

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 619 377**

51 Int. Cl.:

C07F 9/54 (2006.01)

C07C 303/32 (2006.01)

C07C 309/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.07.2013 PCT/IB2013/001496**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.01.2014 WO2014016657**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.07.2013 E 13765400 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.12.2016 EP 2877477**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de sulfonatos de fosfonio**

30 Prioridad:

24.07.2012 IT MI20121283

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

26.06.2017

73 Titular/es:

**MITENI S.P.A. (100.0%)
Località Colombara, 91
36070 Trissino (VI), IT**

72 Inventor/es:

**LAZZARI, DARIO;
MONDINI, SIMONETTA;
PRETTO, MARISA;
CASADO MORENO, FRANCISCO;
FACCIN, ANDREA y
ZARANTONELLO, CAMILLO**

74 Agente/Representante:

TORNER LASALLE, Elisabet

ES 2 619 377 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de sulfonatos de fosfonio

Sumario de la invención

5 La presente invención versa sobre un procedimiento para la preparación de sulfonatos de fosfonio, en particular fluoroalquilsulfonatos de tetraalquilsfosfonio, en presencia de bases de tipo amina.

Antecedentes técnicos

10 Es sabido que los fluoroalquilsulfonatos de tetraalquilsfosfonio se preparan mediante reacciones entre derivados de sulfonilo y derivados de haluro de tetraalquilsfosfonio en presencia de bases. Estos compuestos son útiles como antiestáticos en composiciones poliméricas, en particular en plásticos tales como PET (tereftalato de polietileno), PA (poliamida), PC (policarbonato), policetona y mezclas de butadieno-acrilonitrilo-estireno. Para su uso como aditivos antiestáticos, estos compuestos son añadidos a polímeros ya sea solos o en combinación con otros aditivos, tales como absorbedores UV, ignífugos, fotoestabilizadores, antioxidantes, etc.

15 El documento EP1462438 describe la preparación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilsfosfonio combinando una solución acuosa de haluro de tetrabutilsfosfonio con una solución acuosa de (C₄F₉)-sulfonil-O⁻ M⁺, siendo M un metal, dando una mezcla bifásica que se separa y de la cual se recupera la capa inferior, preferentemente por solidificación.

El documento EP1737814 describe un procedimiento para la preparación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilsfosfonio que incluye la combinación de (C₄F₉)-sulfonil-O⁻ M⁺, siendo M litio o sodio, con haluro de tetrabutilsfosfonio en una solución acuosa.

20 El documento EP182574 describe un procedimiento para la preparación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilsfosfonio que incluye la combinación, en una solución acuosa, de (C₄F₉)-sulfonil-F con ya sea tetrabutilsfosfonio-OH o haluro de tetrabutilsfosfonio y una base seleccionada entre hidróxido sódico e hidróxido de litio. El documento WO2008/108983 describe la reacción entre 1,1,2,3,3,3-hexafluoropropansulfonato de potasio y bromuro de tetra-n-butilsfosfonio.

25 Los procedimientos anteriormente mencionados implican todos el uso de metales cuyos compuestos deseados son difíciles de separar, estando por ello contaminados frecuentemente con los mismos. La presencia de trazas de metal en los compuestos de fluoroalquilsulfonato de tetraalquilsfosfonio lleva a serios inconvenientes. De hecho, para su uso como antiestáticos, los compuestos anteriormente mencionados deberían estar altamente purificados, porque la presencia de impurezas metálicas, incluso en grado mínimo, conduce a serias consecuencias en la preparación de materiales plásticos a los que se añaden tales compuestos. El documento WO2008/108983 da a conocer la preparación, entre otros, de hexafluoropropansulfonato de tetrabutilsfosfonio a partir de hexafluoropropansulfonato de potasio y bromuro de butilsfosfonio. En este procedimiento, la reacción entre un sulfonato de potasio y un bromuro de fosfonio lleva directamente a la formación de la sal.

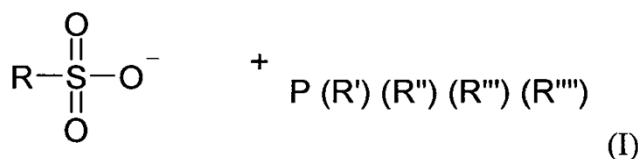
Objetos de la invención

35 Un primer objeto de la invención es proporcionar un nuevo procedimiento para la preparación de fluoroalquilsulfonatos de fosfonio que es viable industrialmente.

Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento para la preparación de fluoroalquilsulfonatos de fosfonio que proporciona tales compuestos en forma pura. Un objeto adicional de la invención es proporcionar un procedimiento para la preparación de fluoroalquilsulfonatos de fosfonio que proporciona tales compuestos de una forma libre de contaminación con metales.

Descripción de la invención

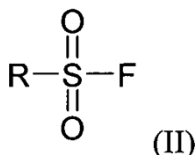
Así, según uno de sus aspectos, la presente invención versa sobre un nuevo procedimiento para la preparación de fluoroalquilsulfonatos de fosfonio de fórmula (I)



en la que

— R es un grupo fluoroalquilo lineal o ramificado, saturado o insaturado, que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, estando dicho fluoroalquilo interrumpido opcionalmente por -O-, -S- o -NR₁-, siendo R₁ un hidrógeno o un grupo perfluoroalquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, y

- 5 — R', R'', R''' y R'''' son iguales o diferentes, y cada uno representa independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo lineal o ramificado, saturado o insaturado, que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, estando dicho alquilo interrumpido opcionalmente por -O-, -S- o -NR₂-, siendo R₂ un hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, que comprende la reacción de un compuesto de fórmula (II)



en la que R se define como antes, con un compuesto de fórmula (III)



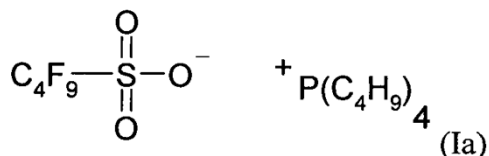
en la que R', R'', R''' y R'''' se definen como antes y X⁻ representa un haluro o un ion hidróxido, en presencia de una base de tipo amina.

- Según la presente invención, R es, preferentemente, un grupo perfluoroalquilo lineal en el que el alquilo es ventajosamente un perfluoroalquilo lineal que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, por ejemplo de 3 a 6 átomos de carbono, aún más preferentemente de 4 átomos de carbono.

La expresión “grupo perfluoroalquilo” denota un grupo alquilo en el que todos los átomos de hidrógeno del grupo alquilo están sustituidos con átomos de flúor.

- Preferentemente, según la presente invención, R', R'', R''' y R'''' son independientemente cada uno un alquilo lineal, ventajosamente un alquilo lineal que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, por ejemplo de 3 a 6 átomos de carbono, aún más preferentemente 4 átomos de carbono. Según otro aspecto preferente, R', R'', R''' y R'''' son iguales.

Según la presente invención, un compuesto preferente de fórmula (I) es nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio de fórmula (Ia)



- Según una realización preferente, la presente invención versa sobre un procedimiento para la reacción de un compuesto de fórmula (Ia), que comprende la reacción de fluoruro de perfluorobutilsulfonilo con bromuro de tetrabutilfosfonio en un medio acuoso en presencia de una base de tipo amina seleccionada entre trimetilamina, trietilamina y tributilamina, ventajosamente a una temperatura en el intervalo de 50 a 80°C.

Según la presente invención, X⁻ representa un ion hidróxido (OH⁻) o un haluro seleccionado entre Br⁻, Cl⁻, I⁻ y F⁻; ventajosamente, X es Br⁻.

- Según la presente invención, la expresión “base de tipo amina” denota cualquier amina básica, con independencia de que sea de naturaleza alifática, cicloalifática o aromática. La base de tipo amina de la presente invención incluye alquil, dialquil y trialquilaminas en las que el alquilo puede ser lineal o ramificado y opcionalmente sustituido, tal como, por ejemplo, etanolamina; aminas cicloalifáticas tales como morfolina, piperazina, piperidina, quinuclidina; aminas aromáticas o heteroaromáticas tales como piridina y anilina. Una base de tipo amina particularmente preferente se selecciona entre trimetilamina, trietilamina y tributilamina, siendo particularmente preferente la trimetilamina. Opcionalmente, también se pueden usar amoníaco o hidróxidos amónico o alquilamónico como bases de tipo amina según la presente invención.

Ejemplos de bases preferentes son el hidróxido amónico y los hidróxidos tetraalquilamónicos, tales como el hidróxido tetrametilamónico, el hidróxido tetraetilamónico, etc.

- La presencia de la base de tipo amina es esencial para el éxito de la reacción de la invención. De hecho, en ausencia de una base, no se produciría la reacción entre los dos reactivos (II) y (III). De hecho, es la amina la que reacciona con el agua para producir iones hidroxilo, los cuales, a su vez, transforman el fluoruro de sulfonilo de fórmula (II) en sulfonato amónico, que es, efectivamente, la especie que reacciona con el compuesto de fórmula (III)

para proporcionar el producto de reacción, que precipita como una sal, separándose con ello de la solución acuosa. Además, la elección de la base amínica en lugar de una base que contenga metal proporciona la ventaja de que no queda ninguna traza metálica en la mezcla final, lo cual es un factor indispensable para obtener un efecto antiestático efectivo de los compuestos de fórmula (I).

- 5 Preferentemente, la reacción entre los compuestos de fórmulas (II) y (III) se lleva a cabo en un medio acuoso.

La temperatura de reacción puede variar de temperatura ambiente de temperatura a reflujo de la mezcla de reacción, ventajosamente de 30°C a 80°C. Según un aspecto preferente, la reacción de la invención se lleva a cabo inicialmente a una temperatura de aproximadamente 50°C, y luego pasa a una temperatura de aproximadamente 80°C. Sin embargo, pueden emplearse otras condiciones de reacción, cuya elección sigue estando en el conocimiento de un experto en la técnica.

- 10

Para su purificación y su aislamiento, el compuesto de fórmula (I), ventajosamente el compuesto de fórmula (Ia), es lavado preferentemente varias veces con agua ácida y con agua, a alta temperatura en el intervalo de 60 a 80°C, para derretirlo durante los lavados, y luego se hace disminuir la temperatura de la mezcla hasta 0-10°C para promover la solidificación del producto, que es recuperado por filtración.

- 15 Se ha observado que la adición de pequeñas cantidades de aditivos específicos al agua usada para el último lavado, antes de que ocurran el enfriamiento y la solidificación, promueve la formación del compuesto deseado con un tamaño de partícula adecuado para su uso, a la vez que permite que el compuesto sea descargado más fácilmente del reactor.

- 20 De hecho, se ha hallado que la adición de pequeñas cantidades de aditivos tales como tensioactivos no iónicos, por ejemplo etoxilados alcohólicos secundarios tales como "Tergisol 15-S-9®" o acetona, aumenta la humectabilidad del producto y promueve en gran medida la solidificación del mismo como un polvo fino durante la etapa de enfriamiento, haciendo con ello que el producto sea más fácil de descargar de reactores industriales y evitando la formación de grumos y escamas en las paredes y los agitadores dentro del reactor.

- 25 En particular, se ha demostrado que estos tensioactivos —por ejemplo, Tergisol 15-S-9®— son útiles en concentraciones del 0,05-1% (peso/peso) con respecto al agua usada en la reacción, por ejemplo en concentraciones de aproximadamente el 0,1%.

Se ha demostrado que la acetona, que es un aditivo preferente según la presente invención, es muy eficaz en concentraciones del 0,1-20%, por ejemplo de aproximadamente 5% (peso/peso), con respecto al agua usada en la reacción.

- 30 Así, según una realización preferente, el procedimiento de la invención comprende añadir un aditivo seleccionado entre etoxilados alcohólicos secundarios tales como "Tergisol 15-S-9®" y acetona, mientras el compuesto de fórmula (I), ventajosamente el compuesto de fórmula (Ia), es sometido al lavado final con agua, para obtener un mejor tamaño de partícula y permitir que el compuesto de fórmula (I) sea aislado con mayor facilidad.

- 35 Se hace que los compuestos de fórmulas (II) y (III) reaccionen en cantidades sustancialmente estequiométricas para dar el compuesto deseado de fórmula (I).

La base de tipo amina usada debería salificar los ácidos producidos durante la reacción (HF y HX). Por lo tanto, se prefiere que la base sea usada en una cantidad molar que sea al menos el doble de la cantidad molar de los compuestos de fórmulas (II) o (III).

- 40 La reacción se completa en unas horas, dependiendo de la cantidad de reactantes cargada; un experto en la técnica puede seguir el avance de la reacción a través de procedimientos convencionales.

Al final de la reacción se hace bien que el reactor enfríe o se lo enfría activamente, y se aísla el compuesto de fórmula (I). A título de ejemplo, el compuesto puede ser aislado separándolo del agua madre de la reacción.

El compuesto de fórmula (I) es obtenido en forma sumamente pura. Sin embargo, si se desea o resulta necesario, el compuesto puede ser purificado ulteriormente, por ejemplo lavándolo con agua y luego aislándolo.

- 45 Por lo tanto, según el procedimiento de la invención, el compuesto de fórmula (I), y en particular el compuesto preferido de fórmula (Ia), puede ser obtenido de forma pura libre de contaminación metálica y, así, en una forma que es adecuada para el uso de la misma como un aditivo para polímeros.

En la sección experimental de la presente memoria se proporcionan ejemplos detallados de cómo puede llevarse a cabo la reacción del procedimiento de la invención.

- 50 Sección experimental

Ejemplo 1

Preparación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio con trimetilamina

Equipo: Reactor de 1 litro con descarga en el fondo, medio de agitación mecánica, medio de enfriamiento, termómetro, embudo dosificador. Se carga el reactor con 204,0 g de agua desmineralizada, 47,0 g de una solución acuosa de trimetilamina al 45%, y 79,8 g de una solución acuosa de bromuro de tetrabutilfosfonio al 75%. Se lleva la mezcla hasta 50°C, y luego se dosifican 50,0 g de fluoruro de nonafluorobutano-1-sulfonilo durante aproximadamente 45 minutos. Cuando se completa la adición, la masa es calentada hasta 80°C y mantenida a esa temperatura durante 3 horas para completar la reacción. Se enfría hasta 60°C y se aguarda la separación de las fases, luego se descargan 91,9 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio en bruto derretido y 281,6 g de agua madre de la reacción. El producto se lava con agua desmineralizada a 60°C (2 × 200 g, 1 hora cada vez), obteniendo con ello 86,4 g de derivado. Posteriormente, el nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio es cargado nuevamente en el reactor junto con 200,9 g de agua desmineralizada, se lleva la mezcla hasta 60°C y se enfría para promover la precipitación del producto (entre 30-40°C). Después de la filtración y el secado, se aíslan 77,8 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio purificado (rendimiento molar del 86%). Caracterización: identificación mediante LC-MS (pureza: % área de titulación 99,5%).

Ejemplo 2

Preparación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio con amoníaco

Equipo: Reactor de 1 litro con descarga en el fondo, medio de agitación mecánica, medio de enfriamiento, termómetro, embudo dosificador. Se carga el reactor con 400,1 g de agua desmineralizada, seguido por 95,0 g de una solución acuosa de NH₃ al 28% y 150,0 g de bromuro de tetrabutilfosfonio en agua al 75%. Se calienta la masa hasta 50°C, y se dosifican 100,4 g de fluoruro de nonafluorobutano-1-sulfonilo durante aproximadamente 1 hora. Cuando se completa la dosificación, la reacción se lleva a cabo a 80°C durante 3 horas. Se enfría hasta 60°C para separar el producto, que es obtenido como una fase pesada derretida, 186,0 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio en bruto y 553,6 g de agua madre de síntesis. El producto se lava con agua desmineralizada (2 × 400 g, a 60°C, 1 hora cada vez), obteniendo con ello 179,5 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio lavado. El producto es cargado nuevamente en el reactor junto con 400,3 g de agua desmineralizada, y se lleva la masa hasta 60°C, y luego se enfría para permitir que el producto precipite. Después de la filtración y el secado a 50°C a presión reducida, se obtienen 135,5 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio purificado (rendimiento molar < 89%). Caracterización: identificación mediante LC-MS (pureza: % área de titulación 90,8%).

Ejemplo 3

Preparación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio con amoníaco

Equipo: Reactor de 1 litro con descarga en el fondo, medio de agitación mecánica, medio de enfriamiento, termómetro, embudo dosificador. Se carga el reactor con 200,5 g de agua desmineralizada, 28 g de una solución de NH₃ al 28% y 80,4 g de una solución de bromuro de tetrabutilfosfonio al 75%. La masa es llevada hasta una temperatura de 50°C; luego empiezan a dosificarse 50,0 g de fluoruro de nonafluorobutano-1-sulfonilo durante un periodo de tiempo de aproximadamente 1,5 horas. Cuando se completa la dosificación, la reacción es calentada hasta 80°C y mantenida durante 3 horas para completarla. Se enfría hasta 60°C y se separan dos fases: 89,7 g de un producto derretido como fase pesada y 260,8 g de agua madre de la reacción. A continuación, el producto se lava (2 × 200 g de agua desmineralizada, a 60°C × 1 hora cada vez), seguido en cada caso por una separación de las fases a 60°C. De esta forma, se obtienen 80,7 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio lavado. El reactor es cargado con 200,7 g de agua desmineralizada y el producto anteriormente aislado, se calienta todo ello hasta 60°C, seguido por un enfriamiento para permitir la precipitación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio, que ocurre a una temperatura entre 30 y 40°C. El producto es filtrado y secado a 45°C a presión reducida, y se acaba obteniendo con ello 72,5 g del derivado nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio puro (rendimiento molar < 80%). Caracterización: identificación mediante LC-MS (pureza: % área de titulación 94,4%).

Ejemplo 4

Preparación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio con hidróxido tetrametilamónico

Equipo: Reactor de 1 litro con descarga en el fondo, medio de agitación mecánica, medio de enfriamiento, termómetro, embudo dosificador. Se carga el reactor con 300,6 g de agua desmineralizada, 246,0 g de una solución acuosa de hidróxido tetrametilamónico al 25% y 150,0 g de una solución acuosa de bromuro de tetrabutilfosfonio al 75%. La mezcla es llevada hasta 50°C, y luego se dosifican 100,5 g de fluoruro de nonafluorobutano-1-sulfonilo durante aproximadamente 1 hora. Cuando se completa la adición, la masa es calentada hasta 80°C y mantenida a esa temperatura durante 3,5 horas para completar la reacción. Se enfría hasta 60°C y se aguarda la separación de las fases; luego se descargan 185,5 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio en bruto derretido y 606,7 g de agua madre de la reacción. El producto se lava con agua desmineralizada a 60°C (2 × 400 g, 1 hora cada vez), obteniendo con ello 181,3 g de derivado húmedo. Posteriormente, se vuelve a cargar el nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio en el reactor junto con 400,3 g de agua desmineralizada, se lleva la mezcla hasta

60°C, y se separa el producto como un sólido derretido; se acaba obteniendo 171,5 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio. Caracterización: identificación mediante LC-MS (pureza: % área de titulación 99,5%).

Ejemplo 5

Preparación de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio con trietilamina

- 5 Equipo: Reactor de 1 litro con descarga en el fondo, medio de agitación mecánica, medio de enfriamiento, termómetro, embudo dosificador. Se carga el reactor con 231,0 g de agua desmineralizada, 36,1 g de trietilamina y 79,8 g de bromuro de tetrabutilfosfonio al 75%. La mezcla es llevada hasta 50°C, y luego se dosifican 50,0 g de fluoruro de nonafluorobutano-1-sulfonilo durante aproximadamente 1 hora. Cuando se completa la adición, la masa es calentada hasta 80°C y mantenida a esa temperatura durante 3 horas para completar la reacción. Se enfría hasta
- 10 60°C y se aguarda la separación de las fases; luego se descargan 94,4 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio en bruto derretido y 299,5 g de agua madre de la reacción. El producto se lava con 200 g de H₂SO₄ en agua al 1,5% y luego con 202 g de agua desmineralizada a 60°C (1 hora cada vez), obteniendo con ello 88,7 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio lavado húmedo. Posteriormente, se vuelve a cargar el nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio en el reactor junto con 206,8 g de agua desmineralizada, se lleva la mezcla hasta 60°C, y se separa el producto como un sólido derretido, obteniendo con ello 87,4 g de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio. Tras secar en un evaporador rotatorio a presión reducida, acaban aislándose 84,3 de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio seco. Caracterización: identificación mediante LC-MS (pureza: % área de titulación 99,5%).
- 15

Ejemplo 6

- 20 Purificación y aislamiento de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio con adición de Tergisol 15-S-9

Equipo: Reactor encamisado de 1000 ml equipado con pala mecánica de agitación, termómetro, medios de enfriamiento por burbujas y descarga en el fondo.

- Procedimiento: Cargar agua, que contiene Tergisol al 0,1% (369 g), calentar hasta 60°C, y cargar nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio en bruto derretido (123 g). Establecer un declive de la temperatura hasta 20°C durante 12 horas. A 20°C, el producto aparece como un sólido blanco perfectamente suspendido. El producto es filtrado, y el sólido filtrado es lavado con 185 g de agua desmineralizada. Se seca en un evaporador rotatorio hasta 45°C (2,5 kPa residuales), obteniendo con ello 113 g de producto secado como un polvo blanco.
- 25

Ejemplo 7

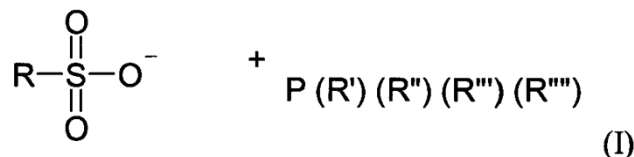
Aislamiento de nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio con adición de acetona

- 30 Equipo: Reactor encamisado de 1000 ml equipado con pala mecánica de agitación, termómetro, medios de enfriamiento por burbujas y descarga en el fondo.

- Procedimiento: Cargar agua (487 g) y acetona (26 g), calentar hasta 60°C, y cargar nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio en bruto derretido (171 g). Establecer un declive de la temperatura hasta 20°C durante 12 horas. A 20°C, el producto aparece como un sólido blanco perfectamente suspendido. Se enfría hasta 1°C durante 6 horas y se filtra. El producto filtrado es lavado con 170 g de agua desmineralizada. Se seca en un evaporador rotatorio hasta 45°C (2,5 kPa residuales), obteniendo con ello 163 g de producto secado como un polvo blanco.
- 35

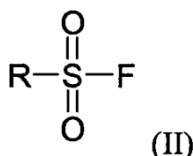
REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar compuestos de fórmula (I)

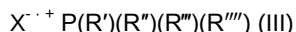


en la que

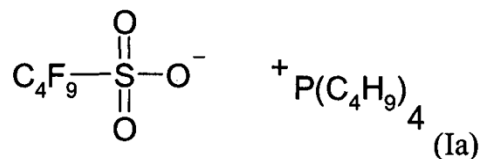
- 5 – R es un grupo fluoroalquilo lineal o ramificado, saturado o insaturado, que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, estando dicho fluoroalquilo interrumpido opcionalmente por -O-, -S- o -NR₁-, siendo R₁ un hidrógeno o un grupo perfluoroalquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, y
- 10 – R', R'', R''' y R'''' son iguales o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo lineal o ramificado, saturado o insaturado, que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, estando dicho alquilo interrumpido opcionalmente por -O-, -S- o -NR₂-, siendo R₂ un hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, que comprende la reacción de un compuesto de fórmula (II)



en la que R se define como antes, con un compuesto de fórmula (III)



- 15 en la que R', R'', R''' y R'''' se definen como antes y X⁻ representa un haluro o un ion hidróxido, en presencia de una base de tipo amina.
2. Un procedimiento según la reivindicación 1 en el que R es un grupo perfluoroalquilo lineal que tiene de 2 a 8 átomos de carbono.
3. Un procedimiento según la reivindicación 2 en el que R es un grupo nonafluorobutilo.
- 20 4. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que R', R'', R''' y R'''' son un grupo butilo.
5. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que la base de tipo amina se selecciona entre alquil, dialquil y trialquilamina, etanolamina, morfolina, piperazina, piperidina, quinuclidina, piridina y anilina.
- 25 6. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que la base de tipo amina se selecciona entre trimetilamina, trietilamina, tributilamina, hidróxido amónico e hidróxido tetraalquilamónico.
7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en el que X⁻ es Br⁻.
8. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 para preparar el nonafluorobutano-1-sulfonato de tetrabutilfosfonio de fórmula (Ia)



- 30 que comprende la reacción de fluoruro de perfluoro butil sulfonilo con bromuro de tetrabutilfosfonio en medio acuoso, en presencia de una base de tipo amina seleccionada entre trimetilamina, trietilamina, tributilamina, hidróxido amónico e hidróxido tetraalquilamónico.
9. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la base de tipo amina es usada en una cantidad molar al menos el doble de la cantidad molar de los compuestos de fórmula (II) o (III).

10. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la reacción se efectúa a una temperatura comprendida entre la temperatura ambiente y la temperatura a reflujo de la mezcla de la reacción.
- 5 11. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes que comprende aislar el compuesto de fórmula (I) después de lavarlo con agua en presencia de un aditivo seleccionado entre tensioactivos no iónicos y acetona.
12. Un procedimiento según la reivindicación 11 caracterizado porque dicho aditivo es acetona.
13. Un procedimiento según la reivindicación 12 caracterizado porque dicha acetona está presente en concentraciones de 0,1-20% (p/p) con respecto al agua usada para lavar.
- 10 14. Un procedimiento según la reivindicación 13 caracterizado porque dicha acetona está presente en una concentración del 5% (p/p) con respecto al agua usada para lavar.