

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 971 840**

51 Int. Cl.:

C01B 21/086 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.04.2019 PCT/KR2019/004186**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.10.2019 WO19199013**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.04.2019 E 19785468 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.01.2024 EP 3750848**

54 Título: **Método para preparar sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio**

30 Prioridad:

10.04.2018 KR 20180041723

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

10.06.2024

73 Titular/es:

**LG ENERGY SOLUTION, LTD. (100.0%)
Tower 1, 108, Yeoui-daero, Yeongdeungpo-gu
Seoul 07335, KR**

72 Inventor/es:

**KANG, BYUNG SOO;
LEE, HYUN JIK;
LEE, WON JAE;
LEE, CHUL HAENG y
LIM, YOUNG MIN**

74 Agente/Representante:

BERTRÁN VALLS, Silvia

ES 2 971 840 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 para preparar sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio, y más particularmente, a un método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio, que se lleva a cabo en una reacción en una sola etapa para mejorar la procesabilidad, y en un recipiente de un material específico que suprime las reacciones secundarias para mejorar la eficiencia de producción.

Antecedentes de la técnica

15 Recientemente, a medida que las industrias eléctrica, electrónica, de comunicaciones e informática se desarrollan rápidamente, la demanda de baterías secundarias que tengan alto rendimiento y alta estabilidad ha aumentado significativamente. En particular, dependiendo de las tendencias de miniaturización y disminución de peso de los equipos electrónicos (de comunicación), es necesario disminuir el grosor y miniaturizar una batería secundaria de litio, que es un componente clave en estos campos.

20 Como electrolitos de baterías secundarias de litio, se usan principalmente electrolitos no acuosos conductores de iones obtenidos disolviendo sales de electrolitos en disolventes orgánicos no acuosos.

Mientras tanto, una sal de litio tal como LiPF_6 , que se usa ampliamente como sal de electrolito, es un material que tiene una baja estabilidad térmica y sensibilidad a la humedad, y en caso de reaccionar con el agua, se produce HF como subproducto debido a la hidrólisis de PF_6^- . El HF así producido reacciona espontáneamente con un material activo de electrodo que muestra una basicidad débil, para eluir un componente de material activo de electrodo. Más particularmente, si un material activo de electrodo positivo reacciona con HF, por supuesto se eluye un componente de material activo de electrodo positivo y se forma fluoruro de litio (LiF) sobre la superficie del electrodo positivo para aumentar la resistencia eléctrica en un electrodo y generar gas, degradando de ese modo la vida útil de la batería.

30 Recientemente, con el fin de resolver estos problemas, está en auge el estudio de una sal de electrolito que podría reemplazar al LiPF_6 , y se ha sugerido una sal de imida de litio como material típico.

35 En particular, entre las sales de imida de litio, como se sabe que una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio (LiFSI) tiene una alta estabilidad térmica y seguridad frente a la humedad, baja corrosividad y viscosidad y alta electroconductividad, y se conoce como un material que logra un rendimiento excelente en condiciones de alta producción y a baja temperatura, su demanda está aumentando gradualmente.

40 Sin embargo, a pesar de tales ventajas, la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio puede prepararse mediante (1) reacción de fluoración de clorosulfonilimida o la sal de la misma, (2) reacción de intercambio catiónico y (3) reacción de contacto con una disolución alcalina acuosa, en orden. Por consiguiente, el método de preparación es un procedimiento de síntesis de múltiples etapas y complicado y, por tanto, su comercialización es difícil considerando la competencia de costes en comparación con LiPF_6 .

45 Además, el rendimiento de la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio también es menor en comparación con las sales de litio convencionales, y es necesario el desarrollo de un método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio con alta pureza al tiempo que se reduce el coste para la ocupación del mercado.

50 (Documento de patente) Publicación de patente coreana abierta a consulta por el público n.º 2012-0022833

El documento CN 106 276 829 A se refiere a un método para preparar bis(fluorosulfonil)imida de litio (LiFSI) que comprende disolver bis(clorosulfonil)imida en acetato de etilo y añadir fluoruro de litio. El documento JP 2018-035054 A describe la preparación de una sal de metal alcalino de bis(fluorosulfonil)imida haciendo reaccionar una mezcla de bis(fluorosulfonilo) y fluoruro de litio. El documento EP 2 578 533 A1 divulga la preparación de una sal de metal alcalino de una fluorosulfonilimida mediante la fluoración de una clorosulfonilimida y la concentración de la disolución de reacción al tiempo que se burbujea gas en la misma o mediante destilación en película delgada.

Divulgación de la invención60 **Problema técnico**

Un aspecto de la presente invención para resolver los problemas descritos anteriormente es proporcionar un método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio con alta pureza, mediante el cual se simplifiquen las etapas de reacción y se minimicen las reacciones secundarias.

65

Solución técnica

Según un aspecto de la presente invención, se proporciona un método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio, que incluye una etapa de disolver bis(clorosulfonil)imida en un disolvente orgánico en un recipiente no vítreo para preparar una primera disolución de reacción; una etapa de inyectar fluoruro de litio (LiF) a la primera disolución de reacción en el recipiente no vítreo y someter a calentamiento a reflujo para preparar una segunda disolución de reacción; una etapa de separar un producto que incluye una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio y el disolvente orgánico a partir de la segunda disolución de reacción; y una etapa de obtener la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida a partir del producto, en el que el disolvente orgánico es al menos uno o más seleccionados del grupo que consiste en acetato de etilo, acetato de butilo, cloroformo, diclorometano, dicloroetano, benceno, xileno y acetonitrilo, en el que el recipiente no vítreo se forma usando al menos uno o más materiales seleccionados del grupo que consiste en polipropileno (PP), politetrafluoroetileno (PTFE), polietileno de alta densidad (HDPE), una resina de perfluoroalcoxilo (PFA), poli(difluoruro de vinilideno) (PVDF) y fluoroetileno-propileno (FEP).

La etapa de separar el producto a partir de la segunda disolución de reacción puede incluir una etapa de enfriar la segunda disolución de reacción; y una etapa de inyectar un agente de extracción a la segunda disolución de reacción enfriada para separar el producto que incluye la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio y el disolvente orgánico.

La etapa de obtener la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida a partir del producto puede incluir una etapa de retirar el disolvente orgánico a partir del producto para la concentración; y una etapa de secar el producto concentrado para obtener la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida.

En la etapa de preparar la primera disolución de reacción, el disolvente orgánico puede usarse en desde 200 partes en peso hasta 1.000 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de la bis(clorosulfonil)imida.

Mientras tanto, en la etapa de preparar la segunda disolución de reacción, el fluoruro de litio (LiF) puede inyectarse en de 1 mol a 10 mol con respecto a 1 mol de la bis(clorosulfonil)imida.

Además, en la etapa de preparar la segunda disolución de reacción, el periodo de tiempo para el calentamiento a reflujo puede ser de desde 2 horas hasta 20 horas.

El agente de extracción puede incluir al menos uno o más seleccionados del grupo que consiste en LiOH (anhídrido), LiOH·H₂O, Li₂CO₃, metóxido de litio (LiOMe), etóxido de litio (LiOEt) y terc-butóxido de litio (LiOt-Bu).

Efectos ventajosos

El método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio según la presente invención puede simplificar el procedimiento de síntesis para mejorar la procesabilidad en comparación con el procedimiento convencional y puede ahorrar costes de producción. Además, puesto que la reacción de síntesis se realiza en un recipiente no vítreo, puede impedirse que se produzcan las reacciones secundarias generadas durante la reacción en un recipiente vítreo durante la reacción de síntesis y puede prepararse una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio con alta pureza.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un espectro de ¹⁹F-RMN de una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio preparada en el ejemplo 1 de la presente invención.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

A continuación en el presente documento, la presente invención se describirá en más detalle.

Se entenderá que las expresiones o los términos usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones no deben interpretarse con el significado definido en diccionarios de uso común. Se entenderá además que debe interpretarse que las expresiones o los términos tienen un significado que es compatible con su significado en el contexto de la técnica relevante y la idea técnica de la invención, basándose en el principio de que un inventor puede definir de manera apropiada el significado de las expresiones o los términos para explicar mejor la invención.

Los términos usados en el presente documento tienen el propósito de describir realizaciones de ejemplo particulares únicamente y no se pretende que limiten la presente invención. Se pretende que las formas en singular incluyan también las formas en plural, a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

Se entenderá que los términos “comprender” y/o “que comprende”, cuando se usan en esta memoria descriptiva, especifican la presencia de las características, las etapas, los elementos o la combinación de los mismos indicados, pero no excluyen la presencia o adición de una o más de otras características, etapas, elementos o la combinación de los mismos.

<Método para preparar sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio>

5 El método para preparar una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio según la presente invención incluye (1) una etapa de disolver bis(clorosulfonyl)imida en un disolvente orgánico en un recipiente no vítreo para preparar una primera disolución de reacción, (2) una etapa de inyectar fluoruro de litio (LiF) a la primera disolución de reacción en el recipiente no vítreo y someter a calentamiento a reflujo para preparar una segunda disolución de reacción, (3) una etapa de separar un producto que incluye una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio y el disolvente orgánico a partir de la segunda disolución de reacción y (4) una etapa de obtener la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio en una fase sólida a partir del producto. Mientras tanto, el disolvente orgánico puede ser al menos uno o más seleccionados del grupo que consiste en acetato de etilo, acetato de butilo, cloroformo, diclorometano, dicloroetano, benceno, xileno y acetonitrilo. A continuación en el presente documento, se explicará cada etapa en detalle.

(1) Etapa de preparación de la primera disolución de reacción

15 La etapa para preparar la primera disolución de reacción se lleva a cabo disolviendo bis(clorosulfonyl)imida en un disolvente orgánico en un recipiente no vítreo.

20 En el caso de preparar una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio mediante el método convencional, se requieren todos y cada uno de reacción de fluoración de clorosulfonylimida o la sal de la misma, reacción de intercambio catiónico y reacción de contacto con una disolución alcalina acuosa, y existen problemas con su difícil preparación hasta cierto grado para la comercialización en cuanto a competencia de costes.

25 Por consiguiente, recientemente, se han realizado intentos de preparar una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio únicamente mediante una reacción de fluoración usando fluoruro de litio (LiF) inyectado en la etapa (2), que se describirá más adelante, pero este método también presenta limitaciones en relación con la difícil producción de una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio en una fase sólida.

30 Por consiguiente, con el fin de resolver los problemas, la presente invención crea un método para preparar una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio en una fase sólida con alta pureza, mediante el cual se prepara una primera disolución de reacción en un recipiente no vítreo y se inyecta directamente fluoruro de litio (LiF) en el recipiente y, por tanto, se simplifican las etapas de reacción y se impide que se produzcan las reacciones secundarias del fluoruro de litio (LiF) con el silicio (Si) incluido en un recipiente de un material vítreo.

35 En particular, el recipiente no vítreo se forma usando al menos uno o más materiales seleccionados del grupo que consiste en polipropileno (PP), politetrafluoroetileno (PTFE), polietileno de alta densidad (HDPE), una resina de perfluoroalcoxilo (PFA), poli(difluoruro de vinilideno) (PVDF) y fluoroetileno-propileno (FEP).

40 El disolvente orgánico que es el disolvente de la primera disolución de reacción puede usar cualquier disolvente que sea capaz de disolver la bis(clorosulfonyl)imida sin inducir reacciones secundarias con la bis(clorosulfonyl)imida, normalmente puede usarse al menos uno o más seleccionados del grupo que consiste en acetato de etilo, acetato de butilo, cloroformo, diclorometano, dicloroetano, benceno, xileno y acetonitrilo.

45 Sin embargo, como disolvente orgánico, no se usa un disolvente orgánico tal como tetrahidrofurano (THF) y tolueno, porque estos disolventes pueden participar en la reacción e inducir reacciones secundarias, y pueden inhibir la reacción de sustitución de la bis(clorosulfonyl)imida y dificultar la producción de una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio.

50 El disolvente orgánico puede incluirse en de 200 partes en peso a 1.000 partes en peso, preferiblemente de 300 partes en peso a 700 partes en peso, más preferiblemente de 300 partes en peso a 500 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso de la bis(clorosulfonyl)imida. Un caso de incluir el disolvente orgánico en el intervalo es ventajoso considerando la velocidad de reacción y el coste.

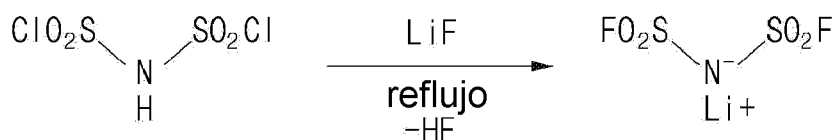
55 En este caso, el periodo de tiempo de la etapa para preparar la primera disolución de reacción se ajusta a un periodo de tiempo para disolver suficientemente la bis(clorosulfonyl)imida en el disolvente orgánico sin precipitación, y la primera disolución de reacción puede prepararse en el plazo de 10 horas o menos, más particularmente desde 10 minutos hasta 2 horas.

(2) Etapa de preparación de la segunda disolución de reacción

60 A continuación, se explicará la etapa para preparar la segunda disolución de reacción. La segunda disolución de reacción se prepara inyectando fluoruro de litio (LiF) en un recipiente no vítreo en el que se ha preparado la primera disolución de reacción, y sometiendo a calentamiento a reflujo.

65 Más particularmente, haciendo referencia a la reacción 1,

[Reacción 1]



5 los reactantes, bis(clorosulfonyl)imida ($\text{SO}_2\text{Cl}_2\text{NH}$) y fluoruro de litio (LiF), reaccionan para producir una sal de bis(flurosulfonyl)imida de litio ($(\text{SO}_2\text{F})_2\text{N-Li}^+$).

Más particularmente, puesto que la reacción experimenta un procedimiento de calentamiento a reflujo, aunque no se
 10 usa un catalizador independiente, un átomo de cloro (Cl) de la bis(clorosulfonyl)imida puede sustituirse por un átomo de flúor (F) del fluoruro de litio (LiF) mediante calor. Además, el par solitario de un átomo de nitrógeno (N) contenido en la bis(clorosulfonyl)imida reacciona con un átomo de litio (Li) del fluoruro de litio (LiF) para producir una sal de bis(flurosulfonyl)imida de litio. En este caso, el hidrógeno de la bis(clorosulfonyl)imida y el flúor del fluoruro de litio (LiF) pueden reaccionar parcialmente para producir fluoruro de hidrógeno (HF). A través de la reacción, se prepara la segunda disolución de reacción.

Mientras tanto, durante la preparación de la segunda disolución de reacción, el fluoruro de litio (LiF) puede incluirse
 15 en de 1 mol a 10 mol, preferiblemente de 1,8 mol a 10 mol, más preferiblemente de 1,9 mol a 10 mol, con respecto a 1 mol de la bis(clorosulfonyl)imida. Si permanece una cantidad excesiva del fluoruro de litio (LiF) después de finalizar la reacción, pueden inducirse reacciones secundarias y se requiere la retirada del fluoruro de litio (LiF) después de
 20 finalizar la reacción. Sin embargo, la retirada del fluoruro de litio restante es un procedimiento difícil y costoso.

Por consiguiente, el fluoruro de litio (LiF) está preferiblemente en el intervalo para realizar una reacción suficiente de
 25 la bis(clorosulfonyl)imida y para minimizar la cantidad de fluoruro de litio (LiF) restante después de finalizar la reacción, impidiendo de ese modo que se produzcan reacciones secundarias y aumentando la procesabilidad y la eficiencia de reacción.

En el procedimiento de reacción, el procedimiento de calentamiento a reflujo puede realizarse mientras se mantiene
 30 la temperatura al punto de ebullición del disolvente orgánico usado o superior durante desde 2 horas hasta 20 horas, particularmente desde 5 horas hasta 20 horas, más particularmente desde 5 horas hasta 15 horas.

Las condiciones de temperatura del procedimiento de calentamiento a reflujo pueden cambiarse según la clase del
 35 disolvente orgánico usado, y si el procedimiento de calentamiento a reflujo se lleva a cabo en el intervalo de periodo de tiempo, la reacción puede llevarse a cabo suficientemente y puede impedirse la producción de subproductos debida a las reacciones secundarias.

(3) Etapa de separación del producto que incluye sal de bis(flurosulfonyl)imida de litio

A continuación, se separa un producto que incluye la sal de bis(flurosulfonyl)imida de litio y el disolvente orgánico a
 40 partir de la segunda disolución de reacción. La etapa de separar el producto a partir de la segunda disolución de reacción incluye 1) una etapa de enfriar la segunda disolución de reacción y 2) una etapa de inyectar un agente de extracción a la segunda disolución de reacción enfriada para separar el producto que incluye la sal de bis(flurosulfonyl)imida de litio y el disolvente orgánico.

En primer lugar, 1) la etapa de enfriamiento es una etapa para enfriar la segunda disolución de reacción después de
 45 finalizar la reacción hasta temperatura ambiente o menos, de modo que no puedan surgir reacciones secundarias adicionales debidas al calor restante después de finalizar el procedimiento de calentamiento a reflujo, que se realiza para la preparación de la segunda disolución de reacción. En este caso, temperatura ambiente significa la temperatura media anual o la temperatura atmosférica, en particular la temperatura en un intervalo de 20 ± 5 °C.

A continuación, 2) la etapa de separación del producto es una etapa de inyectar un agente de extracción a la
 50 segunda disolución de reacción enfriada, y es una etapa de neutralizar la segunda disolución de reacción que está en un estado fuertemente ácido, así como de retirar el fluoruro de hidrógeno (HF) producido como subproductos durante la realización de la reacción, y de separar el producto que incluye la sal de bis(flurosulfonyl)imida de litio y el disolvente orgánico.

Como agente de extracción, puede usarse un compuesto básico que contiene litio, y los ejemplos típicos pueden
 55 incluir al menos uno o más seleccionados del grupo que consiste en LiOH (anhídrido), LiOH·H₂O, Li₂CO₃, metóxido de litio (LiOMe), etóxido de litio (LiOEt) y terc-butóxido de litio (LiOt-Bu). En este caso, si el compuesto básico que contiene litio es un sólido insoluble en un disolvente orgánico, tal como LiOH (saturado) y Li₂CO₃ (saturado), el sólido insoluble puede disolverse en agua e inyectarse en un estado de disolución acuosa.

El agente de extracción puede incluirse en de 1 mol a 10 mol, preferiblemente de 2 mol a 7 mol, más preferiblemente de 3 mol a 6 mol, con respecto a 1 mol de la bis(clorosulfonil)imida. Si el agente de extracción se incluye en el intervalo, puede neutralizarse una disolución de reacción fuertemente ácida y pueden retirarse las impurezas para producir un producto con alta pureza.

Al inyectar el agente de extracción, puede neutralizarse el fluoruro de hidrógeno (HF) y separarse a partir del producto que incluye la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio y el disolvente orgánico, y puede retirarse fácilmente en una etapa de extracción posterior del disolvente orgánico. Después de inyectar el agente de extracción, si la disolución de reacción se agita a una temperatura de temperatura ambiente o menos, en particular en condiciones de temperatura de -10 °C a 10 °C durante de 30 minutos a 3 horas, puede extraerse la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio mediante un disolvente orgánico.

En el caso de usar un compuesto capaz de disolverse en un disolvente orgánico como agente de extracción, el compuesto producido como subproductos reacciona con el fluoruro de hidrógeno (HF) para producir una sal insoluble, y puede separarse una fase orgánica a través de filtración.

Si se usa un agente de extracción en un estado de disolución acuosa como agente de extracción, la segunda disolución de reacción en la que se inyecta el agente de extracción se inyecta en un embudo de separación, se separan una fase de disolvente orgánico que incluye el producto y una fase acuosa en la que se disuelven el fluoruro de hidrógeno (HF) y el agente de extracción y puede recuperarse la fase de disolvente orgánico separada.

(4) Etapa de obtención de la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida

Finalmente, se explicará la etapa de obtener la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida a partir del producto. Con el fin de obtener la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida, se incluyen 1) una etapa de retirar el disolvente orgánico a partir del producto para la concentración y 2) una etapa de secar el producto concentrado para obtener una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida.

Tanto la etapa 1) como la etapa 2) son etapas para mejorar el rendimiento de la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida y, en primer lugar, la etapa 1) es una etapa para retirar el disolvente orgánico a partir del producto. Con el fin de retirar el disolvente orgánico, puede aplicarse un método de concentrar a baja temperatura a una presión reducida o un método de destilar mediante calentamiento a presión atmosférica. Sin embargo, el método no se limita a los métodos ilustrados y puede usarse cualquier método para mejorar el rendimiento de la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida siempre que no se induzcan reacciones secundarias con el producto y pueda retirarse el disolvente orgánico.

Mientras tanto, la etapa de secar el producto concentrado después de la etapa 1) es una etapa de secar el producto a vacío o en un entorno bloqueado frente al aire. Pueden aplicarse procedimientos de secado generalmente usados y, por ejemplo, puede usarse un método de secar aplicando calor a vacío o un método de secar en un desecador sellado. A través de la etapa de secado, puede obtenerse la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida.

Según el método de preparación descrito anteriormente de la presente invención, puede lograrse un alto rendimiento en comparación con el método convencional. En particular, el rendimiento de la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio fue de tan sólo el 16 % o menos mediante el método de preparación convencional de la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio, pero usando el método de la presente invención, la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida puede obtenerse en un rendimiento de al menos el 21 % o superior.

Modo para llevar a cabo la invención

A continuación en el presente documento, se describirán en detalle las realizaciones de la presente invención para explicar particularmente la presente invención. Sin embargo, las realizaciones según la presente invención pueden cambiarse a diversos otros tipos, pero no deben interpretarse como limitativas del alcance de la presente invención a las realizaciones. Las realizaciones de la presente invención se proporcionan únicamente para una explicación más completa de la presente invención a una persona que tenga un conocimiento medio en la técnica.

Ejemplos

1. Ejemplo 1: Preparación de sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio

A un recipiente (fabricante: BD Science, nombre de producto: Falcon) de un material de polipropileno (PP), equipado con una barra de agitación magnética, un condensador de reflujo y un termómetro, se le inyectó acetato de etilo (20 ml, 18,0 g) como disolvente orgánico, y luego se le inyectó bis(clorosulfonil)imida (5,00 g, 23,4 mmol) y se disolvió para preparar una primera disolución de reacción.

Luego se inyectó fluoruro de litio (1,21 g, 46,8 mmol) mientras se agitaba la primera disolución de reacción a temperatura ambiente, y en un estado sellado se llevó a cabo calentamiento a reflujo durante 6 horas para preparar

una segunda disolución de reacción. Después de finalizar la reacción, se enfrió la segunda disolución de reacción hasta temperatura ambiente (25 °C) y se le añadió gota a gota una disolución acuosa de LiOH·H₂O saturado (aproximadamente el 25 % p/v, 20 ml, 119 mmol) como agente de extracción mientras se agitaba, y se agitó la disolución resultante durante 30 minutos a una temperatura de temperatura ambiente o menos (de -10 °C a 15 °C).

A continuación, se vertió la segunda disolución de reacción que contiene el agente de extracción en un embudo de separación para separar una fase de disolvente orgánico que contiene el producto y una fase acuosa que contiene fluoruro de hidrógeno (HF). Se recuperó la fase de disolvente orgánico así separada. Se concentró la fase de disolvente orgánico así recuperada en condiciones de presión reducida hasta obtener un estado semisólido. Luego se secó adicionalmente el residuo de la fase de disolvente orgánico en estado semisólido a vacío a temperatura ambiente durante 1 hora o más para obtener una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio (rendimiento del 25 %) en una fase cristalina de color blanco. Se purificó la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN (¹⁹F-RMN (470 MHz, CD₃CN): δ 51,062 (s)) (véase la figura 1) y, como resultado, la pureza fue del 99 % o más y no se hallaron impurezas.

2. Ejemplo 2: Preparación de sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio (rendimiento del 21 %) en una fase cristalina de color blanco mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se usó acetonitrilo (20 ml, 15,7 g) como disolvente orgánico durante la preparación de la primera disolución de reacción. Se identificó la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

3. Ejemplo 3: Preparación de sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio (rendimiento del 26 %) en una fase cristalina de color blanco mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se añadió gota a gota una suspensión de Li₂CO₃ saturado (aproximadamente el 14,7 % p/v, 50 ml, 117 mmol) en lugar de la disolución acuosa de LiOH·H₂O saturado como agente de extracción a la segunda disolución de reacción. Se identificó la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

4. Ejemplo 4: Preparación de sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio (rendimiento del 25 %) en una fase cristalina de color blanco mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se usó LiOH (anhidro) en lugar de la disolución acuosa de LiOH·H₂O saturado como agente de extracción para la segunda disolución de reacción. Se identificó la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

5. Ejemplo 5: Preparación de sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio (rendimiento del 24 %) en una fase cristalina de color blanco mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se usó un recipiente de un material de polietileno de alta densidad (fabricante: Thermo Scientific, nombre de producto: Nalgene) en lugar del recipiente de un material de polipropileno (PP) (fabricante: BD Science, nombre de producto: Falcon). Se identificó la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

6. Ejemplo 6: Preparación de sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio (rendimiento del 25 %) en un estado sólido mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se inyectó fluoruro de litio (2,73 g, 117 mmol). Se identificó la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

7. Ejemplo 7: Preparación de sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio (rendimiento del 25 %) en un estado sólido mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se inyectó fluoruro de litio (4,25 g, 164 mmol). Se identificó la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

8. Ejemplo 8: Preparación de sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio (rendimiento del 14 %) en un estado sólido mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se inyectó fluoruro de litio (0,91 g, 35,1 mmol). Se identificó la sal de bis(fluorosulfonyl)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

5 9. Ejemplo 9: Preparación de sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio (rendimiento del 25 %) en un estado sólido mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se sometió a calentamiento a reflujo durante 10 horas durante la preparación de la segunda disolución de reacción. Se identificó la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

10 10. Ejemplo 10: Preparación de sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio (rendimiento del 22 %) en un estado sólido mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se sometió a calentamiento a reflujo durante 3 horas durante la preparación de la segunda disolución de reacción. Se identificó la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

15 11. Ejemplo 11: Preparación de sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio

Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio (rendimiento del 23 %) en un estado sólido mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se sometió a calentamiento a reflujo durante 18 horas durante la preparación de la segunda disolución de reacción. Se identificó la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio así obtenida mediante ¹⁹F-RMN y se obtuvo el mismo espectro que en el ejemplo 1.

20 Ejemplos comparativos

1. Ejemplo comparativo 1: Preparación de sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio

25 Se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio (rendimiento del 16 %) en una fase cristalina de color blanco mediante el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se usó un recipiente de matraz vítreo de fondo redondo (fabricante: Scott-duran) en lugar del recipiente equipado de un material de polipropileno (PP) (fabricante: BD Science, nombre de producto: Falcon) y se realizó un procedimiento de deshidratación usando tolueno.

30 2. Ejemplo comparativo 2: Preparación de sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio

Se realizó el mismo método descrito en el ejemplo 1, excepto porque se inyectó tetrahidrofurano (20 ml, 17,8 g) como disolvente orgánico para preparar la primera disolución de reacción. Sin embargo, no se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase cristalina de color blanco.

35 3. Ejemplo comparativo 3: Preparación de sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio

40 Se realizó el mismo método descrito en el ejemplo 2, excepto porque se inyectó tolueno (20 ml, 17,3 g) como disolvente orgánico para preparar la primera disolución de reacción. Sin embargo, no se obtuvo una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase cristalina de color blanco.

REIVINDICACIONES

1. Método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio, comprendiendo el método:
 - 5 una etapa de disolver bis(clorosulfonil)imida en un disolvente orgánico en un recipiente no vítreo para preparar una primera disolución de reacción;
 - una etapa de inyectar fluoruro de litio (LiF) a la primera disolución de reacción en el recipiente no vítreo y someter a calentamiento a reflujo para preparar una segunda disolución de reacción;
 - 10 una etapa de separar un producto que incluye una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio y el disolvente orgánico a partir de la segunda disolución de reacción; y
 - una etapa de obtener la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida a partir del producto,
 - 15 en el que el disolvente orgánico es al menos uno o más seleccionados del grupo que consiste en acetato de etilo, acetato de butilo, cloroformo, diclorometano, dicloroetano, benceno, xileno y acetonitrilo,
 - y el recipiente no vítreo se forma usando al menos uno o más materiales seleccionados del grupo que consiste en polipropileno (PP), politetrafluoroetileno (PTFE), polietileno de alta densidad (HDPE), una resina de perfluoroalcoxilo (PFA), poli(difluoruro de vinilideno) (PVDF) y fluoroetileno-propileno (FEP).
2. Método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio según la reivindicación 1, en el que la etapa de separar el producto a partir de la segunda disolución de reacción comprende:
 - 25 una etapa de enfriar la segunda disolución de reacción; y
 - una etapa de inyectar un agente de extracción a la segunda disolución de reacción enfriada para separar el producto que comprende la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio y el disolvente orgánico.
 - 30
3. Método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio según la reivindicación 1, en el que la etapa de obtener la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida a partir del producto comprende:
 - 35 una etapa de retirar el disolvente orgánico a partir del producto para la concentración; y
 - una etapa de secar el producto concentrado para obtener la sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio en una fase sólida.
 - 40
4. Método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio según la reivindicación 1, en el que, en la etapa de preparar la primera disolución de reacción, el disolvente orgánico se usa en desde 200 partes en peso hasta 1.000 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de la bis(clorosulfonil)imida.
5. Método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio según la reivindicación 1, en el que, en la etapa de preparar la segunda disolución de reacción, el fluoruro de litio (LiF) se inyecta en de 1 mol a 10 mol con respecto a 1 mol de la bis(clorosulfonil)imida.
- 45
6. Método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio según la reivindicación 1, en el que, en la etapa de preparar la segunda disolución de reacción, el periodo de tiempo para el calentamiento a reflujo es de desde 2 horas hasta 20 horas.
- 50
7. Método para preparar una sal de bis(fluorosulfonil)imida de litio según la reivindicación 2, en el que el agente de extracción comprende al menos uno o más seleccionados del grupo que consiste en LiOH (anhídrido), LiOH·H₂O, Li₂CO₃, metóxido de litio (LiOMe), etóxido de litio (LiOEt) y terc-butóxido de litio (LiOt-Bu).
- 55

FIG. 1

