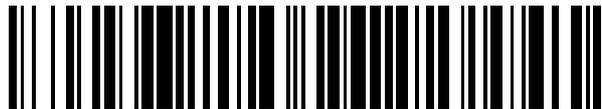


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 662 445**

51 Int. Cl.:

C01B 21/087 (2006.01)

C01B 35/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.12.2013 PCT/US2013/077937**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.07.2014 WO14106018**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.12.2013 E 13867387 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.10.2017 EP 2938572**

54 Título: **Método para purificar borazano**

30 Prioridad:

28.12.2012 US 201213729316

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

06.04.2018

73 Titular/es:

**WEYLCHEM SUSTAINABLE MATERIALS, LLC
(100.0%)
2114 Larry Jeffers Road
Elgin, South Carolina 29045, US**

72 Inventor/es:

DROST, KEVIN J.

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 662 445 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Método para purificar borazano

5 Esta invención se refiere a un método de purificación de borazano, que incluye las etapas de formar una disolución de borazano en bruto en un disolvente acuoso básico, calentar la disolución acuosa para descomponer y precipitar impurezas, y eliminar las impurezas mediante filtración. Entonces se enfría la disolución acuosa para disminuir la solubilidad del borazano en el disolvente acuoso, lo que provoca que una porción del borazano precipite o se reparta en un disolvente orgánico presente en el sistema. La porción del borazano ya no disuelta en el disolvente acuoso se
10 separa entonces de la disolución acuosa y se recupera para dar un producto de alta pureza.

Antecedentes de la invención

15 Se ha investigado el borazano, también denominado borano de amonio y borano de amoniaco, como fuente de hidrógeno altamente energética, por ejemplo, para su uso en la generación de electricidad relacionada con hidrógeno. Se divulgan métodos de síntesis de borazano en el documento US 2007/0243122 A1 de Ramachandran *et al.* ("Ramachandran"). Brevemente, el procedimiento implica hacer reaccionar un borohidruro metálico con una sal de amoniaco, en un disolvente adecuado. Por ejemplo, se hace reaccionar borohidruro de sodio con carbonato de amonio en un disolvente de éter, tal como tetrahidrofurano ("THF") o dioxano. Tras la reacción para formar borazano,
20 la disolución se filtra y el disolvente se elimina a vacío para dar borazano sólido. El polvo de borazano recuperado puede purificarse mediante extracción con un disolvente adecuado, seguido por eliminación del disolvente a presión reducida, para dar un borazano sólido de pureza relativamente alta.

25 Una limitación de los métodos de purificación de borazano de la técnica anterior es que muchas de las impurezas presentes en el borazano en bruto también son solubles en el disolvente usado para extraer el borazano. En consecuencia, cuando el disolvente se evapora de la disolución de borazano, tales impurezas permanecen en el producto recuperado. Por tanto, a pesar de los métodos dados a conocer por Ramachandran y otros, sigue existiendo la necesidad de un método de purificación de borazano que sea económico de realizar comercialmente y produzca borazano de alta pureza.
30

Sumario de la invención

35 Un objeto de la invención es proporcionar borazano de alta pureza, por ejemplo, borazano que tiene una pureza del 99 % o más, en peso. Otro objeto de la invención es proporcionar un método de purificación de borazano que permita la eliminación selectiva de las impurezas presentes en el borazano en bruto. Otro objeto de la invención es proporcionar un método en el que la solubilidad de borazano en un disolvente varíe significativamente a lo largo de un intervalo de temperatura de funcionamiento práctico, por ejemplo desde 100 °C hasta -10 °C. Aún otro objeto de la invención es proporcionar un método de purificación de borazano que sea económico de realizar comercialmente y pueda adaptarse a o bien un procedimiento discontinuo o bien continuo.
40

Estos objetivos se cumplen mediante una o más de las siguientes realizaciones de la presente invención.

45 El presente método puede emplearse para purificar borazano en bruto producido mediante cualquier de una variedad de procedimientos. El borazano en bruto puede ser un sólido aislado, tal como un polvo seco, una torta de filtración húmeda, o el borazano en bruto puede suspenderse en un líquido orgánico adecuado. Puede formarse una disolución acuosa de borazano en bruto en un disolvente acuoso que tiene un pH básico disolviendo borazano en bruto proporcionado en forma sólida.

50 Alternativamente, el borazano en bruto puede disolverse en un disolvente orgánico y emplearse en el método de purificación. Se forma una disolución acuosa de borazano en bruto en un disolvente acuoso básico añadiendo el disolvente acuoso básico a una disolución del borazano en bruto en un disolvente orgánico, mediante lo cual se provoca que el borazano se reparta en el disolvente acuoso. El disolvente acuoso básico y el disolvente orgánico forman un sistema bifásico.

55 Muchas de las impurezas presentes en el borazano en bruto son solubles en el disolvente acuoso y también se disuelven. Entonces se calienta la disolución, lo que provoca que las impurezas disueltas se descompongan y precipiten de la disolución. Entonces se separan las impurezas de la mezcla, por ejemplo, mediante filtración. En una realización de la invención, el 75 % en peso, y preferiblemente el 90 % en peso, de las impurezas contenidas en el borazano en bruto se eliminan la mezcla.
60

65 Entonces se enfría la disolución de borazano acuosa (filtrado) para disminuir la solubilidad del borazano en el disolvente acuoso básico. Al menos una porción del borazano originalmente en la disolución acuosa se hace precipitar. El borazano precipitado se separa de la mezcla, por ejemplo, mediante filtración, y se seca para dar un producto de alta pureza. En la realización de la invención en la que un disolvente orgánico está presente en el sistema, se hace que al menos una porción de borazano originalmente en la disolución acuosa se reparta en el disolvente orgánico, cuando se enfría el sistema.

Normalmente, una porción del borazano permanece disuelta en el disolvente acuoso, después de que la disolución acuosa se enfríe para disminuir la solubilidad del borazano. Por ejemplo, la disolución acuosa puede enfriarse de manera que el 50 % o más, preferiblemente el 65 % o más, del borazano presente en la disolución acuosa se elimine, es decir, el borazano se precipita o reparte en un disolvente orgánico. Después de separar la disolución acuosa de la porción de borazano que ya no está disuelta en el disolvente acuoso básico, la disolución acuosa puede recircularse en el procedimiento. Por ejemplo, la disolución acuosa recirculada que contiene desde el 10 % hasta el 25 % del borazano presente en la disolución acuosa antes de que se enfríe la disolución para disminuir la solubilidad del borazano en la misma, puede usarse para formar una disolución acuosa con borazano en bruto adicional. El pH de la corriente recirculada puede ajustarse hacia arriba, por ejemplo, añadiendo amoníaco, antes de añadir borazano en bruto.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un diagrama de flujo de un procedimiento continuo para purificar borazano.

Descripción detallada de la invención

A menos que se indique lo contrario, las condiciones son 25 °C, 1 atmósfera de presión y el 50 % de humedad relativa, las concentraciones están en peso, el peso molecular se basa en el peso molecular promedio en peso y los hidrocarburos alifáticos y radicales de los mismos tienen desde uno hasta cuatro átomos de carbono de longitud.

Síntesis de borazano en bruto

El borazano en bruto que se purifica según el método de la presente invención puede obtenerse de una variedad de fuentes. Por ejemplo, un borohidruro metálico puede hacerse reaccionar con una sal de amoníaco en un éter orgánico, tal como un tetrahidrofurano ("THF") o dioxano. Se divulgan procedimientos para sintetizar borazano en las siguientes referencias: documento WO 2011/144878 A1 de Goudon *et al.*; documento US 2007/0243122 A1 de Ramachandran *et al.*; documento US 7.897.129 B2 de Autrey *et al.*; documento US 8.038.980 B2 de Yang *et al.*; documento US 2009/0104102 A1 de Shore *et al.*; documento US 2010/0272623 A1 de Lukacs *et al.*; documento US 2011/0064640 A1 de Kaye *et al.*; y documento JP 2012-001419 A de Kikukawa Yasuo.

A modo de ejemplo, el borohidruro metálico puede seleccionarse de borohidruro de litio y borohidruro de sodio, y la sal de amoníaco puede seleccionarse de sulfato de amonio, cloruro de amonio, fluoruro de amonio, carbonato de amonio, nitrato de amonio, acetato de amonio o formiato de amonio. La reacción se lleva a cabo en un disolvente orgánico en el que borazano es soluble, tal como un éter orgánico. Los éteres orgánicos adecuados incluyen THF, 2-metiltetrahidrofurano, dietil éter y dioxano. En un procedimiento para sintetizar borazano, borohidruro de sodio y carbonato de amonio reaccionan en THF formando borazano.

El borazano en bruto puede estar en forma de sólidos aislados. Por ejemplo, después de que se complete la reacción de síntesis, la mezcla se filtra para eliminar subproductos insolubles, seguido por evaporación del disolvente orgánico del filtrado, por ejemplo, separando el disolvente a vacío. Después de que se elimine el disolvente, se recupera borazano en bruto en forma sólida.

El borazano en bruto puede estar en forma de una disolución en un disolvente orgánico. Por ejemplo, después de que se complete la reacción de síntesis, la mezcla se filtra para eliminar subproductos insolubles. El borazano en bruto permanece disuelto en el disolvente orgánico en el que se llevó a cabo la síntesis.

El borazano en bruto puede estar en forma de una suspensión o suspensión espesa en un líquido orgánico. Por ejemplo, después de la síntesis de borazano en presencia de un éter orgánico, la mayor parte del éter orgánico se elimina por separación y se añade un líquido orgánico al recipiente. El líquido orgánico tiene las propiedades de ser inmiscible en agua y el borazano es insoluble en él. Además, el líquido orgánico se selecciona para tener un punto de ebullición mayor que el disolvente de éter orgánico y facilita la separación del disolvente de éter orgánico restante del líquido. Entonces, cualquier disolvente de éter orgánico restante se elimina del recipiente, y el amoníaco en bruto precipita como una suspensión o suspensión espesa en el líquido orgánico. Los ejemplos de líquidos orgánicos adecuados incluyen pentano, hexano y heptano, en particular, los isómeros (n-) de cadena lineal de los mismos. Se ha encontrado que el uso de THF como disolvente de reacción y n-heptano como líquido orgánico es útil.

Purificación de borazano en bruto

Puede purificarse borazano en bruto, es decir, borazano que tiene una pureza de menos del 99 %, según los siguientes métodos. El borazano en bruto puede obtenerse de los métodos de síntesis descritos anteriormente y puede aislarse como un sólido seco o húmedo, o el borazano puede estar en una suspensión en un líquido orgánico o disuelto en un disolvente orgánico.

Puede formarse una disolución acuosa de borazano en bruto en un disolvente acuoso que tiene un pH básico

5 disolviendo borazano en bruto proporcionado en forma sólida. Alternativamente, se forma una disolución acuosa de borazano en bruto en un disolvente acuoso básico añadiendo el disolvente acuoso básico a una disolución del borazano en bruto en un disolvente orgánico, mediante lo cual la formación de la disolución acuosa se lleva a cabo a una temperatura a la que la solubilidad del borazano es superior en el disolvente acuoso básico que en el disolvente orgánico. El disolvente acuoso básico y el disolvente orgánico forman un sistema bifásico, aunque pequeñas cantidades, por ejemplo el 10 % en peso o menos, del disolvente orgánico pueden ser solubles en el disolvente acuoso, especialmente cuando se calienta el sistema.

10 Independientemente de si el borazano en bruto se proporciona como un sólido o disuelto en un disolvente orgánico, la primera etapa del método de purificación es formar una disolución acuosa del borazano en bruto en un disolvente acuoso que tiene un pH básico. Por consiguiente, la identidad del disolvente acuoso, pH del disolvente acuoso, concentración de borazano en bruto y temperatura se seleccionan para crear una disolución acuosa de este tipo. Además, los parámetros anteriores se seleccionan de manera que la solubilidad del borazano en el disolvente acuoso básico varía un 50 % o más a lo largo de un intervalo de temperatura de 50 °C o menos, en particular, un 15 65 % o más a lo largo de un intervalo de temperatura de 50 °C o menos. Adicionalmente, los parámetros se seleccionan para facilitar la descomposición de las impurezas, haciéndolas así insolubles en el disolvente acuoso básico, cuando la disolución se calienta durante la implementación del método de purificación objeto.

20 A modo de ejemplo, el pH del disolvente acuoso usado para disolver el borazano en bruto es de desde 8 hasta 13,5, en particular, desde 8 hasta 12. Los disolventes acuosos adecuados incluyen disoluciones de hidróxidos inorgánicos, tales como hidróxidos de metal alcalino, hidróxidos de metal alcalinotérreo e hidróxido de amonio. También pueden emplearse disoluciones acuosas de hidróxidos de amonio sustituidos solubles en agua, tales como compuestos en los que el ion amonio tiene desde 1 hasta 4 grupos sustituyentes seleccionados de grupos alquilo, alcohol alquílico o alquil éter. En una realización de la invención, el compuesto de hidróxido en la composición acuosa básica comprende un contraión catiónico volátil, que se evapora cuando el borazano purificado se recupera y se seca, más tarde en el procedimiento. Pueden usarse contraiones catiónicos que se evaporan a 100 °C o menos. El borazano purificado puede secarse a vacío, para evitar fundir o descomponer el producto.

30 En una realización de la invención, el borazano en bruto se proporciona como una suspensión en el líquido orgánico, tal como n-heptano. Tras la adición del disolvente acuoso básico, el borazano se disuelve, y se forma un sistema bifásico, con sustancialmente todo el borazano disuelto en la fase acuosa. En este momento, el líquido orgánico puede eliminarse del sistema, por ejemplo, mediante cualquier procedimiento adecuado para la separación de fases de líquidos inmiscibles. Alternativamente, el procedimiento de purificación puede llevarse a cabo con una porción o todo el líquido orgánico presente.

35 Cuando se disuelve el borazano en bruto en el disolvente acuoso básico, muchas de las impurezas también se disuelven. Se ha encontrado que calentar la disolución provoca que una porción significativa de las impurezas se descompongan y precipiten de la disolución. A modo de ejemplo, la disolución puede calentarse hasta una temperatura de 30 °C o superior, en particular, hasta una temperatura de 30 °C a 50 °C. Sin limitarse a una teoría particular, se cree que las impurezas incluyen boratos y ácidos bóricos, y borazinas cíclicas, que se descomponen formando especies insolubles en agua, cuando se calienta la disolución acuosa. Poniendo en práctica el método objeto, el 75 % o más en peso, o incluso el 90 % o más en peso, de las impurezas disueltas presentes en el borazano en bruto se hacen precipitar.

45 Después de que las impurezas en la disolución se hagan precipitar calentando la disolución, los sólidos se separan de la disolución, por ejemplo, mediante filtración. Los sólidos incluyen impurezas que estaban presentes en el borazano en bruto y eran insolubles en el disolvente acuoso básico, así como impurezas solubles que se descomposieron y precipitaron de la disolución. Las impurezas sólidas pueden contener pequeñas cantidades de la disolución acuosa, con borazano disuelto en la misma. La corriente de impurezas puede recircularse en el procedimiento para recuperar el borazano. La mezcla puede filtrarse mientras está todavía caliente, o puede dejarse enfriar, con cuidado de no hacer que el borazano precipite de la disolución.

50 Después de que se hayan separado las impurezas insolubles de la disolución acuosa de borazano, la disolución se enfría para disminuir la solubilidad del borazano en el disolvente acuoso. A modo de ejemplo, la disolución se enfría hasta una temperatura de 15 °C o menos, en particular, hasta una temperatura de desde 10 °C hasta -10 °C. Las condiciones del procedimiento, por ejemplo temperatura y tiempo, pueden seleccionarse para lograr una disminución del 50 % o más, el 65 % o más, o incluso el 75 % o más del borazano presente en la disolución acuosa.

60 En una realización de la invención, la porción del borazano que ya no es soluble en el disolvente acuoso se hace precipitar. El borazano precipitado se separa del líquido acuoso, por ejemplo, mediante filtración, y se seca. Antes de secar, los sólidos de borazano filtrados pueden lavarse con un líquido adecuado, especialmente un líquido que desplace el disolvente acuoso residual retenido en los sólidos de borazano y se volatilice fácilmente en el procedimiento de secado.

65 Alternativamente, cuando está presente un disolvente orgánico en el sistema y la solubilidad del borazano en el disolvente acuoso disminuye enfriando el sistema, se hace que el borazano se reparta en el disolvente orgánico. La

disolución acuosa, sin el borazano que no es soluble en la misma, y el disolvente orgánico se separan entonces mediante, por ejemplo separación de fases, y el disolvente orgánico se evapora para recuperar borazano de alta pureza.

5 Después de la precipitación de borazano y eliminación del líquido, el filtrado que contiene borazano disuelto puede recircularse en el procedimiento. Por ejemplo, la corriente de filtrado recirculada puede introducirse en el inicio del procedimiento de purificación para disolver borazano en bruto, junto con el disolvente acuoso básico de constitución, y/o base o precursor adicional del mismo, tal como amoníaco, para ajustar el pH y volumen hasta las concentraciones deseadas. El filtrado recirculado puede contener desde el 5 hasta el 35 % en peso, en particular desde el 10 hasta el 25 % en peso, del borazano originalmente disuelto en la disolución acuosa, al comienzo del procedimiento de purificación.

15 La disolución acuosa recirculada que contiene borazano que permanece en la disolución después de que se haya expulsado una porción del borazano de la disolución mediante enfriamiento puede usarse ventajosamente en un procedimiento de purificación continuo. En referencia a la figura 1, se ilustra un diagrama de flujo representativo de un procedimiento de purificación continuo. Se combinan una corriente recirculada de disolución de hidróxido de amonio acuosa que contiene borazano, una corriente de borazano en bruto disuelto en THF de una reacción de síntesis, y una corriente de hidróxido de amonio y/o amoníaco acuoso de constitución en un reactor y se calientan en la etapa "A". Sustancialmente todo el borazano añadido en la disolución de THF se reparte en la disolución acuosa. Calentar el sistema provoca que las impurezas presentes se descompongan y precipiten. Las impurezas precipitadas se eliminan mediante filtración en la etapa "B". El filtrado se enfría provocando que una porción del borazano se reparta en el THF en la etapa "C". La disolución acuosa y el THF, cada uno de los cuales contiene borazano, se separan en la etapa "D". La disolución acuosa se recircula de nuevo a la etapa "A". La corriente de THF se seca mediante pulverización en la etapa "E", para dar borazano purificado. Aunque el procedimiento se ha descrito con disolventes acuosos orgánicos y básicos específicos, así como métodos específicos de separación de las diversas corrientes de material, los expertos en la técnica pueden entender fácilmente que el procedimiento continuo puede ponerse en práctica tal como se describe ampliamente en el presente documento.

Ejemplo 1

30 Se cargó THF ($615 \text{ g/K}_f \leq 0,1 \%$) en un matraz con camisa de 1 l, equipado con un agitador, condensador y sistema de alimentación. Entonces, se cargó borohidruro de sodio (31,0 g, 0,819 mol) en el matraz y se calentó la mezcla hasta 30-35 °C. Durante el calentamiento, no se dejó que la temperatura de la camisa se elevara por encima de 35 °C. Una vez que el matraz alcanzó el intervalo de temperatura deseado, se añadió carbonato de amonio (78,5 g, 0,80 mol) a lo largo de un periodo de una hora, y se observó liberación de hidrógeno. Una vez que se ha añadido todo el carbonato de amonio, se calentó el matraz lentamente hasta 42-45 °C a una velocidad de 1 °C/hora, para controlar la liberación de hidrógeno. Se generaron aproximadamente 18 l de hidrógeno durante la reacción. Se usó un flujo de nitrógeno durante la reacción para diluir el hidrógeno. Una vez que se alcanzó la temperatura de la camisa, se digirió el matraz durante de 4 a 6 horas adicionales. Tras el periodo de digestión, se enfrió el matraz hasta 25-30 °C. En este momento, se filtró el subproducto, carbonato de amonio y sodio (200-220 gramos en húmedo, 75-90 en seco), dando una disolución de THF limpia y transparente. Se volvieron a cargar las aguas madre en el matraz y se separaron a 35-40 °C con vacío. Se continuó la separación hasta que el 90-95 % del peso de las aguas madre se eliminó. En este momento, se rompió el vacío con nitrógeno, y se añadió heptano (100-120 g) al matraz. Se volvió a separar el matraz para eliminar el THF restante. Una vez que se eliminó el THF restante, se enfrió el matraz hasta temperatura ambiente y se añadió hidróxido de amonio (30 gramos – concentración del 28 %). Se formaron dos fases de líquido. Se calentó la suspensión espesa hasta 40-42 °C y se mantuvo durante 4 horas para descomponer cualquier impureza. Se enfrió la disolución hasta 25-30 °C y se filtró para eliminar aproximadamente 1-2 gramos de impurezas. El líquido incoloro transparente que contenía heptano e hidróxido de amonio con borazano disuelto en el mismo se enfrió hasta de -10 a 0 °C y se mantuvo durante 30 minutos, y precipitó borazano de la disolución. El sólido blanco resultante era borano de amonio puro, que se filtró para dar 12,5-14,0 gramos de torta húmeda. Se secó al aire la torta húmeda para dar borano de amonio puro como un sólido blanco (12,5-13,0 gramos, rendimiento del 50-53 %), con un ensayo mediante CG del 99-99,5 %.

Aplicaciones del borazano

55 El borazano de alta pureza producido según la presente invención tiene aplicación como medio de almacenamiento para hidrógeno en vehículos que contienen baterías de combustible, así como para cualquier otra aplicación en la que pueda usarse ventajosamente borazano de calidad para reactivo. Pueden encontrarse ejemplos de aplicaciones para borazano en las siguientes referencias: documento US 2008/0159949 A1 de Mohajeri *et al.*; documento 2010/0230636 A1 de Hsueh *et al.*; documento US 2010/0329974 A1 de Chen *et al.*; documento US 2011/0104046 A1 de Abdur-Rashid *et al.*; documento US 2011/0158881 A1 de Chen *et al.*; y documento WO 2011/02303 de Balema *et al.*

60 La invención puede entenderse adicionalmente mediante referencia a las siguientes reivindicaciones.

65

REIVINDICACIONES

1. Método de purificación de borazano en bruto, que comprende las etapas de:
 - 5 (a) formar una disolución acuosa de borazano en bruto en un disolvente acuoso básico que tiene un pH de 8-13,5;
 - (b) calentar la disolución acuosa para descomponer y precipitar impurezas presentes en el borazano en bruto;
 - 10 (c) separar las impurezas precipitadas de la disolución acuosa, preferiblemente mediante filtración;
 - (d) enfriar la disolución acuosa para disminuir la solubilidad del borazano en el disolvente acuoso básico, mediante lo cual una porción de borazano ya no está disuelta en el disolvente acuoso básico;
 - 15 (e) separar la disolución acuosa de la porción de borazano que ya no está disuelta en el disolvente acuoso básico.
2. Método según la reivindicación 1, en el que la disolución acuosa comprende un hidróxido seleccionado de hidróxidos de metal alcalino, hidróxidos de metal alcalinotérreo, hidróxido de amonio e hidróxido de amonio sustituido que tiene 1-4 grupos alquilo, alcohol alquílico o alquil éter; y más preferiblemente hidróxido de amonio.
- 20 3. Método según la reivindicación 1, en el que en la etapa (b) la disolución acuosa se calienta hasta una temperatura de ≥ 30 °C, y preferiblemente 30-50 °C.
4. Método según la reivindicación 3, en el que el calentamiento se realiza hasta que precipita al menos el 75 % en peso de las impurezas en el borazano en bruto.
- 30 5. Método según la reivindicación 1, en el que la purificación se lleva a cabo como un procedimiento discontinuo, o como un procedimiento continuo.
6. Método según la reivindicación 1, en el que en la etapa (d) precipita la porción de borazano.
- 35 7. Método según la reivindicación 6, en el que en la etapa (e) se separa el borazano precipitado mediante filtración.
8. Método según la reivindicación 1, en el que la etapa (a) se realiza añadiendo una mezcla de borazano en bruto y un líquido orgánico al disolvente acuoso básico a una temperatura a la que el borazano es más soluble en el disolvente acuoso básico que en el líquido orgánico, y en el que el disolvente acuoso básico y el líquido orgánico forman un sistema bifásico.
- 40 9. Método según la reivindicación 8, en el que la mezcla de borazano en bruto y líquido orgánico es una disolución, siendo el líquido orgánico preferiblemente un éter, más preferiblemente un éter seleccionado de tetrahidrofurano, 2-metiltetrahidrofurano, dietil éter y dioxano; y el enfriamiento en la etapa (d) provoca que la porción de borazano que ya no está disuelta en el disolvente acuoso vuelva a repartirse en el líquido orgánico.
- 45 10. Método según la reivindicación 9, en el que en la etapa (e) la disolución acuosa también se separa del líquido orgánico.
11. Método según la reivindicación 10, que comprende además la etapa (f) de evaporar el líquido orgánico y recuperar borazano.
- 55 12. Método según la reivindicación 9, en el que en la etapa (a) el borazano en bruto se suspende en el líquido orgánico, seleccionándose el líquido orgánico preferiblemente de n-pentano, n-hexano y n-heptano, y el líquido orgánico se elimina preferiblemente mediante separación de fases después de que se forme la disolución acuosa.
- 60 13. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que en la etapa (d) la disolución acuosa se enfría hasta ≤ 15 °C, preferiblemente hasta de 10 °C a -10 °C.
14. Método según la reivindicación 13, en el que el enfriamiento se realiza hasta que ≥ 50 % del borazano presente en la disolución acuosa ya no está disuelto en la misma.
- 65 15. Método según la reivindicación 14, que comprende además, tras la etapa (e), recircular una corriente de la

disolución acuosa formando una disolución acuosa con borazano en bruto adicional y la corriente de disolución acuosa recirculada.



FIG. -1-