

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 581 205**

51 Int. Cl.:

B01D 3/14 (2006.01)

B01D 3/26 (2006.01)

B01D 3/34 (2006.01)

B01D 3/38 (2006.01)

C08F 6/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.09.2010** **E 10762806 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.05.2016** **EP 2482947**

54 Título: **Columna única de extracción de procedimiento de secado**

30 Prioridad:

29.09.2009 US 246654 P

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

02.09.2016

73 Titular/es:

DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, Michigan 48674, US

72 Inventor/es:

SEAVEY, KEVIN CHRISTOPHER;
MOORE, WALTER CLIFTON;
WESTON, JOHN W. y
VILLA, CARLOS MARIO

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 581 205 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

Columna única de extracción de procedimiento de secado

Esta solicitud reivindica prioridad de la Solicitud Provisional de Estados Unidos N°. 61/246.654, presentada el 29 de septiembre de 2009.

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para separar impurezas de compuestos orgánicos y polímeros orgánicos tal como polímeros de poli(óxido de alquileno).

Muchos compuestos orgánicos y polímeros son fabricados usando procedimientos que los dejan con cierto nivel de impurezas y/o humedad. Es con frecuencia necesario, retirar esas impurezas y esa humedad hasta niveles muy bajos, de manera que el producto sea adecuado para usar en alguna operación aguas abajo. Hay muchos ejemplos de esto en la industria química. Un ejemplo prominente está en la fabricación de polímeros de poli(óxido de alquileno); los polioles en bruto suelen contener cantidades significativas de impurezas de aldehído volátiles las cuales, entre otras cosas, imparten un olor nocivo a los polioles y a los productos, tal como espuma de poliuretano, que se preparan a partir de polioles. Además, los polioles de poliéter suelen contener hasta 5% o similar en peso de agua, que necesita reducirse a niveles mucho más bajos antes de poder usar los polioles en la fabricación de poliuretano. Un procedimiento de fabricación relacionado es la producción de los denominados polioles polímeros mediante la polimerización de monómeros tales como estireno y/o acrilonitrilo en presencia de un poliol de poli(óxido de alquileno). Los productos de poliol polímero contienen generalmente cantidades significativas de impurezas orgánicas volátiles, especialmente monómeros sin reaccionar, que necesitan ser retirados del producto antes de que éste se pueda usar.

20 Los métodos de extracción se usan comúnmente para retirar impurezas procedentes de compuestos orgánicos volátiles hasta niveles muy bajos. Un enfoque común para la extracción es hacer pasar el compuesto orgánico en dirección descendente a través de una columna de extracción, la cual se suele hacer funcionar a presiones subatmosféricas. Un gas de extracción, usualmente vapor de agua, se hace pasar en dirección ascendente a través de la columna, en contracorriente al compuesto orgánico, y porta consigo impurezas orgánicas volátiles fuera de la parte superior de la columna.

Los procedimientos de extracción para retirar impurezas volátiles procedentes de polioles de poliéter se describen, por ejemplo, en la patente de EE.UU. n° 6.060.627 y en las solicitudes de patente de EE.UU. publicadas n°s 2008/0033139 y 2008/0033214. En la patente de EE.UU. n° 6.060.627, se envían una glicerina propoxilada que contiene agua, alcohol alílico y éteres alílicos de propilenglicol a un evaporador rehervidor para retirar la mayor parte del agua, y después extraer al vacío con vapor de agua como el gas de extracción. La relación en peso de vapor de agua a la mezcla de poliol de poliéter tratada es de aproximadamente 0,0287:1. En la solicitud de patente de EE.UU. n° 2008/0033139, se describe un aparato de extracción de dos columnas para extraer monómeros residuales de un producto de poliol polímero. Los ejemplos de trabajo de esa solicitud describen unas relaciones de vapor de agua a poliol muy altas (0,2:1 en peso). Estos altos niveles de vapor de agua se describen como que reducen los niveles de monómero e isopropanol residual desde aproximadamente 12.000 a 13.000 ppm, hasta un valor tan bajo como de 1 ppm para cada uno, pero los resultados más típicos están en el intervalo de 10 a 20 partes por millón. Además, una impureza específica, un "producto de recombinación" permanece en el poliol al nivel de cientos de partes por millón, y el contenido de agua no se reduce sino que incluso aumenta.

En la solicitud de patente de EE.UU. n° 2008/0033214 se describe un procedimiento de extracción para polioles de poliéter los cuales, antes del tratamiento, se dice que tienen como máximo 100 partes por millón de compuestos orgánicos volátiles. En el procedimiento de extracción estos se retiran únicamente hasta el nivel de 20 ppm, lo cual se dice que es suficiente para reducir el mal olor pero es sin embargo una caga significativa. La relación en peso de gas de extracción a poliol se dice que es de 0,01 a 0,05. El ejemplo describe una extracción usando nitrógeno como un agente de extracción. En la solicitud de patente de EE.UU. n° 6504062B se dan conocer una extracción por vapor de agua y una extracción por nitrógeno de un poliol de poliéter.

El secado también se puede llevar a cabo en una columna, haciendo pasar un gas de secado a través de la columna en contracorriente al flujo de material orgánico.

Es deseable desarrollar un procedimiento de extracción y secado que retire de manera eficaz las impurezas orgánicas volátiles hasta niveles muy bajos, tal como de 10 ppm o menos, y que también retire agua hasta niveles bajos, tal como hasta 200 ppm o menos, y que haga esto de manera eficaz y económica.

Esta invención es un procedimiento de este tipo. Esta invención es un procedimiento para extraer y secar un material orgánico de partida, según la reivindicación 1:

El procedimiento de extracción de esta invención ofrece varias ventajas potenciales sobre anteriores enfoques, en los que las etapas de extracción y secado se llevan a cabo de forma separada. Los costes de equipos son menores, debido a que la extracción y el secado se llevan a cabo en una única columna en lugar de en múltiples columnas. Las impurezas orgánicas volátiles con frecuencia se pueden reducir hasta niveles muy bajos usando cantidades de gas de extracción sorprendentemente pequeñas. Esto da como resultado una reducción de costes para esos

materiales y menores costes asociados con la manipulación de mayores volúmenes de gases. Cuando el gas de extracción es vapor de agua, la invención también ofrece ventajas en costes de energía (porque se necesita producir menor cantidad de vapor de agua) y en costes para el tratamiento de aguas residuales (por ejemplo, para eliminar el vapor de agua condensado y los compuestos orgánicos volátiles arrastrados por el mismo). Debido a que el gas de

5 secado pasa a través de la zona de contacto superior y se pone en contacto con el material orgánico allí presente, esto contribuye a la extracción que tiene lugar en la zona de contacto superior y así se reduce la cantidad de gas de extracción que se necesita. Esto reduce el tamaño y coste del sistema de vacío requerido para hacer funcionar la columna a presión reducida.

10 El procedimiento está bien adaptado para un funcionamiento en continuo, que de nuevo reduce costes y elimina, en algunos casos, la necesidad de almacenar el material orgánico antes del procedimiento de extracción y secado. Al eliminar o reducir el almacenamiento del material puede, en algunos ejemplos, como es el caso cuando el material orgánico es un poliéter, reducir o eliminar la necesidad de añadir estabilizantes, tal como antioxidantes, o de hacer ajustes de pH al material, o de realizar otros pretratamientos del material.

La figura es una vista esquemática del procedimiento de la invención.

15 En referencia a la figura, la columna de extracción **9** incluye la entrada de líquidos **1**, a través de la cual se introduce el polímero orgánico de partida o compuesto que contiene impurezas orgánicas volátiles en la columna **9**. El material orgánico de partida, después de entrar en la columna **9**, fluye hacia abajo a lo largo de la zona de contacto superior **2** de la columna **9**. El gas de extracción se introduce en la zona de contacto superior **2** de la columna **9** a través de la

20 entrada del gas de extracción **5**. La entrada del gas de extracción **5** está por debajo de la entrada de líquidos **1**, donde el material orgánico de partida se introduce en la columna, y por encima de la zona de contacto inferior **3**. Generalmente, la localización de la entrada del gas de extracción **5** demarca la división entre la zona de contacto superior **2** y la zona de contacto inferior **3** de la columna **9**.

El gas de extracción introducido en la columna **9** a través de la salida de gas **5** fluye en dirección ascendente, pasa a lo largo de la zona de contacto superior **2** donde se pone en contacto con el polímero o compuesto orgánico de

25 partida y al menos extrae parcialmente (con respecto al material orgánico) impurezas volátiles procedentes del material orgánico. El gas de extracción con impurezas arrastradas pasa seguidamente en dirección ascendente a la sección superior **10** de la columna **9**, donde sale de la columna **9** a través de la salida de gas **4**. La sección superior **10** es generalmente la porción de la columna **9** situada por encima de la entrada de líquidos **1**, donde los gases se pueden acumular para ser retirados de la columna **9** a través de la salida de gas **4**.

30 El material orgánico, habiendo pasado en dirección descendente a lo largo de la zona de contacto superior **2**, después entra en la zona de contacto inferior **3** de la columna **9**. Se introduce un gas de secado a través de una entrada de gas de secado **6** en la zona de contacto inferior **3**, donde se pone en contacto con el material orgánico y retira la humedad allí presente. Generalmente, la localización de la entrada del gas de secado **6** demarca la división entre la zona de contacto inferior **3** y la sección inferior **8** de la columna **9**. A continuación, el material orgánico seco

35 fluye hacia la sección inferior **8** de la columna **9** donde se recoge por debajo de la entrada del gas de secado **6** y de donde se retira de la columna **9** a través de la salida **7**. Después de pasar por la zona de contacto inferior **3**, el gas de secado pasa en dirección ascendente a lo largo de la columna **9** en la zona de contacto superior **2**, donde se pone en contacto con más material orgánico, al mismo tiempo que el material orgánico se pone en contacto con el gas de extracción. El gas de secado se cree que contribuye a la operación de extracción que tiene lugar en la zona

40 de contacto superior **2**. El gas de secado pasa luego a la sección superior **10** y se retira junto con el gas de extracción a través de la salida de gas **4**.

Aparte de tener los rasgos específicos descritos antes (es decir, la diversas entradas y salidas y zonas de contacto superiores e inferiores), la columna de extracción **9** no necesita tener ninguna construcción o diseño especial. Se puede construir a partir de cualquier material adecuado, tomando en cuenta las condiciones de funcionamiento

45 (principalmente temperatura y presión), el material orgánico particular, el gas de extracción particular y el gas de secado particular. Son generalmente adecuadas diversas calidades de acero o aluminio.

La columna de extracción **9** contiene generalmente un empaquetado en al menos la zona de contacto superior **2** y la zona de contacto inferior **3**. El empaquetado sirve para los fines de distribuir el material orgánico de manera más uniforme a lo largo de la sección transversal de la columna, aumentando el tiempo de residencia del material

50 orgánico dentro de la columna, aumentando la superficie específica del material orgánico para facilitar un mejor contacto con los gases de extracción y secado, y de facilitar la transferencia de calor si fuese necesario. Una amplia variedad de materiales porosos son adecuados como empaquetado, que incluye mallas, lanas, fibras, una serie de platos porosos, gránulos u otros materiales en partículas, diversos tipos de empaquetados estructurados, bandejas y similares. Como se mencionó antes, el material de construcción no se considera que sea crítico y se puede

55 seleccionar tomando en cuenta las condiciones de funcionamiento y el material orgánico, gas de extracción y gas de secado particulares. Los empaquetados metálicos y cerámicos son generalmente preferidos. Si se usan empaquetados metálicos, el metal debe ser resistente al ataque químico del agua y/u otras especies químicas.

La columna de extracción **9** también puede contener uno o más soportes para sujetar el material de empaquetado en su sitio dentro de la columna.

El empaquetado en la columna de extracción **9** puede tener una superficie específica de 150 a 500 m² por metro cúbico. Una superficie específica preferida es de 230 a 450 m²/m³.

La columna de extracción **9** puede tener una camisa para aplicar un medio calentador o refrigerante tal como vapor de agua al exterior de la columna para proporcionar un control de temperatura. Pueden estar presentes otros dispositivos calentadores o refrigerantes además de, o en lugar de, dicha camisa.

La columna de extracción **9** también contiene generalmente medios para distribuir el gas de extracción suministrado por la entrada de gas de extracción **5** a lo largo de la sección transversal de la columna. Por lo tanto, la entrada del gas de extracción **5** está generalmente en comunicación fluida con un medio de distribución gas de extracción, a través del cual se recibe el gas de extracción procedente de la entrada de gas de extracción **5** y se introduce en la columna de extracción **9**. El medio de distribución del gas de extracción introduce preferiblemente el gas de extracción en la columna **9** en múltiples localizaciones a lo largo de su sección transversal. Los medios de distribución del gas de extracción pueden incluir, por ejemplo, uno o más platos de distribución, aspersores, burbujas, chorros, boquillas o aparatos similares.

De manera similar, la entrada del gas de secado **6** también puede estar generalmente en comunicación fluida con los medios para distribuir el gas de secado a lo largo de la sección transversal de la columna de extracción **9**. Los diseños adecuados para dichos medios de distribución del gas de secado incluyen los previamente mencionados con respecto a los medios de distribución del gas de extracción.

La columna de extracción **9** puede contener medios para distribuir el material orgánico introducido a través de entrada **1** a lo largo de la sección transversal de la columna. De nuevo, los aparatos específicos como se mencionó antes con respecto a los medios de distribución del gas de extracción son completamente adecuados.

La salida de gas **4** está preferiblemente en comunicación fluida con un medio de retirada de gas para retirar los gases de extracción y secado de la columna **9**, y, si la columna **9** se hace funcionar a presión subatmosférica, para aplicar un vacío en la columna **9**. El medio de retirada del gas puede tener cualquier diseño adecuado. Son adecuados los dispositivos mecánicos tales como ventiladores o sopladores sencillos y bombas de vacío de diversos diseños. Si el gas de extracción es vapor de agua u otro gas fácilmente condensable, el medio de retirada del gas puede consistir en, o incluir, uno o más condensadores, que condensan un poco o todo el gas retirado y en consecuencia se produce un vacío en el sistema. Se pueden usar combinaciones de estos enfoques.

La salida **7** también está preferiblemente en comunicación fluida con un medio de bombeo para retirar el material orgánico extraído y secado de la columna. El medio de bombeo es cualquier clase de dispositivo para mover un líquido a lo largo de un conducto. Son adecuados diversos tipos de bombas e impulsores. El diseño del medio de bombeo no se considera que sea crítico para la invención.

El material orgánico es un compuesto orgánico o mezcla de compuestos orgánicos, que es un líquido bajo las condiciones a las que la columna de extracción se hace funcionar. Una mezcla de compuestos orgánicos puede incluir una disolución de un material en un disolvente, cuyo disolvente puede ser un disolvente de procedimiento de alguna etapa aguas arriba, o uno que se usa para disolver o reducir la viscosidad de otro material orgánico para procesar a través de la columna de extracción. El material orgánico, antes del tratamiento según esta invención, contiene generalmente una o más impurezas que son más volátiles que el material orgánico (y más volátiles que cualquier disolvente que sea necesario para mantener al material orgánico como un líquido a lo largo del procedimiento de extracción y secado) y que se puede retirar por extracción. El material orgánico puede contener humedad, es decir, una pequeña cantidad de agua, antes de ser introducido en la columna de extracción **9**. Este es un caso usual cuando el gas de extracción es algo distinto a vapor de agua. Cuando el vapor de agua se usa como el gas de extracción, el material orgánico absorbe usualmente algo de humedad del vapor de agua en la zona de contacto superior **2**, cuya humedad se retira luego a través del contacto con el gas de secado en la zona de contacto inferior **3**.

El material orgánico puede incluir, o consistir en, (aparte de impurezas y humedad) uno o más polímeros orgánicos, que pueden o no disolverse en algún disolvente.

El material orgánico de partida contiene impurezas orgánicas volátiles en una cantidad de 50 a 5.000 ppm. El material orgánico de partida contiene hasta 50.000 ppm de agua.

Un material orgánico es un poliéter líquido bruto que tiene un peso molecular de aproximadamente 500 a 10.000, el cual es el producto de reacción de la polimerización de óxido de alquileno. El óxido de alquileno puede ser, por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de 1,2-hexano, óxido de tetrabutileno, óxido de estireno, o una mezcla de cualesquiera dos o más de los mismos. Estos óxidos se pueden polimerizar en un procedimiento de polimerización aniónica en presencia de un compuesto iniciador y un catalizador de hidróxido de metal alcalino. Alternativamente, los óxidos se pueden polimerizar, como se mencionó antes en presencia de un compuesto iniciador, usando un catalizador de complejo de cianuro metálico doble. El poliéter líquido bruto estará generalmente terminado en grupos hidroxilo, y puede tener, por ejemplo, de 1 a 12 grupos hidroxilo por molécula. Los poliéteres líquidos brutos fabricados de esta forma contienen típicamente una cantidad de impurezas orgánicas, que incluyen óxidos sin reaccionar, diversos subproductos de aldehído y similares, que son más volátiles que el

poliéter líquido y son susceptibles de ser retirados en un procedimiento de extracción. Los poliéteres preparados usando un procedimiento de polimerización aniónica además se suelen tratar para neutralizar y retirar los residuos de catalizadores y por ese motivo suelen contener alguna cantidad de humedad arrastrada.

5 Otro material orgánico es un poliol polímero bruto que se obtiene a partir de un procedimiento en el que uno o más monómeros etilénicamente insaturados son polimerizados en presencia de un poliol de poliéter. Estos productos de poliol polímero bruto tienden a contener hasta 20.000 ppm, preferiblemente hasta 10.000 de monómeros sin reaccionar, agentes de transferencia de cadena, iniciadores de radicales libres y/o residuos de la descomposición de los mismos.

10 El gas de extracción se selecciona de manera que, bajo las condiciones usadas en la columna de extracción, éste exista en la fase gaseosa y que no reaccione con el material orgánico. El gas de extracción también tiene preferiblemente una baja solubilidad en el material orgánico. Un gas de extracción preferido es fácilmente condensable, puesto que éste permite aplicar un vacío en la columna de extracción condensando el gas de extracción que ha sido retirado de la columna. El vapor de agua súper calentado es un gas de extracción especialmente preferido. Por "súper calentado" se entiende, que el vapor de agua está a una temperatura superior a su punto de rocío bajo las condiciones a las que se hace funcionar la columna. Las mezclas de gases se pueden usar, tal como, por ejemplo, una mezcla de vapor de agua súper calentado y aire, o de vapor de agua súper calentado y un gas inerte tal como nitrógeno o argón. La cantidad de vapor de agua de extracción es de 0,0002 a 0,02 kg por kg de material orgánico.

20 El gas de secado también se selecciona de manera que, bajo las condiciones usadas en la columna de extracción, éste exista en la fase gaseosa y que no reaccione con el material orgánico, y que también tenga preferiblemente una baja solubilidad en el material orgánico. El gas de secado no debe contener más de 100, preferiblemente más de 50 ppm de agua. El aire seco es un gas de extracción útil, pero los gases inertes tales como argón y especialmente nitrógeno son preferidos. La cantidad de gas de secado es de 0,0001 a 0,003 kg por kg de material orgánico.

25 Las condiciones de temperatura y presión a las que se lleva a cabo el procedimiento de extracción y secado por supuesto dependerán del material orgánico particular, la naturaleza de las impurezas orgánicas y los gases de extracción y secado particulares usados. La temperatura y presión en la columna de extracción son de manera que el material orgánico (aparte de las impurezas orgánicas volátiles a retirar) permanezca en estado líquido a medida que pasa a lo largo de la columna, y de manera que los gases de extracción y secado permanezcan en estado gaseoso a medida que pasan a lo largo de la columna. Las presiones subatmosféricas son preferidas, para facilitar la retirada de las impurezas orgánicas volátiles y agua de material orgánico. La presión en el interior de la columna de extracción puede ser, por ejemplo, de 5 a 100 mbar o de 15 a 50 mbar. Una temperatura adecuada puede ser de 0 a 160° C. Una temperatura preferida, especialmente para extraer poliéteres es de 90 a 150° C., y una temperatura más preferida es de 120 to 140°C.

35 Por lo general, es deseable reducir la cantidad de impurezas orgánicas y humedad en el material orgánico tratado hasta niveles muy bajos, tal como, por ejemplo, hasta 10 ppm o menos en el caso de impurezas orgánicas y hasta 200 ppm o menos en el caso de humedad residual. Se prefiere más especialmente reducir el nivel de las impurezas orgánicas volátiles hasta 1 ppm o menos.

Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar la invención, pero no para limitar el alcance de la misma. Todas las partes y porcentajes son en peso a menos que se indique otra cosa.

40 Ejemplo 1

Se construye una única columna de extracción diseñada como se muestra en la Figura 1. Se hace pasar un poliol bruto que contiene 6.000 ppm de agua y 1.000 ppm de impurezas orgánicas volátiles a lo largo de la columna a 130°C. La columna se hace funcionar a 15 mbar. El gas de extracción es vapor de agua súper calentado, y el gas de secado es nitrógeno. Se necesitan únicamente 0,005 kg de vapor de agua por kg of poliol bruto para reducir la cantidad de impurezas orgánicas volátiles hasta 0,5 ppm. La cantidad de nitrógeno gaseoso de secado es de sólo 0,0004 kg por kg de poliol bruto; esta cantidad es suficiente para reducir el contenido de agua hasta 100 ppm. Por lo tanto, con esta invención, no sólo el consumo de vapor de agua es muy bajo sino que la cantidad total gas de extracción más gas de secado es también muy baja y el contenido de agua se reduce drásticamente además de la casi completa retirada de los compuestos orgánicos volátiles.

50

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para extraer y secar un material orgánico de partida, que comprende:

a) introducir el material orgánico de partida en una zona de contacto superior (2) de una columna (9) que tiene una zona de contacto superior (2) y una zona de contacto inferior (3), y permitir que el material orgánico de partida fluya en dirección descendente a lo largo de la columna (9), a lo largo de la zona de contacto superior (2) y después a lo largo de la zona de contacto inferior (3) hasta una sección inferior (8) de la columna (9);

b) introducir de 0,0002 a 0,02 kg de vapor de agua súper calentado por kg de material orgánico de partida en la zona de contacto superior (2) de la columna (9) y por encima de zona de contacto inferior (3) de la columna (9) de manera que el vapor de agua súper calentado se mueve en dirección ascendente a lo largo de la zona de contacto superior (2), donde éste se pone en contacto con el material orgánico de partida y retira las impurezas allí presentes, y después a una sección superior (10) de la columna (9).

c) introducir de 0,0001 a 0,003 kg de nitrógeno o argón por kg de material orgánico de partida en la zona de contacto inferior (3) de la columna (9) de manera que nitrógeno o argón se mueve en dirección ascendente a lo largo de la zona de contacto inferior (3) donde éste se pone en contacto con una parte del material orgánico y retira la humedad allí presente, luego se mueve en dirección ascendente a lo largo de la zona de contacto superior (2) donde éste se pone en contacto con otra parte del material orgánico, y después se mueve a una sección superior (10) de la columna (9).

d) retirar el vapor de agua y el nitrógeno o argón de la sección superior (10) de la columna (9) por encima de la zona de contacto superior (2); y

e) retirar el material orgánico extraído y secado de la sección inferior (8) de la columna (9) por encima de la zona de contacto inferior (3).

en donde el material orgánico de partida es un poliéter líquido que tiene un peso molecular de 500 a 10.000, o es un polímero poliol bruto, que contiene de 50 a 5.000 ppm de impurezas orgánicas volátiles y hasta 50.000 ppm de agua, y el material orgánico extraído y secado contiene hasta 10 ppm de compuestos orgánicos volátiles y hasta 200 ppm de agua.

2. El procedimiento según la reivindicación 1, en donde el nitrógeno o argón no contiene más de 50 ppm de humedad.

3. El procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en donde la columna (9) se hace funcionar a una presión de 5 a 100 mbar.

4. El procedimiento según la reivindicación 3, en donde la columna (9) se hace funcionar a una temperatura de 90 a 150° C.

FIGURA

