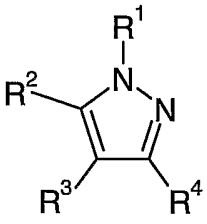
(c)



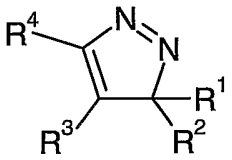
(d)



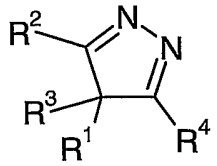
(e)



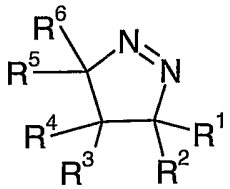
(f)



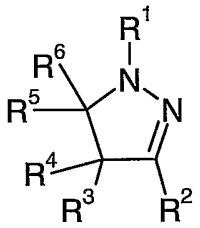
(g)



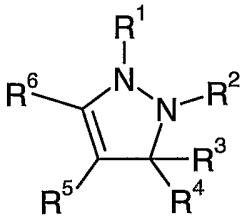
(h)



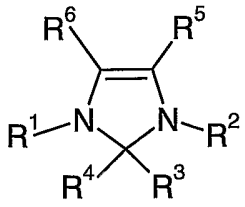
(i)



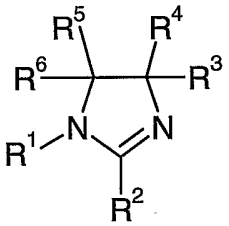
(j)



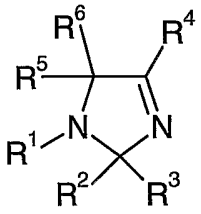
(k)



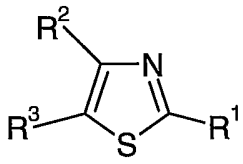
(l)



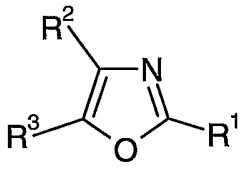
(m)



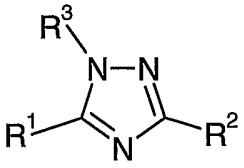
(n)



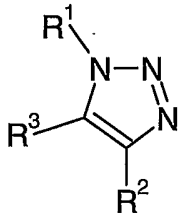
(o)



(p)



(q)



(r)

sowie Oligo- bzw. Polymere, die diese Strukturen enthalten, worin die Substituenten und Indices folgende Bedeutung haben:

R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 und R^6 unabhängig voneinander jeweils Wasserstoff, C_1-C_{18}-Alkyl, gegebenenfalls durch ein oder mehrere nicht-benachbarte Sauerstoff– und/oder Schwefelatome und/oder ein oder mehrere substituierte oder unsubstituierte Iminogruppen unterbrochenes C_2-C_{18}-Alkyl, C_6-C_{14}-Aryl, C_5-C_{12}-Cycloalkyl oder einen fünf-

bis sechsgliedrigen, Sauerstoff-, Stickstoff- und/oder Schwefelatome aufweisenden Heterocyclus, oder zwei von ihnen gemeinsam einen ungesättigten, gesättigten oder aromatischen und gegebenenfalls durch ein oder mehrere nicht-benachbarte Sauerstoff- und/oder Schwefelatome und/oder ein oder mehrere substituierte oder unsubstituierte Iminogruppen unterbrochenen Ring bilden, wobei die genannten Reste jeweils zusätzlich durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Alkyloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiert sein können.

Darin bedeutet gegebenenfalls durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Alkyloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiertes C_1-C_{18}-Alkyl beispielsweise Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, sec-Butyl, tert.-Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, 2-Ethylhexyl, 2,4,4-Trimethylpentyl, Decyl, Dodecyl, Tetradecyl, Heptadecyl, Octadecyl, 1,1-Dimethylpropyl, 1,1-Dimethylbutyl, 1,1,3,3-Tetramethylbutyl, Benzyl, 1-Phenylethyl, α,α-Dimethylbenzyl, Benzhydryl, p-Tolylmethyl, 1-(p-Butylphenyl)-ethyl, p-Chlorbenzyl, 2,4-Dichlorbenzyl, p-Methoxybenzyl, m-Ethoxybenzyl, 2-Cyanoethyl, 2-Cyanopropyl, 2-Methoxycarbonethyl, 2-Ethoxycarbonylethyl, 2-Butoxycarbonylpropyl, 1,2-Di-(methoxycarbonyl)-ethyl, 2-Methoxyethyl, 2-Ethoxyethyl, 2-Butoxyethyl, Diethoxymethyl, Diethoxyethyl, 1,3-Dioxolan-2-yl, 1,3-Dioxan-2-yl, 2-Methyl-1,3-dioxolan-2-yl, 4-Methyl-1,3-dioxolan-2-yl, 2-Isopropoxyethyl, 2-Butoxypropyl, 2-Octyloxyethyl, Chlormethyl, Trichlormethyl, Trifluormethyl, 1,1-Dimethyl-2-chlorethyl, 2-Methoxyisopropyl, 2-Ethoxyethyl, Butylthiomethyl, 2-Dodecylthioethyl, 2-Phenlythioethyl, 2,2,2-Trifluorethyl, 2-Hydroxyethyl, 2-Hydroxypropyl, 3-Hydroxypropyl, 4-Hydroxybutyl, 6-Hydroxyhexyl, 2-Aminoethyl, 2-Aminopropyl, 4-Aminobutyl, 6-Aminohexyl, 2-Methylaminoethyl, 2-Methylaminopropyl, 3-Methylaminopropyl, 4-Methylaminobutyl, 6-Methylaminohexyl, 2-Dimethylaminoethyl, 2-Dimethylaminopropyl, 3-Dimethylaminopropyl, 4-Dimethylaminobutyl, 6-Dimethylaminohexyl, 2-Hydroxy-2,2-dimethylethyl, 2-Phenoxyethyl, 2-Phenoxypropyl, 3-Phenoxypropyl, 4-Phenoxybutyl, 6-Phenoxyhexyl, 2-Methoxyethyl, 2-Methoxypropyl, 3-Methoxypropyl, 4-Methoxybutyl, 6-Methoxyhexyl, 2-Ethoxyethyl, 2-Ethoxypropyl, 3-Ethoxypropyl, 4-Ethoxybutyl oder 6-Ethoxyhexyl.

Gegebenenfalls durch ein oder mehrere nicht-benachbarte Sauerstoff- und/oder Schwefelatome und/oder ein oder mehrere substituierte oder unsubstituierte Iminogruppen unterbrochenes C_2-C_{18}-Alkyl bedeutet beispielsweise 5-Hydroxy-3-oxa-pentyl, 8-Hydroxy-3,6-dioxa-octyl, 11-Hydroxy-3,6,9-trioxa-undecyl, 7-Hydroxy-4-oxa-heptyl, 11-Hydroxy-4,8-dioxa-undecyl, 15-Hydroxy-4,8,12-trioxa-pentadecyl, 9-Hydroxy-5-oxa-nonyl, 14-Hydroxy-5,10-oxa-tetradecyl, 5-Methoxy-3-oxa-pentyl, 8-Methoxy-3,6-dioxa-octyl, 11-Methoxy-3,6,9-trioxa-undecyl, 7-Methoxy-4-oxa-heptyl, 11-Methoxy-4,8-dioxa-undecyl, 15-Methoxy-4,8,12-trioxa-pentadecyl, 9-Methoxy-5-oxa-nonyl, 14-Methoxy-5,10-oxa-tetradecyl, 5-Ethoxy-3-oxa-pentyl, 8-Ethoxy-3,6-dioxa-octyl, 11-Ethoxy-3,6,9-trioxa-undecyl, 7-Ethoxy-4-oxa-heptyl, 11-Ethoxy-4,8-dioxa-

undecyl, 15-Ethoxy-4,8,12-trioxa-pentadecyl, 9-Ethoxy-5-oxa-nonyl oder 14-Ethoxy-5,10-oxa-tetradecyl.

Bilden zwei Reste einen Ring, so können diese Reste gemeinsam beispielsweise als anellierter Baustein 1,3-Propylen, 1,4-Butylen, 2-Oxa-1,3-propylen, 1-Oxa-1,3-propylen, 2-Oxa-1,3-propenylen, 1-Aza-1,3-propenylen, 1-C_1-C_4-Alkyl-1-aza-1,3-propenylen, 1,4-Buta-1,3-dienylen, 1-Aza-1,4-buta-1,3-dienylen oder 2-Aza-1,4-buta-1,3-dienylen bedeuten.

Die Anzahl der nicht-benachbarten Sauerstoff- und/oder Schwefelatome und/oder Iminogruppen ist grundsätzlich nicht beschränkt, bzw. beschränkt sich automatisch durch die Größe des Rest oder des Ringbausteins. In der Regel beträgt sie nicht mehr als 5 in dem jeweiligen Rest, bevorzugt nicht mehr als 4 oder ganz besonders bevorzugt nicht mehr als 3. Weiterhin befinden sich zwischen zwei Heteroatomen in der Regel mindestens ein, bevorzugt mindestens zwei Kohlenstoffatom(e).

Substituierte und unsubstituierte Iminogruppen können beispielsweise Imino-, Methylimino-, iso-Propylimino, n-Butylimino oder tert-Butylimino sein.

Unter dem Begriff „funktionelle Gruppen" sind beispielsweise die folgenden zu verstehen Carboxy, Carboxamid, Hydroxy, Di-(C_1-C_4-Alkyl)-amino, C_1-C_4-Alkyloxycarbonyl, Cyano oder C_1-C_4-Alkoxy. Dabei ist C_1 bis C_4-Alkyl Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, sec-Butyl oder tert.-Butyl.

Gegebenenfalls durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Alkyloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiertes C_6-C_{14}-Aryl bedeutet beispielsweise Phenyl, Tolyl, Xylyl, α-Naphthyl, β-Naphthyl, 4-Diphenylyl, Chlorphenyl, Dichlorphenyl, Trichlorphenyl, Difluorphenyl, Methylphenyl, Dimethylphenyl, Trimethylphenyl, Ethylphenyl, Diethylphenyl, iso-Propylphenyl, tert.-Butylphenyl, Dodecylphenyl, Methoxyphenyl, Dimethoxyphenyl, Ethoxyphenyl, Hexyloxyphenyl, Methylnaphthyl, Isopropylnaphthyl, Chlornaphthyl, Ethoxynaphthyl, 2,6-Dimethylphenyl, 2,4,6-Trimethylphenyl, 2,6-Dimethoxyphenyl, 2,6-Dichlorphenyl, 4-Bromphenyl, 2- oder 4-Nitrophenyl, 2,4- oder 2,6-Dinitrophenyl, 4-Dimethylaminophenyl, 4-Acetylphenyl, Methoxyethylphenyl oder Ethoxymethylphenyl.

Gegebenenfalls durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiertes C_5-C_{12}-Cycloalkyl bedeutet beispielsweise Cyclopentyl, Cyclohexyl, Cyclooctyl, Cyclododecyl, Methylcyclopentyl, Dimethylcyclopentyl, Methylcyclohexyl, Dimethylcyclohexyl, Diethylcyclohexyl, Butylcyclohexyl, Methoxycyclohexyl, Dimethoxycyclohexyl, Diethoxycyclohexyl, Butylthiocyclohexyl, Chlor-

cyclohexyl, Dichlorcyclohexyl, Dichlorcyclopentyl sowie ein gesättigtes oder ungesättigtes bicyclisches System wie Norbornyl oder Norbornenyl.

Ein durch die entsprechenden Gruppen gegebenenfalls substituierter fünf- bis sechsgliedriger, Sauerstoff-, Stickstoff- und/oder Schwefelatome aufweisender Heterocyclus beispielsweise Furyl, Thiophenyl, Pyrryl, Pyridyl, Indolyl, Benzoxazolyl, Dioxolyl, Dioxyl, Benzimidazolyl, Dimethylpyridyl, Methylchinolyl, Dimethylpyryl, Methoxyfuryl, Dimethoxypyridyl, Difluorpyridyl, Methylthiophenyl, Isopropylthiophenyl oder tert.-Butylthiophenyl.

Bevorzugt sind R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 und R^6 unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl, Ethyl, n-Butyl, 2-Hydroxyethyl, 2-Cyanoethyl, 2-(Methoxycarbonyl)-ethyl, 2-(Ethoxycarbonyl)-ethyl, 2-(n-Butoxycarbonyl)-ethyl, Dimethylamino, Diethylamino und Chlor.

Besonders bevorzugte Pyridine (Ia) sind solche, bei denen einer der Reste R^1 bis R^5 Methyl, Ethyl oder Chlor ist und alle anderen Wasserstoff sind, oder R^3 Dimethylamino und alle anderen Wasserstoff sind, oder alle Wasserstoff sind, oder R^2 Carboxy oder Carboxamid und alle anderen Wasserstoff, oder R^1 und R^2 oder R^2 und R^3 1,4-Buta-1,3-dienylen und alle anderen Wasserstoff sind.

Besonders bevorzugte Pyridazine (Ib) sind solche, bei denen einer der Reste R^1 bis R^4 Methyl oder Ethyl und alle anderen Wasserstoff oder alle Wasserstoff sind.

Besonders bevorzugte Pyrimidine (Ic) sind solche, bei denen R^2 bis R^4 Wasserstoff oder Methyl und R^1 Wasserstoff, Methyl oder Ethyl ist, oder R^2 und R^4 Methyl, R^3 Wasserstoff und R^1 Wasserstoff, Methyl oder Ethyl ist.

Besonders bevorzugte Pyrazine (Id) sind solche, bei denen R^1 bis R^4 alle Methyl oder alle Wasserstoff sind.

Besonders bevorzugte Imidazole (Ie) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 ausgewählt ist unter Methyl, Ethyl, n-Propyl, n-Butyl, n-Pentyl, n-Octyl, 2-Hydroxyethyl oder 2-Cyanoethyl und R^2 bis R^4 unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl oder Ethyl bedeuten.

Besonders bevorzugte 1H-Pyrazole (If) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 unter Wasserstoff, Methyl oder Ethyl, R^2, R^3 und R^4 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte 3H-Pyrazole (Ig) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 unter Wasserstoff, Methyl oder Ethyl, R^2, R^3 und R^4 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte 4H-Pyrazole (Ih) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 bis R^4 unter Wasserstoff oder Methyl, ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte 1-Pyrazoline (Ii) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 bis R^6 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte 2-Pyrazoline (Ij) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 unter Wasserstoff, Methyl, Ethyl oder Phenyl und R^2 bis R^6 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte 3-Pyrazoline (Ik) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 oder R^2 unter Wasserstoff, Methyl, Ethyl oder Phenyl und R^3 bis R^6 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte Imidazoline (Il) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 oder R^2 unter Wasserstoff, Methyl, Ethyl, n-Butyl oder Phenyl und R^3 oder R^4 unter Wasserstoff, Methyl oder Ethyl und R^5 oder R^6 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte Imidazoline (Im) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 oder R^2 unter Wasserstoff, Methyl oder Ethyl und R^3 bis R^6 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte Imidazoline (In) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1, R^2 oder R^3 unter Wasserstoff, Methyl oder Ethyl und R^4 bis R^6 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte Thiazole (Io) oder Oxazole (Ip) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 unter Wasserstoff, Methyl, Ethyl oder Phenyl und R^2 oder R^3 unter Wasserstoff oder Methyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte 1,2,4-Triazole (Iq) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 oder R^2 unter Wasserstoff, Methyl, Ethyl oder Phenyl und R^3 unter Wasserstoff, Methyl oder Phenyl ausgewählt sind.

Besonders bevorzugte 1,2,3-Triazole (Ir) sind solche, bei denen unabhängig voneinander R^1 unter Wasserstoff, Methyl oder Ethyl und R^2 oder R^3 unter Wasserstoff oder

Methyl ausgewählt sind oder R^2 und R^3 1,4-Buta-1,3-dienylen und alle anderen Wasserstoff sind.

Unter den vorstehend genannten Heterocyclen sind die Pyridine und die Imidazole bevorzugt.

Ganz besonders bevorzugte Verbindungen zur Bildung des Kations sind 3-Chlorpyridin, 4-Dimethylaminopyridin, 2-Ethyl-4-aminopyridin, 2-Methylpyridin, 2-Ethylpyridin, 2-Ethyl-6-methylpyridin, Chinolin, Isochinolin, Pyridin, 1-C_1-C_4-Alkylimidazol, 1-Methylimidazol, 1,2-Dimethylimidazol, 1-n-Butylimidazol, 1,4,5-Trimethylimidazol, 1,4-Diemethylimidazol, Imidazol, 2-Methylimidazol, 1-Butyl-2-methylimidazol, 4-Methylimidazol, 1-n-Pentylimidazol, 1-n-Hexylimidazol, 1-n-Octylimidazol, 1-(2'-Aminoethyl)-imidazol, 2-Ethyl-4-methylimidazol, 1-Vinylimidazol, 2-Ethylimidazol, 1-(2'-Cyanoethyl)imidazol und Benzotriazol. Insbesondere bevorzugt sind 1-n-Butylimidazol, 1-Methylimidazol, 2-Methylpyridin und 2-Ethylpyridin.

Weiterhin geeignet sind tertiäre Amine der Formel (II)

$NR^aR^bR^c$ (II)

R^a, R^b und R^c bedeuten unabhängig voneinander jeweils C_1-C_{18}-Alkyl, gegebenenfalls durch ein oder mehrere nicht-benachbarte Sauerstoff- und/oder Schwefelatome und/oder ein oder mehrere substituierte oder unsubstituierte Iminogruppen unterbrochenes C_2-C_{18}-Alkyl, C_6-C_{14}-Aryl oder C_5-C_{12}-Cycloalkyl oder einen fünf- bis sechsgliedrigen, Sauerstoff-, Stickstoff- und/oder Schwefelatome aufweisenden Heterocyclus oder zwei davon, die gemeinsam einen ungesättigten, gesättigten oder aromatischen und gegebenenfalls durch ein oder mehrere Sauerstoff- und/oder Schwefelatome und/oder ein oder mehrere substituierte oder unsubstituierte Iminogruppen unterbrochenen Ring bilden, wobei die genannten Reste jeweils durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Alkyloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiert sein können, mit der Maßgabe, dass mindestens zwei der drei Reste R^a, R^b und R^c unterschiedlich sind und die Reste R^a, R^b und R^c zusammen mindestens 8, bevorzugt mindestens 10, besonders bevorzugt mindestens 12 und ganz besonders bevorzugt mindestens 13 Kohlenstoffatome aufweisen.

Bevorzugt sind R^a, R^b und R^c unabhängig voneinander jeweils C_1-C_{18}-Alkyl, C_6-C_{12}-Aryl oder C_5-C_{12}-Cycloalkyl und besonders bevorzugt C_1-C_{18}-Alkyl, wobei die genannten Reste jeweils durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Alkyloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiert sein können.

Beispiele für die jeweiligen Gruppen sind bereits oben aufgeführt.

Bevorzugt sind die Reste R^a, R^b und R^c Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, sec-Butyl, tert.Butyl, n-Pentyl (n-Amyl), 2-Pentyl (sek-Amyl), 3-Pentyl, 2,2-Dimethyl-prop-1-yl (neo-Pentyl), n-Hexyl, n-Heptyl, n-Octyl, iso-Octyl, 2-Ethylhexyl, 1,1-Dimethylpropyl, 1,1-Dimethylbutyl, Benzyl, 1-Phenylethyl, 2-Phenylethyl, α,α-Dimethylbenzyl, Phenyl, Tolyl, Xylyl, α-Naphthyl, β-Naphthyl, Cyclopentyl oder Cyclohexyl.

Bilden zwei Reste R^a, R^b und R^c eine Kette, so kann dies beispielsweise 1,4-Butylen oder 1,5-Pentylen sein.

Beispiele für die tertiären Amine der Formel (II) sind Diethyl-n-butylamin, Diethyl-tert-butylamin, Diethyl-n-pentylamin, Diethyl-hexylamin, Diethyl-octylamin, Diethyl-(2-ethylhexyl)-amin, Di-n-propyl-butylamin, Di-n-propyl-n-pentylamin, Di-n-propylhexylamin, Di-n-propyl-octylamin, Di-n-propyl-(2-ethylhexyl)-amin, Di-iso-propyl-ethylamin, Di-iso-propyl-n-propylamin, Di-iso-propyl-butylamin, Di-iso-propyl-pentylamin, Di-iso-propyl-hexylamin, Di-iso-propyl-octylamin, Di-iso-propyl-(2-ethylhexyl)-amin, Di-n-butyl-ethylamin, Di-n-butyl-n-propylamin, Di-n-butyl-n-pentylamin, Di-n-butyl-hexylamin, Di-n-butyl-octylamin, Di-n-butyl-(2-ethylhexyl)-amin, N-n-Butyl-pyrrolidin, N-sek-Butyl-pyrrodidin, N-tert-Butyl-pyrrolidin, N-n-Pentyl-pyrrolidin, N,N-Dimethylcyclohexylamin, N,N-Diethylcyclohexylamin, N,N-Di-n-butylcyclohexylamin, N-n-Propyl-piperidin, N-iso-Propylpiperidin, N-n-Butyl-piperidin, N-sek-Butyl-piperidin, N-tert-Butyl-piperidin, N-n-Pentyl-piperidin, N-n-Butylmorpholin, N-sek-Butylmorpholin, N-tert-Butylmorpholin, N-n-Pentylmorpholin, N-Benzyl-N-ethyl-anilin, N-Benzyl-N-n-propyl-anilin, N-Benzyl-N-iso-propyl-anilin, N-Benzyl-N-n-butyl-anilin, N,N-Dimethyl-p-toluidin, N,N-Diethyl-p-toluidin, N,N-Di-n-butyl-p-toluidin, Diethylbenzylamin, Di-n-propylbenzylamin, Di-n-butylbenzylamin, Diethylphenylamin, Di-n-propylphenylamin und Di-n-butylphenylamin.

Bevorzugte tertiäre Amine (II) sind Di-iso-propyl-ethylamin, Diethyl-tert-butylamin, Di-iso-propyl-butylamin, Di-n-butyl-n-pentylamin, N,N-Di-n-butylcyclohexylamin sowie tertiäre Amine aus Pentylisomeren.

Besonders bevorzugte tertiäre Amine sind Di-n-butyl-n-pentylamin und tertiäre Amine aus Pentylisomeren.

Ein tertiäres Amin, das ebenfalls bevorzugt und erfindungsgemäß einsetzbar ist, jedoch im Gegensatz zu den oben angeführten drei identische Reste aufweist, ist Triallylamin.

Anionen $[Y]^{n-}$ der ionischen Flüssigkeit sind beispielsweise Fluorid, Chlorid, Bromid, Jodid, Nitrat, Nitrit, Carbonat, Hydrogencarbonat, Sulfat, Hydrogensulfat, Sulfit, Hydrogensulfit, Phosphat, Hydrogenphosphat, Dihydrogenphosphat, Borat, Hydrogenborat, Dihydrogenborat, Tetrafluoroborat, Tetrachloroborat, Hexafluorophosphat, Hexafluoro-Antimonat, Hexafluoroarsenat, Fluorosulfonat, Dichlorocuprat, Trichlorozinkat, Aluminiumtetrabromid sowie Aluminiumchloride ($AlCl_4^-$, $Al_2Cl_7^-$, $Al_3Cl_{10}^-$).

Weiterhin sind Anionen bevorzugt, die ausgewählt sind aus

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

Darin bedeuten R^1, R^2, R^3 und R^4 unabhängig voneinander jeweils Wasserstoff, C_1-C_{18}-Alkyl, gegebenenfalls durch ein oder mehrere nicht-benachbarte Sauerstoff- und/oder Schwefelatome und/oder ein oder mehrere substituierte oder unsubstituierte Iminogruppen unterbrochenes C_2-C_{18}-Alkyl, C_6-C_{14}-Aryl, C_5-C_{12}-Cycloalkyl, wobei die genannten Reste jeweils zusätzlich durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Alkyloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiert sein können.

Darin bedeutet gegebenenfalls durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Alkyloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiertes C_1-C_{18}-Alkyl beispielsweise Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, sec-Butyl, tert.-Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, 2-Ethylhexyl, 2,4,4-Trimethylpentyl, Decyl, Dodecyl, Tetradecyl, Heptadecyl, Octadecyl, 1,1-Dimethylpropyl, 1,1-Dimethylbutyl, 1,1,3,3-Tetramethylbutyl, Benzyl, 1-Phenylethyl, α,α-Dimethylbenzyl, Benzhydryl, p-Tolylmethyl, 1-(p-Butylphenyl)-ethyl, p-Chlorbenzyl, 2,4-Dichlorbenzyl, p-Methoxybenzyl, m-Ethoxybenzyl, 2-Cyanoethyl, 2-Cyanopropyl, 2-Methoxycarbonethyl, 2-Ethoxycarbonylethyl, 2-Butoxycarbonylpropyl, 1,2-Di-(methoxycarbonyl)-ethyl, 2-Methoxyethyl, 2-Ethoxyethyl, 2-Butoxyethyl, Diethoxymethyl, Diethoxyethyl, 1,3-Dioxolan-2-yl, 1,3-Dioxan-2-yl, 2-Methyl-1,3-dioxolan-2-yl, 4-Methyl-1,3-dioxolan-2-yl, 2-Isopropoxyethyl, 2-Butoxypropyl, 2-Octyloxyethyl, Chlormethyl, Trichlormethyl, Trifluormethyl, 1,1-Dimethyl-2-chlorethyl, 2-Methoxyisopropyl, 2-Ethoxyethyl, Butylthiomethyl, 2-Dodecylthioethyl, 2-Phenlythioethyl, 2,2,2-Trifluorethyl, 2-Hydroxyethyl, 2-Hydroxypropyl, 3-Hydroxypropyl, 4-Hydroxybutyl, 6-Hydroxyhexyl, 2-Aminoethyl, 2-Aminopropyl, 4-Aminobutyl, 6-Aminohexyl, 2-Methylaminoethyl, 2-Methylaminopropyl, 3-Methylaminopropyl, 4-Methylaminobutyl, 6-Methylaminohexyl, 2-Dimethylaminoethyl, 2-Dimethylaminopropyl, 3-Dimethylaminopropyl, 4-Dimethylaminobutyl, 6-Dimethylaminohexyl, 2-Hydroxy-2,2-dimethylethyl, 2-Phenoxyethyl, 2-Phenoxypropyl, 3-Phenoxypropyl, 4-Phenoxybutyl, 6-Phenoxyhexyl, 2-Methoxyethyl, 2-Methoxypropyl, 3-Methoxypropyl, 4-Methoxybutyl, 6-Methoxyhexyl, 2-Ethoxyethyl, 2-Ethoxypropyl, 3-Ethoxypropyl, 4-Ethoxybutyl oder 6-Ethoxyhexyl.

Gegebenenfalls durch ein oder mehrere nicht-benachbarte Sauerstoff- und/oder Schwefelatome und/oder ein oder mehrere substituierte oder unsubstituierte Iminogruppen unterbrochenes C_2-C_{18}-Alkyl bedeutet beispielsweise 5-Hydroxy-3-oxa-pentyl, 8-Hydroxy-3,6-dioxa-octyl, 11-Hydroxy-3,6,9-trioxa-undecyl, 7-Hydroxy-4-oxa-heptyl, 11-Hydroxy-4,8-dioxa-undecyl, 15-Hydroxy-4,8,12-trioxa-pentadecyl, 9-Hydroxy-5-oxa-nonyl, 14-Hydroxy-5,10-oxa-tetradecyl, 5-Methoxy-3-oxa-pentyl, 8-Methoxy-3,6-dioxa-octyl, 11-Methoxy-3,6,9-trioxa-undecyl, 7-Methoxy-4-oxa-heptyl, 11-Methoxy-4,8-dioxa-undecyl, 15-Methoxy-4,8,12-trioxa-pentadecyl, 9-Methoxy-5-oxa-nonyl, 14-Methoxy-5,10-oxa-tetradecyl, 5-Ethoxy-3-oxa-pentyl, 8-Ethoxy-3,6-dioxa-octyl, 11-Ethoxy-3,6,9-trioxa-undecyl, 7-Ethoxy-4-oxa-heptyl, 11-Ethoxy-4,8-dioxa-undecyl, 15-Ethoxy-4,8,12-trioxa-pentadecyl, 9-Ethoxy-5-oxa-nonyl oder 14-Ethoxy-5,10-oxa-tetradecyl.

Bilden zwei Reste einen Ring, so können diese Reste gemeinsam beispielsweise als anellierter Baustein 1,3-Propylen, 1,4-Butylen, 2-Oxa-1,3-propylen, 1-Oxa-1,3-propylen, 2-Oxa-1,3-propenylen, 1-Aza-1,3-propenylen, 1-C_1-C_4-Alkyl-1-aza-1,3-propenylen, 1,4-Buta-1,3-dienylen, 1-Aza-1,4-buta-1,3-dienylen oder 2-Aza-1,4-buta-1,3-dienylen bedeuten.

Die Anzahl der nicht-benachbarten Sauerstoff- und/oder Schwefelatome und/oder Iminogruppen ist grundsätzlich nicht beschränkt, bzw. beschränkt sich automatisch durch die Größe des Rest oder des Ringbausteins. In der Regel beträgt sie nicht mehr als 5 in dem jeweiligen Rest, bevorzugt nicht mehr als 4 oder ganz besonders bevorzugt nicht mehr als 3. Weiterhin befinden sich zwischen zwei Heteroatomen in der Regel mindestens ein, bevorzugt mindestens zwei Kohlenstoffatom(e).

Substituierte und unsubstituierte Iminogruppen können beispielsweise Imino-, Methylimino-, iso-Propylimino, n-Butylimino oder tert-Butylimino sein.

Unter dem Begriff „funktionelle Gruppen" sind beispielsweise die folgenden zu verstehen Carboxy, Carboxamid, Hydroxy, Di-(C_1-C_4-Alkyl)-amino, C_1-C_4-Alkyloxycarbonyl, Cyano oder C_1-C_4-Alkoxy. Dabei ist C_1 bis C_4-Alkyl Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, sec-Butyl oder tert.-Butyl.

Gegebenenfalls durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Alkyloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiertes C_6-C_{14}-Aryl bedeutet beispielsweise Phenyl, Tolyl, Xylyl, α-Naphthyl, β-Naphthyl, 4-Diphenylyl, Chlorphenyl, Dichlorphenyl, Trichlorphenyl, Difluorphenyl, Methylphenyl, Dimethylphenyl, Trimethylphenyl, Ethylphenyl, Diethylphenyl, iso-Propylphenyl, tert.-Butylphenyl, Dodecylphenyl, Methoxyphenyl, Dimethoxyphenyl, Ethoxyphenyl, Hexyloxyphenyl, Methylnaphthyl, Isopro-

pylnaphthyl, Chlornaphthyl, Ethoxynaphthyl, 2,6-Dimethylphenyl, 2,4,6-Trimethylphenyl, 2,6-Dimethoxyphenyl, 2,6-Dichlorphenyl, 4-Bromphenyl, 2- oder 4-Nitrophenyl, 2,4- oder 2,6-Dinitrophenyl, 4-Dimethylaminophenyl, 4-Acetylphenyl, Methoxyethylphenyl oder Ethoxymethylphenyl.

Gegebenenfalls durch funktionelle Gruppen, Aryl, Alkyl, Aryloxy, Halogen, Heteroatome und/oder Heterocyclen substituiertes C_5-C_{12}-Cycloalkyl bedeutet beispielsweise Cyclopentyl, Cyclohexyl, Cyclooctyl, Cyclododecyl, Methylcyclopentyl, Dimethylcyclopentyl, Methylcyclohexyl, Dimethylcyclohexyl, Diethylcyclohexyl, Butylcyclohexyl, Methoxycyclohexyl, Dimethoxycyclohexyl, Diethoxycyclohexyl, Butylthiocyclohexyl, Chlorcyclohexyl, Dichlorcyclohexyl, Dichlorcyclopentyl sowie ein gesättigtes oder ungesättigtes bicyclisches System wie Norbornyl oder Norbornenyl.

In der ionischen Flüssigkeit liegen Kationen sowie Anionen vor. Innerhalb der ionischen Flüssigkeit wird vom Kation ein Proton oder ein Alkylrest an das Anion übertragen. Hierdurch entstehen zwei neutrale Moleküle. Hierbei entsteht ein Gleichgewicht, in welchem Anionen, Kationen und die zwei neutralen Moleküle vorliegen.

Die im Gleichgewicht in der ionischen Flüssigkeit vorliegenden neutralen Moleküle können aus der ionischen Flüssigkeit abdestilliert werden. Hierdurch wird das Gleichgewicht innerhalb der ionischen Flüssigkeit beeinflusst. Dadurch werden erneut Anionen durch die Kationen protoniert bzw. alkyliert, um das Gleichgewicht wieder einzustellen. Dieser Mechanismus führt dazu, dass sich die ionische Flüssigkeit destillieren lässt.

In einer bevorzugten Ausführungsform werden die abdestillierten Moleküle kondensiert und in einer Vorlage gesammelt. Durch Erhitzen wird das Kondensat erneut zu einer ionischen Flüssigkeit umgesetzt.

Vorteilhafterweise ist die durch Destillation gewonnene ionische Flüssigkeit bzw. Flüssigkeitskomponente frei von Verunreinigungen.

Ist eines der abdestillierten Moleküle leichtflüchtig, so kann es sein, dass dieses nicht in der Vorlage kondensiert. Auf diese Weise kann gezielt nur eine der Komponenten zurückgewonnen werden. Dies kann durch eine geeignete Temperatursteuerung und/oder Drucksteuerung bei der Destillation bzw. der Kondensation in der Vorlage auch bewusst und gezielt gesteuert werden. Die so zurückgewonnene Komponente liegt ebenfalls in hoher Reinheit vor und kann später erneut zur Herstellung einer ionischen Flüssigkeit eingesetzt werden.

Durch die Destillation der ionischen Flüssigkeiten wird ermöglicht, sie aufzureinigen bzw. zu recyclieren. Auch ist die Möglichkeit gegeben, die Komponenten des Anions oder des Kations aus der ionischen Flüssigkeit in ladungsmäßig neutraler Form wiederzugewinnen.

Bei der Destillation kleiner Mengen an ionischer Flüssigkeit erfolgt die Destillation vorzugsweise aus einem Glaskolben über eine Destillationsbrücke. Insbesondere eignet sich eine der typischen Destillationsapparaturen, wie sie dem Fachmann aus dem Labor bekannt ist.

Bei einer diskontinuierlichen Destillation kann die ionische Flüssigkeit in einer Destillierblase vorgelegt, in dieser auf Siedetemperatur aufgeheizt und teilweise verdampft werden. Die verdampfenden neutralen Moleküle aus der ionischen Flüssigkeit werden aus der Destillierblase abgezogen, in einem Kondensatorkühler kondensiert und gekühlt und in einer Destillatvorlage aufgefangen. In der Destillatvorlage können sich die abgetrennten Moleküle – soweit beide Komponentenarten übergehen - wieder zur ionischen Flüssigkeit vereinigen.

Zur kontinuierlichen Destillation einer ionischen Flüssigkeit wird sie vorzugsweise als Sumpf einer Destillationskolonne zugegeben. Die verdampfenden Komponenten werden vorzugsweise über den Kopf der Kolonne abgezogen. Anschließend werden die über den Kopf abgezogenen Komponenten vorzugsweise in einem Wärmetauscher kondensiert und vorzugsweise in einer Vorlage gesammelt.

Die zur Destillation der ionischen Flüssigkeiten eingesetzten Destilliereinrichtungen sind vorzugsweise derart ausgebildet, dass sie gegen die Umgebung abgedichtet sind, damit z. B. in der Destilliereinrichtung ein Vakuum erzeugt werden kann.

Die Beheizung des Sumpfes kann z.B. elektrisch oder durch ein Heizmedium erfolgen. Als Heizmedien eignen sich z.B. Dampf, Thermalöle oder Salzschmelzen.

Beispiele

Beispiel 1

Destillation von EMIM Cl

Ein 250 ml Glaskolben wird mit der ionischen Flüssigkeit EMIM Cl gefüllt. Hierin ist EMIM eine Mischung aus 1-Methylimidazol und 1-Ethylimidazol. Über eine Destillationsbrücke destilliert die Flüssigkeit mit einer Übergangstemperatur von 59 °C bei einem Druck von 2,4 mbar vollständig ab. Die Sumpftemperatur beträgt dabei 215 °C.

Das bei der Destillation entstehende Methylchlorid bzw. Ethylchlorid wird nicht kondensiert. Das Destillat wird mittels 1H NMR-Spektroskopie untersucht. Es enthält ausschließlich 1-Methylimidazol und 1-Ethylimidazol im Verhältnis 1:2,7.

Beispiel 2

Destillation von EMIM Diethylphosphat

62 g EMIM Diethylphosphat werden in eine Destillationsapparatur gefüllt. Bei einer Übergangstemperatur von 54 °C destilliert bei einem Druck von 0,2 mbar eine gelborange Flüssigkeit ab. Die Sumpftemperatur bei der Destillation beträgt 223 °C. Die Untersuchung des Destillats mittels 1H NMR-Spektroskopie zeigt, dass das Destillat aus einer Mischung von 1-Methylimidazol, 1-Ethylimidazol sowie Triethylphosphat besteht.

Beispiel 3

Destillation von EMIM Diethylphosphat ohne Vakuum

In eine Destillationsapparatur werden 90 g EMIM Diethylphosphat gefüllt. Bei einer Sumpftemperatur von 254 °C und einer Übergangstemperatur von 78 °C destilliert ein farbloses Destillat ab.

Beispiel 4

Herstellung und Destillation von HMIM Cl

In einem Reaktionskolben werden 821,2 g (10 mol) 1-Methylimidazol vorgelegt. Dem 1-Methylimidazol werden 985,4 g (10 mol) 37%-ige wässrige HCl zugetropft, bis das Gemisch beginnt zu sieden. Bei einem Druck von 40 mbar und 37 °C werden zunächst 65,6 g Wasser abdestilliert. Anschließend wird bei einem Druck von 0,2-0,5 mbar, einer Sumpftemperatur von 200°C und einer Übergangstemperatur von 145 °C bis 159 °C 1032 g einer Flüssigkeit abdestilliert, die nach dem Erkalten zu einem farblosen Feststoff erstarrt. Die Untersuchung des Feststoffes mittels 1H NMR-Spektroskopie zeigt, dass es sich bei dem Feststoff um reines HMIM Cl (Methylimidazolchlorid) handelt. Eine Elementaranalyse des Destillates zeigt, dass das Destillat 29,5 % Chlorid enthält.

Beispiel 5

Herstellung, Destillation und Rekombination von MMIM Dimethylphosphat

In 41,1 g (0,5 mol) N-Methylimidazol werden bei 85°C innerhalb 1 Stunde 70,0 g (0,5 mol) Trimethylphosphat zugetropft. Durch die exotherme Reaktion steigt die Temperatur auf 102°C an. Man rührt weitere 3 Stunden bei 95°C nach. Es werden 111 g der ionischen Flüssigkeit MMIM Dimethylphosphat erhalten. Das ^{1}H NMR Spektrum ($CDCl_3$) zeigt die entsprechenden Signale bei 10,5 ppm (1H, N-CH-N), 7,6 ppm (2H, N-CH-CH-N), 4,0 ppm (6H, N-CH_3) und ein Duplett bei 3,6 ppm (6H, $POCH_3$).

Das MMIM Dimethylphosphat wurde bei 0,1 mbar Vakuum, 110 bis 196°C Sumpftemperatur und 23 bis 25°C Kopftemperatur abdestilliert. Es wurden 68,6 g Destillat erhalten, das im ^{1}H NMR Spektrum ($CDCl_3$) die Signale von freiem N-Methylimidazol 7,4 ppm (1H, N-CH-N), 7,0 ppm (1H, N-CH-CH-N), 6,9 ppm (1 H, N-CH-CH-N), 3,7 ppm (3H, N-CH_3) und freiem Trimethylphosphat 3,8 ppm (9H, $POCH_3$) zeigt.

Das Destillat, das aus N-Methylimidazol und Trimethylphosphat besteht, wurde 5 Stunden bei 100°C und bei Normaldruck erhitzt. Das ^{1}H NMR Spektrum ($CDCl_3$) des erhaltenen Materials zeigte die Signale der ionischen Flüssigkeit MMIM Dimethylphosphat bei 10,3 ppm (1H, N-CH-N), 7,7 ppm (2H, N-CH-CH-N), 4,0 ppm (6H. N-CH_3) und das Duplett bei 3,6 ppm (6H, $POCH_3$).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Destillation ionischer Flüssigkeiten, welches folgende Schritte umfasst:

   A Einstellen eines Drucks, der gleich dem Umgebungsdruck oder niedriger als der Umgebungsdruck ist,
   B Erwärmen auf eine Temperatur im Bereich von 60°C bis 350°C

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in der ionischen Flüssigkeit Kationen, Anionen und neutrale Moleküle, die insbesondere durch Protonierung bzw. Alkylierung der Anionen durch die Kationen entstehen, im Gleichgewicht vorliegen.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Destillation zumindest das leichterflüchtige der neutralen Moleküle abdestilliert wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck < 200 mbar ist.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck < 50 mbar ist.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck < 5 mbar ist.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur im Bereich von 100 °C bis 350 °C liegt.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur im Bereich 150 bis 350 °C liegt.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass beide neutralen Moleküle durch Destillation abgetrennt werden.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die abdestillierten neutralen Moleküle erneut zu einer ionischen Flüssigkeit rekombiniert werden.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass eines der beiden destillativ abgetrennten neutralen Moleküle zur erneuten Her-

stellung einer andersartigen ionischen Flüssigkeit genutzt wird oder dass nur das leichterflüchtige dazu genutzt wird.

12. Verwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 11 zur Reinigung ionischer Flüssigkeiten.

13. Verwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 11 zur Rückführung von ionischen Flüssigkeiten.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP2005/000084

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C07B63/00 C07D233/58

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C07B C07D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data, COMPENDEX, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
E	WO 2005/019183 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT; MAASE, MATTHIAS; MASSONNE, KLEMENS) 3 March 2005 (2005-03-03) abstract examples	1-13
T	LUIS P.N. REBELO ET AL.: "On the critical temperature, normal boiling point, and vapor pressure of ionic liquids" THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY B, vol. 109, 12 March 2005 (2005-03-12), pages 6040-6043, XP002332771 abstract page 6042, column 2 - page 6043, column 1	1-13

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of box C.

[X] Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
21 June 2005	01/07/2005

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Molina de Alba, J

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2004)

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	J.H. DAVIS ET AL.: "Ionic Liquids in Synthesis" 'Online! 2002, WILEY-VCH VERLAG GMBH & CO. KGAA , XP002332772 ISBN: 3-527-60070-1 Retrieved from the Internet: URL:http://www3.interscience.wiley.com/cgi-bin/booktext/102529605/BOOKPDFSTART> page 7 - page 40	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP2005/000084

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2005019183 A	03-03-2005	DE 10333239 A1	10-03-2005
		WO 2005019183 A1	03-03-2005

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2005/000084

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C07B63/00 C07D233/58

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C07B C07D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)
EPO-Internal, WPI Data, COMPENDEX, CHEM ABS Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
E	WO 2005/019183 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT; MAASE, MATTHIAS; MASSONNE, KLEMENS) 3. März 2005 (2005-03-03) Zusammenfassung Beispiele ----	1-13
T	LUIS P.N. REBELO ET AL.: "On the critical temperature, normal boiling point, and vapor pressure of ionic liquids" THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY B, Bd. 109, 12. März 2005 (2005-03-12), Seiten 6040-6043, XP002332771 Zusammenfassung Seite 6042, Spalte 2 - Seite 6043, Spalte 1 ----	1-13

-/--

[X] Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

[X] Siehe Anhang Patentfamilie

° Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
21. Juni 2005	01/07/2005

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Bediensteter
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Molina de Alba, J

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	J.H. DAVIS ET AL.: "Ionic Liquids in Synthesis" 'Online! 2002, WILEY-VCH VERLAG GMBH & CO. KGAA , XP002332772 ISBN: 3-527-60070-1 Gefunden im Internet: URL:http://www3.interscience.wiley.com/cgi-bin/booktext/102529605/BOOKPDFSTART> Seite 7 - Seite 40	1-13

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2005/000084

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 2005019183 A	03-03-2005	DE 10333239 A1	10-03-2005
		WO 2005019183 A1	03-03-2005