

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】令和 4 年 6 月 2 日(2022.6.2)

【国際公開番号】WO2019/229366

【公表番号】特表 2021-525700(P2021-525700A)

【公表日】令和 3 年 9 月 27 日(2021.9.27)

【出願番号】特願 2020-566973(P2020-566973)

【国際特許分類】

C 0 1 B 21/086(2006.01)

H 0 1 M 10/0568(2010.01)

H 0 1 M 10/052(2010.01)

【F I】

C 0 1 B 21/086

H 0 1 M 10/0568

H 0 1 M 10/052

10

【手続補正書】

【提出日】令和 4 年 5 月 25 日(2022.5.25)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- 少なくとも 99.75 重量%のビス(フルオロスルホニル)イミドのリチウム塩；及び
- 厳密には 0 超且つ 400 ppm 以下の質量含有量の酢酸

を含む組成物。

【請求項 2】

前記組成物の全重量に対して、少なくとも 99.78 %、優先的には少なくとも 99.80 %、有利には少なくとも 99.85 %、さらにより有利には少なくとも 99.90 重量%のビス(フルオロスルホニル)イミドのリチウム塩を含む、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

前記組成物の全重量に対して、少なくとも 99.95 %、優先的には少なくとも 99.97 %、有利には少なくとも 99.98 %、さらにより有利には少なくとも 99.99 重量%のビス(フルオロスルホニル)イミドのリチウム塩を含む、請求項 1 又は 2 に記載の組成物。

【請求項 4】

酢酸の質量含有量が、組成物の全重量に対して、350 ppm 以下、優先的には 300 ppm 以下、有利には 250 ppm 以下、さらにより有利には 200 ppm 以下、例えば 150 ppm 以下である、請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 5】

酢酸の質量含有量が、組成物の全重量に対して、0.1 ppm から 300 ppm、好ましくは 0.1 ppm から 200 ppm、有利には 0.1 ppm から 150 ppm、さらにより有利には 0.1 ppm から 100 ppm の範囲である、請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 6】

- 前記組成物の全重量に対して、0 から 20 重量 ppm、好ましくは 0 から 15 ppm、0 から 10 重量 ppm の範囲の含有量の Cl⁻ イオン；及び / 又は

20

30

40

50

- 前記組成物の全重量に対して、0 から 200 ppm の範囲、好ましくは 0 から 50 ppm の範囲、有利には 0 から 30 重量 ppm の範囲の含有量の F^- ; 及び / 又は
- 前記組成物の全重量に対して、0 から 200 ppm の範囲、好ましくは 0 から 100 ppm の範囲、有利には 0 から 50 ppm の範囲、さらにより有利には 0 から 30 重量 ppm の範囲の含有量の H_2O ; 及び / 又は
- 前記組成物の全重量に対して、0 から 300 ppm の範囲、好ましくは 0 から 200 ppm の範囲、有利には 0 から 100 ppm の範囲、さらにより有利には 0 から 50 重量 ppm の範囲の含有量の SO_4^{2-} ; 及び / 又は
- 前記組成物の全重量に対して、0 から 200 ppm の範囲、好ましくは 0 から 100 ppm の範囲、有利には 0 から 50 ppm の範囲、さらにより有利には 0 から 20 重量 ppm の範囲の含有量の Na^+ ; 及び / 又は
- 前記組成物の全重量に対して、0 から 500 ppm の範囲、好ましくは 0 から 300 ppm の範囲、有利には 0 から 200 ppm の範囲、さらにより有利には 0 から 100 ppm の範囲、特に 0 から 20 重量 ppm の範囲の含有量の FSO_3Li ; 及び / 又は
- 前記組成物の全重量に対して、0 から 200 ppm の範囲、好ましくは 0 から 100 ppm の範囲、有利には 0 から 50 ppm の範囲、さらにより有利には 0 から 20 ppm の範囲、特に 0 から 10 重量 ppm の範囲の含有量の FSO_2NH_2 を含む、請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の組成物。

10

20

30

40

50

【請求項 7】

2000 ppm 以下、好ましくは 1500 ppm 以下、優先的には 1000 ppm 以下、有利には 500 ppm 以下、さらにより有利には 250 ppm 以下、例えば 150 ppm 以下の含有量の酢酸ブチルを含む、請求項 1 から 6 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 8】

酢酸及び酢酸ブチルの全含有量の合計が、組成物の全重量に対して、2200 ppm 以下、好ましくは 1700 ppm 以下、有利には 1200 ppm 以下であることを特徴とする、請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 9】

組成物の全重量に対して、500 ppm 以下、好ましくは 300 ppm 以下、優先的には 200 ppm 以下、有利には 100 ppm 以下、特に 50 ppm 以下の含有量のブタノールを含む、請求項 1 から 8 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 10】

組成物の全重量に対して、1000 ppm 以下、好ましくは 800 ppm 以下、優先的には 500 ppm 以下、有利には 200 ppm 以下、特に 100 ppm 以下の含有量の、好ましくは塩素化溶媒及び芳香族溶媒から選択される結晶化溶媒を含む、請求項 1 から 9 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 11】

酢酸及び水の全含有量の合計が、組成物の全重量に対して、400 ppm 以下、好ましくは 300 ppm 以下、有利には 250 ppm 以下であることを特徴とする、請求項 1 から 10 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 12】

請求項 1 から 11 のいずれか一項に記載の組成物を調製するための方法であって、以下の工程：

- a) 有機溶媒 OS1、水及びビス(フルオロスルホニル)イミド塩を含む組成物 C1 を予備濃縮して、以下：

- ・組成物 C2 の全重量に対して、35 重量% から 50 重量%、好ましくは 40 重量% から 45 重量% の範囲の含有量のビス(フルオロスルホニル)イミドのリチウム塩；
- ・組成物 C2 の全質量に対して、500 ppm 以下、好ましくは 300 ppm 以下、有利には 100 ppm 以下の質量含有量の水；

を含む組成物 C2 を得る工程であって、

前記予備濃縮工程が 50 以下の温度で実施される、工程；

- b) 組成物 C 2 を濃縮する工程；
- c) 工程 b) で得られた組成物を結晶化する任意選択的な工程を含む、方法。

【請求項 1 3】

組成物 C 1 が以下：

- 前記組成物 C 1 の全重量に対して、0.1 重量% から 10 重量%、優先的には 1 重量% から 10 重量%、有利には 1.5 重量% から 10 重量% の範囲の質量含有量の水；及び / 又は
- 組成物の全質量に対して、5 質量% から 30 質量%、好ましくは 5 質量% から 20 質量% の質量含有量のビス（フルオロスルホニル）イミドの塩を含むことを特徴とする、請求項 1 2 に記載の方法。

10

【請求項 1 4】

有機溶媒 OS 1 が、エステル、ニトリル、エーテル、塩素化溶媒、芳香族溶媒、及びそれらの混合物からなる群より選択され、好ましくは、メチル t - ブチルエーテル、シクロペンチルメチルエーテル、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸ブチル、及びそれらの混合物から選択され、有機溶媒 OS 2 が優先的には酢酸ブチルである、請求項 1 2 又は 1 3 に記載の方法。

【請求項 1 5】

予備濃縮工程 a) が、減圧下、例えば 50 mbar abs 以下の圧力で、特に 30 mbar abs 以下の圧力で実施される、請求項 1 2 から 1 4 のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項 1 6】

工程 b) が、以下の条件下：

- 30 と 95 の間、好ましくは 30 と 90 の間、優先的には 40 と 85 の間、特に 60 と 80 の間の温度で、
- 10^{-3} mbar abs と 5 mbar abs の間、特に 5×10^{-1} と 2 mbar abs の間の圧力で、
- 5 分以下、好ましくは 3 分以下の滞留時間で、

ショートパス薄膜エバポレータ中で実施される、請求項 1 2 から 1 5 のいずれか一項に記載の方法。

30

40

50