(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 268 442**

(51) Int. Cl.:
C07F 5/02 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Número de solicitud europea: **03770631 .4**
(86) Fecha de presentación : **01.10.2003**
(87) Número de publicación de la solicitud: **1549656**
(87) Fecha de publicación de la solicitud: **06.07.2005**

(54) Título: **Procedimiento para producir sales de tetraquis("F"-aril)borato.**

(30) Prioridad: **03.10.2002 US 264475**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2007

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2007

(73) Titular/es: **ALBEMARLE CORPORATION**
451 Florida Street
Baton Rouge, Louisiana 70801-1765, US

(72) Inventor/es: **Lee, John, Y. y**
Mathur, Rajeev, S.

(74) Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir sales de tetraquis("F"-aril)borato.

Campo técnico

Esta invención se refiere a un método para elaborar sales de tetraquis(^{F}aril)borato de catión orgánico a partir de un tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino. Cuando el catión orgánico es un catión amonio prótico o un catión triarilmetilo, la sal de tetraquis(^{F}aril)borato es útil como un cocatalizador para la polimerización catalizada por metalocenos. Cuando el catión orgánico es un catión "onio", la sal de tetraquis(^{F}aril)borato es útil como un iniciador en la reticulación de poliorganosiloxanos.

Antecedentes

US 2001/056022 A1 (ISHIMARU KAZUHIKO Y OTROS), 27 de Diciembre de 2001 (2001-12-27) describe

un procedimiento para elaborar un tetraquis(pentafluorofenil)borato de tritilo esencialmente libre de éter, que comprende las etapas de:

proporcionar un compuesto substancialmente libre de éter seleccionado del grupo que consiste en tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico y tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico;

hacer reaccionar el compuesto substancialmente libre de éter con un haluro de tritilo en un líquido hidrocarbonado para formar una suspensión de tetraquis(pentafluorofenil)borato de tritilo y un haluro en un líquido hidrocarbonado;

separar el tetraquis(pentafluorofenil)borato de tritilo y el haluro del líquido hidrocarbonado mediante un método seleccionado del grupo que consiste en filtración y decantación;

disolver el tetraquis(pentafluorofenil)borato de tritilo en un disolvente halogenado para formar una solución, dicho disolvente halogenado libre de oxígeno, nitrógeno y otros átomos coordinantes; y

retirar el disolvente de la solución de tetraquis(pentafluorofenil)borato de tritilo.

Se ha encontrado que, cuando están secos, los tetraquis(^{F}aril)boratos de metal alcalino son térmicamente sensibles. Los tetraquis(^{F}aril)boratos de metal alcalino también son sensibles al choque. Estas sensibilidades indican claramente peligros potenciales en el manejo y el procesamiento de tales compuestos. Debido a que los tetraquis(^{F}aril)boratos de metal alcalino son productos intermedios útiles en la preparación de tetraquis(^{F}aril)boratos de catión orgánico, sería muy deseable minimizar o eliminar estos problemas de sensibilidad.

Sumario de la invención

Sorprendentemente, se ha descubierto que la presencia de disolvente, especialmente un hidrocarburo halogenado, mitiga la sensibilidad tanto térmica como al choque de tetraquis(^{F}aril)boratos de metal alcalino. Adicionalmente, se ha encontrado que el tiempo de reacción cuando se forman tetraquis(^{F}aril)boratos de triarilmetilo a partir de tetraquis (^{F}aril)boratos de metal alcalino se reduce significativamente cuando se trabaja en hidrocarburos halogenados. En particular, la reacción de 20 gramos de tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico con cloruro de trifenilmetilo se completa en menos de veinte minutos en diclorometano, en comparación con más de diez horas para la misma reacción a la misma escala en hexano.

Una modalidad de esta invención es un procedimiento para producir tetraquis(^{F}aril)borato de amonio prótico, un tetraquis(^{F}aril)borato de "onio" o un tetraquis(^{F}aril)borato de triarilmetilo a partir de una solución o suspensión de un tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino en un medio etéreo líquido o un medio hidrocarbílico líquido. Este procedimiento comprende substituir el medio etéreo líquido o el medio hidrocarbílico líquido por al menos un hidrocarburo halogenado, sin aislar el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino, para formar una nueva suspensión o solución. Al menos una porción de la nueva suspensión o solución se mezcla junto con una sal seleccionada de a) una sal de amonio prótico, b) una sal de "onio" y c) una sal de triarilmetilo, para producir un tetraquis(^{F}aril)borato de amonio prótico, un tetraquis(^{F}aril)borato de "onio" o un tetraquis(^{F}aril)borato de triarilmetilo. El catión triarilmetilo tiene tres grupos arilo unidos a un átomo de carbono central. El catión amonio prótico tiene la fórmula $[R_3NH]^{\oplus}$, en la que cada R es independientemente un grupo hidrocarbilo que contiene hasta treinta átomos de carbono, y el catión "onio" tiene la fórmula $[ER_n]^{\oplus}$, en la que E es un elemento de cualquiera de los Grupos 15-17 de la Tabla Periódica, en la cada R es independientemente un grupo hidrocarbilo que contiene hasta treinta átomos de carbono, y en la que n es igual a la valencia de E más uno. Para la identificación de los grupos de la Tabla Periódica, véase, por ejemplo, la Tabla Periódica que aparece en *Chemical & Engineering News*, 4 de Febrero de 1985, 69, 26.

El anión borato tiene cuatro grupos arilo que contienen flúor, cada uno de los cuales tiene unidos directamente a un anillo aromático al menos dos átomos de flúor, o al menos dos grupos perfluorohidrocarbilo, o al menos un átomo de flúor y al menos un grupo perfluorohidrocarbilo. Se prefiere que estén unidos directamente a un anillo aromático al menos dos átomos de flúor o al menos dos grupos perfluorohidrocarbilo. Cada posición del anillo o los anillos

aromáticos del grupo ^{F}arilo que no es un átomo de flúor o un grupo perfluorohidrocarbilo está substituida por un átomo de hidrógeno, un grupo hidrocarbilo, un grupo alcoxi o un grupo sililo. Los grupos ^{F}arilo pueden ser iguales o diferentes entre sí, se prefiere que los cuatro grupos ^{F}arilo sean iguales.

Modalidades adicionales de esta invención se harán evidentes a partir de la descripción subsiguiente y las reivindicaciones adjuntas.

Descripción detallada adicional de la invención

El medio etéreo líquido está comprendido por uno o más éteres dihidrocarbílicos líquidos y también puede incluir uno o más hidrocarburos líquidos, agua o mezclas de los mismos. El medio hidrocarbílico líquido está comprendido por uno o más hdirocarburos líquidos y también puede incluir uno o más éteres dihidrocarbílicos líquidos, o mezclas de los mismos. Típicamente, el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino en un medio etéreo líquido está en la forma de una solución, mientras que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino en medio hidrocarbílico líquido está habitualmente en la forma de una suspensión. A menudo, el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino en medio hidrocarbílico líquido forma una capa oleosa en el fondo de la solución cuando están presentes trazas de éter y/o agua.

El tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino puede ser tetraquis(^{F}aril)borato de litio, sodio, potasio, rubidio o cesio. Preferiblemente, el metal alcalino del tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es litio, potasio o sodio; lo más preferiblemente, el metal alcalino es sodio o potasio. El más preferido como el metal alcalino es el potasio; así, el tetraquis (^{F}aril)borato de metal alcalino más preferido es un tetraquis(^{F}aril)borato potásico.

A lo largo de este documento, debe entenderse que el término “grupo ^{F}arilo” significa, según se describe anteriormente, un grupo arilo que contiene flúor, que tiene unidos directamente a un anillo aromático al menos dos átomos de flúor, o al menos dos grupos perfluorohidrocarbilo, o al menos un átomo de flúor y al menos un grupo perfluorohidrocarbilo. Se prefiere que estén unidos directamente a un anillo aromático al menos dos átomos de flúor o al menos dos grupos perfluorohidrocarbilo. Cada posición en el anillo o los anillos aromáticos del grupo ^{F}arilo que no sea un átomo de flúor o un grupo perfluorohidrocarbilo está substituida por un átomo de hidrógeno, un grupo hidrocarbilo, un grupo alcoxi o un grupo sililo. El anillo aromático del grupo ^{F}arilo puede ser, pero no se limita a, benceno, naftaleno, antraceno, bifenilo, fenantreno o indeno. El benceno es el resto aromático preferido. Los grupos perfluorohidrocarbilo incluyen alquil- y aril-perfluorocarbonos; grupos perfluorohidrocarbilo adecuados son, por ejemplo, trifluorometilo, pentafluoroetilo, pentafluorofenilo y heptafluoronaftilo. Los grupos hidrocarbilo de los grupos arilo son preferiblemente grupos alquilo C_1 a C_{18} o grupos arilo o aralquilo C_6 a C_{20}. Ejemplos de grupos hidrocarbilo adecuados son metilo, etilo, isopropilo, terc-butilo, ciclopentilo, metilciclohexilo, decilo, fenilo, tolilo, xililo, bencilo, naftilo y tetrahidronaftilo. Los grupos alcoxi tienen preferiblemente restos alquilo C_1 a C_6. Algunos ejemplos de grupos alcoxi son metoxi, etoxi, isopropoxi, metilciclopentoxi y ciclohexoxi. Los grupos sililo tienen preferiblemente grupos alquilo C_1 a C_{18} o grupos arilo o aralquilo C_6 a C_{20}. Grupos sililo adecuados incluyen trimetilsililo, triisopropilsililo, terc-butil (dimetil)sililo, tridecilsililo y trifenilsililo. Ejemplos de grupos ^{F}arilo que pueden estar presentes en el resto de borato de esta invención incluyen 3,5-bis(trifluorometil)fenilo, 2,4,6-tris(trifluorometil)fenilo, 4-[tri(isopropil)silil]-tetrafluorofenilo, 4-[dimetil(terc-butil)silil]-tetrafluorofenilo, 4’-(metoxi)-octafluorobifenililo, 2,3-bis(pentafluoroetil)-naftilo, 2-(isopropoxi)-hexafluoronaftilo, 9,10-bis(heptafluoropropil)-heptafluoroantrilo, 9,10-bis(p-tolil)-heptafluorofenantrilo y 1-(trifluorometil)-tetrafluoroindenilo. Se prefiere que como mucho dos substituyentes en el anillo del grupo arilo sean hidrocarbilo, perfluorohidrocarbilo o alcoxi, mientras que el resto de los substituyentes son átomos de flúor.

Se prefiere altamente tener grupos ^{F}arilo en los que todos los substituyentes sean átomos de flúor. Ejemplos de tales grupos son pentafluorofenilo, 4-nonafluorobifenililo, 2-nonafluorobifenililo, 1-heptafluoronaftilo, 2-heptafluoronaftilo, 7-nonafluoroantrilo, 9-nonafluorofenantrilo y grupos análogos. El grupo perfluoroarilo más altamente preferido es el pentafluorofenilo; así, el borato más altamente preferido es el tetraquis(pentafluorofenil)borato.

Hidrocarburos halogenados que pueden usarse incluyen, pero no se limitan a, diclorometano, dibromometano, triclorometano, bromoclorometano, diclorodifluorometano, 1,2-dicloroetano, 1,2-dibromoetano, tetracloroetano, 1-bromo-2-cloroetano, tricloroetileno, 1-bromopropano, (clorometil)ciclopropano, 1-bromobutano, 1-bromo-2-etilbutano, 1,1-dicloro-3,3-dimetilbutano, cloruro de ciclobutilo, cloruro de neopentilo, 1-bromo-5-cloropentano, bromuro de ciclopentilo, 1,6-dibromohexano, trans-1,2-diclorociclohexano, 1-cloroheptano, 1,8-diclorooctano y mezclas de dos cualesquiera o más de los precedentes. Hidrocarburos halogenados preferidos son diclorometano, triclorometano y 1,2-dicloroetano; el más preferido es el diclorometano.

La substitución del medio etéreo líquido o el medio hidrocarbílico líquido, en el que se disuelve o suspende el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino, por un hidrocarburo halogenado puede efectuarse mediante una variedad de medios. Métodos típicos incluyen decantación, intercambio de disolvente a través de destilación (no hasta sequedad), evaporación suave (no hasta sequedad) y centrifugación. Por ejemplo, la mayoría del medio etéreo o hidrocarbílico líquido puede decantarse, seguido por la adición del hidrocarburo o los hidrocarburos halogenados. Si los dos medios son inmiscibles, pueden dejarse separar, de modo que pueda decantarse más medio etéreo líquido o hidrocarbílico líquido. La clave es que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino no se aísle del disolvente en ningún punto durante la substitución. Generalmente, se forma una suspensión del tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino en el hidrocarburo halogenado. La substitución puede efectuarse a cualquier temperatura adecuada por debajo del punto de ebullición del hidrocarburo halogenado, con tal de que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino no se vea afectado adversamente.

La nueva suspensión o solución, que comprende el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino en el hidrocarburo halogenado, se mezcla con una sal de triarilmetilo, una sal de amonio prótico o una sal de "onio".

El término "catión triarilmetilo" se refiere a carbocationes que tienen grupos arilo unidos a un átomo de carbono central. Los grupos arilo del catión triarilmetilo tienen de 6 a 12 átomos de carbono, pueden ser iguales o diferentes y pueden estar substituidos o no substituidos. Ejemplos de grupos arilo adecuados incluyen fenilo, tolilo, xililo, naftilo y 2-etilnaftilo; se prefieren tolilo y fenilo; el más preferido es el fenilo. El catión triarilmetilo más preferido es un catión trifenilmetilo. Muchos aniones inorgánicos pueden ser iones conjugados apropiados para un catión triarilmetilo; ejemplos de aniones inorgánicos adecuados incluyen cloruro, bromuro, yoduro, tetrafluoroborato o hexafluorofosfato. Aniones inorgánicos preferidos son los haluros, especialmente el cloruro; así, la sal preferida es el cloruro de trifenilmetilo.

Para el contacto de un tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino y una sal de triarilmetilo, el medio líquido de hidrocarburo halogenado está preferiblemente seco (en el sentido de tener la mínima agua presente) y se prefiere que la reacción se efectúe en una atmósfera inerte comprendida por uno o más gases inertes, tales como, por ejemplo, nitrógeno, helio o argón.

Pueden formarse sales de amonio prótico del tetraquis(^{F}aril)borato a partir del tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino. Estos cationes amonio tienen la fórmula general $[R_3NH]^{\oplus}$, en la que cada R es independientemente un grupo hidrocarbilo que contiene hasta treinta átomos de carbono. R es preferiblemente un grupo hidrocarbilo alifático o aromático; grupos hidrocarbilo preferidos incluyen metilo y fenilo. Ejemplos de cationes amonio prótico adecuados incluyen, pero no se limitan a, cationes trimetilamonio, trietilamonio, ciclohexil(dimetil)amonio, tri(*n*-octil)amonio, fenil(dimetil)amonio, difenil(etil)amonio y trifenilamonio. Como se describe anteriormente para la sal de triarilmetilo, muchos aniones inorgánicos pueden ser iones conjugados apropiados para el catión amonio prótico. De nuevo, los haluros, especialmente el cloruro, son aniones inorgánicos preferidos; así, la sal preferida es generalmente un cloruro de amonio prótico.

La sal de amonio prótico puede formarse poco antes de hacerla reaccionar con el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino; esto se efectúa haciendo reaccionar R_3N, en donde R se define como para los cationes amonio prótico, con un ácido prótico para formar el catión amonio prótico. Ácidos próticos preferidos incluyen ácido clorhídrico, ácido bromhídrico, ácido yodhídrico, ácido fluobórico y ácido hexafluorofosfórico; el ácido clorhídrico es un ácido prótico particularmente preferido. Preferiblemente, el catión amonio prótico se forma en solución acuosa. Para la mezcladura de la sal de amonio prótico y el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino, no es necesaria la exclusión de agua.

Otras sales, generalmente denominadas sales de "onio", pueden hacerse reaccionar con el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino para dar el correspondiente tetraquis(^{F}aril)borato de "onio". Los cationes "onio" están definidos por la fórmula $[ER_n]^{\oplus}$, en la que E es un elemento de cualquiera de los Grupos 15-17 de la Tabla Periódica, cada R es independientemente un grupo hidrocarbilo que contiene hasta treinta átomos de carbono y n es igual a la valencia de E más uno. R es preferiblemente un grupo hidrocarbilo alifático o aromático. Como un ejemplo de n, cuando E es azufre, que tiene una valencia de dos, n es tres. Según se describe previamente tanto para las sales de triarilmetilo como para las sales de amonio prótico, muchos aniones inorgánicos pueden ser iones conjugados apropiados para el catión "onio". Aniones inorgánicos preferidos son los haluros, especialmente el cloruro; así, la sal preferida es generalmente un cloruro de "onio". Para formar los tetraquis(^{F}aril)boratos de "onio", pueden usarse métodos de intercambio catiónico estándar. Ejemplos de sales de "onio" adecuadas incluyen, pero no se limitan a, cloruro de difenilyodonio, bromuro de tris(*p*-tolil)sulfonio y cloruro tetraetilfosfonio.

Generalmente, el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino y la sal de triarilmetilo, la sal de amonio prótico o la sal de "onio" se mezclan entre sí a temperatura ambiente. La mezcladura a temperatura ambiente se prefiere debido que el rendimiento de tetraquis(^{F}aril)borato de trietilmetilo, amonio prótico u "onio" es a menudo muy superior que cuando la mezcla se calienta. Puede producirse algo de calor durante el transcurso de la reacción, elevando la temperatura de la mezcla. La mezcla puede calentarse, con tal de que la temperatura no supere la temperatura de descomposición térmica del producto de la reacción. El calentamiento durante el contacto del tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino y la sal de triarilmetilo, amonio prótico u "onio" se prefiere cuando se desea una reacción más rápida. La agitación de la mezcla de reacción habitualmente es necesaria para que avance la reacción.

El tiempo de contacto para tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino y la sal de amonio prótico o la sal de "onio" es preferiblemente de quince minutos a ocho horas; más preferiblemente es un tiempo en el intervalo de veinte minutos a seis horas. Para mezclar el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino y la sal de triarilmetilo, el tiempo de contacto a temperatura ambiente está preferiblemente en el intervalo de veinte minutos a veinticuatro horas y más preferiblemente está en el intervalo de una hora a doce horas. Se prefiere un tiempo de contacto para el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino y la sal de triarilmetilo cuando se calienta en el intervalo de treinta minutos a veinte horas; un intervalo más preferible es de una hora a quince horas; se prefiere altamente un tiempo de contacto en el intervalo de dos horas a doce horas.

Se realizaron experimentos sobre tetraquis(^{F}aril)boratos de metal alcalino secos (libres de disolvente). Todos los materiales se probaron en condiciones "estándar" (altura de caída = 100 cm; peso de caída = 5 kg). Se realizaron cuatro ensayos con tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico. Una marca chamuscada negra similar a un disparo quedaba en la celda de prueba después de la prueba. Los resultados se resumen en la Tabla 1.

TABLA 1

Experiencia	Descompuesto	Observaciones
1	Sí	El residuo estaba en su mayor parte decolorado (gris/negro). No se observaron humo o chispas.
2	Sí	Se producía una pequeña cantidad de humo durante el impacto. El residuo estaba completamente decolorado (gris/negro).
3	Sí	El residuo estaba completamente decolorado (gris/negro). No se observaron humo o chispas.
4	Sí	Se observaron humo y chispas durante el impacto. Residuo chamuscado negro similar a un disparo

El siguiente ejemplo se presenta con propósitos de ilustración y no pretende plantear limitaciones al alcance de esta invención.

Ejemplo

Se añadió tolueno (0,35 g) a 0,72 g de $KB(C_6F_5)_4$, lo que daba como resultado la formación de una torta húmeda. La torta húmeda no podía removerse. La adición de CH_2Cl_2 (2,1 g) a la torta húmeda daba como resultado una suspensión que podía removerse. Cloruro de tritilo (Ph_3CCl; 0,33 g, 120% en moles) se añadió lentamente con agitación a la suspensión, formando $Ph_3CB(C_6F_5)_4$ de color rojo intenso. La reacción ligeramente exotérmica se completaba en aproximadamente 1 minuto. Se formaba KCl como un producto secundario. El KCl se recogió mediante filtración; la torta filtrante se enjuagó con 2,0 g de CH_2Cl_2. La solución resultante de $Ph_3CB(C_6F_5)_4$ pesaba 4,5 g, para una concentración de 20% en peso. La evaporación de ~1,0 g de CH_2Cl_2 daba un 26% en peso de $Ph_3CB(C_6F_5)_4$.

Se añadió lentamente hexano (~ 4,0 g) a la solución de $Ph_3CB(C_6F_5)_4/CH_2Cl_2$ a 25ºC con agitación rápida. Se observó en primer lugar una capa oleosa roja; esta se solidificaba en 10 minutos y revestía la pared del matraz. Después de agitar durante 1 hora a 25ºC, todos los sólidos se desprendían de la pared del matraz para formar producto de $Ph_3CB(C_6F_5)_4$ amarillo fino. Este sólido amarillo se recogió mediante filtración sobre una frita gruesa y a continuación se enjuagó una vez con hexano (3,0 g). El análisis por NMR (método del patrón interno) de sólidos B4 secados por purga mostraba una pureza de más de 99%. El rendimiento era al menos 89%.

Ha de entenderse que los reaccionantes y los componentes mencionados mediante el nombre o la fórmula químicos en cualquier parte de la memoria descriptiva o las reivindicaciones de la misma, ya se mencionen en singular o en plural, se identifican según existen antes de entrar en contacto con otra substancia mencionada por su nombre químico o tipo químico (por ejemplo, otro reaccionante o un disolvente). No importa qué cambios, transformaciones y/o reacciones químicos preliminares, si los hay, tengan lugar en la mezcla o la solución o el medio de reacción resultantes, ya que tales cambios, transformaciones y/o reacciones son el resultado natural de poner en contacto los reaccionantes y/o componentes especificados bajo las condiciones requeridas de acuerdo con esta descripción. Así, los reaccionantes y los componentes se identifican como ingredientes que han de ponerse en contacto en relación con realizar una reacción química deseada o al formar una mezcla que ha de usarse para efectuar una reacción deseada. De acuerdo con esto, aun cuando las reivindicaciones puedan referirse posteriormente aquí a substancias, componentes y/o ingredientes en sentido presente ("comprende" o "es"), la referencia es a la substancia, el componente o el ingrediente según existía en el momento justo antes de que se pusiera en contacto, se combinara o mezclara en primer lugar con una o más de otras substancias, componentes y/o ingredientes de acuerdo con la presente descripción. Cualesquiera transformaciones, si las hay, que se produzcan *in situ* a medida que se efectúa una reacción son lo que la reivindicación pretende cubrir. Así, el hecho de que una substancia, un componente o un ingrediente pueda haber perdido su identidad original a través de una reacción o transformación química durante el transcurso de operaciones de contacto, combinación o mezcladura, si se efectúan de acuerdo con esta descripción y con la aplicación del sentido común y la experiencia habitual de un químico, es así complemente insubstancial para una comprensión y apreciación exacta del significado y la substancia ciertos de esta descripción y las reivindicaciones de la misma.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir tetraquis(^{F}aril)borato amónico prótico, un tetraquis(^{F}aril)borato de "onio" o un tetraquis(^{F}aril)borato de triarilmetilo a partir de una solución o suspensión de un tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino en un medio etéreo líquido o un medio hidrocarbílico líquido, que comprende

i) substituir dicho medio etéreo líquido o medio hidrocarbílico líquido por al menos un hidrocarburo halogenado, sin aislar el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino, para formar una nueva suspensión o solución; y

ii) mezclar entre sí al menos una porción de dicha nueva suspensión o solución producida en i) con una sal seleccionada de

a) una sal de amonio prótico, en la que el catión amonio prótico tiene la fórmula $[R_3NH]^{\oplus}$, en la que cada R es independientemente un grupo hidrocarbilo que contiene hasta treinta átomos de carbono,

b) una sal de "onio", en la que el catión "onio" tiene la fórmula $[ER_n]^{\oplus}$, en la que E es un elemento de cualquiera de los Grupos 15-17 de la Tabla Periódica, en donde cada R es independientemente un grupo hidrocarbilo que contiene hasta treinta átomos de carbono y en donde n es igual a la valencia de E más uno, y

c) una sal de triarilmetilo, en la que el catión triarilmetilo tiene tres grupos arilo unidos a un átomo de carbono central;

en el que cada uno de los grupos ^{F}arilo es un grupo arilo que contiene flúor, cada uno de los cuales tiene unidos directamente a un anillo aromático al menos dos átomos de flúor, o al menos dos grupos perfluorohidrocarbilo, o al menos un átomo de flúor y al menos un grupo perfluorohidrocarbilo.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano, triclorometano o 1,2-dicloroetano.

3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es un tetraquis(^{F}aril)borato sódico o potásico.

5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que dicho tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es un tetraquis(^{F}aril)borato potásico.

6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es un tetraquis(^{F}aril)borato sódico o potásico y en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano, triclorometano o 1,2-dicloroetano.

7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el anillo aromático de dicho grupo ^{F}arilo es un anillo fenílico.

8. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que todas las posiciones de dicho anillo o anillos aromáticos de dicho grupo arilo están substituidas por átomos de flúor.

9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato es tetraquis(pentafluorofenil)borato.

10. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico.

11. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico y en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano, triclorometano o 1,2-dicloroetano.

12. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico y en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano.

13. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha sal es una sal de amonio prótico.

14. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, en el que al menos un grupo R de dicho catión amónico prótico es un grupo fenilo.

15. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, en el que el catión amonio prótico es un catión fenil (dimetil)amonio.

16. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, en el que el catión amonio prótico es un catión tri(*n*-octil)amonio.

17. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico y en el que dicha sal es una sal de amonio prótico.

18. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17, en el que al menos un grupo R de dicho catión amonio prótico es un grupo fenilo.

19. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17, en el que el catión amonio prótico es un catión fenil (dimetil)amonio.

20. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17, en el que el catión amonio prótico es un catión tri(*n*-octil)amonio.

21. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico, en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano, triclorometano o 1,2-dicloroetano, en el que dicha sal es una sal de amonio prótico y en el que el catión amonio prótico es un catión fenil(dimetil)amonio.

22. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico, en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano, triclorometano o 1,2-dicloroetano, en el que dicha sal es una sal de amonio prótico y en el que el catión amonio prótico es un catión tri(*n*-octil)amonio.

23. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha sal es una sal de “onio”.

24. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 23, en el que al menos un grupo R de dicho catión “onio” es un grupo fenilo.

25. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 22, en el que todos los grupos R de dicho catión “onio” son iguales.

26. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 24, en el que dicha sal de “onio” es una sal de difenilyodonio.

27. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico y en el que dicha sal es una sal de “onio”.

28. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 27, en el que al menos un grupo R de dicho catión “onio” es un grupo fenilo.

29. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 27, en el que dicha sal de “onio” es una sal de difenilyodonio.

30. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico, en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano, triclorometano o 1,2-dicloroetano, en el que dicha sal es una sal de “onio” y en el que dicha sal de “onio” es una sal de difenilyodonio.

31. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha sal es una sal de triarilmetilo.

32. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 31, en el que al menos un grupo arilo de dicho catión triarilmetilo es un grupo fenilo.

33. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 32, en el que el catión triarilmetilo es un catión trifenilmetilo.

34. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico y en el que dicha sal es una sal de triarilmetilo.

35. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 34, en el que al menos un grupo arilo de dicho catión triarilmetilo es un grupo fenilo.

36. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 34, en el que el catión triarilmetilo es un catión trifenilmetilo.

37. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato sódico o tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico, en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano, triclorometano o 1,2-dicloroetano, en el que dicha sal es una sal de triarilmetilo y en el que el catión triarilmetilo es un catión trifenilmetilo.

38. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 37, en el que el tetraquis(^{F}aril)borato de metal alcalino es tetraquis(pentafluorofenil)borato potásico y en el que dicho hidrocarburo halogenado es diclorometano.

39. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha al menos una porción de tetraquis(^{F}aril) borato de metal alcalino y dicha sal están a temperatura ambiente cuando se mezclan entre sí.