

【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 01 B 21/086(2006.01)

10

H 01 M 10/0568(2010.01)

H 01 M 10/052(2010.01)

【F I】

C 01 B 21/086

H 01 M 10/0568

H 01 M 10/052

【手続補正書】

【提出日】令和4年5月25日(2022.5.25)

20

【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400ppm以下の質量含有量の酢酸  
を含む組成物。

【請求項2】

30

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、350ppm以下、優先的には300ppm以下、有利には250ppm以下、さらにより有利には200ppm以下、例えば150ppm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、0.1ppmから300ppm、好ましくは0.1ppmから200ppm、有利には0.1ppmから150ppm、さらにより有利には0.1ppmから100ppm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15ppm  
、0から10重量ppmの範囲の含有量のC1-イオン；及び／又は

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<sup>-</sup>；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<sub>2</sub>O<sup>-</sup>；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<sub>4</sub><sup>2-</sup>；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<sup>+</sup>；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<sub>3</sub>L<sup>i</sup>；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<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>を含む、請求項1から5のいずれか一項に記載の組成物。

**【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。 20

**【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。 30

**【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； 50

- 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 O S 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 - プチルエーテル、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 O S 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 5 0 m b a r a b s 以下の圧力で、特に 3 0 m b a r a b s 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：

- 3 0 と 9 5 の間、好ましくは 3 0 と 9 0 の間、優先的には 4 0 と 8 5 の間、特に 6 0 と 8 0 の間の温度で、
- 1 0 - 3 m b a r a b s と 5 m b a r a b s の間、特に  $5 \times 1 0 - 1$  と 2 m b a r a b s 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