

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 04.01.00.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 06.07.01 Bulletin 01/27.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : RHODIA CHIMIE — FR.

⑦② Inventeur(s) :

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : RHODIA SERVICES.

⑤④ PROCEDE DE TRAITEMENT D'UN MELANGE REACTIONNEL CONTENANT UN SEL D'ACIDE SULFINIQUE
DONT LE CARBONE PORTEUR DE SOUFFRE EST PERFLUORE.

⑤⑦ Procédé de traitement d'un acide sulfinique perfluoré
sur le carbone porteur du soufre, ou de ses sels, comportant
une étape d'extraction dudit acide par mise en contact dudit
acide avec une phase organique basique liquide.

FR 2 803 295 - A1



**PROCEDE DE TRAITEMENT D'UN MELANGE REACTIONNEL
CONTENANT UN SEL D'ACIDE SULFINIQUE
DONT LE CARBONE PORTEUR DE SOUFRE EST PERFLUORE**

5

La présente invention a pour objet un procédé de traitement, en particulier d'enrichissement et de purification de sels d'un acide sulfinique dont le carbone porteur de soufre est perfluoré.

10 Il est connu selon la demande de brevet européen publiée sous le N° EP 0 735 023 A1 de préparer des sels d'acide de type perfluoroalcane-sulfinique.

En général ces sels sont formés dans des solvants aprotiques polaires miscibles à l'eau qu'il est ensuite difficile d'éliminer car leur affinité pour les sels, et notamment les sels alcalins ou alcalino-terreux, est telle que l'on en retrouve toujours, même après distillation, des proportions significatives dans des produits de réaction, et ce d'autant plus que les anions correspondant aux acides perfluoroalcanesulfiniques sont extrêmement peu complexants et très dissociés.

20 Comme exemples, et même plus précisément de paradigmes, de ces solvants complexant fortement les sels alcalins et alcalino-terreux, on citera les amides peralcoylés et surtout le DMF (diméthylformamide) qui, par la suite, représentera complètement la classe complète de ces solvants aprotiques polaires difficiles à éliminer. Ces solvants sont couramment utilisés pour la synthèse des acides sulfiniques, et notamment perfluoroalcanesulfiniques, que ce soit par la technique visée précédemment ou par d'autres techniques telles que celles décrites dans le brevet EP 237 446 A.

Il convient de rappeler l'importance des acides perfluoroalcanesulfiniques et notamment de son premier membre, à savoir l'acide trifluorométhanesulfinique parfois appelé acide triflinique.

30 Cet acide sert, d'une part de précurseur de l'acide trifluorométhanesulfonique et, d'autre part constitue la source d'un radical triflinyle ($\text{CF}_3\text{-SO-}$) qui joue un rôle important dans de nombreux dérivés utiles en pharmacie et dans l'agriculture.

35 Pour greffer le radical triflinyle, ou ses équivalents, il est souvent utile de passer par l'halogénure d'acide de l'acide sulfinique ; pour des raisons qui ne sont pas complètement élucidées, la pureté de l'acide triflinique ou de ses sels

joue un rôle essentiel dans la synthèse de l'halogénure d'acide, en général bromure, et surtout chlorure.

On peut également indiquer que la synthèse des chlorures d'acides perfluorométhanesulfoniques, et plus généralement des acides
5 perfluoroalcanesulfoniques nécessitent une pureté poussée pour obtenir des rendements significatifs.

C'est pourquoi un des buts de la présente invention est de fournir un procédé de traitement du mélange réactionnel qui permette d'obtenir de l'acide triflinique, ou l'un de ses sels, avec une bonne pureté.

10 Un autre but de la présente invention est de fournir un procédé de traitement de tout acide sulfinique perfluoré sur le carbone portant la fonction sulfinique, ou de ses sels, de manière à obtenir un dérivé sulfinique d'une bonne pureté.

Un autre but de la présente invention est de fournir un procédé du type
15 précédent qui permette d'éviter la présence de solvants aprotiques polaires, surtout quand ils sont hydrosolubles, en proportion significative dans le produit purifié (c'est-à-dire solubles dans l'eau à au moins 50% de la masse d'eau).

Un autre but de la présente invention est de fournir un procédé qui permette d'éviter la présence d'halogénures en proportion élevée dans le dérivé
20 sulfinique final obtenu.

Un autre but de la présente invention est de fournir un procédé du type précédent qui permette d'obtenir un taux d'halogénures lourds, c'est-à-dire dans le cadre de la présente invention de bromure ou de iode particulièrement faible ; en particulier, d'obtenir un rapport entre la somme des halogénures
25 lourds et le radical sulfinyle considéré d'au plus 2%, avantageusement d'au plus 1% (les pourcentages sont exprimés en pourcentages d'équivalents).

Ces buts et d'autres qui apparaîtront par la suite au moyen d'un procédé de traitement d'un acide sulfinique perfluoré sur le carbone porteur du soufre, ou de l'un de ses sels, qui comporte une étape d'extraction dudit acide, ou dudit
30 sel, par mise en contact dudit acide avec une phase organique basique liquide.

Ledit acide sulfinique, ou ses sels, peut notamment être :

- soit sous la forme d'un mélange réactionnel brut ou après distillation, notamment issu des procédés décrits dans les demandes de brevet européen spécifiées ci-dessus ;
- 35 • soit sous la forme d'un gâteau sec impur de sels dudit acide sulfinique ;
- soit, enfin, sous la forme d'une solution aqueuse acide contenant cet acide sulfinique ;
- soit sous la forme d'un mélange d'acide sulfinique et d'une impureté.

Parmi les impuretés qu'il convient d'envisager, outre le solvant aprotique polaire, il convient de mentionner le produit de départ du mélange réactionnel, à savoir dans le cas du procédé décrit dans la demande européenne 0 735 023, un acide carboxylique de formule $Ea-CF_2-COOH$ ou un de ses sels, où Ea a les mêmes valeurs que celles définies dans ladite demande européenne.

Ladite phase organique basique comporte, soit une base faible, éventuellement et même avantageusement salifiée, ou bien la partie cationique d'une base forte. Parmi les bases relativement faibles, on peut citer les amines, les imines y compris intra cycliques telles que les pyridines, les phosphines et d'une manière générale toutes les bases dont le pK_a de l'acide associé est inférieur à 12, de préférence à 11. Ce pK_a est avantageusement supérieur à 4.

Parmi ces bases, il convient de faire une mention particulière des bases oxygénées qui présentent un indice donneur voisin de celui du TPP et de celui du TOPO. Par voisin, on entend une valeur qui ne diffère que d'au plus 30% de la valeur de référence.

Pour la définition de l'indice donneur ("donor number"), on peut se référer à l'ouvrage de Christian Reinhardt *Solvents and Solvents Effects in Organic Chemistry*, page 19, 1988, ouvrage où l'on trouve comme définition le négatif de l'enthalpie (ΔH exprimé en kcal/mol) de l'interaction entre le solvant et le pentachlorure d'antimoine dans une solution diluée de dichlorométhane.

Parmi les solvants oxygénés, il convient de faire une mention particulière de ces composés basiques que constituent les dérivés oxygénés du phosphore pentavalent. Ces composés peuvent être exprimés par la formule générale I :



dans laquelle R_1 , R_2 et R_3 représentent des radicaux hydrocarbonés, identiques ou différents ; ils répondent avantageusement à la formule II :



- où m est zéro ou 1

- où R représente un radical aliphatique (le carbone de rattachement est sp^3), y compris cycloaliphatique, aromatique (le carbone de rattachement est sp^2) et/ou aliphatique.

Par radical hydrocarboné, il convient de comprendre un radical comportant de l'hydrogène et du carbone. Ces radicaux hydrocarbyles peuvent notamment être des alcoyles (pris dans son sens étymologique d'un alcool dont on a enlevé la fonction OH), y compris aralcoyles ou aryles, y compris alcoylaryles. Parmi les produits phosphorés que l'on vient de citer, il convient de mentionner plus précisément les esters de l'acide phosphorique tels que le phosphate de tributyle (parfois désigné par son acronyme anglo-saxon de TBP) et les oxydes

de phosphine tels que, par exemple, l'oxyde de trioctylphosphine (parfois désigné par son acronyme anglo-saxon de TOPO).

Dans la grande majorité des mises en œuvre de la présente invention, il est souhaitable que les composés ci-dessus soient liposolubles. Pour être liposolubles et peu miscibles à l'eau, ces composés doivent présenter au total au moins 8 atomes de carbone, de préférence au moins 12. Parmi les autres composés basiques, il convient de citer les amines relativement lourdes, c'est-à-dire comportant au moins 8 atomes de carbone, de préférence au moins 12 atomes de carbone. Comme exemples d'amines susceptibles d'être utilisées par la présente invention, on peut citer la tributylamine, la tri IsoOctylAmine (parfois désignée par TiOA) et la tri n-OctylAmine (TOA). On peut également citer comme composés basiques les dérivés d'hétérocycles azotés qui ne peuvent être considérés comme des amines, et en particulier les dérivés de la pyridine. Dans ce cas-là aussi, il est préférable d'utiliser des pyridines ou des quinoléines substituées pour avoir au moins 8 atomes de carbone, de préférence au moins 12, et même au moins 15 atomes de carbone.

Les composés basiques spécifiés ci-dessus et qui jouent le rôle de bases liposolubles peuvent être aussi lourds qu'on le désire dans la mesure où ils restent liquides ou solubles dans un solvant.

Toutefois, pour éviter d'avoir à manipuler de trop grosses quantités de solvants, il peut être souhaitable de limiter le nombre de carbones ramenés à la fonction basique à une valeur au plus égale à 50, de préférence au plus égale à 35.

Parmi les composés basiques susceptibles de servir de "bases liposolubles", il convient de faire une mention particulière des phosphoniums et surtout des ammoniums quaternaires. Ces composés forment une base lorsqu'ils sont associés à un ion hydroxyde et possèdent la faculté d'extraire les sulfinates selon la présente invention, mais l'élution est plus difficile. Ces ammoniums ou phosphoniums quaternaires présentent avantageusement un nombre de carbones au moins égal à 12, de préférence à 15.

Ladite phase organique basique comporte avantageusement un solvant peu miscible à l'eau, c'est-à-dire un solvant dont la solubilité dans l'eau pure est inférieure à 5% en masse, de préférence à 2% en masse.

Ces solvants, ou diluants, sont avantageusement choisis parmi ceux qui sont habituellement mis en œuvre dans l'extraction liquide-liquide utilisée dans un autre domaine que celui de la chimie organique, à savoir la métallurgie extractive en voie aqueuse.

On peut en particulier citer les hydrocarbures aromatiques, tels que le benzène, éventuellement substitué, les hydrocarbures aliphatiques comme l'hexane, le cyclohexane, les hydrocarbures halogénés tels que les dérivés halogénés et notamment chlorés du benzène et les coupes pétrolières telles que celles vendues sous la marque Solvesso ou celles de type kérosène. Le rapport entre le diluant et le composé servant de base lipophile est en général compris entre 1,5 et 10 en masse. Ces diluants sont choisis en fonction de leurs points d'ébullition dans la perspective d'une possible distillation, notamment desdits solvants polaires et/ou d'un acide alcanœique y compris fluoroalcanœique, pour éviter qu'ils ne bouillent en même temps que d'autres composés ; on les choisit de manière qu'ils aient des points d'ébullition plus élevé que ceux des composés à chasser.

Ledit acide sulfinique à traiter ainsi qu'on l'a vu précédemment peut être mis en contact avec ladite phase organique basique liquide, soit sous la forme d'un mélange de sels, soit sous la forme d'une solution aqueuse, soit sous la forme d'une suspension aqueuse, soit enfin sous la forme d'une solution dans un solvant aprotique polaire.

Sauf dans le cas où les composés basiques sont choisis parmi les oniums, il est souhaitable qu'au cours du procédé ladite phase organique basique soit en contact avec ledit acide sulfinique quand ce dernier est sous la forme d'une solution ou d'une suspension dans une phase aqueuse dont le pH est au plus égal à 2, avantageusement à 1.

Selon la présente invention, la récupération de l'acide sulfinique ou du sulfinate est réalisée par mise en contact de ladite phase organique basique avec une phase aqueuse. Cette mise en contact peut être réalisée dans tout appareil connu pour les échanges liquide-liquide et en particulier dans les systèmes de mélangeur décanteur.

Cette contre-extraction, ou élution, peut être réalisée à co-courant mais elle peut avantageusement également être réalisée à contre-courant. Cette dernière mise en œuvre permet d'obtenir des concentrations en acides ou en sels de l'acide sulfinique de forte concentration, tout en limitant le volume de phase aqueuse et ipso facto la quantité de produit(s) organique(s) dans la phase aqueuse (triple effet : de relargage en raison du caractère salin, de volume de la phase aqueuse, de densité de la phase aqueuse permettent une décantation plus complète).

Selon la présente invention, la phase aqueuse servant à l'élution, ou à la contre-extraction, peut contenir des concentrations élevées en bases hydrosolubles. Comme bases hydrosolubles, on peut citer les métaux

alcalino-terreux de faible poids atomique comme le magnésium, et surtout les métaux alcalins et les amines hydrosolubles, c'est-à-dire les amines dont le nombre total de carbones est ramené à la fonction amine et au plus égal à 6, avantageusement à 4.

5 Lorsque l'on utilise des ammoniums ou des phosphoniums quaternaires en lieu et place de l'anion hydroxyde, on peut utiliser des anions ayant une affinité particulière avec les ammoniums quaternaires.

Antérieurement, à l'étape de mise en contact de ladite phase organique basique avec l'acide sulfinique, il peut être opportun de soumettre les matériaux
10 contenant l'acide sulfinique, ou l'un de ses sels, à une mise en contact avec un solvant insoluble dans l'eau, ou faiblement soluble dans l'eau, et relativement polaire. Comme types de solvants susceptibles de répondre à ces contraintes, on peut notamment citer les esters d'alcoyle tels que l'acétate d'éthyle, les éthers non solubles dans l'eau tels que l'éther éthylique, les solvants chlorés et
15 hydrogénés qu'ils soient aromatiques ou qu'ils soient aliphatiques comme, par exemple, le chlorure de méthylène ou le dichlorobenzène.

Cette mise en contact permet de mieux éliminer, d'une part, le solvant aprotique polaire éventuellement présent et, d'autre part, les acides alcanoïques éventuellement présents dans le milieu réactionnel.

20 La présente invention peut être réalisée selon de nombreuses mises en œuvre et, en particulier, les mises en œuvre spécifiées ci-après.

Selon la mise en œuvre qui fait l'objet du rhéogramme de la figure unique, on peut aisément suivre le trajet des différents réactifs en se référant à ce rhéogramme. Le mélange réactionnel 1 est introduit dans un dispositif de
25 distillation, éventuellement sous vide, où le solvant aprotique polaire est chassé autant que faire se peut, en général partiellement.

A la suite de cette étape A, le mélange réactionnel (auquel on aura en général rajouté une phase aqueuse) qui comporte une phase liquide et une phase solide, est filtré dans une étape B avant ou après l'addition d'acides, en
30 général un acide minéral fort. Cette filtration donne, d'une part, un résidu solide qui est rejeté et qui est figuré par un trait double et, d'autre part une phase liquide, qui est soumis à une étape C d'extraction liquide-liquide au moyen d'un diluant non miscible à l'eau mais semi-polaire tel que le chlorure de méthylène. Au cours de cette étape C d'extraction, le reste du solvant polaire et les
35 différents acides alcanoïques ou fluoroalcanoïques sont extraits et passent dans la phase organique $\Phi O2$. Cette phase organique peut subir une étape d'élution au moyen de la phase aqueuse $\Phi A2$. Cette phase $\Phi A2$ pour faciliter l'élution, ou contre-extraction, des acides alcanoïques peut comporter des composés

basiques. Cette élution peut être réalisée en un ou plusieurs étages et, avantageusement, à contre-courant afin de pouvoir récupérer les acides fluoroalcanoïques qui ont servi de matière première à la synthèse de l'acide sulfinique.

5 A l'étape D, la phase aqueuse issue de l'étape C est soumise à l'action d'une phase organique $\Phi O3$: habituellement, cette phase organique basique comporte une amine, voire une pyridine substituée. Lorsque l'on utilise une amine ou une pyridine substituée, il peut être utile de prévoir une étape préalable de protonation de ladite amine ou pyridine de manière que la phase
10 aqueuse ne subisse aucun changement de pH au cours de l'extraction D, ce qui permet de mieux réguler le système. Cette étape D, comme l'étape C, peut être réalisée en un ou plusieurs étages. Il est toutefois préférable que cette étape D comporte au moins deux étages de manière à mieux épuiser la phase aqueuse et à mieux charger la phase organique en dérivés sulfiniques. La phase
15 organique $\Phi O3$ peut être soumise à une élution au moyen d'une phase aqueuse $\Phi A3$. Cette élution peut être menée en un ou plusieurs étages si l'on désire une concentration élevée, il est souhaitable de l'amener en plusieurs étages. Cette phase aqueuse $\Phi A3$ est avantageusement lorsque l'on utilise des amines et des pyridines chargées en composés basiques susceptibles de libérer
20 l'amine.

Avant l'élution, la phase organique $\Phi O3$ peut être soumise à une étape de lavage au moyen d'un sel sulfinique concentré de manière à éviter la présence d'impuretés acides telles que l'acide alcanoïque résiduel après l'étape C.

La phase aqueuse issue de l'étape D, la phase 4, constitue la phase
25 aqueuse épuisée qui peut, soit être utilisée pour fabriquer de l'acide sulfurique à partir d'un oléum, soit être recyclée en tant que phase aqueuse avant l'étape C d'extraction liquide-liquide. Dans ce cas, il conviendra de prévoir une purge afin d'éviter l'accumulation des matières minérales dans la phase aqueuse.

Selon une deuxième mise en œuvre de la présente invention, on peut
30 utiliser en lieu et place d'une amine ou d'une pyridine un ammonium, voire un phosphonium, quaternaire dans la phase organique $\Phi O3$. Dans ces cas-là, il n'est point besoin de prévoir une étape de protonation ; l'élution peut bien entendu être réalisée par une base forte en milieu aqueux, soude, potasse, mais elle peut également être réalisée au moyen d'un anion ayant une bonne affinité
35 pour les ammoniums quaternaires.

En outre, selon cette utilisation, si l'on utilise un ammonium quaternaire, l'acidification au moyen d'acide sulfurique a besoin d'être moins complète, et la quantité d'acide doit être juste nécessaire à l'élimination des acides organiques

type alcoïques de manière à les rendre neutres pour l'étape C d'extraction liquide-liquide.

Selon une autre mise en œuvre de la présente invention, on peut utiliser le même rhéogramme en utilisant comme composé organique basique dans la phase ΦO_3 un composé oxygéné et, notamment, un composé phosphoré du type tributylphosphate ou oxyde de trioctylphosphine. Dans ce cas, il convient d'utiliser très peu de phase aqueuse et d'introduire une quantité importante d'acide sulfurique. Plus précisément, à l'étape D, il convient d'extraire des phases aqueuses dont le pH soit au plus égal à 0, avantageusement à - 0,5.

Selon une autre mise en œuvre de la présente invention, le composé basique est mis directement en contact avec le mélange réactionnel avant ou après distillation d'un solvant aprotique polaire éventuellement présent.

Le composé phosphoré une fois ajouté, le mélange réactionnel est alors soumis à une distillation pour éliminer les composés organiques non acides. Une fois ces composés éliminés, on peut ajouter un acide moyen ou une quantité d'acides forts juste suffisante pour libérer les éventuels acides alcoïques, y compris fluoroalcoïques, présents dans le milieu réactionnel. Une fois cette addition réalisée, on peut reprendre la distillation pour éliminer les différents acides alcoïques volatiles dans les conditions opératoires. Les acides utilisables dans cette deuxième étape sont avantageusement des acides de force moyenne comme la seconde acidité de l'acide sulfurique ou la première acidité de l'acide phosphorique (pK_a entre -1 et 2, de préférence environ 1).

Ces acides sont avantageusement des acides minéraux non volatils. Bien évidemment, l'acide sulfurique peut être utilisé en mélange sensiblement équimoléculaire avec l'un de ses sels de manière à former le bisulfate qui servira d'acide moyen. Une fois la distillation terminée, le mélange réactionnel, constitué de la phase organique basique chargée après une éventuelle filtration, est éluée au moyen d'une phase aqueuse éventuellement chargée en composés basiques tels que soude et potasse, ou amine. Cette dernière mise en œuvre est particulièrement intéressante pour traiter les mélanges réactionnels constitués essentiellement de sels. Dans ce dernier cas l'utilisation de base concentrée n'est pas préférée en revanche une élution à contre courant en plusieurs étages, l'est.

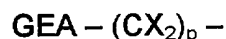
Les mélanges réactionnels exemplifiés dans les différents procédés de synthèse d'acide sulfinique, sont essentiellement des mélanges réactionnels donnant des sels. Lorsque l'acide sulfinique n'est pas sous la forme de l'un de ses sels mais est sous la forme acide, les présentes techniques peuvent

aisément être transposées en supprimant l'étape de libération de l'acide par adjonction d'acides, notamment sulfuriques.

Le procédé selon la présente invention peut aisément être transposé aux acides sulfoniques porteurs du même radical fluoré que l'acide sulfinique radical
5 qui répond à la formule suivante :



dans laquelle R_f répond à la formule :



- où les X, semblables ou différents, représentent un chlore, un fluor ou un
10 radical de formule C_nF_{2n+1} avec n entier au plus égal à 5, de préférence à 2, avec la condition qu'au moins un des X soit fluor ;
- où p représente un entier au plus égal à 2 ;
- où GEA représente un groupe électro-attracteur dont les éventuelles
15 fonctions sont inertes dans les conditions de la réaction, avantageusement fluor ou un reste perfluoré de formule C_nF_{2n+1} , avec n entier au plus égal à 8, avantageusement à 5, le nombre total de carbone de R_f étant avantageusement compris entre 1 et 15, de préférence entre 1 et 10.

Les exemples non limitatifs suivants illustrent l'invention :

20 Exemple 1

1 956 g d'une solution aqueuse composée de 263 g (1,53 mol) de trifluorométhanesulfinate de potassium, de 68,8 g (0,45 mol) de trifluoroacétate de potassium et de 126 g de diméthylformamide est acidifié par 118 g d'acide sulfurique à 98,7% (soit environ 1,2 mol).

25 Cette solution est extraite sept fois avec 1 800 g de dichlorométhane. Pour chaque extraction, le rapport O/A était de 1 800/2 000, soit 0,9.

La teneur en diméthylformamide de la phase aqueuse résultante est de 0,1%.

30 Cette phase aqueuse est ensuite soumise à une opération d'extraction liquide-liquide au moyen de 425 g de tributylamine (2,3 mol) en solution dans 500 g de toluène.

La phase toluénique est traitée par une solution aqueuse de potasse correspondant à 8,7 g de potasse.

35 Après extraction, la phase aqueuse résultante est déshydratée par entraînement aiséotropique au toluène pour conduire, après filtration à 250 g d'un solide blanc composé de 233 g de trifluorométhanesulfinate de potassium (rendement 0,89) et 7 g de trifluoroacétate de potassium. Les autres impuretés sont à l'état de traces.

Exemple 2

Obtention de trifluorométhanesulfinate de triméthylammonium : 400 g d'un milieu réactionnel composé de 10,6 g de trifluoroacétate de potassium et de 27,7 g de trifluorométhanesulfinate de potassium en solution dans le diméthylformamide est concentré sous pression réduite de manière à obtenir 80 g de solution.

Ce milieu est dilué avec 160 g d'eau après addition de 27,7 g d'acide chlorhydrique concentré. On effectue sept extractions de la phase aqueuse avec 100 ml de dichlorométhane à chaque fois ($O/A = 120/260 = 0,46$). La phase aqueuse résiduelle contient alors un taux de DMF inférieur à 0,5% et une teneur en acide trifluoroacétique inférieure à 0,5 g. La phase aqueuse est ensuite extraite avec 29,8 g de tributylamine en solution dans 55 ml de toluène. La phase toluénique est éluee par 22,7 g d'une solution aqueuse de triméthylamine à 45%. La phase aqueuse résultante après élimination de l'eau sous pression réduite conduit à 25,8 g d'un solide blanc de trifluorométhanesulfinate de triméthylammonium. La teneur en trifluoroacétate de méthylammonium est inférieure à 0,2 g. Les autres impuretés ne sont présentes qu'à l'état de traces.

Exemple 3

50 g d'une solution de 8,9 g de trifluorométhanesulfinate de potassium et de 1,2 g de trifluoroacétate de potassium dans du diméthylformamide est dilué par 30 g de phosphate de tributyle (TBP) et 30 g d'orthodichlorobenzène.

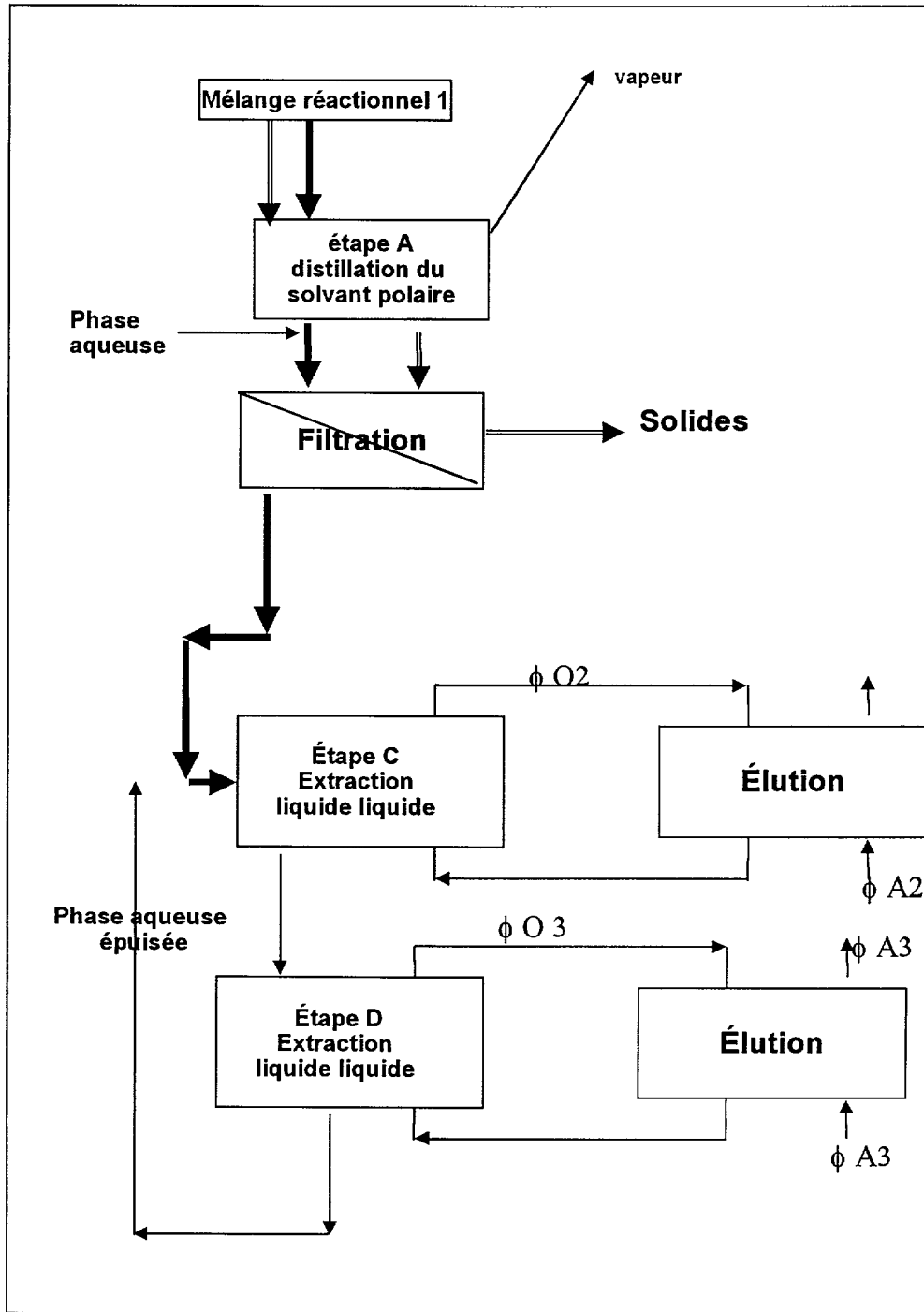
Le diméthylformamide est éliminé par distillation sous une pression réduite de 15 mbar à 60°C. La phase organique ainsi obtenue est extraite par deux fois 30 ml d'eau. Les phases aqueuses sont réunies et contiennent 8,3 g de trifluorométhanesulfinate de potassium et 1,1 g de trifluoroacétate de potassium. Les autres impuretés sont présentes à l'état de traces.

REVENDECATIONS

- 5 1. Procédé de traitement d'un acide sulfinique perfluoré sur le carbone porteur du soufre, ou de ses sels, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape d'extraction dudit acide par mise en contact dudit acide avec une phase organique basique liquide.
- 10 2. Procédé de traitement selon la revendication 1, caractérisé par le fait que ladite phase organique basique comporte une base liposoluble.
3. Procédé de traitement selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que ladite phase organique basique comporte un diluant peut
15 miscible à l'eau.
4. Procédé selon les revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que ledit acide est sous la forme d'une solution ou d'une suspension dont la phase aqueuse présente un pH au plus égal à 2, avantageusement à 1.
20 5. Procédé selon les revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que ladite phase organique basique liquide est préalablement mise sous forme cationique, notamment par mise en contact avec une solution acide forte.
- 25 6. Procédé selon les revendications 1 à 5, caractérisé par le fait qu'il comporte en outre une étape d'élution de l'acide sulfinique d'avec ladite phase basique.
- 30 7. Procédé selon les revendications 1 à 6, caractérisé par le fait que ladite étape d'élution est menée par mise en contact de la phase organique chargé en ion sulfinat avec une phase aqueuse.
8. Procédé selon les revendications 6 et 7, caractérisé par le fait que ladite étape d'élution est réalisée au moyen d'une phase aqueuse qui soit est
35 basique ou soit comporte un anion facilement extractible par ladite base.
9. Procédé selon les revendications 1 à 8, caractérisé par le fait qu'il comporte antérieurement à ladite étape d'extraction, une étape d'extraction

dudit acide sulfinique au moyen d'une phase organique comportant un solvant avantageusement non miscible à l'eau.

- 5 10. Procédé selon les revendications 1 à 9, caractérisé par le fait que ledit acide sulfinique est sous la forme d'un mélange réactionnel et qu'il comporte les étapes suivantes :
- a) distillation optionnelle du solvant réactionnel
 - b) acidification au moyen d'un acide fort, avantageusement sulfurique
 - 10 c) extraction de la solution ou suspension au moyen d'un diluant non miscible à l'eau
 - d) extraction de la solution issue de l'étape c) au moyen de ladite phase organique basique
 - e) élution



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2803295

N° d'enregistrement
national

FA 584819
FR 0000051

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	FR 2 661 409 A (RHONE-POULENC CHIMIE) 31 octobre 1991 (1991-10-31) * le document en entier *	1	C07C313/04
A	R.M. SCRIBNER: "Some new sulphonyl- and trifluoromethylthio-p-benzoquinones. Their reactions, polarographic reduction potentials and pi acid strengths" JOURNAL OF ORGANIC CHEMISTRY, vol. 31, no. 11, 1 novembre 1966 (1966-11-01), pages 3671-3682, XP000562804 American Chemical Society, Washington, DC, US ISSN: 0022-3263 * page 3679, colonne de gauche, dernier alinéa *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)
			C07C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
3 octobre 2000		English, R	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			