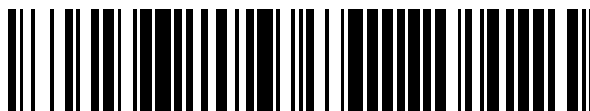


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 698 367**

51 Int. Cl.:

B01D 53/72 (2006.01)

B01D 3/00 (2006.01)

B01D 5/00 (2006.01)

D21C 11/06 (2006.01)

B01D 3/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.02.2009 PCT/CA2009/000172**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.08.2010 WO10091492**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.02.2009 E 09839848 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.08.2018 EP 2396105**

54 Título: **Procedimiento y aparato de purificación de metanol**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.02.2019

73 Titular/es:
A.H. LUNDBERG SYSTEMS LIMITED (100.0%)
300-5118 Joyce Street
Vancouver, British Columbia V5R 4H1, CA

72 Inventor/es:
DER, BRUCE y
JENSEN, ALLAN STEWART

74 Agente/Representante:
CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 698 367 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

Procedimiento y aparato de purificación de metanol.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento y a un aparato para recuperar metanol purificado separado de una corriente de gas bruto.

10 **Antecedentes de la invención**

El metanol se forma como subproducto del procedimiento de elaboración de pasta kraft, cuando el ion hidroxilo reacciona con un grupo metoxilo de lignina:



Dependiendo de la configuración de fábrica de papel, hasta el 90% del metanol generado en la lejiadora puede captarse en el condensado sucio procedente de las zonas de la lejiadora y el evaporador. El condensado sucio se trata normalmente en un sistema de separación con arrastre de vapor, en el que puede retirarse hasta el 95% del metanol del condensado sucio y captarse en los vapores de cabeza del procedimiento de separación. La corriente de gas concentrado se denomina a menudo gas residual de separación (SOG).

Entonces, el SOG se desecha habitualmente a través de oxidación térmica en un horno de cal, caldera para producción de energía, caldera de recuperación o incinerador dedicado. El SOG normalmente consiste en aproximadamente de 40 a 70% en peso de metanol, de 5 a 10% en peso de materiales no condensables, incluyendo compuestos de azufre, y el resto en vapor de agua.

Puede quemarse SOG de desecho como sustituto de los combustibles fósiles. Sin embargo, el valor de SOG como combustible depende de la cantidad de vapor de agua que contiene. El gas natural proporciona 50,5 MJ/kg (37,2 MJ/m³) de calor de combustión, el metanol puro proporciona 22,7 MJ/kg, y el SOG que contiene 70% en peso de metanol proporciona el equivalente de aproximadamente 21,9 MJ/kg. El SOG proporciona menos calor porque el vapor de agua arrastrado debe calentarse en primer lugar hasta la temperatura de combustión.

Se utiliza dióxido de cloro en el procedimiento de blanqueamiento de la pasta; se utiliza metanol de grado AA (99,85% en peso) para producir ClO₂. En una fábrica de papel que funcione bien, un sistema de purificación de metanol preferentemente puede producir cantidades suficientes de metanol purificado para las demandas del procedimiento de ClO₂, así como algo de metanol purificado para venta externa. Si una parte sustancial del metanol en el SOG puede recuperarse y purificarse para proporcionar un producto de grado AA industrial, el metanol producido en un procedimiento de elaboración de pasta kraft típico puede valer hasta cuatro veces y media más como producto básico que como combustible.

Existen numerosos sistemas de purificación de metanol en servicio. La mayoría de los sistemas de este tipo utilizan alguna forma de destilación para separar el metanol de otros compuestos. Ver por ejemplo, la patente US n° 5.718.810 concedida a Robbins y la patente US n° 6.217.711 concedida a Ryham *et al.* La patente canadiense n° 1.088.957 de Suokas *et al.* utiliza una combinación de etapas de destilación y tratamientos de oxidación ácidos o alcalinos para separar las diversas fracciones. La destilación separa los componentes de una disolución mediante vaporización parcial de la mezcla y recuperación independiente de vapor y líquido residual. Los constituyentes más volátiles de la mezcla original se obtienen con una concentración aumentada en el vapor, mientras que los componentes menos volátiles permanecen en mayor concentración en el residuo líquido. Pueden diseñarse columnas de destilación utilizando platos, relleno estructurado o relleno descargado al azar. Debido al acceso restringido, para columnas pequeñas por debajo de aproximadamente 750 mm de diámetro, se prefiere el relleno descargado al azar.

Sin embargo, el metanol recuperado a partir de un procedimiento de elaboración de pasta kraft presenta varias características únicas que dificultan la separación mediante destilación.

Normalmente, las cantidades significativas de disulfuro de dimetilo están presentes en el metanol en bruto producido durante el procedimiento de elaboración de pasta kraft. La presencia de un azeotropo entre el metanol y el disulfuro de dimetilo requiere que el contenido de metanol en el SOG no sea superior a aproximadamente 40% en peso para garantizar la separación. El control del sistema de separación con arrastre de vapor de condensado sucio, en cuanto a tanto la cantidad como la calidad del SOG producido, puede reducir el impacto de los azeotropos de disulfuro de dimetilo. Muchos sistemas de separación existentes incluyen un condensador de reflujo integrado con los evaporadores de efecto múltiple; ver por ejemplo la patente US n° 4.137.134 concedida a Suominen *et al.*, la patente US n° 3.807.479 concedida a Brannland *et al.* y la patente US n° 5.830.314 concedida a Mattsson. Desgraciadamente, en esta disposición, el control del sistema de separación puede

resultar comprometido porque cualquier fluctuación en el funcionamiento de los evaporadores se propagará a través del sistema de separación, afectando de manera imprevisible a la cantidad y calidad del SOG.

5 Además, se producen contaminantes que incluyen compuestos de azufre ionizables tales como sulfuro de hidrógeno y metilmercaptano durante el procedimiento de elaboración de pasta. Estos compuestos pueden disociarse en determinadas condiciones, haciendo que sea prácticamente imposible retirarlos del SOG mediante destilación simple. Tal como puede apreciarse en la figura 1, el sulfuro de hidrógeno (H₂S) empieza a disociarse a un pH por encima de aproximadamente 6, mientras que el metilmercaptano (MM) empieza a disociarse a un pH por encima de aproximadamente 9. En su forma disociada, estos compuestos no ejercen una presión de vapor y por tanto no pueden retirarse mediante destilación. Por tanto, controlar el pH de la fase líquida en la columna de destilación es una manera eficaz de retirar estos compuestos en un procedimiento de destilación.

15 Como el SOG condensado normalmente presenta un pH de aproximadamente 9 a 10, puede dosificarse un ácido, tal como ácido sulfúrico, a la columna de destilación apropiada para disminuir el pH en el sistema. Sin embargo, el ácido no puede añadirse simplemente a la alimentación de líquido a la columna ya que reaccionará con cualquier amoniaco presente en el sistema, produciendo sulfato de amonio. Esto se conoce como ensuciar la columna y debe evitarse. La patente US nº 5.989.394 concedida a Johansson *et al.* describe un procedimiento en el que se introduce un agente acidificante en una columna de separación por encima del punto de admisión del líquido que está purificándose, o alternativamente se añade a la alimentación de líquido directamente. Sin embargo, Johansson está preocupado por producir una corriente de condensado relativamente purificada, en vez de por una retirada y purificación de alto nivel del metanol de la corriente de alimentación de líquido y no parece estar preocupado por ensuciar la columna. De manera similar, el documento SE 524 106 concedido a Södra Cell AB da a conocer la adición de una alimentación de agente acidificante a una columna de metanol en diversas ubicaciones por encima del flujo de entrada, o directamente al flujo de entrada antes de que entre en la columna. No se comenta la evitación de ensuciamiento de la columna.

Por tanto, un objetivo de la invención es proporcionar un procedimiento y un aparato para recuperar y purificar metanol separado de una corriente de gas bruto que supera las deficiencias anteriores.

30 En particular, un objetivo de la invención es proporcionar un procedimiento y un aparato para recuperar y purificar metanol en un alto grado, permitiendo que se utilice el metanol dentro de un procedimiento de elaboración de pasta kraft y para permitir que el metanol en exceso se venda, en vez de destruirse.

35 Estos y otros objetivos de la invención se apreciarán haciendo referencia al sumario de la invención y a la descripción detallada de la forma de realización preferida siguiente.

Sumario de la invención

40 La invención se refiere a un procedimiento y a un aparato para recuperar y purificar metanol según la reivindicación 1 y la reivindicación 7, respectivamente.

Pueden ponerse en práctica unas formas de realización ventajosas según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6 o configurarse según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 16.

45 El gas se recupera normalmente como un gas bruto (denominado gas residual de separación o SOG) que comprende metanol, agua y otros contaminantes diversos.

50 El gas residual de separación se separa de las zonas de la lejjadora y el evaporador del procedimiento de elaboración de pasta; entonces el SOG pasa, a una velocidad de flujo controlable, a unos medios de condensación dedicados, en los que se extraen por ebullición componentes volátiles y se purgan a un sistema de incineración, mientras que el condensado se drena a unos medios de retirada de aceites rojos de destilación atmosférica, tales como un decantador. Los contaminantes pesados que son inmiscibles en la disolución se decantan y se recuperan por separado. El flujo inferior se mueve a unos primeros medios de destilación, tales como una columna de destilación atmosférica ("topping column") y se calienta. Se añade ácido en el punto medio de la columna de destilación atmosférica para disminuir el pH de la disolución sin permitir que el ácido reaccione con amoniaco en la alimentación. Se devuelven los componentes volátiles a los medios de condensación, mientras que el flujo inferior se mueve a un tanque para compensación, que puede utilizarse para estabilizar el flujo y la concentración de la alimentación a la sección de rectificación.

60 La sección de rectificación puede comprender una o dos columnas. La alimentación se introduce próxima a la parte superior de la sección de residuos de la columna, y se mueve hacia abajo a través del relleno en la columna, a contracorriente del flujo de vapor para separación. El metanol vaporizado se mueve hacia arriba a través de la sección superior de la columna, y se retira cualquier impureza a medida que fluye el vapor de cabeza. Agua y otros componentes menos volátiles forman el flujo inferior, mientras que se extraen aceites de fusel en una corriente lateral. El metanol purificado se extrae y pasa a un enfriador de metanol para su condensación y almacenamiento. El metanol es puro en por lo menos 99,85% en peso.

Alternativamente, la sección de residuos y la sección superior pueden ser cada una una columna independiente. La alimentación se introduce próxima a la parte superior de la columna de residuos, y se mueve hacia abajo a través del relleno en la columna, a contracorriente del flujo de vapor para separación. El metanol vaporizado se retira a medida que fluye el vapor de cabeza. Agua y otros componentes menos volátiles forman el flujo inferior, mientras que se extraen aceites de fusel en una corriente lateral. El vapor de metanol se pasa a la columna superior de rectificación, en la que se destila de nuevo. El condensado de la columna superior de rectificación se devuelve a la columna de residuos de rectificación, mientras que se recogen y condensan los vapores antes de purgarse al sistema de incineración. El metanol purificado se extrae y pasa a un enfriador de metanol para su condensación y almacenamiento. El metanol es puro en por lo menos 99,85% en peso.

Este y otros aspectos de la invención se apreciarán con mayor detalle haciendo referencia a la descripción detallada de la forma de realización preferida.

15 **Breve descripción de los dibujos**

La forma de realización preferida de la invención se describe haciendo referencia a los dibujos en los que:

20 la figura 1 es un gráfico que representa las fracciones de disociación para sulfuro de hidrógeno y metilmercaptano a diversos niveles de pH;

la figura 2 es un esquema de la sección de destilación atmosférica de la invención;

25 la figura 3 es un esquema de la sección de rectificación de la invención; y

la figura 4 es un esquema de un diseño alternativo de la sección de rectificación de la invención.

Descripción detallada de la invención

30 Se produce gas residual de separación (SOG), que contiene normalmente aproximadamente de 40 a 70% en peso de metanol, en una columna de separación con arrastre de vapor de condensado sucio existente. El SOG se dirige hacia un sistema de purificación de metanol 10, desviándose desde un horno, una caldera, un incinerador u otro sistema de incineración 12, tal como se representa en la figura 2.

35 El vapor 14 de la columna de separación existente se introduce en un condensador de reflujo 16 dedicado; este recipiente puede ser de cualquier tipo adecuado, tal como uno de efecto de evaporador de carcasa y tubos de tipo película descendente. El calor del sistema de separación puede utilizarse en el sistema de evaporador, pero la utilización de un recipiente dedicado permite un control suficiente sobre el sistema para garantizar que se producen calidades y cantidades estables de SOG en todas las condiciones de funcionamiento del evaporador. 40 La presión se mantiene estrangulando el vapor instantáneo del sistema.

Se introduce SOG en el sistema de purificación de metanol 10 a una velocidad de flujo controlada, desviándose cualquier gas en exceso al sistema de incineración 12. Esto ayuda a mantener el metanol que entra en el sistema de purificación 10 en un contenido óptimo de aproximadamente 40% en peso o menos.

45 El sistema de columna de destilación atmosférica 18 separa los elementos con bajo punto de ebullición e incondensables del SOG, incluyendo compuestos malolientes de azufre, amoníaco y algunos éteres, cetonas y aldehídos. Cuando se introduce el SOG en el condensador de reflujo de destilación atmosférica 20, los elementos con bajo punto de ebullición e incondensables se purgan 22 de vuelta al sistema de incineración 12 mientras que el condensado drena 24 al decantador 26 de aceites rojos de destilación atmosférica.

50 La bomba de aceites rojos de destilación atmosférica 28 mueve los aceites rojos decantados a un sistema de recuperación de trementina (no representado), si está disponible. El flujo inferior 32 procedente del decantador 26 se mueve a la columna de destilación atmosférica 34 mediante cualesquier medios adecuados, tal como una 55 bomba de reflujo de destilación atmosférica 36. Puede utilizarse un hervidor de destilación atmosférica 38 para proporcionar calor a la columna de destilación atmosférica 34, evaporando los contaminantes volátiles en una corriente 42, que puede devolverse al condensador de reflujo de destilación atmosférica 20 o desecharse de otro modo.

60 Puede añadirse ácido sulfúrico a la columna de destilación atmosférica 34 mediante cualesquier medios adecuados, tal como una bomba de alimentación 44. Preferentemente, se añade el ácido aproximadamente en el punto medio de la columna, o a cualquier tasa en un punto de entrada 46 por debajo del punto de introducción 48 de la alimentación de flujo inferior condensado desde la bomba de reflujo de destilación atmosférica 36. La separación entre el punto de introducción de alimentación 48 y el punto de entrada de ácido 46 permite que cualquier amoníaco altamente volátil presente en la alimentación de flujo inferior se separe en la sección superior de la columna de destilación atmosférica 34 antes de que tenga ocasión de reaccionar con el ácido, evitándose

de ese modo la formación de precipitados de sulfato de amonio. El ácido reduce el pH en la sección inferior de la columna de destilación atmosférica 34, liberando sulfuro de hidrógeno y metilmercaptano disociados, que ascenderán a la sección superior de la columna de destilación atmosférica 34, en la que pueden retirarse como parte de la corriente de contaminantes volátiles 42.

5 El flujo inferior 50 procedente de la columna de destilación atmosférica 34 fluye hacia el tanque para compensación 52, recirculándose parte del mismo al hervidor de destilación atmosférica 38. Como el flujo y la concentración de SOG pueden variar significativamente dependiendo del funcionamiento del sistema de separación existente, el tanque para compensación puede equilibrar el flujo y la concentración de la alimentación al sistema de columna de rectificación de metanol 54.

10 La alimentación entra en el sistema de rectificación 54 procedente del tanque para compensación 52, tal como mediante una bomba de alimentación de rectificación 56. El sistema de columna de rectificación 54 comprende dos secciones, concretamente una sección de separación de residuos 97 y una sección de rectificación superior 99, tal como se muestra en la figura 3. La alimentación se introduce en la sección de separación 97 de la columna 55 y fluye hacia abajo a través del relleno, a contracorriente del vapor para separación 57, que puede suministrarse por un hervidor de rectificación 59. El componente volátil, incluyendo metanol, se mueve hacia arriba a la sección de rectificación superior 99, mientras que el componente menos volátil, que es principalmente agua junto con otros elementos con alto punto de ebullición, se retira como flujo inferior 63.

20 La alimentación puede comprender también unos elementos con punto de ebullición intermedio, tales como algunos alcoholes superiores (principalmente etanol), cetonas superiores, etc. Estos componentes, a menudo denominados aceites de fusel, se extraen de la columna de residuos 55, preferentemente en un punto 65 ubicado por debajo del punto de introducción de alimentación 67. Los aceites de fusel pueden recuperarse por separado, o pueden combinarse con el flujo inferior 63 procedente de la columna 55, pasando a un tratamiento de efluentes a través de una bomba de residuos de rectificación 69.

25 El flujo de vapor de cabeza 61, que comprende metanol y otros elementos volátiles, procedente de la sección de rectificación superior 99 se condensa en un condensador de reflujo de rectificación 71, ubicado por encima de la columna 55. Cualquiera de los elementos con bajo punto de ebullición e incondensables 73 puede purgarse al sistema de incineración 12.

30 El producto restante, que es aproximadamente 99,85% en peso de metanol, se extrae en una corriente 75, ubicada preferentemente un poco por debajo de la parte superior del relleno en la sección de rectificación superior 99, y se mueve a un enfriador de metanol 77 mediante unos medios adecuados tales como mediante una bomba de metanol 79, en la que puede moverse a un almacenamiento. El producto de metanol se extrae preferentemente en cantidades suficientes como para mantener el perfil de metanol en la columna.

35 Alternativamente, las dos secciones del sistema de columna de rectificación 54 pueden suministrarse en dos columnas independientes, la columna de residuos de rectificación 60 y la columna superior de rectificación 62, tal como se representa en la figura 4. La alimentación se introduce 64 en la sección de separación de la columna de residuos 60 y fluye hacia abajo a través del relleno, a contracorriente del vapor para separación 66, que puede suministrarse por un hervidor de rectificación 68. El componente volátil, que incluye metanol, se retira en el flujo de vapor de cabeza 70, mientras que el componente menos volátil, que es principalmente agua junto con otros elementos con alto punto de ebullición, se retira como flujo inferior 72.

40 En esta forma de realización, se extraen los aceites de fusel de la columna de residuos 60, preferentemente en un punto 74 ubicado por debajo del punto de introducción de alimentación 64. De nuevo, los aceites de fusel pueden recuperarse por separado, o pueden combinarse con el flujo inferior 72 procedente de la columna 60, pasando a un tratamiento de efluentes a través de una bomba de residuos de rectificación 76.

45 El flujo de vapor de cabeza 70 procedente de la columna de residuos de rectificación 60 se dirige hacia la sección inferior de la columna superior de rectificación 62. Cualquier condensado 80 recogido en la parte inferior de la columna superior 62 puede devolverse mediante una bomba de rectificación intermedia 82 al punto de introducción 84 de la columna de residuos 60. El vapor 86 de la columna superior 62 se condensa en un condensador de reflujo de rectificación 88, ubicado por encima de la columna superior 62. Cualquiera de los elementos con bajo punto de ebullición e incondensables 78 puede purgarse al sistema de incineración 12.

50 El producto restante, que es aproximadamente 99,85% en peso de metanol, se extrae en una corriente 90, ubicada preferentemente un poco por debajo de la parte superior del relleno en la columna superior 62. De nuevo, el producto de metanol se extrae preferentemente en cantidades suficientes como para mantener el perfil de metanol en la columna y se mueve al enfriador de metanol 94 mediante unos medios adecuados tales como mediante una bomba de metanol 92, en la que puede moverse a un almacenamiento.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para recuperar y purificar metanol a partir de una corriente de gas residual de separación, que comprende las etapas siguientes:
- 5 obtener, a una velocidad controlada, una alimentación de gas bruto (14) comprendiendo no más de aproximadamente 40% en peso de metanol;
- condensar (20) dicha alimentación de gas bruto;
- 10 decantar (26) los contaminantes inmiscibles a partir de dicha alimentación de gas bruto condensada;
- destilar (34) dicha alimentación de gas bruto condensada en presencia de un ácido para evaporar los componentes volátiles (42), dejando una alimentación de metanol contaminado (52), suministrándose dicho ácido en un punto de entrada (46) por debajo de un punto de introducción (48) de dicha alimentación de gas
- 15 bruto condensada;
- refinar (97, 60) dicha alimentación de metanol contaminado calentando (59, 68) para evaporar el metanol de dicha alimentación de metanol contaminado y retirar las impurezas como un flujo inferior (63, 65, 72, 74); y
- 20 refinar (99, 62) además dicho metanol evaporado retirando las impurezas como un flujo de vapor de cabeza (73, 78) para producir metanol purificado (75, 90).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de desviar una cantidad en exceso de dicha alimentación de gas bruto a un sistema de desecho antes de dicha etapa de condensación.
- 25 3. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además las etapas de enfriar y recoger dicho metanol evaporado.
- 30 4. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de separar aceites de fusel de dicha alimentación de metanol contaminado durante dicha etapa de refinado.
5. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de almacenar dicha alimentación de metanol contaminado antes de dicha etapa de refinar dicha alimentación de metanol contaminado.
- 35 6. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de recircular dicho flujo inferior a dicha etapa de refinar dicha alimentación de metanol contaminado.
7. Aparato para realizar el procedimiento según la reivindicación 1, para recuperar y purificar metanol a partir de una corriente de gas residual de separación (14), que comprende:
- 40 unos medios de condensación (20) para recibir y condensar una cantidad controlada de gas residual de separación (14) que comprende no más de aproximadamente 40% en peso de metanol;
- 45 unos medios de decantación (26) para retirar los contaminantes inmiscibles de dicho gas condensado;
- unos primeros medios de destilación (34) que comprenden unas secciones superior e inferior, para recibir dicho gas condensado en un punto de introducción (48) en dicha sección superior, y para calentar dicho gas condensado en presencia del ácido recibido en un punto de entrada (46) en dicha sección inferior, para
- 50 evaporar los componentes volátiles, dejando metanol contaminado;
- una primera sección de refinado (97, 60) para evaporar metanol a partir de dicho metanol contaminado y retirar las impurezas como un flujo inferior; y
- 55 una segunda sección de refinado (99, 62) para retirar las impurezas de dicho metanol evaporado como un flujo de vapor de cabeza (61, 70), produciendo metanol purificado.
8. Aparato según la reivindicación 7, que comprende además unos medios de almacenamiento (52) para almacenar dicho metanol contaminado antes de entrar en dicha primera sección de refinado (54).
- 60 9. Aparato según la reivindicación 7, que comprende además unos medios para capturar (75, 90) y condensar (77, 94) dicho metanol purificado para el almacenamiento.
10. Aparato según la reivindicación 7, que comprende además unos medios (65, 74) para retirar los aceites de fusel de dicho metanol contaminado.
- 65

11. Aparato según la reivindicación 7, en el que dichos primeros medios de destilación (34) comprenden una columna de destilación atmosférica.
- 5 12. Aparato según la reivindicación 11, en el que dicha columna de destilación atmosférica comprende además un hervidor (38) para recircular parte de dicho metanol contaminado.
13. Aparato según la reivindicación 7, en el que por lo menos una sección de dicha primera sección de refinado (97, 60) y dicha segunda sección de refinado (99, 62) comprende unos segundos medios de destilación.
- 10 14. Aparato según la reivindicación 13, en el que dichos segundos medios de destilación comprenden una columna de rectificación.
- 15 15. Aparato según la reivindicación 13, en el que dichos segundos medios de destilación comprenden unas primera y segunda columnas de rectificación (60, 62).
16. Aparato según la reivindicación 7, que comprende además unos medios para desviar el gas en exceso a un sistema de desecho (12) antes de entrar en dichos medios de condensación (20).

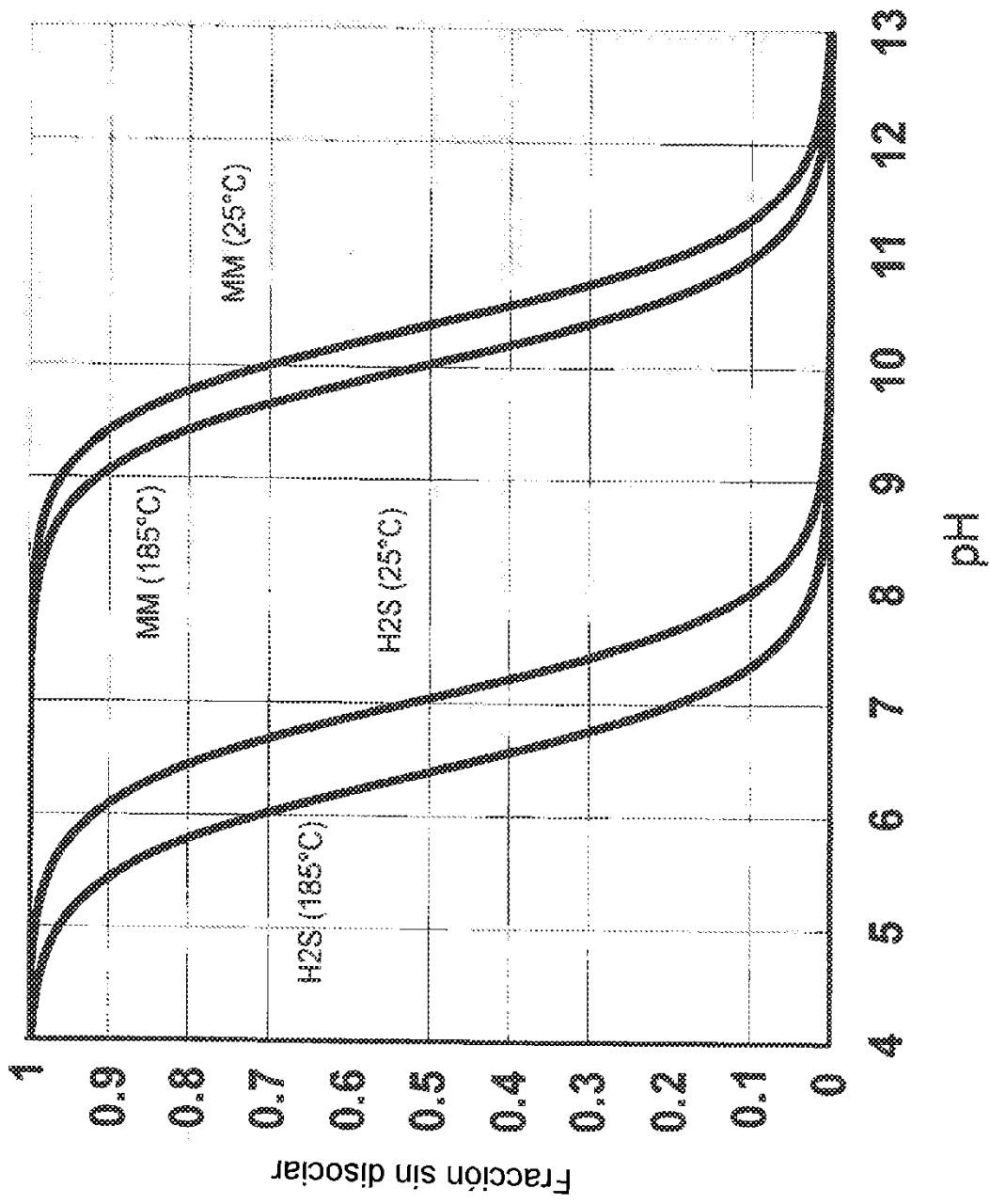


Fig. 1

Técnica anterior

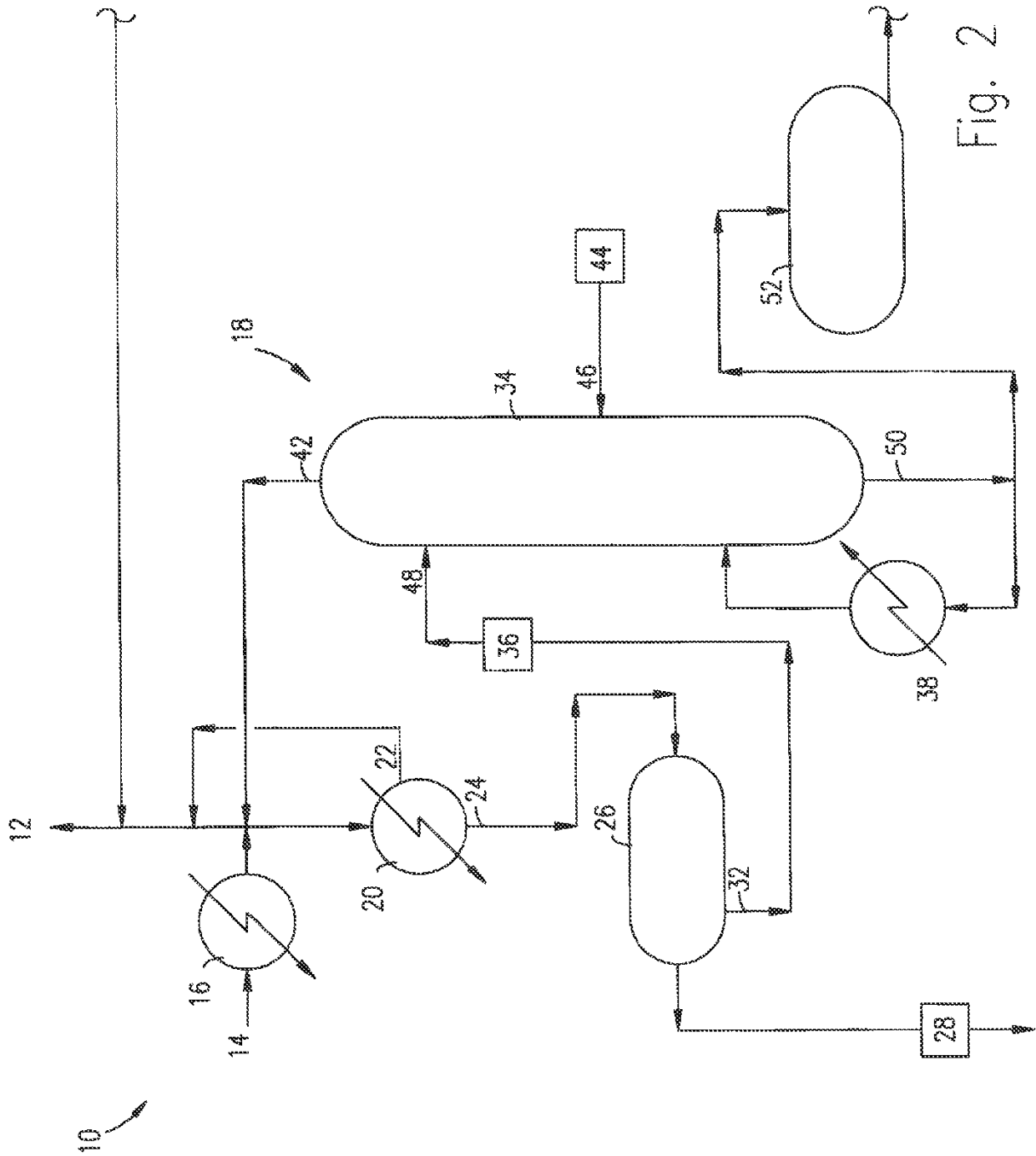
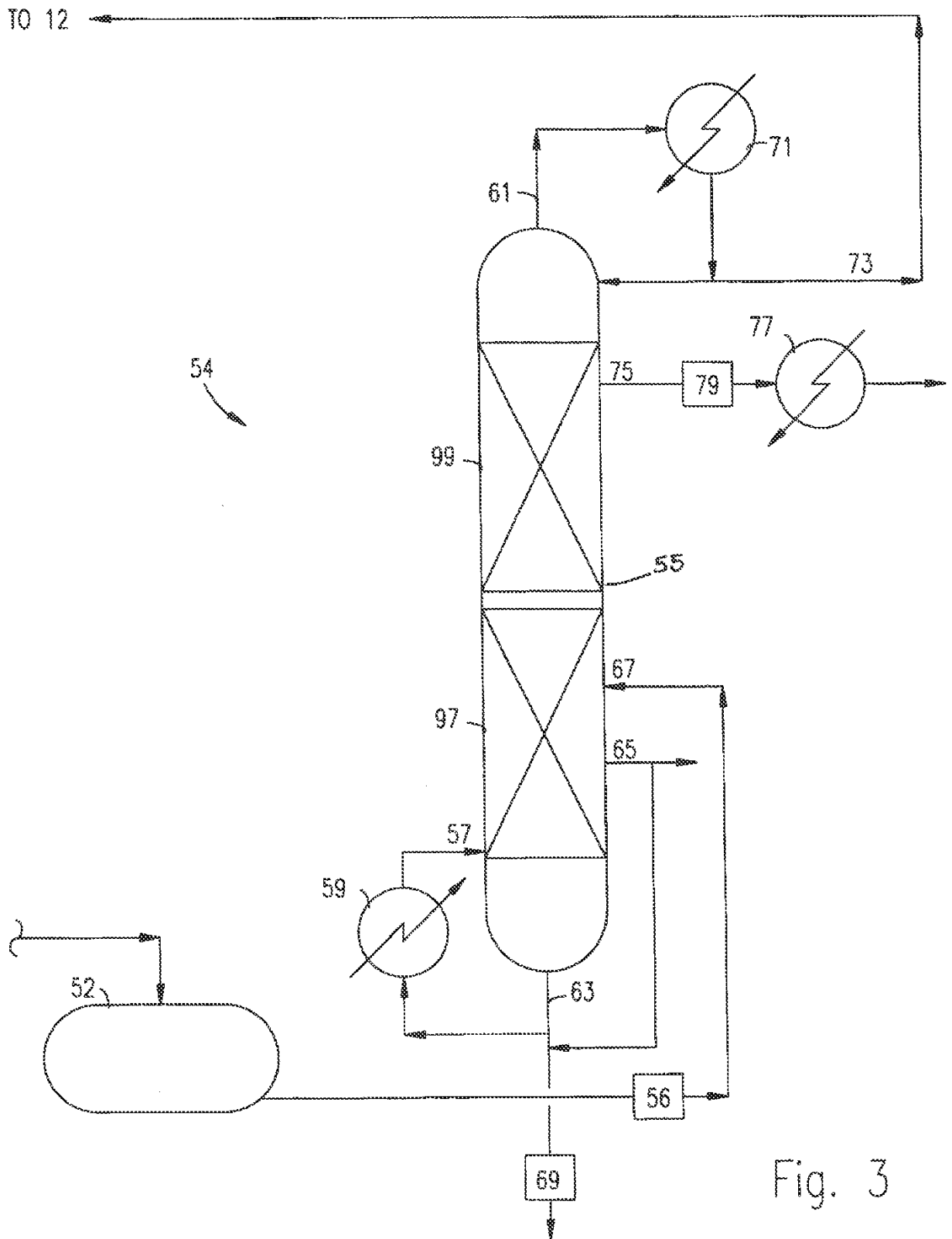


Fig. 2



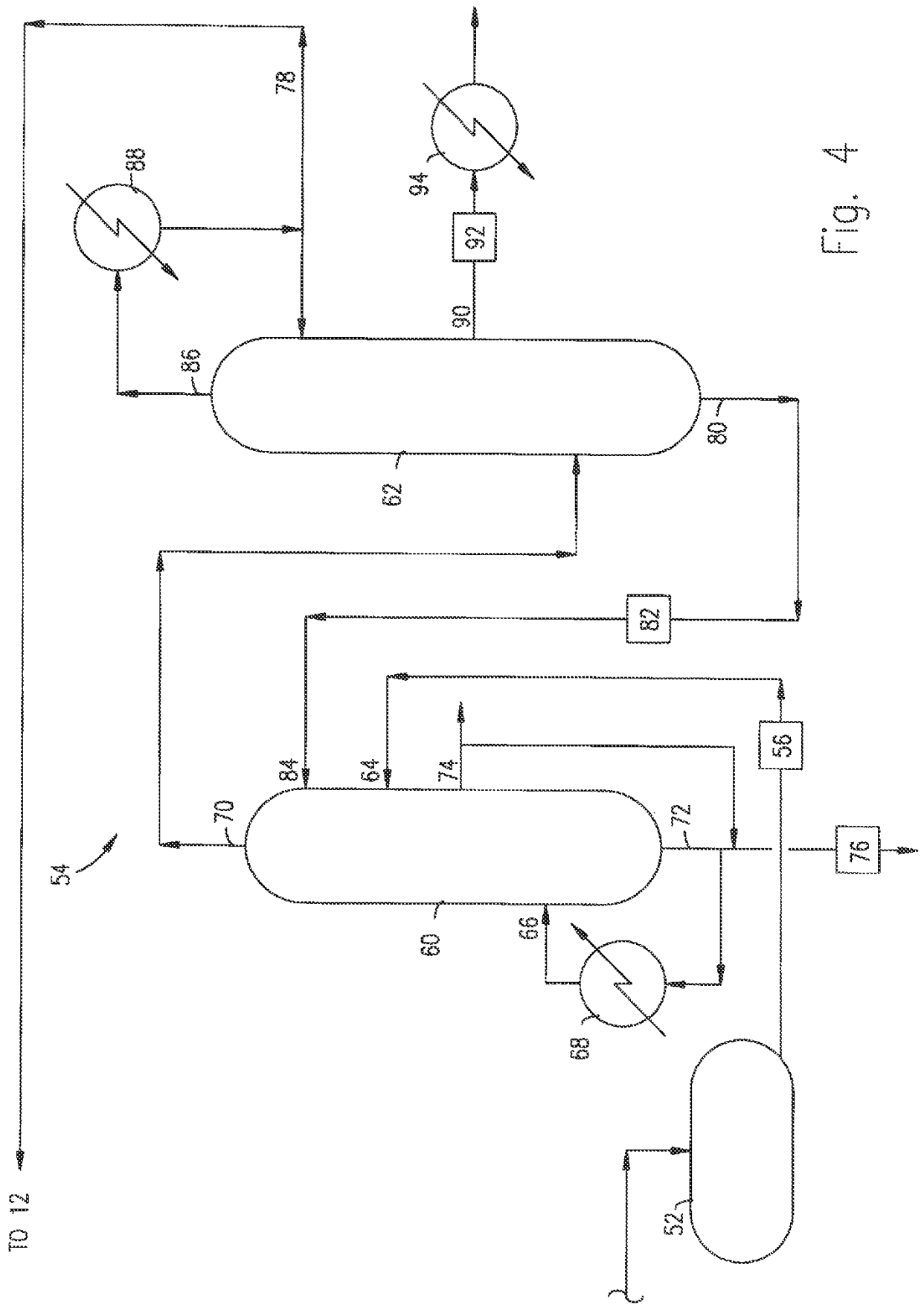


Fig. 4