



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101985413 A

(43) 申请公布日 2011.03.16

(21) 申请号 200910159012.8

(22) 申请日 2009.07.29

(71) 申请人 广荣化学工业株式会社

地址 日本大阪府

(72) 发明人 白井政利

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限

公司 11227

代理人 蒋亭 苗堃

(51) Int. Cl.

C07B 63/04 (2006.01)

C07C 209/90 (2006.01)

C07C 211/63 (2006.01)

C07D 233/58 (2006.01)

C07D 213/20 (2006.01)

C07F 9/54 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 14 页

(54) 发明名称

鎇盐组合物

(57) 摘要

本发明涉及一种鎇盐组合物。该鎇盐组合物含有式 (1) 所示的鎇盐和有机碱 (式中, Q^+ 表示鎇离子, A^- 表示 PF_6^-)。 $Q^+ \cdot A^-(1)$ 。

1. 一种镱盐组合物,其特征在于,含有式(1)所示的镱盐和有机碱,
$$Q^+ \cdot A^- \quad (1)$$
式中, Q^+ 表示镱离子, A^- 表示 PF_6^- 。
2. 根据权利要求1所述的镱盐组合物,其中,还含有溶剂。
3. 根据权利要求1或2所述的镱盐组合物,其中,镱离子是季铵阳离子或季磷阳离子。
4. 根据权利要求1~3中任一项所述的镱盐组合物,其中,有机碱是叔胺或叔膦。
5. 根据权利要求4所述的镱盐组合物,其中,叔胺是选自脂肪族叔胺、芳香族叔胺、吡啶类和咪唑类中的至少一种。
6. 根据权利要求1~5中任一项所述的镱盐组合物,其中,有机碱的含量相对于式(1)所示的镱盐为10~5000ppm。
7. 一种镱盐的稳定化方法,其特征在于,将式(1)所示的镱盐和有机碱混合。
8. 一种镱盐的保存方法,其特征在于,将式(1)所示的镱盐在有机碱的存在下保存。

鎔盐组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及鎔盐组合物。

背景技术

[0002] 具有六氟磷酸盐阴离子 (PF_6^-) 的鎔盐, 可以广泛使用在双电层电容器等的电化元件用电解质、表面活性剂、相转移催化剂、防静电剂、杀菌剂等中。然而, 该鎔盐容易吸湿, 而且还容易引起水解, 因此在保存上和处理上存在由于不可避免混入的微量水分而引起水解、产生具有毒性和对金属、树脂具有腐蚀性的氟化氢的问题。

[0003] 作为保存稳定性良好的具有 PF_6^- 的鎔盐, 在日本特开 2001-48846 号公报中公开了一种由特定溶剂被覆的具有 PF_6^- 的鎔盐, 但是该由特定溶剂被覆的具有 PF_6^- 的鎔盐在 60°C 以上时也会因微量的水分而引起水解, 稳定性无法称为充分。

发明内容

[0004] 本发明提供如下等内容:

[0005] <1> 一种鎔盐组合物, 含有式 (1) 所示的鎔盐和有机碱;

[0006] $\text{Q}^+ \cdot \text{A}^-$ (1)

[0007] (式中, Q^+ 表示鎔离子, A^- 表示 PF_6^- 。)

[0008] <2> 根据 <1> 所述的鎔盐组合物, 还含有溶剂;

[0009] <3> 根据 <1> 或 <2> 所述的鎔盐组合物, 其中, 鎔离子是季铵阳离子或季磷阳离子;

[0010] <4> 根据 <1> ~ <3> 中任一项所述的鎔盐组合物, 其中, 有机碱是叔胺或叔磷;

[0011] <5> 根据 <4> 所述的鎔盐组合物, 其中, 叔胺是选自脂肪族叔胺、芳香族叔胺、吡啶类和咪唑类中的至少一种;

[0012] <6> 根据 <1> ~ <5> 中任一项所述的鎔盐组合物, 其中, 有机碱的含量相对于式 (1) 所示的鎔盐为 $10 \sim 5000\text{ppm}$;

[0013] <7> 一种鎔盐的稳定化方法, 其特征在于, 将式 (1) 所示的鎔盐和有机碱混合;

[0014] <8> 一种鎔盐的保存方法, 其特征在于, 将式 (1) 所示的鎔盐在有机碱的存在下保存。

具体实施方式

[0015] 在式 (1) 所示的鎔盐 (以下简记为鎔盐 (1)) 的式中, 作为 Q^+ 表示鎔离子, 可以举出季铵阳离子、季磷阳离子等。

[0016] 作为季铵阳离子, 可以举出四烷基铵阳离子、吡咯烷鎔阳离子、吗啉鎔阳离子、咪唑鎔阳离子、四氢嘧啶鎔阳离子、哌嗪鎔阳离子、哌啶鎔阳离子、吡啶鎔阳离子等。作为季磷阳离子, 可以举出四烷基磷阳离子。

[0017] 作为四烷基铵阳离子, 可以举出四甲基铵阳离子、四乙基铵阳离子、四丙基铵阳离子

子、四丁基铵阳离子、四戊基铵阳离子、四己基铵阳离子、四庚基铵阳离子、四辛基铵阳离子、四壬基铵阳离子、四癸基铵阳离子、四（十二烷基）铵阳离子、乙基三甲基铵阳离子、二乙基二甲基铵阳离子、三乙基甲基铵阳离子、四乙基铵阳离子、三甲基丙基铵阳离子、三甲基异丙基铵阳离子、乙基二甲基丙基铵阳离子、乙基二甲基异丙基铵阳离子、二乙基甲基丙基铵阳离子、二乙基甲基异丙基铵阳离子、二甲基二丙基铵阳离子、二甲基丙基异丙基铵阳离子、二甲基二异丙基铵阳离子、三乙基丙基铵阳离子、丁基三甲基铵阳离子、异丁基三甲基铵阳离子、叔丁基三甲基铵阳离子、三乙基异丙基铵阳离子、乙基甲基二丙基铵阳离子、乙基甲基二异丙基铵阳离子、丁基乙基二甲基铵阳离子、异丁基乙基二甲基铵阳离子、叔丁基乙基二甲基铵阳离子、二乙基二丙基铵阳离子、二乙基丙基二异丙基铵阳离子、二乙基二丙基铵阳离子、甲基三丙基铵阳离子、甲基二丙基异丙基铵阳离子、甲基丙基二异丙基铵阳离子、丁基三乙基铵阳离子、异丁基三乙基铵阳离子、叔丁基三乙基铵阳离子、二丁基二甲基铵阳离子、二异丁基二甲基铵阳离子、二叔丁基二甲基铵阳离子、丁基异丁基二甲基铵阳离子、丁基叔丁基二甲基铵阳离子、异丁基叔丁基二甲基铵阳离子、三辛基甲基铵阳离子等。

[0018] 作为吡咯烷鎓阳离子，可以举出如下在吡咯烷环的碳原子上具有烷基的 1,1-二烷基吡咯烷鎓阳离子：1,1-二甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1-二乙基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,3-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,2-二甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,3-二甲基吡咯烷鎓阳离子、2-乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎓阳离子、3-乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1-二乙基-2-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1-二乙基-3-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,2-二乙基-1-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,3-二乙基-1-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2-三乙基吡咯烷鎓阳离子、1,1,3-三乙基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2,2-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2,3-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2,4-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2,5-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,3,4-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,3,3-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1-二甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1-二乙基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,3-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,2-二甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,3-二甲基吡咯烷鎓阳离子、2-乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎓阳离子、3-乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1-二乙基-2-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1-二乙基-3-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,2-二乙基-1-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,3-二乙基-1-甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2-三乙基吡咯烷鎓阳离子、1,1,3-三乙基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2,2-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2,3-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2,4-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,2,5-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,3,4-四甲基吡咯烷鎓阳离子、1,1,3,3-四甲基吡咯烷鎓阳离子、2-乙基-1,1,2-三甲基吡咯烷鎓阳离子、2-乙基-1,1,3-三甲基吡咯烷鎓阳离子、3-乙基-1,1,2-三甲基吡咯烷鎓阳离子、3-乙基-1,1,3-三甲基吡咯烷鎓阳离子、2-乙基-1,1,4-三甲基吡咯烷鎓阳离子、4-乙基-1,1,2-三甲基吡咯烷鎓阳离子、2-乙基-1,1,5-三甲基吡咯烷鎓阳离子、5-乙基-1,1,2-三甲基吡咯烷鎓阳离子、3-乙基-1,1,4-三甲基吡咯烷鎓阳离子、4-乙基-1,1,3-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,2,2-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,2,3-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,3,3-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,2,4-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,2,5-三甲基吡咯烷鎓阳离子、1-乙基-1,3,4-三甲

基吡咯烷鎗阳离子、2,2-二乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎗阳离子、2,3-二乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎗阳离子、3,3-二乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎗阳离子、2,4-二乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎗阳离子、2,5-二乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎗阳离子、3,4-二乙基-1,1-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,2-二乙基-1,2-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,2-二乙基-1,3-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,3-二乙基-1,2-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,3-二乙基-1,3-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,2-二乙基-1,4-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,4-二乙基-1,2-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,2-二乙基-1,5-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,5-二乙基-1,2-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,3-二乙基-1,4-二甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,3-五甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,4-五甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,5-五甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,3,4-五甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,3,5-五甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,3,3,4-五甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,3,3,5-五甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,2,2,3-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,2,2,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,2,2,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,2,3,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,2,3,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,2,4,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,3,3,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,3,3,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1-乙基-1,3,4,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,2,3-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,2,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,2,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,3,3-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,3,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,3,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,4,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,4,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、2-乙基-1,1,5,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、3-乙基-1,1,2,2-四甲基吡咯烷鎗阳离子、3-乙基-1,1,2,3-四甲基吡咯烷鎗阳离子、3-乙基-1,1,2,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、3-乙基-1,1,2,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、3-乙基-1,1,3,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、3-乙基-1,1,4,4-四甲基吡咯烷鎗阳离子、3-乙基-1,1,4,5-四甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,3,3-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,3,4-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,3,5-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,4,4-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,4,5-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,2,5,5-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,3,3,4-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,3,3,5-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,3,4,4-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,3,5,5-六甲基吡咯烷鎗阳离子、1,1,2,3,4,5-六甲基吡咯烷鎗阳离子等。

[0019] 作为吗啉鎗阳离子,可以举出如下在吗啉环的碳原子上具有烷基的4-烷基吗啉鎗阳离子:4,4-二甲基吗啉鎗阳离子、4-乙基-4-甲基吗啉鎗阳离子、4,4-二乙基吗啉鎗阳离子、3,4,4-三甲基吗啉鎗阳离子、2,4,4-三甲基吗啉鎗阳离子、3-乙基-4,4-二甲基吗啉鎗阳离子、3,4-二甲基-4-乙基吗啉鎗阳离子、2,4-二甲基-4-乙基吗啉鎗阳离子、3-甲基-4,4-二乙基吗啉鎗阳离子、2,4-二甲基-4-乙基吗啉鎗阳离子、2-甲基-4,4-二乙基吗啉鎗阳离子、3,4-二乙基-4-甲基吗啉鎗阳离子、2,4-二乙基-4-甲基吗啉鎗阳离子、3,4,4-三乙基吗啉鎗阳离子、2,4,4-三乙基吗啉鎗阳离子、3,3,4,4-四甲基吗啉鎗阳离子、2,3,4,4-四甲基吗啉鎗阳离子、2,4,4,5-四甲基吗啉鎗阳离子、3,4,4,5-四甲基吗啉鎗阳离子、2,2,4,4-四甲基吗啉鎗阳离子、2,4,4,6-四甲基吗啉鎗阳离子、2,4,4-三甲基-3-乙基吗啉鎗阳离子、2-乙基-3,4,4-三甲基吗啉鎗阳离子、2,4,4-三甲基-5-乙基吗啉鎗阳离子、2-乙基-4,4,5-三甲基吗啉鎗阳离子、3-乙基-4,4,6-三甲基吗啉鎗阳离子、2-乙

基-4,4,5-三甲基咪唑鎓阳离子、2-乙基-4,4,6-三甲基咪唑鎓阳离子、2,3-二甲基-4,4-二乙基咪唑鎓阳离子、2,5-二甲基-4,4-二乙基咪唑鎓阳离子、3,5-二甲基-4,4-二乙基咪唑鎓阳离子、2,6-二甲基-4,4-二乙基咪唑鎓阳离子、2,4-二甲基-3,4-二乙基咪唑鎓阳离子、2,4-二乙基-3,4-二甲基咪唑鎓阳离子、2,4-二甲基-4,5-二乙基咪唑鎓阳离子、2,4-二乙基-4,5-二甲基咪唑鎓阳离子、3,4-二乙基-4,5-二甲基咪唑鎓阳离子、2,4-二乙基-4,6-二甲基咪唑鎓阳离子、2,3-二乙基-4,4-二甲基咪唑鎓阳离子、2,5-二乙基-4,4-二甲基咪唑鎓阳离子、3,5-二乙基-4,4-二甲基咪唑鎓阳离子、2,6-二乙基-4,4-二甲基咪唑鎓阳离子、2,3,4,4,6-五甲基咪唑鎓阳离子、2,3,4,4,5-五甲基咪唑鎓阳离子、2,6,4,4-四甲基-3-乙基咪唑鎓阳离子、2,4,4,5-四甲基-3-乙基咪唑鎓阳离子、2-乙基-3,4,4,6-四甲基咪唑鎓阳离子、2-乙基-3,4,4,5-四甲基咪唑鎓阳离子、2,3,4,4,5,6-六甲基咪唑鎓阳离子等。

[0020] 作为咪唑鎓阳离子,可以举出如下在咪唑环的碳原子上具有烷基的1,3-二烷基咪唑鎓阳离子:1,3-二甲基咪唑鎓阳离子、1-乙基-3-甲基咪唑鎓阳离子、1,3-二乙基咪唑鎓阳离子、1,2,3-三甲基咪唑鎓阳离子、1,3,4-三甲基咪唑鎓阳离子、1-乙基-2,3-二甲基咪唑鎓阳离子、1-乙基-3,4-二甲基咪唑鎓阳离子、1-乙基-3,5-二甲基咪唑鎓阳离子、2-乙基-1,3-二甲基咪唑鎓阳离子、4-乙基-1,3-二甲基咪唑鎓阳离子、1,2-二乙基-3-甲基咪唑鎓阳离子、1,4-二乙基-3-甲基咪唑鎓阳离子、1,5-二乙基-3-甲基咪唑鎓阳离子、1,3-二乙基-2-甲基咪唑鎓阳离子、1,3-二乙基-4-甲基咪唑鎓阳离子、1,2,3-三乙基咪唑鎓阳离子、1,3,4-三乙基咪唑鎓阳离子、1,2,3,4-四甲基咪唑鎓阳离子、1-乙基-2,3,4-三甲基咪唑鎓阳离子、1-乙基-2,3,5-三甲基咪唑鎓阳离子、1-乙基-3,4,5-三甲基咪唑鎓阳离子、2-乙基-1,3,4-三甲基咪唑鎓阳离子、4-乙基-1,2,3-三甲基咪唑鎓阳离子、1,2-二乙基-3,4-二甲基咪唑鎓阳离子、1,3-二乙基-2,4-二甲基咪唑鎓阳离子、1,4-二乙基-2,3-二甲基咪唑鎓阳离子、2,4-二乙基-1,3-二甲基咪唑鎓阳离子、4,5-二乙基-1,3-二甲基咪唑鎓阳离子、1,2,3-三乙基-4-甲基咪唑鎓阳离子、1,2,4-三乙基-3-甲基咪唑鎓阳离子、1,2,5-三乙基-3-甲基咪唑鎓阳离子、1,3,4-三乙基-2-甲基咪唑鎓阳离子、1,3,4-三乙基-5-甲基咪唑鎓阳离子、1,4,5-三乙基-3-甲基咪唑鎓阳离子、1,2,3,4,5-五甲基咪唑鎓阳离子、1-甲基-3-丙基咪唑鎓阳离子等。

[0021] 作为四氢嘧啶鎓阳离子,可以举出如下在四氢嘧啶环的碳原子上具有烷基的1,3-二烷基四氢嘧啶鎓阳离子:1,3-二甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1-乙基-3-甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1,3-二乙基四氢嘧啶鎓阳离子、1,2,3-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1,3,4-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1,3,5-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1-乙基-2,3-二甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1-乙基-3,4-二甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1-乙基-3,5-二甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1-乙基-3,6-二甲基四氢嘧啶鎓阳离子、2-乙基-1,3-二甲基四氢嘧啶鎓阳离子、4-乙基-1,3-二甲基四氢嘧啶鎓阳离子、5-乙基-1,3-二甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1,2,3,4-四甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1,2,3,5-四甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1-乙基-2,3,4-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1-乙基-2,3,5-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、1-乙基-2,3,6-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、2-乙基-1,3,4-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、2-乙基-1,3,5-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、4-乙基-1,2,3-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、4-乙基-1,3,5-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、4-乙基-1,3,6-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子、5-乙基-1,2,3-三甲基四氢嘧啶鎓阳离子

离子、5-乙基-1,3,4-三甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,2-二乙基-3,4-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,2-二乙基-3,5-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,2-二乙基-3,6-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,3-二乙基-2,4-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,3-二乙基-2,5-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,4-二乙基-2,3-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,4-二乙基-3,5-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,4-二乙基-3,6-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,5-二乙基-2,3-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,5-二乙基-3,4-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,5-二乙基-3,6-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、2,4-二乙基-1,3-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、2,5-二乙基-1,3-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、4,5-二乙基-1,3-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、4,6-二乙基-1,3-二甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,2,3,4,5-五甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,2,3,4,6-五甲基四氢嘧啶鎗阳离子、1,2,3,4,5,6-六甲基四氢嘧啶鎗阳离子等。

[0022] 作为哌嗪鎗阳离子,可以举出如下在哌嗪环的碳原子上具有烷基的1,1,4,4-四烷基哌嗪鎗阳离子:1,1,4,4-四甲基哌嗪鎗阳离子、1-乙基-1,4,4-三甲基哌嗪鎗阳离子、1,1-二乙基-4,4-二甲基哌嗪鎗阳离子、1,1,4-三乙基-4-甲基哌嗪鎗阳离子、1,1,4,4-四乙基哌嗪鎗阳离子、1,1,2,4,4-五甲基哌嗪鎗阳离子、1,1,3,4,4-五甲基哌嗪鎗阳离子、1,1,2,3,4,4-六甲基哌嗪鎗阳离子、1,1,2,4,4,5-六甲基哌嗪鎗阳离子、1,1,2,4,4,6-六甲基哌嗪鎗阳离子、1,1,3,4,4,5-六甲基哌嗪鎗阳离子、1-乙基-1,2,4,4-四甲基哌嗪鎗阳离子、1-乙基-1,3,4,4-四甲基哌嗪鎗阳离子、2-乙基-1,1,4,4-四甲基哌嗪鎗阳离子、1-乙基-1,2,4,4-四甲基哌嗪鎗阳离子、1-乙基-1,3,4,4-四甲基哌嗪鎗阳离子、1,1-二乙基-2,4,4-三甲基哌嗪鎗阳离子、1,4-二乙基-1,2,4-三甲基哌嗪鎗阳离子、1,2-二乙基-1,4,4-三甲基哌嗪鎗阳离子、1,3-二乙基-1,4,4-三甲基哌嗪鎗阳离子等。

[0023] 作为哌啶鎗阳离子,可以举出如下在哌啶环的碳原子上具有烷基的1,1-二烷基哌啶鎗阳离子:1,1-二甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1-甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基哌啶鎗阳离子、1,1,2-三甲基哌啶鎗阳离子、1,1,3-三甲基哌啶鎗阳离子、1,1,4-三甲基哌啶鎗阳离子、1,1,2,2-四甲基哌啶鎗阳离子、1,1,2,3-四甲基哌啶鎗阳离子、1,1,2,4-四甲基哌啶鎗阳离子、1,1,2,5-四甲基哌啶鎗阳离子、1,1,2,6-四甲基哌啶鎗阳离子、1,1,3,3-四甲基哌啶鎗阳离子、1,1,3,4-四甲基哌啶鎗阳离子、1,1,3,5-四甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,2-二甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,3-二甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,4-二甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,2,3-三甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,2,4-三甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,2,5-三甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,2,6-三甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,3,4-三甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,3,5-三甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-2-甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-3-甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-4-甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-2,3-二甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-2,4-二甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-2,5-二甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-2,6-二甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-3,4-二甲基哌啶鎗阳离子、1,1-二乙基-3,5-二甲基哌啶鎗阳离子、2-乙基-1,1,3-三甲基哌啶鎗阳离子、2-乙基-1,1,4-三甲基哌啶鎗阳离子、2-乙基-1,1,5-三甲基哌啶鎗阳离子、2-乙基-1,1,6-三甲基哌啶鎗阳离子、3-乙基-1,1,2-三甲基哌啶鎗阳离子、3-乙基-1,1,4-三甲基哌啶鎗阳离子、3-乙基-1,1,5-三甲基哌啶鎗阳离子、3-乙基-1,1,6-三甲基哌啶鎗阳离子、4-乙基-1,1,2-三甲基哌啶鎗阳离子、4-乙基-1,1,3-三甲基哌啶鎗阳离子、1,2-二乙基-1,3-二甲基哌啶鎗阳离子、1-乙基-1,2,4-三甲基哌啶鎗阳离子

离子、1,2-二乙基-1,5-二甲基哌啶鎓阳离子、1,2-二乙基-1,6-二甲基哌啶鎓阳离子、1,3-二乙基-1,5-二甲基哌啶鎓阳离子、1,3-二乙基-1,4-二甲基哌啶鎓阳离子、1,3-二乙基-1,5-二甲基哌啶鎓阳离子、1,3-二乙基-1,6-二甲基哌啶鎓阳离子、1,4-二乙基-1,2-二甲基哌啶鎓阳离子、1,4-二乙基-1,3-二甲基哌啶鎓阳离子、1,1,2-三乙基-3-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,2-三乙基-4-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,2-三乙基-5-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,2-三乙基-6-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,3-三乙基-2-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,3-三乙基-4-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,3-三乙基-5-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,3-三乙基-6-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,4-三乙基-2-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,4-三乙基-3-甲基哌啶鎓阳离子、2-乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、3-乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、4-乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、2,3-二乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、2,4-二乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、2,5-二乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、2,6-二乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、3,4-二乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、3,5-二乙基-1,1-二甲基哌啶鎓阳离子、1,2-二乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,3-二乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,4-二乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,2,3-三乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,2,4-三乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,2,5-三乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,2,6-三乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,3,4-三乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,3,5-三乙基-1-甲基哌啶鎓阳离子、1,1,2-三乙基哌啶鎓阳离子、1,1,2-三乙基哌啶鎓阳离子、1,1,4-三乙基哌啶鎓阳离子、1,1,2,3-四乙基哌啶鎓阳离子、1,1,2,4-四乙基哌啶鎓阳离子、1,1,2,5-四乙基哌啶鎓阳离子、1,1,2,6-四乙基哌啶鎓阳离子、1,1,3,4-四乙基哌啶鎓阳离子、1,1,3,5-四乙基哌啶鎓阳离子等。

[0024] 作为吡啶鎓阳离子,可以举出如下在吡啶环的碳原子上具有烷基的1-烷基吡啶鎓阳离子:1-甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基吡啶鎓阳离子、1-丙基吡啶鎓阳离子、1-丁基吡啶鎓阳离子、1-戊基吡啶鎓阳离子、1-己基吡啶鎓阳离子、1-庚基吡啶鎓阳离子、1-辛基吡啶鎓阳离子、1-壬基吡啶鎓阳离子、1-癸基吡啶鎓阳离子、1,2-二甲基吡啶鎓阳离子、1,3-二甲基吡啶鎓阳离子、1,4-二甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-2-甲基吡啶鎓阳离子、2-乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-3-甲基吡啶鎓阳离子、3-乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-4-甲基吡啶鎓阳离子、4-乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、1,2-二乙基吡啶鎓阳离子、1,3-二乙基吡啶鎓阳离子、1,4-二乙基吡啶鎓阳离子、1,2,3-三甲基吡啶鎓阳离子、1,2,4-三甲基吡啶鎓阳离子、1,3,4-三甲基吡啶鎓阳离子、1,3,5-三甲基吡啶鎓阳离子、1,2,5-三甲基吡啶鎓阳离子、1,2,6-三甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-2,3-二甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-2,4-二甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-2,5-二甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-2,6-二甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-3,4-二甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-3,5-二甲基吡啶鎓阳离子、2-乙基-1,3-二甲基吡啶鎓阳离子、2-乙基-1,4-二甲基吡啶鎓阳离子、2-乙基-1,5-二甲基吡啶鎓阳离子、2-乙基-1,6-二甲基吡啶鎓阳离子、3-乙基-1,2-二甲基吡啶鎓阳离子、3-乙基-1,4-二甲基吡啶鎓阳离子、3-乙基-1,5-二甲基吡啶鎓阳离子、3-乙基-1,6-二甲基吡啶鎓阳离子、4-乙基-1,2-二甲基吡啶鎓阳离子、4-乙基-1,3-二甲基吡啶鎓阳离子、1,2-二乙基-3-甲基吡啶鎓阳离子、1,2-二乙基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1,2-二乙基-5-甲基吡啶鎓阳离子、1,2-二乙基-6-甲基吡啶鎓阳离子、1,3-二乙基-2-甲基吡啶鎓阳离子、1,3-二乙基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1,3-二乙基-5-甲基吡啶鎓阳离子、1,3-二

乙基-6-甲基吡啶鎓阳离子、1,4-二乙基-2-甲基吡啶鎓阳离子、1,4-二乙基-3-甲基吡啶鎓阳离子、2,3-二乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、2,4-二乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、2,5-二乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、2,6-二乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、3,4-二乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、3,5-二乙基-1-甲基吡啶鎓阳离子、1,2,3,4,5-五甲基吡啶鎓阳离子、1,2,3,4,6-五甲基吡啶鎓阳离子、1,2,3,5,6-五甲基吡啶鎓阳离子、1,2,3,4,5,6-六甲基吡啶鎓阳离子、1-甲基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-乙基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-丙基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-丁基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-戊基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-己基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-庚基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-辛基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-壬基-4-甲基吡啶鎓阳离子、1-癸基-4-甲基吡啶鎓阳离子等。

[0025] 作为四烷基鎓阳离子,可以举出四甲基鎓阳离子、四乙基鎓阳离子、四丙基鎓阳离子、四丁基鎓阳离子、四戊基鎓阳离子、四己基鎓阳离子、四庚基鎓阳离子、四辛基鎓阳离子、四壬基鎓阳离子、四癸基鎓阳离子、四苯基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-辛基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-壬基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-癸基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十一烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十二烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十三烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十四烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十五烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十六烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十七烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十八烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-十九烷基鎓阳离子、1,1,1-三丁基-1-二十烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-辛基烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-壬基烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-癸基烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十一烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十二烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十三烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十四烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十五烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十六烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十七烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十八烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-十九烷基鎓阳离子、1,1,1-三戊基-1-二十烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-辛基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-壬基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-癸基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-十一烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-十二烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-十三烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-十五烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-十六烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-十七烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-十八烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-十九烷基鎓阳离子、1,1,1-三己基-1-二十烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-辛基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-壬基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-癸基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十一烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十二烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十三烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十四烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十五烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十六烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十七烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十八烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-十九烷基鎓阳离子、1,1,1-三庚基-1-二十烷基鎓阳离子、1,1,1,1-四辛基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-壬基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-癸基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十一烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十二烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十三烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十四烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十五烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十六烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十七烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十八烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-十九烷基鎓阳离子、1,1,1-三辛基-1-二十烷基鎓阳离子等。

[0026] 在这些鎘离子中,优选三辛基甲基铵阳离子、1-甲基-3-丙基咪唑鎘阳离子、1-己基-4-甲基吡啶鎘阳离子、1-辛基-4-甲基吡啶鎘阳离子和1-辛基吡啶鎘阳离子。

[0027] A^- 表示的阴离子是六氟磷酸盐阴离子 (PF_6^-),作为鎘盐 (1),优选三辛基甲基铵=六氟磷酸盐、1-甲基-3-丙基咪唑鎘=六氟磷酸盐、1-己基-4-甲基吡啶鎘=六氟磷酸盐、1-辛基-4-甲基吡啶鎘=六氟磷酸盐和1-辛基吡啶鎘=六氟磷酸盐。

[0028] 鎘盐 (1) 例如可以通过式 (2) 所示的鎘=卤化物和式 (3) 所示的酸或其碱金属盐的离子交换反应而制造。该离子交换反应可以根据公知的方法来进行。



[0030] (式中, Q^+ 表示与上述相同的意思, X^- 表示卤离子。)



[0032] (式中, M^+ 表示氢离子或碱金属离子, A^- 表示与上述相同的意思。)

[0033] 作为有机碱,可以举出伯胺、仲胺、叔胺等有机氮化合物、叔膦等有机磷化合物等。其中,优选叔胺和叔膦。作为叔胺,可以举出三甲基胺、三乙基胺、三丙基胺、三丁基胺、三戊基胺、三己基胺、三庚基胺、三辛基胺、三壬基胺、三癸基胺等脂肪族叔胺;N,N-二甲基苯胺、N,N-二乙基苯胺、N-苄基-N-乙基苯胺等芳香族叔胺;吡啶、2-甲基吡啶、3-甲基吡啶、4-甲基吡啶、2,6-二甲基吡啶、3,5-二甲基吡啶、2,3,5-三甲基吡啶、3,5-二乙基吡啶、2,2'-联吡啶、2,4'-联吡啶、4,4'-联吡啶等吡啶类;1-甲基咪唑等的咪唑类等。作为叔膦,可以举出三辛基膦、三苯基膦等。其中,优选三丁基胺、三辛基胺、N-苄基-N-乙基苯胺、吡啶、2-甲基吡啶、3-甲基吡啶、4-甲基吡啶、3,5-二乙基吡啶、2,2'-联吡啶、1-甲基咪唑、三辛基膦和三苯基膦。

[0034] 本发明的鎘盐组合物含有鎘盐 (1) 和有机碱。有机碱的含量相对于鎘盐 (1),通常为 1ppm 以上,优选为 10 ~ 5000ppm,更优选 10 ~ 1000ppm。

[0035] 本发明的鎘盐组合物例如可以通过在鎘盐 (1) 中添加有机碱并进行混合的方法等来制造。添加有机碱时的温度,只要是能够均匀地将两者混合的温度就无限制,但是通常是 10°C 以上,优选 15°C ~ 100°C,特别优选 20°C ~ 50°C。

[0036] 鎘盐组合物还可以含有溶剂。作为溶剂,只要是对鎘盐 (1) 和有机碱为惰性的溶剂就无限制。具体而言,可以举出戊烷、己烷、庚烷、辛烷、癸烷等脂肪烃溶剂;甲醇、乙醇、丁醇、戊醇、己醇等醇溶剂;乙酸甲酯、乙酸乙酯等酯溶剂;丙酮、甲基乙基酮、甲基异丁基酮等酮溶剂;苯、甲苯、二甲苯等芳香烃溶剂等,优选酯溶剂,更优选乙酸乙酯。这些溶剂可以单独使用,也可以混合两种以上使用。在本发明的鎘盐组合物含有溶剂时,该溶剂的含量相对于鎘盐 (1),通常为 1 ~ 100 重量%,优选 1 ~ 50 重量%。

实施例

[0037] 以下,根据实施例对本发明进行更加具体的说明,但是本发明不限于这些实施例。另外,以下的实施例中,水分使用京都电子工业公司制卡尔费休水分测定装置 (MKA-520) 进行测定,氟离子 (F^-) 使用 DIONEX 公司制离子色谱仪 (DX-100) 进行测定 (检测限为 10ppm。)

[0038] 制造例 1

[0039] 将三辛基甲基铵=氯化物 39.6g、水 51.3g、钾=六氟磷酸盐 18.0g 和甲基乙基酮

51.3g 混合。将得到的混合物在 25℃ 搅拌 1 小时,使其反应。反应结束后,利用分液操作将有机层从所得的反应混合物中分离。将得到的有机层用水 32.2g 洗涤 2 次。将所得的有机层浓缩。将所得的浓缩残渣在减压下干燥,得到三辛基甲基铵=六氟磷酸盐(以下简称 TOMA-PF6)49.3g。(收率 98%,水分 400ppm)。

[0040] 制造例 2

[0041] 除了在制造例 1 中,使用 1-甲基-3-丙基咪唑鎓=溴化物代替三辛基甲基铵=氯化物、并使用二氯甲烷代替甲基乙基酮以外,其余与制造例 1 同样地实施,得到 1-甲基-3-丙基咪唑鎓=六氟磷酸盐(以下简称 MPIM-PF6)24.2g(收率 91%,水分 900ppm)。

[0042] 制造例 3

[0043] 除了在制造例 2 中,使用 1-己基-4-甲基吡啶鎓=溴化物代替 1-甲基-3-丙基咪唑鎓=溴化物以外,其余与制造例 2 同样地实施,得到 1-己基-4-甲基吡啶鎓=六氟磷酸盐(以下简称 HMPy-PF6)30.6g(收率 96%,水分 600ppm)。

[0044] 制造例 4

[0045] 除了在制造例 2 中,使用 1-辛基-4-甲基吡啶鎓=溴化物代替 1-甲基-3-丙基咪唑鎓=溴化物以外,其余与制造例 2 同样地实施,得到 1-辛基-4-甲基吡啶鎓=六氟磷酸盐(以下简称 OMPy-PF6)33.5g(收率 97%,水分 600ppm)。

[0046] 制造例 5

[0047] 除了在制造例 2 中,使用 1-辛基吡啶鎓=溴化物代替 1-甲基-3-丙基咪唑鎓=溴化物以外,其余与制造例 2 同样地实施,得到 1-辛基吡啶鎓=六氟磷酸盐(以下简称 OPy-PF6)32.1g(收率 97%,水分 200ppm)。

[0048] 实施例 1

[0049] 在玻璃容器中量取 100g 的 TOMA-PF6 和的 0.05g 三辛基胺后,在大气中密闭,利用旋转式转子搅拌机在室温下混合 1 小时,制备含有 TOMA-PF6 和三辛基胺的鎓盐组合物。将含有所得的鎓盐组合物的玻璃容器在 80℃ 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的氟离子(F⁻)浓度。将结果示于表 1。

[0050] 实施例 2

[0051] 除了在实施例 1 中使用 4-甲基吡啶代替三辛基胺以外,其余与实施例 1 同样地实施,制备含有 TOMA-PF6 和 4-甲基吡啶的鎓盐组合物。与实施例 1 同样,将含有所得的鎓盐组合物的玻璃容器在 80℃ 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 1。

[0052] 实施例 3

[0053] 除了在实施例 1 中使用 MPIM-PF6 代替 TOMA-PF6、并使用 1-甲基咪唑代替三辛基胺以外,其余与实施例 1 同样地实施,制备含有 MPIM-PF6 和 1-甲基咪唑的鎓盐组合物。与实施例 1 同样,将含有所得的鎓盐组合物的玻璃容器在 80℃ 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 1。

[0054] 实施例 4

[0055] 除了在实施例 3 中使用 4-甲基吡啶代替 1-甲基咪唑以外,其余与实施例 3 同样地实施,制备含有 MPIM-PF6 和 4-甲基吡啶的鎓盐组合物。与实施例 3 同样,将含有所得的鎓盐组合物的玻璃容器在 80℃ 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓

度。将结果示于表 1。

[0056] 实施例 5

[0057] 除了在实施例 4 中使用 HMPy-PF6 代替 MPIM-PF6 以外,其余与实施例 4 同样地实施,制备含有 HMPy-PF6 和 4- 甲基吡啶的鎓盐组合物。与实施例 4 同样,将含有所得的鎓盐组合物的玻璃容器在 80℃ 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 1。

[0058] 实施例 6

[0059] 除了在实施例 4 中使用 OMPy-PF6 代替 MPIM-PF6 以外,其余与实施例 4 同样地实施,制备含有 OMPy-PF6 和 4- 甲基吡啶的鎓盐组合物。与实施例 4 同样,将含有所得的鎓盐组合物的玻璃容器在 80℃ 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 1。

[0060] 实施例 7

[0061] 除了在实施例 1 中使用 OPy-PF6 代替 TOMA-PF6、并使用 3,5- 二乙基吡啶代替三辛基胺以外,其余与实施例 1 同样地实施,制备含有 OPy-PF6 和 3,5- 二乙基吡啶的鎓盐组合物。与实施例 1 同样,将含有所得的鎓盐组合物的玻璃容器在 80℃ 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 1。另外,在表 1 中,“F⁻ 检测天数”表示检测到 1000ppm 以上 F⁻ 的试样的保存天数,“F⁻ 浓度”表示此时的 F⁻ 浓度测定值。

[0062] [表 1]

[0063]

	鎓盐 (1) (水分量)	有机碱	F ⁻ 检测天数 (F ⁻ 浓度)
实施例 1	TOMA-PF6 (400ppm)	三辛基胺	经过 30 天后仍为 检测限以下
实施例 2	TOMA-PF6 (400ppm)	4- 甲基吡啶	经过 30 天后仍为 检测限以下
实施例 3	MPIM-PF6 (900ppm)	1- 甲基咪唑	经过 30 天后仍为 检测限以下
实施例 4	MPIM-PF6 (900ppm)	4- 甲基吡啶	经过 30 天后仍为 检测限以下
实施例 5	HMPy-PF6 (600ppm)	4- 甲基吡啶	经过 30 天后仍为 检测限以下
实施例 6	OMPpy-PF6 (600ppm)	4- 甲基吡啶	经过 30 天后仍为 检测限以下

实施例 7	OPy-PF6 (200ppm)	3,5-二乙基吡啶	经过 30 天后仍为 检测限以下
-------	---------------------	-----------	---------------------

[0064] 由表 1 可知,本发明的鎏盐组合物,即使存在微量的水分,仍在 80°C 稳定 30 天。

[0065] 比较例 1

[0066] 除了在实施例 1 中不使用三辛基胺以外,其余与实施例 1 同样地实施。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 2。另外,在表 2 中,“F⁻ 检测天数”表示检测到 1000ppm 以上 F⁻ 浓度的试样的保存天数,“(F⁻ 浓度)”表示此时的 F⁻ 浓度测定值。

[0067] 比较例 2

[0068] 除了在实施例 3 中不使用 1-甲基咪唑以外,其余与实施例 3 同样地实施。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 2。

[0069] 比较例 3

[0070] 除了在实施例 5 中不使用 4-甲基吡啶以外,其余与实施例 5 同样地实施。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 2。

[0071] 比较例 4

[0072] 除了在实施例 6 中不使用 4-甲基吡啶以外,其余与实施例 6 同样地实施。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 2。

[0073] 比较例 5

[0074] 除了在实施例 7 中不使用 3,5-二乙基吡啶以外,其余与实施例 7 同样地实施。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 2。

[0075] 表 2

[0076]

	鎏盐 (1) (水分量)	有机碱	F ⁻ 检测天数 (F ⁻ 浓度)
比较例 1	TOMA-PF6 (400ppm)	无	4 天 (2500ppm)
比较例 2	MPIM-PF6 (900ppm)	无	1 天 (1800ppm)
比较例 3	HMPy-PF6 (600ppm)	无	1 天 (1600ppm)
比较例 4	OMPy-PF6 (600ppm)	无	1 天 (1300ppm)
比较例 5	OPy-PF6 (200ppm)	无	1 天 (1100ppm)

[0077] 实施例 8 ~ 18

[0078] 除了在实施例 5 中使用表 3 中记载的有机碱代替 4-甲基吡啶以外,其余与实施例

5 同样地实施,制备鎔盐组合物。将含有所得的鎔盐组合物的玻璃容器在 80℃的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。其结果是,即使经过 30 天后 F⁻ 浓度仍为检测限以下。由该结果可知,本发明的鎔盐组合物,即使存在微量的水分,在仍在 80℃ 稳定 30 天。

[0079] 表 3

[0080]

	有机碱
实施例 8	三丁基胺
实施例 9	三辛基胺
实施例 10	N- 苄基 -N- 乙基苯胺
实施例 11	吡啶
实施例 12	2- 甲基吡啶
实施例 13	3- 甲基吡啶
实施例 14	1- 甲基咪唑
实施例 15	3,5- 二乙基吡啶
实施例 16	三辛基磷
实施例 17	三苯基磷
实施例 18	2,2' - 联吡啶

[0081] 比较例 6 ~ 12

[0082] 除了在实施例 5 中使用表 4 中记载的化合物代替 4- 甲基吡啶以外,其余与实施例 5 同样地实施,制备比较用鎔盐组合物。将含有所得的比较用鎔盐组合物的玻璃容器在 80℃的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。其结果示于表 4。另外,在表 4 中,“F⁻ 检测天数”表示检测到 1000ppm 以上 F⁻ 浓度的试样的保存天数,“(F⁻ 浓度)”表示此时的 F⁻ 浓度测定值。

[0083] 表 4

[0084]

	化合物	F ⁻ 检测天数 (F ⁻ 浓度)
比较例 6	氢氧化钠	1 天 (1800ppm)
比较例 7	氯化钠	1 天 (2000ppm)

比较例 8	氢氧化钾	1 天 (1900ppm)
比较例 9	氯化钾	1 天 (1800ppm)
比较例 10	碳酸钠	1 天 (1800ppm)
比较例 11	碳酸钾	1 天 (1800ppm)
比较例 12	乙酸	1 天 (3900ppm)

[0085] 实施例 19

[0086] 在玻璃容器中量取 100g 的 HMPy-PF₆、0.05g 的 4-甲基吡啶和 50g 的乙酸乙酯后，在大气中密闭，利用旋转式转子搅拌机在室温下混合 1 小时，制备含有 HMPy-PF₆ 和 4-甲基吡啶的镧盐组合物。将含有所得的镧盐组合物的玻璃容器在 60℃ 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样，测定试样中的氟离子 (F⁻) 浓度。将结果示于表 5。另外，在表 5 中，“F⁻ 检测天数”表示检测到 1000ppm 以上 F⁻ 浓度的试样的保存天数，“(F⁻ 浓度)”表示此时的 F⁻ 浓度测定值。

[0087] 实施例 20

[0088] 除了在实施例 19 中将 4-甲基吡啶的使用量设为 0.01g 以外，其余与实施例 19 同样地实施。结果示于表 5。

[0089] 比较例 13

[0090] 除了在实施例 19 中不使用 4-甲基吡啶以外，其余与实施例 19 同样地实施。结果示于表 5。

[0091] 比较例 14

[0092] 除了在实施例 19 中不使用 4-甲基吡啶、并将乙酸乙酯的使用量设为 25g 以外，其余与实施例 19 同样地实施。结果示于表 5。

[0093] 比较例 15

[0094] 除了在比较例 14 中使用异丙醇代替乙酸乙酯以外，其余与比较例 14 同样地实施。结果示于表 5。

[0095] 表 5

[0096]

	有机碱 (含量)	溶剂 (含量)	F ⁻ 检测天数 (F ⁻ 浓度)
实施例 19	4-甲基吡啶 (500ppm)	乙酸乙酯 (50 重量%)	经过 30 天后仍为检测限 以下
实施例 20	4-甲基吡啶 (100ppm)	乙酸乙酯 (50 重量%)	20 天 (3100ppm)

比较例 13	无	乙酸乙酯 (50 重量%)	2 天 (1900ppm)
比较例 14	无	乙酸乙酯 (25 重量%)	1 天 (1800ppm)
比较例 15	无	异丙醇 (25 重量%)	1 天 (1800ppm)

[0097] 实施例 21 ~ 24

[0098] 除了在实施例 5 中将 4- 甲基吡啶的使用量以表 6 所示的量进行代替以外,其余与实施例 5 同样地实施,制备含有 HMPy-PF6 和 4- 甲基吡啶的镧盐组合物。与实施例 5 同样地,将含有所得的镧盐组合物的玻璃容器在 80°C 的恒温槽中保存。每天采集规定量的试样,测定试样中的 F⁻ 浓度。将结果示于表 6。另外,在表 6 中,“F⁻ 检测天数”表示检测到 1000ppm 以上 F⁻ 浓度的试样的保存天数,“(F⁻ 浓度)”表示此时的 F⁻ 浓度测定值。

[0099] 表 6

[0100]

	有机碱 (含量)	F ⁻ 检测天数 (F ⁻ 浓度)
实施例 21	4- 甲基吡啶 (100ppm)	经过 30 天后仍为检测限以下
实施例 22	4- 甲基吡啶 (50ppm)	经过 30 天后仍为检测限以下
实施例 23	4- 甲基吡啶 (25ppm)	经过 30 天后仍为检测限以下
实施例 24	4- 甲基吡啶 (10ppm)	经过 30 天后仍为检测限以下

[0101] 本发明的镧盐组合物,由于难以因微量水分和热导致水解,因此从处理和长期保存的角度出发,可以维持稳定性。此外,根据本发明的方法,通过使其含有有机碱,可以抑制镧盐 (1) 因微量水分和热导致的水解,可以稳定地保存镧盐 (1)。