

118

371411

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C-01</u>
SUBCLASE <u>B</u>

PATENTE DE INVENCION

5/820/25.

371411

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA EL ENRIQUECIMIENTO DE LOS ISOTOPOS ESTABLES
DEL BORO.-

Solicitante: DEUTSCHE AKADEMIE DER WISSENSCHAFTEN ZU BERLIN, entidad de la República Democrática Alemana, residente en Rudower Chausse 5, 1199 Berlín-Adlershof, República Democrática Alemana.

La invención se refiere a un procedimiento para el enriquecimiento de los istópotos estables del boro mediante un intercambio en contracorriente entre dos fases líquidas, inmiscibles entre sí ó parcialmente miscibles, forzándose la inversión de fases por la acción de produc-



371411

tos químicos.

Se sabe que los isótopos del boro pueden enriquecerse por procedimientos en contracorriente, tales como destilación, destilación de intercambio, intercambio químico o cromatografía de intercambio de iones.

5.

En el procedimiento de la destilación de trihalogenuros de boro, el trihalogenuro de boro se pone en contacto, en una columna de destilación, al subir en la misma, con el trihalogenuro de boro condensado, que fluye hacia abajo.

10.

La contracorriente se produce por una evaporación continua del correspondiente trihalogenuro de boro en un extremo de la columna y por una condensación continua del trihalogenuro de boro en el otro extremo de la columna. El efecto de enriquecimiento en un ajuste único de equilibrio entre trifluoruro de boro (gaseoso) y trifluoruro de boro (líquido), expresado por un factor de separación elemental

15.

es para el citado procedimiento $\alpha = 1,006$.

$$\alpha = \frac{[^{10}\text{B}]_l [^{11}\text{B}]_{\text{gas}}}{[^{10}\text{B}]_{\text{gas}} [^{11}\text{B}]_l}$$

es para el citado procedimiento $\alpha = 1,006$.

20.

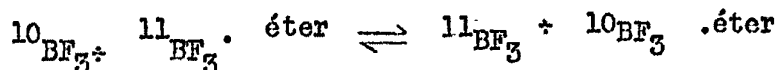
En el procedimiento de la destilación de intercambio entre trifluoruro de boro y complejos de trifluoruro de boro, se conduce el componente gaseoso, generador de complejos, en equilibrio con el complejo no disociado gaseoso, contra el complejo de trifluoruro de boro que fluye hacia abajo. La inversión de fases necesaria para la formación de la contracorriente se fuerza en un extremo de la columna por aportación de calor (evaporación y disociación del complejo) y en

25.

371411 11 SET



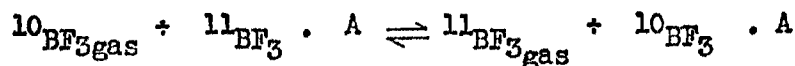
el otro extremo de la columna por extracción de calor (condensación y formación de complejo). El enriquecimiento de los isótopos de boro se efectúa según la reacción de intercambio



5. Los factores de separación para estas reacciones de intercambio se sitúan, en función del generador de complejo, entre $\alpha = 1,024$ y $\alpha = 1,031$.

10. En los procedimientos de intercambio químico para el enriquecimiento de los isótopos del boro, se produce un intercambio entre trifluoruro de boro gaseoso que sube en una columna y un complejo de trifluoruro de boro que fluye hacia abajo. La inversión de fases para asegurar la contracorriente necesaria puede efectuarse, por un lado, en un extremo de columna por la separación del BF_3 del complejo y reintroducción del BF_3 en la columna y, por otro lado, en el otro extremo de columna, mediante formación de un complejo entre el BF_3 que sale de la columna y el generador de complejo introducido en el extremo de columna.

15. Se aprovecha la reacción de intercambio



20. (A = generador de complejo, como Anisol, etc.)
cuyos factores de separación elementales se sitúan entre $\alpha = 1,029$ y $\alpha = 1,039$.

En el procedimiento del enriquecimiento de los isótopos del boro por cromatografía de intercambio de

371411

11 SET.



iones, tiene lugar en una columna intercambiadora de iones, un intercambio entre una fase líquida, que contiene ácido bórico casi no disociado, y una fase sólida, la resina intercambiadora de aniones con el ion borato ligado a la misma, que se mueven mutuamente en contracorriente. La inversión de fases en un extremo de banda puede efectuarse mediante adición de ácido fuerte diluido y en el otro extremo de banda por un intercambiador cargado de grupos OH^- .

5. El efecto de separación elemental para este equilibrio de intercambio se sitúa entre $\alpha = 1,008$ y $1,013$.

10. La obtención de los isótopos del boro por el procedimiento descrito de la destilación de los trihalogenuros de boro se dificulta por el factor de separación elemental relativamente bajo.

15. En la destilación de intercambio hay que trabajar, para evitar de hacerlo a temperaturas elevadas y contrarrestar la consiguiente disolución irreversible del complejo, con una presión reducida, con lo cual se reducen, sin embargo, los rendimientos específicos ($\text{Mol/cm}^2 \cdot \text{min.}$). Además, el complejo ya empieza a disociarse irreversiblemente por trazas de humedad, que difícilmente pueden excluirse, dificultándose el desarrollo del proceso. En los sistemas de intercambio químico, como Anisol/ BF_3 , la inversión de fases se dificulta por el hecho de que con temperaturas que provocan una completa disociación del complejo en BF_3 y anisol, pueden producirse reacciones químicas indeseables susceptibles de originar pérdidas de BF_3 (y, por tanto, de ^{10}B) y anisol. Para la sensibilidad del BF_3 a la humedad en el complejo, rige lo dicho para la destilación de intercambio.

20. Los procedimientos de intercambio de iones permiten, debido a la estructura del intercambiador, sólo relativamente

25. 30.

37 14 1 1 11



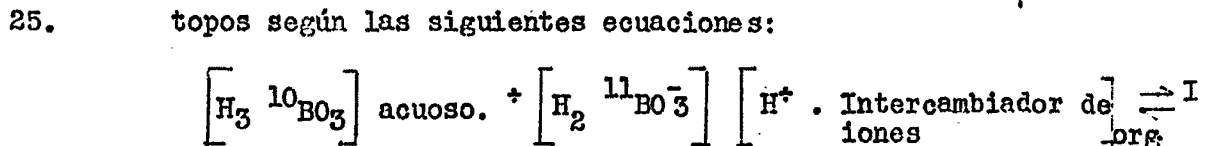
escasos rendimientos específicos.

5. La finalidad de la invención es crear un procedimiento para el enriquecimiento de los isótopos del boro que permita elevados rendimientos, en el cual el sistema de intercambio posea un factor de separación relativamente elevado que corresponda a los del intercambio químico o de la destilación de intercambio y que permita trabajar a la temperatura ambiente.

10. La invención se basa pues, en la finalidad de enriquecer los isótopos del boro mediante un sistema nuevo para tal fin, por intercambio en contracorriente.

15. Según la invención, se someten una fase acuosa, que contiene ácido bórico o un complejo de ácido bórico y una combinación orgánica generadora de complejos, y una fase orgánica en un disolvente orgánico, inmezclable con agua o sólo parcialmente miscible, de ácido bórico o un complejo del ácido bórico con una combinación química orgánica, generadora de complejo y una combinación química, que forma, con ácido bórico u otros complejos, sales o combinaciones de adición o que, con el mismo ácido bórico, puede formar complejos, a una extracción líquido-líquido. La fase que llega a los extremos de la disposición en contracorriente, se convierte, por la adición de productos químicos conocida en sí, en la otra.

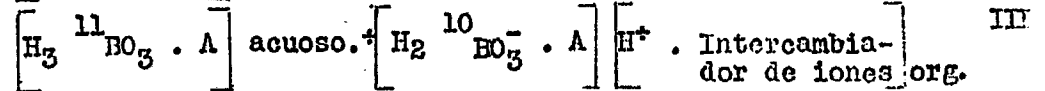
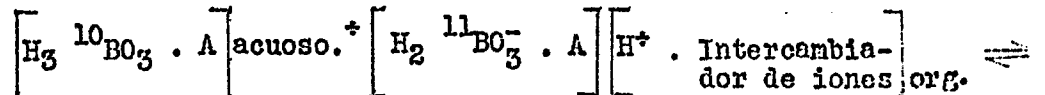
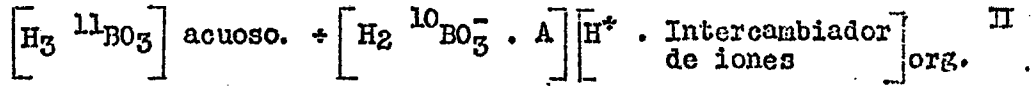
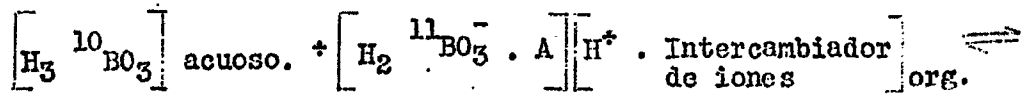
20. Se aprovecha el equilibrio de intercambio de isótopos según las siguientes ecuaciones:



371411



11 SET. 1969



(A" Generador de complejos)

El isótopo ¹⁰B se enriquece preferentemente en la fase orgánica y el isótopo ¹¹B preferentemente en la fase acuosa. El factor de separación elemental α resultante de

5. los equilibrios de intercambio I a III es sumario y su magnitud es determinada por las condiciones que prevalecen en cada caso y por la influencia de los equilibrios de intercambio sobre el mismo. En el intercambio químico, las reacciones de inversión de fases necesarias para la generación de la
10. contracorriente se consiguen en el caso de la invención, cuando ambos isótopos deben enriquecerse, por la adición de productos químicos, conocida en sí.

El procedimiento según la invención ofrece las siguientes ventajas:

15. 1. Con un factor de separación elemental relativamente grande, se alcanzan los elevados rendimientos específicos, típicos de los procedimientos de extracción.
2. Debido a que el procedimiento trabaja a la temperatura ambiente, se evitan pérdidas de energía por radiación, disminuyéndose los deterioros por corrosión.
- 20.

37141111 SEP. 1969



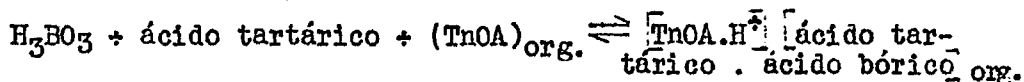
3. En el procedimiento se emplean sustancias b3ricas que, en el proceso de enriquecimiento, no est1n sujetas a una disociaci3n irreversible.

4. En el procedimiento se emplean productos qu3micos de escasa corrosividad.

5.

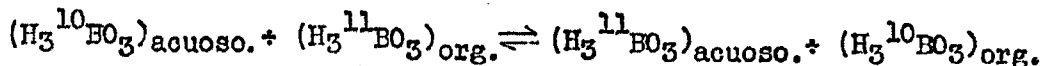
A continuaci3n, la invenci3n se explica a base de un ejemplo de realizaci3n: El sistema de intercambio se compone en la fase acuosa de una soluci3n de 1cido b3rico y 1cido tart1rico y en la fase org1nica de 1cido b3rico, 1cido tart1rico, tri-n-octilamina (TnOA) y el disolvente benzol. En la fase org1nica se produce la siguiente reacci3n:

10.



En una instalaci3n de extracci3n-mezclador-sedimentador, se mueven la fase acuosa y org1nica en contracorriente. El enriquecimiento en la instalaci3n de extracci3n se realiza entonces seg1n la siguiente reacci3n de intercambio de is3topos, representada de modo simplificado:

15.



Los 1ndices "acuoso" y "org." significan que la combinaci3n provista del 1ndice se encuentra en la fase acuosa u org1nica.

20.

La instalaci3n mezclador-sedimentador consta de 30 escalones pr1cticos, estando constituido cada escal3n por una celda mezcladora (Mixer) y una celda sedimentadora (settler) de vidrio de la construcci3n generalmente acostumbrada, de las cuales en cada extremo de la instalaci3n tres celdas sirven para la inversi3n de fases.

25.

Las reacciones de inversi3n de fases se realizan de la forma siguiente:

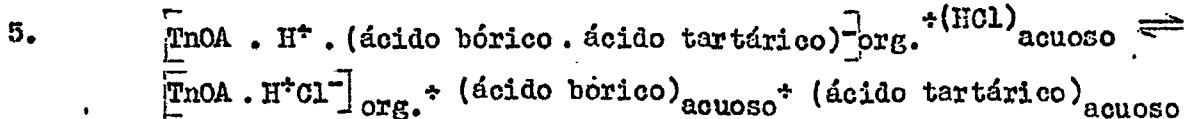
30.

1. La inversi3n de fases al final de la instalaci3n, donde

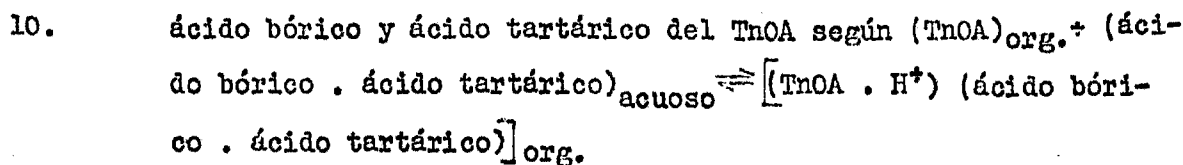
371411/11 SET. 1969



sale la fase orgánica, se efectúa por contracorriente de ácido clorhídrico diluido, liberando el ácido clorhídrico al complejo de ácido tartárico y ácido bórico, que es trasladado a la fase acuosa, según:



2. La inversión de fases en el otro extremo de la instalación donde sale la fase acuosa, se efectúa por contracorriente de una solución de TnOA bencénica, extrayéndose el complejo de



La siguiente tabla 1 muestra los datos de ensayo:


Tabla 1

15. Datos de ensayo referentes al ejemplo de realización:

Concentración del TnOA	0,236 Mol/l
Concentración del ácido bórico en la fase acuosa	0,21 Mol/l
Concentración del ácido tartárico en la fase acuosa	0,41 Mol/l.
Concentración del ácido bórico en la fase orgánica	0,21 Mol/l
Concentración del ácido tartárico en la fase orgánica	0,25 Mol/l
Velocidad de flujo de la fase orgánica	1000 ml/h
Velocidad de flujo de la fase acuosa	1000 ml/h
Duración del ensayo	6 horas
Factor de separación elemental	$\alpha = 1,021$

Para juzgar la calidad de separación, se emplea el

30. factor de separación total S, definido por:

37 14 1 111 S 

$$S = \frac{x(1-y)}{y(1-x)}$$

siendo x e y las frecuencias relativas de ^{10}B y ^{11}B en los extremos de la instalación. En el ensayo descrito se determinó S en 1,55.

N O T A

5. 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. Siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: Procedimiento para el enriquecimiento de los isótopos estables del boro; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1.- Procedimiento para el enriquecimiento de los isótopos estables del boro, por intercambio en contracorriente, caracterizado porque se somete una fase acuosa, que contiene ácido bórico o un complejo de ácido bórico y una combinación química orgánica generadora de complejos, y una fase orgánica en un disolvente orgánica, inmezclable con agua o sólo parcialmente miscible, de ácido bórico o de un complejo del ácido bórico con una combinación química orgánica generadora de complejos y una combinación química, que con ácido bórico o sus complejos forma sales o combinaciones de adición, o que con el propio ácido bórico puede formar complejos, a una extracción líquido-líquido y porque la fase que llega a los extremos de la disposición en contracorriente puede convertirse, mediante una adición de productos químicos, en la otra.
15. 2.- Procedimiento para el enriquecimiento de los isótopos estables del boro; tal y como queda descrito sustancial-
- 20.
- 25.

371411 11 SET



mente en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 11 SET 1969

DEUTSCHE AKADEMIE DER WISSENSCHAFTEN ZU BERLIN

A. GOMEZ ACEBO Y MODEST
Firmado: F. Hernández Ruiz