(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 668 217**

(51) Int. Cl.:

C01B 21/093 (2006.01)
C01B 21/087 (2006.01)
C07C 303/40 (2006.01)
C01B 21/086 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.02.2012** **PCT/JP2012/054888**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **07.09.2012** **WO12118063**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.02.2012** **E 12752499 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.03.2018** **EP 2662332**

(54) Título: **Método de fabricación de sal de sufonilimida que contiene flúor**

(30) Prioridad:

03.03.2011 JP 2011046739

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.05.2018

(73) Titular/es:

NIPPON SODA CO., LTD. (100.0%)
2-1 Ohtemachi 2-chome Chiyoda-ku
Tokyo 100-8165, JP

(72) Inventor/es:

TSUBOKURA SHIRO;
SUZUKI TORU;
MARUYAMA MICHIAKI y
AIURA YASUYUKI

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 668 217 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

Método de fabricación de sal de sufonilimida que contiene flúor

Campo de la técnica

La presente invención se refiere a un proceso para producir una sal de sulfonilimida que contiene flúor. Más específicamente, la presente invención se refiere a un proceso para producir eficazmente una sal de metal alcalino de sulfonilimida que contiene flúor o una sal de onio de sulfonilimida que contiene flúor (excluyendo la sal de amonio) a partir de una sal de amonio de sulfonilimida que contiene flúor.

Antecedentes de la técnica

Las sales de sulfonilimida que contienen flúor son compuestos útiles en una amplia variedad de campos, y se emplean como electrolitos, como aditivos añadidos a los electrolitos de pilas de combustible, y como materiales selectivos que retiran electrones y similares (véase el Documento de Patente 1).

Se han propuesto varios procesos para sintetizar sales de sulfonilimida que contienen flúor. Por ejemplo, el Documento de Patente 2 propone un proceso para producir una sal de sulfonilimida que contiene flúor haciendo reaccionar una sal de onio de sulfonilimida con un compuesto de metal alcalino. Específicamente, en el Documento de Patente 2, se mezclan trietilamonio N-(fluorosulfonilo)-N-(trifluorometilsulfonil)imida y una disolución acuosa preparada disolviendo hidróxido de litio monohidrato bajo presión normal, y el disolvente se destila después hasta desecación para obtener N-(fluorosulfonil)-N-(trifluorometilsulfonil)imida de litio.

Otro Documento de Patente 3 divulga que añadiendo una disolución de tetrahidrofurano de hidróxido de litio monohidrato a una disolución de tetrahidrofurano de un ciclo-perfluoroalcano-1,n-bis[sulfonil]imida de amonio, y hirviendo después durante 120 minutos, se obtiene una ciclo-perfluoroalcano-1,n-bis[sulfonil]imida de litio.

Documentos relacionados con la técnica

Documentos de Patentes

Documento de Patente 1: Traducción Japonesa Publicada Nº Hei 08-511274 de PCT

Documento de Patente 2: Solicitud de Patente Japonesa sin examinar, Primera Publicación Nº 2010-168249

Documento de Patente 3: Traducción Japonesa Publicada Nº 2000-506132 de PCT

Divulgación de la invención

Problemas a resolver por la invención

En el proceso descrito en los Documentos de Patente 2 y 3, la reacción de intercambio catiónico entre la sal de amonio de sulfonilimida que contiene flúor y la sal de metal alcalino, a veces no se produce eficazmente.

Por consiguiente, un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para producir una sal de metal alcalino de sulfonilimida que contiene flúor o una sal de onio de sulfonilimida que contiene flúor (excepto la sal de amonio) a partir de una sal de amonio de sulfonilimida que contiene flúor.

Medios para resolver los problemas

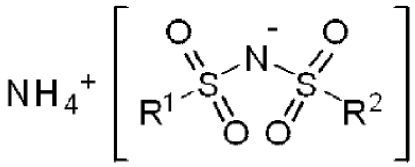
Los inventores de la presente invención realizaron intensas investigaciones para lograr el objetivo anterior. Como resultado encontraron que sometiendo a la sal de amonio de sulfonilimida que contiene flúor a una reacción de intercambio catiónica bajo condiciones de baja temperatura y presión reducida, empleando al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos metálicos e hidróxidos de onio, se podría producir con buena eficacia una sal de metal de sulfonilimida que contiene flúor o una sal de onio de sulfonilimida que contiene flúor (excepto la sal de amonio). La presente invención se completó sobre la base de estos descubrimientos.

En otras palabras, la presente invención proporciona lo siguiente.

(1) Un proceso para producir una sal de sulfonilimida que contiene flúor representada por la fórmula [II] (aquí en lo sucesivo referido también como “compuesto [II]”), incluyendo el proceso someter a una sal de amonio se sulfonilimida que contiene flúor, representada por la fórmula [I] (aquí en lo sucesivo referido también como “compuesto [I]”) a una reacción de intercambio catiónico en presencia de un disolvente bajo presión reducida, empleando al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos metálicos e hidróxidos de onio.

(2) El proceso para producir una sal de sulfonilimida que contiene flúor descrito anteriormente en (1), en donde al menos un compuesto se selecciona del grupo que consiste en hidróxidos de metal alcalino e hidróxidos de onio.

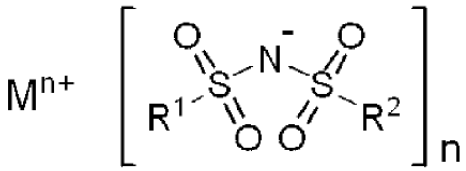
[Fórmula Química 1]



〔I〕

En la Fórmula [I], cada uno de los radicales R^1 y R^2 representan independientemente un átomo de flúor.

[Fórmula Química 2]



〔II〕

En la Fórmula [II], M^{n+} representa un catión metálico o un catión de onio (excepto NH_4^+), n corresponde con la valencia del catión metálico o del catión de onio (excepto NH_4^+) y es un número entero de 1 a 4, y R^1 y R^2 son los mismos que se definen anteriormente en la Formula [I].

Efectos de la invención

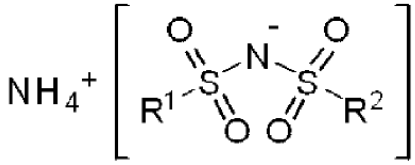
Según la presente invención, una sal de metal de sulfonilimida que contiene flúor o una sal de onio de sulfonilimida que contiene flúor (excepto la sal de amonio) se puede producir a partir de una sal de amonio de sulfonilimida que contiene flúor en de una manera eficaz industrialmente.

Realizaciones de la invención

(Proceso para producir el Compuesto [II])

El proceso para producir un compuesto [II] según la presente invención incluye la etapa de someter a un compuesto [I] a una reacción de intercambio catiónico bajo presión reducida, empleando al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos metálicos e hidróxidos de onio. El compuesto se selecciona preferiblemente al menos del grupo que consiste en hidróxidos de un metal alcalino e hidróxidos de onio, y es más preferible un hidróxido de metal alcalino.

El compuesto [I] que se usa en la presente invención es un compuesto representado por la fórmula [I].



〔I〕

En la fórmula [I], cada uno de los radicales R^1 y R^2 representan independientemente un átomo de flúor.

El compuesto [I] es di(fluorosulfonil)imida de amonio.

No existen limitaciones en particular en el proceso empleado para producir el compuesto [I]. El compuesto [I] puede estar disponible comercialmente, o se puede producir empleando el proceso divulgado en la Solicitud de Patente Japonesa Sin examinar, Primera Publicación Nº 2010-168249.

No existen limitaciones en particular en el hidróxido metálico empleado en la reacción de intercambio catiónico, el hidróxido metálico proporcionado reacciona con el compuesto [I] y experimenta el intercambio catiónico, pero es preferible un hidróxido de metal alcalino. Ejemplos del hidróxido de metal alcalino incluyen el hidróxido de litio, hidróxido sódico, hidróxido potásico, hidróxido de rubidio e hidróxido de cesio. De estos, es preferible el hidróxido de litio, el hidróxido sódico o el hidróxido potásico. Estos compuestos pueden existir como hidratos.

El hidróxido de onio empleado en la reacción de intercambio catiónico es una sustancia compuesta de un catión onio y un anión hidróxido. Ejemplos del hidróxido de onio incluyen hidróxidos de imidazolio, tal como hidróxido 1,3-dimetilimidazolio, hidróxido 1-etil-3-metil-imidazolio, hidróxido 1-butil-3-metilimidazolio, hidróxido 1-hexil-3-

metilimidazolio, hidróxido 1-octil-3-metilimidazolio, hidróxido 1-alil-3-etilimidazolio, hidróxido 1-alil-3-butilimidazolio, hidróxido 1,3-dialilimidazolio, hidróxido 1-etil-2,3-dimetilimidazolio, hidróxido 1-butil-2,3-dimetilimidazolio, e hidróxido 1-hexil-2,3-dimetilimidazolio; hidróxidos de pirazolio, tal como hidróxido 2-etil-1,3,5-trimetilpirazolio, hidróxido 2-propil-1,3,5-trimetilpirazolio, hidróxido 2-butil-1,3,5-trimetilpirazolio, e hidróxido 2-hexil-1,3,5-trimetilpirazolio; hidróxidos de piridinio, tal como hidróxido 1-etilpiridinio, hidróxido 1-butilpiridinio, hidróxido 1-hexilpiridinio, hidróxido 1-octilpiridinio, hidróxido 1-etil-3-metilpiridinio, hidróxido 1-etil-3-hidroximetilpiridinio, hidróxido 1-butil-3-metilpiridinio, hidróxido 1-butil-4-metilpiridinio, hidróxido 1-octil-4-metilpiridinio, hidróxido 1-butil-3,4-dimetilpiridinio, e hidróxido 1-butil-3,5-dimetilpiridinio; hidróxidos de pirrolidinio, tal como hidróxido 1-propil-1-metilpirrolidinio, hidróxido 1-butil-1-metilpirrolidinio, hidróxido 1-hexil-1-metilpirrolidinio, hidróxido 1-octil-1-metilpirrolidinio, e hidróxido 1-butil-1-propilpirrolidinio; hidróxidos de piperidinio, tal como hidróxido 1-propil-1-metilpiperidinio, hidróxido 1-butil-1-metilpiperidinio, e hidróxido 1-(2-metoxietil)-1-metilpiperidinio; hidróxidos de morfolinio, tal como hidróxido 4-propil-4-metilmorfolinio e hidróxido 4-(2-metoxietil)-4-metilmorfolinio; hidróxidos de amonio cuaternario, tal como hidróxido de tetrametilamonio, hidróxido de tetraetilamonio, hidróxido de tetrapropilamonio, hidróxido de tetrabutilamonio, hidróxido de tetraheptilamonio, hidróxido de tetrahexilamonio, hidróxido de tetraoctilamonio, hidróxido de trietilmetilamonio, hidróxido de propiltrimetilamonio, hidróxido de dietil-2-metoxietilmetilamonio, hidróxido de metiltrioctilamonio, hidróxido de ciclohexiltrimetilamonio, hidróxido de 2-hidroxietiltrimetilamonio, hidróxido de trimetilfenilamonio, hidróxido de benciltrimetilamonio, hidróxido de benciltributilamonio, hidróxido de benciltrietilamonio, hidróxido de dimetildistearilamonio, hidróxido de dialildimetilamonio, hidróxido de 2-metoxietoximetiltrimetilamonio, hidróxido de tetraquis(pentafluoroetil)amonio, hidróxido de N-metoxitrimetilamonio, hidróxido de N-etoxitrimetilamonio, e hidróxido de N-propoxitrimetilamonio; hidróxidos de fosfonio, tal como hidróxido de trihexiltetradecilfosfonio; hidróxidos de sulfonio, tal como hidróxido de trimetilsulfonio; hidróxido de guanidinio, tal como hidróxido de guanidinio e hidróxido 2-etil-1,1,3,3-tetrametilguanidinio; hidróxidos de isouronio, tal como hidróxido 2-etil-1,1,3,3-tetrametilusouronio; e hidróxidos de isotiouronio, tal como hidróxido 2-etil-1,1,3,3-tetrametilisotiouronio.

Empleando estos hidróxidos de metal alcalino o hidróxidos de onio, se genera amoniaco como subproducto en la reacción de intercambio catiónico. Realizando la reacción mientras se elimina este amoniaco bajo presión reducida, el equilibrio se puede inclinar hacia un estado que promueve la reacción de intercambio catiónico.

La cantidad empleada de hidróxido de metal o de hidróxido de onio se puede ajustar de manera apropiada de acuerdo con la valencia media del catión derivado del hidróxido. Específicamente, la cantidad del hidróxido metálico o hidróxido de onio está preferiblemente dentro de un intervalo de 1 g equivalente a 10 g equivalente, y más preferible de 1g de equivalente a 5 g de equivalente, por 1 g equivalente del compuesto [I]. Cuando sólo se emplea un hidróxido de metal alcalino, la cantidad del hidróxido de metal alcalino es preferiblemente de 1 mol a 10 moles, y más preferible de 1 mol a 5 moles, por 1 mol del compuesto [I]. Cuando sólo se emplea un hidróxido de onio, la cantidad del hidróxido de onio varía dependiendo de la valencia del catión de onio, pero es preferible de 0,3 moles a 10 moles, y más preferible de 0,3 moles a 5 moles, por 1 mol del compuesto [I].

La reacción de intercambio catiónico en la presente invención se realiza en presencia de un disolvente.

No hay limitaciones particulares para el disolvente. Ejemplos de disolventes incluyen agua, disolventes de base alcohólica, tal como metanol, etanol, n-propanol, i-propanol y n-butanol, disolventes basados en éter, tal como dioxano, 1,2-dimetoxietano, tetrahidrofurano y éter dimetílico de etilenglicol, disolventes de hidrocarburos aromáticos, tal como tolueno, benceno y xileno, disolventes de hidrocarburos alifáticos, tal como n-pentano, n-hexano y n-heptano, disolventes de hidrocarburos halogenados, tal como diclorometano, cloroformo, tetracloruro de carbono y 1,2-dicloroetano, disolventes basados en amida, tal como N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida y N-metilpirrolidona, disolventes basados en nitrilo, tal como acetonitrilo y benzonitrilo, disolventes basados en éster, tal como acetato de etilo, acetato de siopropilo y acetato de butilo, y disolventes mezclados que contienen dos o más de los disolventes anteriores. De estos disolventes, desde un punto de vista de la vialbilidad durante el refinado, es preferible un disolvente que forme un estado bi-capa con el agua. Específicamente, son preferibles en particular el acetato de etilo, acetato de isopropilo y acetato de butilo.

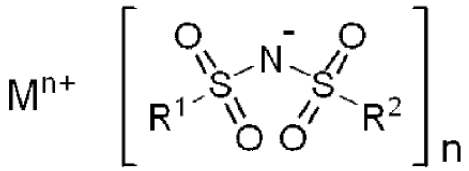
La temperatura durante la reacción de intercambio catiónico es preferiblemente inferior que el punto de ebullición del disolvente a presión normal. Específicamente, la temperatura durante la reacción de intercambio catiónico está preferiblemente dentro del intervalo de 0ºC a 200ºC, más preferible de 0ºC a 100ºC, aún más preferible de 10ºC a 100ºC, y preferible particularmente de 10ºC a 60ºC. El tiempo requerido para la reacción varía dependiendo de la escala de la reacción, pero preferiblemente es de 0,1 horas a 48 horas, y más preferible de 0,5 horas a 24 horas.

La reacción de intercambio catiónico se realiza bajo presión reducida. Realizando la reacción bajo presión reducida, se elimina el amoniaco que se genera como un subproducto de la reacción de intercambio catiónico, que inclina el equilibrio y facilita sintetizar el producto diana con buena eficacia. El grado de vacío se establece preferiblemente a un valor que cause que el disolvente refluya bajo la temperatura anteriormente mencionada.

No existen limitaciones en particular en la presión durante la reacción, siempre que sea una presión menor que la presión atmosférica, pero es preferible una presión que sea 1,3 kPa (10 torr) o más baja que la presión atmosférica, es más preferible una presión que sea de 13,3 kPa (100 torr) o más baja que la presión atmosférica, y es aún más preferible una presión de 40,0 kPa (300 torr) o más baja que la presión atmosférica. El límite más bajo para la

presión depende de la presión de vapor del disolvente, pero es preferiblemente de 1,3 Pa (0,01 torr), y más preferiblemente de 1,3 kPa (10 torr).

Realizando el intercambio catiónico descrito anteriormente, se puede obtener un compuesto [II]. El compuesto [II] es una sal de sulfonilimida que contiene flúor representada por la fórmula [II].



〔II〕

En la Fórmula [II], M^{n+} representa un catión metálico o un catión de onio (excepto NH_4^+), n corresponde con la valencia del catión metálico o del catión de onio (excepto NH_4^+) y es un número entero de 1 a 4 (y preferiblemente un número entero de 1 a 3), y R^1 y R^2 son los mismos que se definen anteriormente en la fórmula [I].

Aunque no existen limitaciones en particular para el catión metálico, es preferible un catión de metal alcalino. Ejemplos del catión de metal alcalino incluyen catión litio, catión sodio, catión potasio, catión rubidio y catión cesio. De estos, es preferible un catión litio, catión sodio o catión potasio.

Ejemplos del catión onio (excepto NH_4^+) incluyen cationes de imidazolio, tal como un catión 1,3-dimetilimidazolio, catión 1-etil-3-metilimidazolio, catión 1-butil-3-metilimidazolio, catión 1-hexil-3-metilimidazolio, catión 1-octil-3-metilimidazolio, catión 1-alil-3-etilimidazolio, catión 1-alil-3-butilimidazolio, hidróxido 1,3-dialilimidazolio, catión 1-etil-2,3-dimetilimidazolio, catión 1-butil-2,3-dimetilimidazolio, y catión 1-hexil-2,3-dimetilimidazolio; cationes de pirazolio, tal como catión 2-etil-1,3,5-trimetilpirazolio, catión 2-propil-1,3,5-trimetilpirazolio, catión 2-butil-1,3,5-trimetilpirazolio, y catión 2-hexil-1,3,5-trimetilpirazolio; cationes de piridinio, tal como catión 1-etilpiridinio, catión 1-butilpiridinio, catión 1-hexilpiridinio, catión 1-octilpiridinio, catión 1-etil-3-metilpiridinio, catión 1-etil-3-hidroximetilpiridinio, catión 1-butil-3-metilpiridinio, catión 1-butil-4-metilpiridinio, catión 1-octil-4-metilpiridinio, catión 1-butil-3,4-dimetilpiridinio, y catión 1-butil-3,5-dimetilpiridinio; cationes de pirrolidinio, tal como catión 1-propil-1-metilpirrolidinio, catión 1-butil-1-metilpirrolidinio, catión 1-hexil-1-metilpirrolidinio, catión 1-octil-1-metilpirrolidinio, y catión 1-butil-1-propilpirrolidinio; cationes de piperidinio, tal como catión 1-propil-1-metilpiperidinio, catión 1-butil-1-metilpiperidinio, y catión 1-(2-metoxietil)-1-metilpiperidinio; cationes de morfolinio, tal como catión 4-propil-4-metilmorfolinio y catión 4-(2-metoxietil)-4-metilmorfolinio; cationes de amonio cuaternario, tal como catión de tetrametilamonio, catión de tetraetilamonio, catión de tetrapropilamonio, catión de tetrabutilamonio, catión de tetraheptilamonio, catión de tetrahexilamonio, catión de tetraoctilamonio, catión de trietilmetilamonio, catión de propiltrimetilamonio, catión de dietil-2-metoxietilmetilamonio, catión de metiltrioctilamonio, catión de ciclohexiltrimetilamonio, catión de 2-hidroxietiltrimetilamonio, catión de trimetilfenilamonio, catión de benciltrimetilamonio, catión de benciltributilamonio, catión de benciltrietilamonio, catión de dimetildistearilamonio, catión de dialildimetilamonio, catión de 2-metoxietoximetiltrimetilamonio, catión de tetraquis(pentafluoroetil)amonio, catión de N-metoxitrimetilamonio, catión de N-etoxitrimetilamonio, y catión de N-propoxitrimetilamonio; cationes de fosfonio, tal como catión trihexiltetradecilfosfonio; cationes de sulfonio, tal como catión trimetilsulfonio; cationes de guanidinio, tal como catión guanidinio y catión 2-etil-1,1,3,3-tetrametilguanidinio; cationes de isouronio, tal como catión 2-eti-1,1,3,3-tetrametilusouronio; y cationes de isotiouronio, tal como catión 2-etil-1,1,3,3-tetrametilisotiouronio.

Ejemplos específicos del compuesto [II] incluyen di(fluorosulfonil)imida de litio, di(fluorosulfonil)imida de potasio, di(fluorosulfonil)imida de sodio, compuestos de sal de imidazolio, tal como di(fluorosulfonil)imida de 1,3-dimetilimidazolio, compuestos de sal de pirazolio, tal como di(fluorosulfonil)imida de pirazolio, compuestos de sal de piridinio, tal como di(fluorosulfonil)imida de 1-etilpiridinio; compuestos de sal de pirrolidinio, tal como di(fluorosulfonil)imida de pirrolidinio; compuestos de sal de piperidinio, tal como di(fluorosulfonil)imida de 1-propil-1-metilpiperidinio, compuestos de sal de morfolinio, tal como di(fluorosulfonil)imida de 4-propil-4-metilmorfolinio, compuestos de sal de amonio cuaternario, tal como di(fluorosulfonil)imida de tetrametilamonio, compuestos de sal de fosfonio, tal como di(fluorosulfonil)imida de trihexiltetradecilfosfonio, compuestos de sal sulfonio, tal como di(fluorosulfonil)imida de trimetilsulfonio, compuestos de sal de guanidinio, tal como di(fluorosulfonil)imida de guanidinio; compuestos de sal de isouronio, tal como di(fluorosulfonil)imida de 2-etil-1,1,3,3-tetrametilusouronio; compuestos de sal de isotiouronio, tal como di(fluorosulfonil)imida de 2-etil-1,1,3,3-tetrametilisotiouronio.

El compuesto [II] obtenido de acuerdo con el proceso de producción de la presente invención se puede usar favorablemente como material para un conductor iónico empleado en la formación de pilas primarias, pilas secundarias, tal como una pila secundaria de ión de litio, y dispositivos electroquímicos, tal como condensadores electrolíticos, condensadores eléctricos de doble capa, pilas de combustibles, pilas solares y elementos electrocrómicos.

Ejemplos

La presente invención se describe a continuación en más detalle en base a una serie de ejemplos.

Ejemplo 1

(Síntesis de di(fluorosulfonil)imida de potasio)

Se cargó un recipiente de reacción con 6,2 g (23,5 mmoles) de di(fluorosulfonil)imida de amonio, 47 ml de acetato de butilo, y una disolución acuosa al 20% de que contiene 16,5 g (58,8 mmoles) de hidróxido potásico, y la mezcla se sometió a reflujo bajo una presión absoluta de 65 torr (8,669 kPa aproximadamente) y a una temperatura de 37ºC durante una hora. La reacción líquida se enfrió luego a 25ºC. Posteriormente, se realizó la separación líquido-líquido, y se extrajo la fase acuosa 3 veces con muestras de 24 ml de acetato de butilo. Se combinaron las fases orgánicas obtenidas en las operaciones de extracción, y se eliminó el disolvente de la fase orgánica mediante destilación bajo presión reducida. A continuación, se añadieron 39 ml de cloruro de metileno, y la mezcla se agitó a 20ºC durante 30 minutos. Posteriormente, se recogieron los cristales mediante filtración. Entonces, se lavaron los cristales obtenidos con 39 ml de cloruro de metileno, y después se secaron a 20ºC bajo presión reducida. Se obtuvo di(fluorosulfonil)imida de potasio en una cantidad de 4,6 g. Los resultados del análisis cuantitativo mediante cromatografía catiónica revelaron que todo el producto se componía de sal de potasio, y no contenía iones amonio.

Ejemplo 2

(Síntesis de di(fluorosulfonil)imida de litio)

A 9,8 g (49,6 mmoles) de di(fluorosulfonil)imida de amonio se añadieron 99 ml de acetato de butilo, 6,2 g (148,8 mmoles) de hidróxido de litio monohidratado y 37 ml de agua, y la mezcla se sometió a reflujo bajo una presión absoluta de 65 torr (8,669 kPa aproximadamente) y a una temperatura de 37ºC durante una hora. El líquido de reacción se enfrió a continuación a 25ºC. Posteriormente, se realizó la separación líquido-líquido, y se extrajo la fase acuosa 3 veces con muestras de 50 ml de acetato de butilo. Se combinaron las fases orgánicas obtenidas en las operaciones de extracción, y se lavó dos veces con muestras de 3 ml de agua. Posteriormente, el disolvente se eliminó mediante destilación bajo presión reducida. Después, se añadieron 50 ml de cloruro de metileno, y la mezcla se agitó a 20ºC durante 19 horas. Posteriormente, se recogieron los cristales mediante filtración. Entonces, se lavaron los cristales obtenidos con 50 ml de cloruro de metileno, y después se secaron a 20ºC bajo presión reducida. Se obtuvo di(fluorosulfonil)imida de litio en una cantidad de 4,5 g. Los resultados del análisis cuantitativo mediante cromatografía catiónica revelaron que todo el producto se componía de sal de litio, y no contenía iones amonio.

Ejemplo 3

(Síntesis de di(fluorosulfonil)imida de sodio)

A 4,9 g (24,7 mmoles) de di(fluorosulfonil)imida de amonio se añadieron 49 ml de acetato de butilo, y una disolución acuosa al 20% que contiene 12,4 g (61,8 mmoles) de hidróxido sódico, y la mezcla se sometió a reflujo bajo una presión absoluta de 65 torr (8,669 kPa aproximadamente) y a una temperatura de 37ºC durante una hora. El líquido de reacción se enfrió a continuación a 25ºC. Posteriormente, se realizó la separación líquido-líquido, y se extrajo la fase acuosa 3 veces con muestras de 25 ml de acetato de butilo. Se combinaron las fases orgánicas obtenidas en las operaciones de extracción, y el disolvente se eliminó de la fase orgánica mediante destilación bajo presión reducida. Después, se añadieron 41 ml de cloruro de metileno, y la mezcla se agitó a 20ºC durante 15 minutos. Posteriormente, se recogieron los metales mediante filtración. Entonces, se lavaron los cristales obtenidos con 20 ml de cloruro de metileno, y después se secaron a 20ºC bajo presión reducida. Se obtuvo di(fluorosulfonil)imida de sodio en una cantidad de 3,5 g. Los resultados del análisis cuantitativo mediante cromatografía catiónica revelaron que todo el producto se componía de sal de sodio, y no contenía iones amonio.

Ejemplo 4

(Síntesis de di(fluorosulfonil)imida de amonio)

Un recipiente de reacción compuesto de fluororesina se cargó con 2,14 g (10,0 mmoles) de di(clorosulfonil)imida. Después, se añadieron al recipiente 20 ml de acetato de etilo y 1,78 g (48,0 mmoles) de NH_4F, y la reacción se realizó bajo reflujo a 75ºC durante 4 horas. Tras la finalización de la reacción, la mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente y se lavó con 2,5 ml de agua para obtener di(fluorosulfonil)imida de amonio.

(Síntesis de di(fluorosulfonil)imida de potasio)

A la disolución de acetato de etilo de di(fluorosulfonil)imida de amonio obtenida de la manera descrita anteriormente, se añadió una disolución acuosa al 10% que contiene 0,84 g (15,0 mmoles) de hidróxido de potasio, y la mezcla se sometió a reflujo bajo una presión absoluta de 225 torr (29,997 kPa aproximadamente) y a una temperatura de 40ºC durante 1 hora. La reacción líquida se enfrió después a 25ºC. Posteriormente, se realizó la separación líquido-líquido, y se extrajo la fase acuosa dos veces con muestras de 20 ml de acetato de etilo. Se combinaron las fases orgánicas obtenidas en las operaciones de extracción, y se eliminó el disolvente de la fase orgánica mediante destilación bajo presión reducida. La sal de di(fluorosulfonil)imida de potasio se obtuvo en una cantidad de 1,55 g. Los resultados del análisis cuantitativo mediante cromatografía catiónica revelaron una razón molar entre la sal de di(fluorosulfonil)imida de potasio y la sal de di(fluorosulfonil)imida de amonio de 97:3.

Ejemplo Comparativo 1

(Síntesis de di(fluorosulfonil)imida de potasio)

Se cargó un recipiente de reacción con 0,90 g (4,6 mmoles) de di(fluorosulfonil)imida de amonio, 10 ml de acetato de butilo, y una disolución acuosa al 10% que contiene 0,40 g (7,2 mmoles) de hidróxido potásico, y la mezcla se agitó durante una hora a presión atmosférica (101,325 kPa aproximadamente) y una temperatura de 20ºC. Posteriormente, se realizó la separación líquido-líquido, y se extrajo la fase acuosa dos veces con muestras de 10 ml de acetato de butilo. Se combinaron las fases orgánicas obtenidas en las operaciones de extracción, y se eliminó el disolvente de la fase orgánica mediante destilación bajo presión reducida. Se obtuvo una sal de di(fluorosulfonil)imida en una cantidad de 0,66 g. Los resultados del análisis cuantitativo mediante cromatografía catiónica revelaron una razón molar entre la sal de di(fluorosulfonil)imida de potasio y de amonio de 91:9.

Ejemplo Comparativo 2

(Síntesis de di(fluorosulfonil)imida de amonio)

Un recipiente de reacción compuesto de fluororesina se cargó con 2,14 g (10,0 mmoles) de di(clorosulfonil)imida. Después, se añadieron al recipiente 20 ml de acetato de etilo y 1,78 g (48,0 mmoles) de NH_4F, y la reacción se realizó bajo reflujo a 75ºC durante 4 horas. Tras la finalización de la reacción, la mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente y se lavó con 2,5 ml de agua para obtener di(fluorosulfonil)imida de amonio.

(Síntesis de di(fluorosulfonil)imida de potasio)

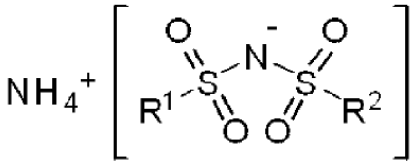
A la disolución de acetato de etilo de di(fluorosulfonil)imida de amonio obtenida de la manera descrita anteriormente, se añadió una disolución acuosa al 10% que contiene 0,84 g (15,0 mmoles) de hidróxido de potasio, y la mezcla se sometió a reflujo bajo calor a presión atmosférica (101,325 kPa aproximadamente) y a una temperatura de 40ºC durante una hora. La reacción líquida se enfrió después a 25ºC. Posteriormente, se realizó la separación líquido-líquido, y se extrajo la fase acuosa dos veces con muestras de 20 ml de acetato de etilo. Se combinaron las fases orgánicas obtenidas en las operaciones de extracción, y se eliminó el disolvente de la fase orgánica mediante destilación bajo presión reducida. La sal de di(fluorosulfonil)imida de potasio se obtuvo en una cantidad de 1,38 g. Los resultados del análisis cuantitativo mediante cromatografía catiónica revelaron una razón molar entre la sal de di(fluorosulfonil)imida de potasio y de amonio de 84:16.

Aplicabilidad industrial

Según la presente invención, se puede producir de una manera eficiente industrialmente una sal de metal alcalino de sulfonilimida que contiene flúor o una sal de onio de sulfonilimida que contiene flúor (excluyendo la sal de amonio) a partir de una sal de amonio de sulfonilimida que contiene flúor.

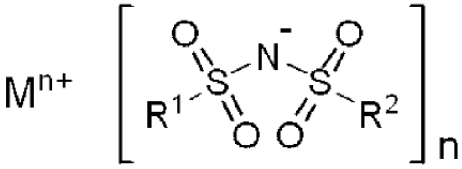
REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir una sal de sulfonilimida que contiene flúor representada por la fórmula [II], comprendiendo el proceso someter a una sal de amonio de sulfonilimida que contienen flúor representada por la fórmula [I], a una reacción de intercambio catiónico en presencia de un disolvente bajo presión reducida, empleando al menos un compuesto que se selecciona del grupo que consiste en hidróxidos metálicos e hidróxidos de onio:



〔I〕

en donde cada uno de los radicales R^1 y R^2 representan independientemente un átomo de flúor,



〔II〕

en donde M^{n+} representa un catión metálico o un catión de onio diferente a NH_4^+, n corresponde con la valencia del catión metálico o del catión de onio diferente a NH_4^+ y es un número entero de 1 a 4, y R^1 y R^2 son como se definen en la fórmula [I].

2. El proceso para producir una sal de sulfonilimida que contiene flúor según la reivindicación 1, en donde al menos un compuesto se selecciona del grupo que consiste en hidróxidos de metal alcalino e hidróxidos de onio.