



PATENTE DE INVENCION  
=====

B. 1667-3

328273

32 8273

*Memoria Descriptiva*

*sobre*

"Procedimiento para la separación de isótopos del boro".

.=.=.=.=.=.=.=..

*Solicitante:* COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa,  
residente en 29, rue de la Fédération, Paris 15ème,  
Francia.

.=.=.=.=.=.=.=..

El presente invento se refiere a un procedimiento de separación de los isótopos del boro B<sup>10</sup> y B<sup>11</sup> por intercambio químico, presentando dicha separación un gran interes para aplicaciones en la industria nuclear.

5.



Los procedimientos de separación isotópica por intercambio químico son de una aplicación interesante como consecuencia de los factores de separación elemental puestos en juego generalmente importantes.

5.

Sabido es que el valor de la proporción isotópica  $\frac{B^{11}}{B^{10}}$  es de 4,08 para el boro natural. Para separar los isótopos del boro, es conocido el sistema de utilizar la reacción de intercambio entre el trifluoruro de boro gaseoso y su complejo líquido

10.

con el éter metílico (factor de separación  $\alpha$  igual a 1,027) o la reacción de intercambio entre el trifluoruro de boro y su complejo líquido con éter etílico ( $\alpha$  igual a 1,026), o también la que existe entre el trifluoruro de boro y su complejo líquido con

15.

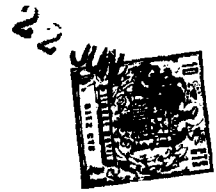
anisol ( $\alpha$  igual a 1,03). El factor de separación elemental  $\alpha$  está definido por el cociente del valor  $\frac{B^{11}}{B^{10}}$  de la parte destilada por el valor  $\frac{B^{11}}{B^{10}}$  de la parte líquida en equilibrio. La realización de estas

20.

reacciones de intercambio a escala industrial tropieza con dificultades de orden tecnológico; resulta además de un elevado precio de coste. La instalación de separación isotópica debe ser en efecto perfectamente estanca, dada la agresividad química del trifluoruro de boro, y exenta de traza de humedad que

25.

aumente el poder corrosivo de  $BF_3$ . La conversión del fluoruro de boro empobrecido en isótopo de masa 10 en ácido bórico constituye una operación económicamente deficitaria con relación al precio comercial



del ácido bórico.

5. El procedimiento que propone el presente invento palia estos inconvenientes. Los productos que emplea son productos químicos industriales muy económicos, y además su agresividad es prácticamente nula con respecto al equipo utilizado.

10. Consiste en separar el isótopo del boro de masa 10 del isótopo del boro de masa 11 por intercambio químico entre un éster bórico y un compuesto no volátil de boro en solución, efectuándose el intercambio en una columna por paso en contracorriente del éster bórico en forma de vapores y de la solución del compuesto de boro en forma líquida.

15. El éster bórico está constituido con preferencia por el borato de metilo o el borato de etilo, y el compuesto de boro por un borato alcalino, por ejemplo el borato sódico, el borato potásico o el borato cálcico.

20. El factor de separación elemental obtenido a la presión atmosférica para la reacción de intercambio entre un borato alcalino y el borato de metilo es comparable al que se observa en la reacción de intercambio entre el trifluoruro de boro y su complejo líquido con el anisol.

25. Este factor de separación ha sido determinado de la forma siguiente. Se disolvieron en 350 ml de metanol 3,5 g de ácido bórico y 2 g de sosa. La solución fue llevada a ebullición y después el borato de metilo formado fue destilado manteniendo constante el volumen de alcohol y operando con acidez  
30.

328273

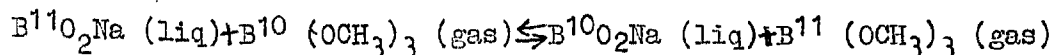
- 4 -



5. constante por adición dirigida y continua de ácido fosfórico. Se recogieron fracciones de destilación de volumen determinado y se midió la cantidad de borato de metilo que contenían hasta el agotamiento de la cantidad inicial de ácido bórico.

En la figura 1 anexa se representa la variación de la proporción isotópica  $\frac{B^{11}}{B^{10}}$  de la fracción

- destilada en función del porcentaje de boro eliminado por destilación. La curva obtenida pone en evidencia el efecto isotópico que se puede representar por la fórmula:
- 10.



- De los cálculos experimentales anteriores se deduce el factor de separación elemental que demuestra ser igual a 1,03 en el caso del intercambio borato sódico - borato metílico. Para la reacción de intercambio entre borato sódico - borato etílico, el factor de separación es igual a 1,02.
- 15.

- La reacción de intercambio entre éster bórico y borato alcalino puede efectuarse en una columna de destilación de tipo corriente. Esta debe permitir sin embargo un número de equilibrios de intercambio suficiente entre el éster bórico y la solución de borato alcalino. En esta columna el intercambio tiene lugar entre un flujo ascendente de vapor de éster bórico y un flujo descendente de borato alcalino en solución. Conviene por otra parte efectuar el reciclado de los reactivos en ambos extremos de la columna.
- 20.
- 25.

328273

- 5 -



5. En el caso de un intercambio químico entre borato metílico y borato sódico, el reciclado de los reactivos puede realizarse como sigue. En el extremo superior de la columna, el borato metílico es condensado por un refrigerante, al mismo tiempo que un exceso de alcohol metílico, y allí se saponifica por una llegada continua de una solución hidroalcohólica de sosa que libera el alcohol metílico y forma de nuevo una solución hidroalcohólica de borato sódico que refluye en la columna. Por debajo de ésta, la solución hidroalcohólica de borato sódico se acidifica por una llegada continua de ácido fosfórico que provoca la formación de fósforo sódico, en tanto que el ácido bórico liberado se esterifica inmediatamente en forma de borato metílico que destila.

10. El reciclado de la solución de borato sódico en la parte baja de la columna puede hacerse también tratando dicha solución por un intercambiador de cationes que fija el sodio y libera el ácido bórico. Este intercambiador puede ser bien en forma sólida o en forma de un líquido en solución en un disolvente no miscible con alcohol metílico que permite su regeneración en continuo.

25. Para poder aplicar de forma continua el efecto isotópico entre el borato alcalino y el éster bórico volátil, el solicitante ha concebido un dispositivo que se describe a continuación, así como su forma de realización, a título de ejemplo no limitativo.
- 30.

328273

- 6 -



- Este dispositivo se representa en la figura 2. Comprende un matraz 1 con tres tubos realizado en pirex sobre el cual va montada una columna de destilación designada por 2. La columna se calorifuga por medio de arrollamientos de lana de vidrio 13 y está llena de anillos de Dixon 12 que permiten mejorar su eficacia. El revestimiento 12 se interrumpe en la mitad de la columna por un pequeño intervalo, a cuyo nivel tiene lugar la llegada de la solución a tratar constituida por una solución de ácido bórico natural en alcohol metílico. El condensador 3, coronado por un refrigerante 4, está regularmente alimentado de sosa alcohólica que proviene del depósito 6 por medio de una bomba dosificadora 9 que asegura un caudal de sosa convenientemente ajustado para la transformación continua del éster bórico en borato sódico. La solución en el condensador se mantiene homogénea por un agitador magnético 14 que efectúa una agitación permanente. La estanqueidad en la parte alta del refrigerante queda asegurada por una junta hidráulica 5. La extracción de la solución de borato sódico enriquecida en isótopo B<sup>11</sup> se efectúa por la espita 23.

- El dispositivo está protegido contra los riesgos de sobrepresión por un manómetro 11 unido al un relé que corta el calentamiento del matraz si crece la presión y sirve igualmente para regular la obstrucción de la columna. En el caso de una interrupción accidental de la circulación de agua de refrigeración del refrigerante, el aparato comprende un

328273  
- 7 -



dispositivo manométrico 8 que corta la alimentación eléctrica general del aparato en caso de baja de presión de agua.

- La forma en que funciona el dispositivo se desprende de cuanto antecede y por lo tanto solo será sucintamente descrito tomando como ejemplo un intercambio entre el borato metílico y el borato sódico. El matraz 1 se carga inicialmente con una solución que contiene 20 g de ácido bórico en 1,5 l de alcohol metílico comercial al 98%. La solución se lleva a la ebullición a una presión próxima a la presión atmosférica y el alcohol metílico que contiene ácido bórico esterificado en forma de borato metílico destila con un volumen de 0,5 l/hora. En el condensador 3 se condensa el borato metílico, al mismo tiempo que se saponifica por una llegada continua a un volumen de 100 cc/24 horas de una solución hidroalcohólica (75% alcohol - 25% agua) de sosa 4N que proviene del depósito 6 la cual libera el alcohol metílico y forma de nuevo una solución hidroalcohólica de borato sódico. Esta refluye en la columna y regresa al matraz donde la solución se enriquece en isótopo de masa 10 del boro, pudiendo extraerse esta fracción enriquecida por la espita 24.
- El borato sódico diluido en una solución de alcohol metílico y que proviene del condensador 3 se acidifica por una llegada continua de ácido fosfórico 4M en solución en el alcohol metílico que proviene del depósito 7. La adición de ácido fosfórico tiene por efecto liberar el ácido bórico que se este
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

328273

22 JUN 1954



- 8 -

5. rifica inmediatamente. El volumen de ácido fosfórico es en función del de la sosa alcohólica. Se regula con el fin de asegurar una acidez constante en el matraz. Por ende, los flujos de borato sódico y de borato metílico permanecen igualmente constantes mientras dura la experiencia.

10. En el matraz 1, la transformación química del borato sódico en borato metílico bajo la acción del ácido fosfórico conduce a la formación de un residuo de fosfato sódico que puede eliminarse de diferentes maneras. Puede por ejemplo aprovecharse la escasa solubilidad en frío del fosfato en solución alcohólica.

15. El líquido a ebullición es llevado por bombeo a través de un refrigerante 21 a un recinto 15 donde se inicia la cristalización por agitación magnética mediante el agitador 17 y se elimina el precipitado 18 por decantación en un depósito anexo 16. La solución flotante es llevada al matraz 1 por una bomba de circulación 19 después de haber sido recalentada por los elementos de caldeo 20. Los riesgos de cristalización sobre las paredes de los reciipientes y de las canalizaciones se evitan por un revestimiento antiadherente a base de silicona.

20. El fosfato sódico puede también eliminar se enviando el líquido del matraz a una segunda columna de destilación, adicionada por una pequeña cantidad de agua, regulando el volumen de destilación de manera que la totalidad del borato metílico y del alcohol sea destilada con dirección al matraz y que

25.

30.



quede en la parte inferior de esta nueva columna una solución acuosa concentrada de fosfato ácido só dico que podrá ser rechazada.

5. A título de ejemplo, se midió el factor de enriquecimiento en equilibrio de una columna de tipo determinado para cierto volumen. A este efecto, se utilizó un dispositivo análogo al que acaba de describirse.

10. Operando con una columna de 25 mm de sec ción y de 110 cm de altura de llenado sobre una cantidad de ácido bórico inicial de 8,5 g, se dividió el ácido bórico de la forma siguiente en equilibrio:

2,5 g en la parte superior de la columna con la proporción  $\frac{B^{11}}{B^{10}} = 5,51 \quad 0,05$

15. 6 g en la parte inferior de la columna con la proporción  $\frac{B^{11}}{B^{10}} = 3,45 \quad 0,04$

El factor de enriquecimiento en equilibrio es pues de  $\frac{5,51}{3,45} = 1,60$  lo que corresponde a una altura de la superficie teórica de 7 cm.

- 20.

#### N O T A

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Francia con fecha 24 de junio de 1.965,

328273

- 10 -

22



nº PV.22.182 acogíendose, por lo tanto, a los benefi  
cios que conceden los Convenios Internacionales en  
vigor y siendo lo que constituye la esencia del refe  
rido invento y por lo que se solicita Patente de In-  
vención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA  
5. LA SEPARACION DE ISOTOPOS DEL BORO"; caracterizándo-  
se por lo siguiente:

10. 1ª.- Procedimiento para la separación  
de isótopos del boro por intercambio químico carac-  
terizado porque se efectua una reacción de intercam  
bio entre un éster bórico y un compuesto no volátil  
de boro en solución, efectuándose dicho intercambio  
en una columna por paso en contracorriente del és-  
ter bórico en forma de vapor y de la solución del  
15. compuesto de boro en forma líquida.

2ª.- Procedimiento según la reivindica-  
ción 1ª, caracterizado porque el éster bórico está  
constituído por el borato metílico.

20. 3ª.- Procedimiento según la reivindica-  
ción 1ª, caracterizado porque el éster bórico está  
constituído por el borato etílico.

4ª.- Procedimiento según la reivindica-  
ción 1ª, caracterizado porque el compuesto del boro  
en forma líquida es un borato alcalino.

25. 5ª.- Procedimiento según las reivindi-  
caciones 1ª, 2ª, 3ª, y 4ª, caracterizado porque el  
éster bórico se condensa en la parte superior de la  
columna por un refrigerante y se saponifica por una  
llegada en continuo de una solución hidro-alcohólica  
30. alcalina.



5. 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque el borato alcalino diluido en una solución de alcohol que refluye en la columna se acidifica en la parte inferior de ésta por una llegada continua de ácido fosfórico que libera el ácido bórico, el cual se esterifica entonces inmediatamente.

10. 7ª.- Procedimiento para la separación de isótopos del boro, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 22 JUN. 1966

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE,

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
P. p. Firmados: F. Hernández Ruiz

# ESCALA VARIABLE

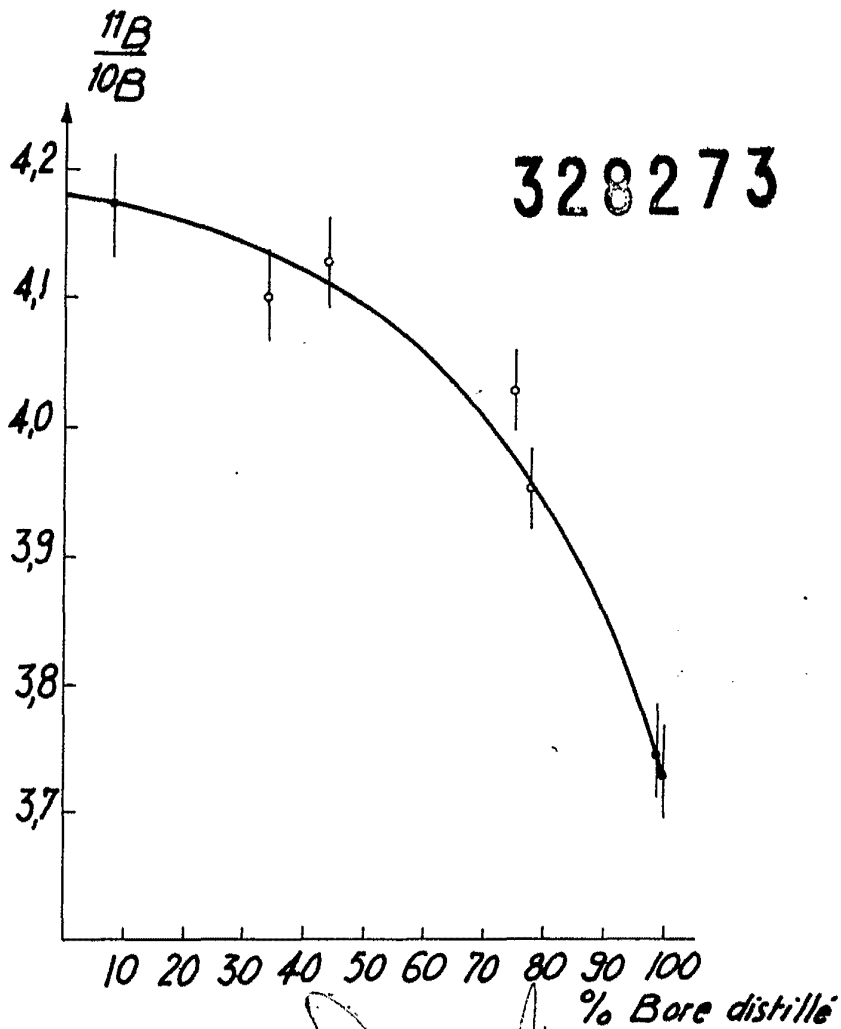


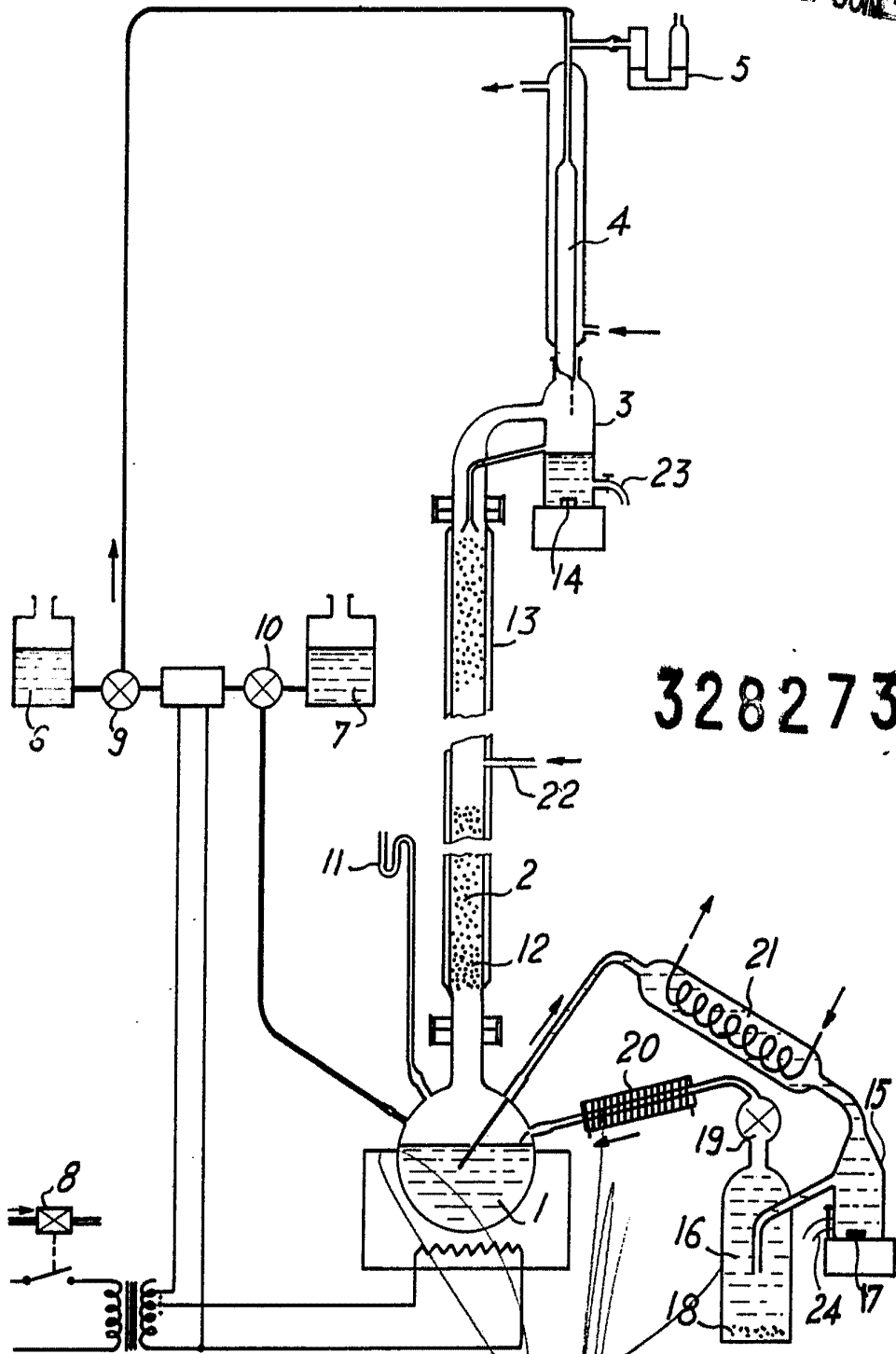
FIG. 1

Madrid **22 JUN 1966**

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
p. p. Firmados E. Hernández Ruiz

# ESCALA VARIABLE

22 JUN 1966



# 328273

FIG. 2

22 JUN 1966

J. SOMEZ AC BQ Y MODET  
p. Fernando E. Hernández Ruiz