

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 823 732**

51 Int. Cl.:

C10G 1/06	(2006.01)
C10G 3/00	(2006.01)
C10G 45/02	(2006.01)
C10G 45/58	(2006.01)
C10G 49/22	(2006.01)
C10G 47/00	(2006.01)
C10G 47/24	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.06.2008 PCT/EP2008/004680**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **18.12.2008 WO08151792**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.06.2008 E 08759188 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.07.2020 EP 2155835**

54 Título: **Proceso mejorado para la hidroconversión de crudos pesados mediante sistemas de lecho de ebullición**

30 Prioridad:

14.06.2007 IT MI20071198

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.05.2021

73 Titular/es:

**ENI S.P.A. (100.0%)
Piazzale E. Mattei 1
00144 Rome, IT**

72 Inventor/es:

**RISPOLI, GIACOMO;
BELLUSSI, GIUSEPPE;
PANARITI, NICOLETTA y
TAGLIABUE, LORENZO**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 823 732 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

Proceso mejorado para la hidroconversión de crudos pesados mediante sistemas de lecho de ebullición

5 Campo técnico

La presente invención describe un proceso mejorado para la hidroconversión de crudos pesados a través de sistemas de lecho de ebullición.

10 En los procesos utilizados para la hidroconversión de residuos de hidrocarburos pesados, la materia prima a tratar se pone en contacto con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación en condiciones adecuadas de temperatura y presión. El grado de conversión de cada extracción individual nunca es total. Por el contrario, está lejos de serlo, en la medida en que, en la práctica industrial, es necesario poner en serie al menos dos reactores para obtener un grado de conversión del 70%. La fracción no convertida de la materia prima se destina inevitablemente a combustibles pesados u otros usos equivalentes de escaso interés económico y que a veces crean problemas medioambientales.

En esta zona, la mejora de las tecnologías de lecho de ebullición de residuos pesados ha mejorado las tecnologías de lecho fijo preexistentes debido a una mayor eficiencia del catalizador, un mejor intercambio térmico y de material. El catalizador heterogéneo soportado, en gránulos de forma adecuada y de dimensiones milimétricas, se suspende en el reactor de hidrocrackeo, regulando principalmente el flujo de líquido mediante el caudal de alimentación de la materia prima y mediante una bomba de reciclado del líquido, dentro o fuera del reactor. Los caudales se regulan de manera que el catalizador se posicione en una zona central del reactor, delimitada por un sello líquido en la entrada y salida del reactor. La reacción es del tipo de una sola etapa, sin reciclaje y los productos de reacción son gas, nafta, gasóleo, gasóleo de vacío (VGO) y combustible pesado. Se indican las condiciones de reacción típicas de un proceso de hidrocrackeo con un reactor de lecho de ebullición (véase, por ejemplo, "Oil & Gas Science and Technology, Rev. IFP, Vol. 55, 2000, Nro. 4, página 397") en la siguiente tabla:

Condiciones de reacción	estándar	preferida
Contenido de residuos a 975 °F+ en la materia prima (% en peso)	50-100	80-100
LHSV (velocidad espacial horaria del líquido) hr ⁻¹	0,1-1,0	0,2-0,5
Temperatura del Reactor °F	700-850	770-820
Presión parcial, psig	500-3.500	2.500-3.000
Presión parcial de H ₂ a la salida del reactor, psi	1.500-2.500	1.800-2.100
Proporción de composición del catalizador lb/bbl	0,03-1,0	0,05-0,60

30 Incluso si la tecnología de lecho de ebullición ha mejorado las tecnologías de lecho fijo, todavía tiene varias restricciones, ya que produce combustible pesado.

El catalizador utilizado en las tecnologías de lecho de ebullición consiste normalmente en alúmina como aglutinante y dos fases activas, una responsable de la actividad de craqueo y que puede introducirse actuando sobre la composición del aglutinante (por ejemplo, SiO₂ o Al₂O₃ o mezclas de los mismos) o añadiendo un segundo material con sitios ácidos (arcilla o zeolitas, por ejemplo) y uno responsable de la actividad de transferencia de hidrógeno, obtenido por funcionalización del portador con una mezcla adecuada de sulfuros de Mo (W)/Co (Ni). Este catalizador tiene una buena capacidad de hidrocrackeo y una capacidad suficiente para activar el hidrógeno molecular y bloquear los radicales libres y la formación de productos de brea que pueden provocar un rápido deterioro del catalizador o la obstrucción de algunas de las secciones de la planta. Sin embargo, la limitada capacidad de activación de hidrógeno no permite reciclar los productos de reacción más pesados, limitando así la conversión y provocando la producción no deseada de combustible pesado. Además, por las mismas razones, las concentraciones de productos sólidos (sobre todo coque y sus precursores) en los medios de reacción deben mantenerse en niveles bajos. En los procesos de lecho de ebullición, la retención de sólidos (evaluada mediante la técnica de prueba de filtración en caliente HFT) es inferior a aproximadamente el 0,2% y son necesarias frecuentes intervenciones de mantenimiento para eliminar los depósitos de brea formados en varias zonas de la planta.

Como alternativa a los procesos de hidroconversión basados en la utilización de catalizadores soportados sobre lechos fijos o en ebullición, también se han propuesto procesos que utilizan catalizadores dispersos homogéneamente en los medios de reacción (suspensión). Estos procesos en "suspensión" se caracterizan por la presencia de partículas de catalizador que tienen dimensiones promedio muy pequeñas, micrométricas y/o submicrométricas y uniformemente dispersas en la fase hidrocarbonada.

El catalizador normalmente utilizado en procesos de suspensión consiste en una nanodispersión de cristallitos laminares de molibdenita (MoS₂), producidos *in situ* en los medios de reacción, partiendo de un compuesto soluble en el crudo alimentado junto con la materia prima (véase, por ejemplo, IT-MI2003A000692 e IT-MI2003A000693) o *ex situ*, mediante la interacción de un compuesto de molibdeno adecuado con H₂S o un sulfuro orgánico. Este material es muy eficaz en la activación de hidrógeno y tiene propiedades óptimas como eliminador de radicales (Applied

Catalysis A: General, 204, 2000, página 203). La función principal de este material, de hecho, es limitar la formación de resinas o brea a partir de compuestos orgánicos de baja relación H/C, bloqueando y limitando la difusión de radicales libres en los medios de reacción, evitando así la formación de coque. La molibdenita, sin embargo, tiene una baja capacidad de craqueo y consecuentemente en los procesos de suspensión el craqueo es principalmente de naturaleza térmica (Applied Catalyst A: General, 204, 2000, página 215).

Además, la actividad del catalizador apenas se ve influenciada por la presencia de residuos carbonosos procedentes de la degradación de los asfaltenos.

La posibilidad de potenciar las tecnologías de lecho de ebullición añadiendo al sistema de reacción un catalizador nanodisperso a base de MoS_2 , de modo que la concentración de este último oscile entre 10 y 500 ppm con respecto a la materia prima, también se ha propuesto en la bibliografía (EP-546686 de Texaco Dev. Corp., US 2005/0241991 de Headwaters Heavy Oil LLC). Las otras condiciones del proceso son similares a las de los procesos de lecho de ebullición: no hay reciclaje de la fracción pesada y, por lo tanto, el combustible pesado todavía está presente en los productos de reacción, incluso si la calidad del hidrocrqueo del fondo ha mejorado en términos de densidad con respecto a el caso de partida. En configuraciones de una sola etapa, la concentración de molibdenita en los medios de reacción debe mantenerse baja ya que, en ausencia de reciclado, el catalizador se usa ip. El documento US 2005/0241991 divulga un proceso para la hidroconversión de crudos pesados.

En conclusión, incluso si se han observado mejoras con respecto a una configuración típica de lecho de ebullición, los principales problemas de esta tecnología no se han resuelto por completo.

Sorprendentemente se ha encontrado ahora un proceso que puede aplicarse a crudos pesados, seleccionados entre petróleos crudos, petróleos crudos pesados, betún de arenas bituminosas, residuos de destilación, cortes pesados de destilación, residuos de destilación desasfaltados, aceites vegetales, aceites de carbón y esquisto bituminoso, aceites de la descomposición térmica de material de desecho, polímeros, biomasas, que es tal que supera sustancialmente los problemas encontrados hasta ahora en los procesos de hidrocrqueo de lecho de ebullición para la conversión de residuos pesados en destilados, modificando el esquema típico de un proceso de lecho de ebullición mediante la adición de una sección de reciclaje al reactor de la porción pesada no convertida obtenida del fondo de una columna de destilación u otra unidad de separación de líquido/vapor.

El proceso, objeto de la presente invención, para la hidroconversión de crudos pesados, incluye el envío del crudo pesado a una zona de hidroconversión, efectuado en un reactor de lecho de ebullición, en el que se introduce hidrógeno, en presencia de un catalizador de hidroconversión soportado, heterogéneo adecuado, en el que el catalizador de hidrogenación heterogéneo soportado está constituido por un portador y una fase activa, dicha fase activa consta de dos componentes, el primer componente, siempre presente, es una mezcla de sulfuros, uno de los cuales se obtiene a partir de un metal perteneciente al grupo VIB y al menos uno obtenido a partir de un metal perteneciente al grupo VIII, el segundo componente consiste en sitios ácidos introducidos regulando la composición del portador o añadiendo una segunda fase al portador seleccionado entre una zeolita o una arcilla; y también un catalizador de hidrogenación adecuado, nanodisperso en dicho crudo pesado, en el que la concentración del metal de transición en el catalizador nanodisperso, nanodisperso en la materia prima, que comprende la corriente reciclada, alimentada a la zona de hidroconversión, definida con base en la concentración del metal o metales presentes, varía de 1.000 a 20.000 ppm; y enviar la corriente procedente de la zona de hidroconversión a una zona de separación, en la que la fracción líquida separada, que contiene el catalizador nanodisperso, se recicla al reactor de lecho de ebullición.

La zona de separación a la que se envía la corriente efluente de la zona de hidroconversión, ya sea en fase líquida o líquida/vapor, puede incluir una o más etapas de destilación atmosférica y/o al vacío y/o una o más etapas ultrarrápidas, mediante lo cual se efectúa la separación de las diferentes fracciones provenientes de la reacción de hidroconversión del residuo de destilación o del líquido proveniente de la única o última etapa ultrarrápida, que se recicla al reactor de lecho de ebullición.

La zona de separación a la que se envía la corriente efluente de la zona de hidroconversión, si está en fase de vapor, puede incluir uno o más separadores de alta presión.

Generalmente es necesario efectuar una purga sobre la corriente reciclada para evitar que los sulfuros metálicos, producidos por el efecto de desmetalización, se acumulen a niveles excesivamente altos que puedan comprometer la procesabilidad del proceso (no solo en el reactor de hidrotatamiento sino también en los fondos de columnas, separadores, bombas y tuberías). Evidentemente, durante la purga, el catalizador también se retira desafortunadamente del ciclo de reacción y, por lo tanto, debe reintegrarse continuamente en consecuencia.

El catalizador de hidrogenación heterogéneo, típico de lechos en ebullición, consta de un portador y una fase activa. El portador que se usa típicamente se basa en alúmina, sílice o mezclas de los mismos que tienen una porosidad adecuada. La fase activa consta de dos componentes. El primero, siempre presente, es una mezcla de sulfuros, uno de los cuales se obtiene a partir de un metal perteneciente al grupo VIB (preferiblemente Mo) y al menos uno obtenido a partir de un metal perteneciente al grupo VIII (preferiblemente Ni o Co). Los metales se depositan inicialmente en el

portador como óxidos y luego se transforman en sulfuros para ser activos en la reacción. El segundo consiste en sitios ácidos introducidos regulando adecuadamente la composición del portador o añadiendo una segunda fase al portador tal como, por ejemplo, una zeolita o una arcilla.

- 5 La fase activa preferida es aquella que tiene como primer o único componente una mezcla de sulfuros de los cuales uno deriva de molibdeno y otro de Ni o Co.

10 El catalizador de hidrogenación nanodisperso, es decir, con una dispersión de partículas que tienen dimensiones micrométricas y/o submicrométricas (nanodispersión), añadido a la materia prima fresca en una cantidad tal que garantice un grado de activación suficiente del hidrógeno en el reactor, se basa en sulfuro de Mo o W y puede formarse *in situ* a partir de un precursor descomponible soluble en el crudo, o *ex situ* y posiblemente puede contener uno o más metales de transición.

15 La elaboración del catalizador nanodisperso se efectúa junto con la alimentación de la materia prima fresca, con el fin de reintegrar el catalizador nanodisperso descargado con la purga.

20 La presencia de una concentración óptima del catalizador nanodisperso, además de limitar la formación de resinas o breas, permite una mejor acumulación de sólidos (determinada mediante la técnica HFT) y limita el deterioro del catalizador heterogéneo soportado. De esta forma es posible beneficiarse de una mayor actividad de craqueo y, al mismo tiempo, permitir el reciclado de las fracciones más pesadas al reactor, evitando así la producción de combustible pesado. El catalizador soportado heterogéneo se recoge en la sección central del reactor de hidrocrqueo, como en los lechos en ebullición tradicionales, mientras que el catalizador nanodisperso con base en sulfuro de Mo o W, circula con el líquido a través de las diversas secciones de la planta y se recicla a el reactor. La solución permite obtener una conversión muy alta junto con una mejor calidad de los productos con respecto tanto a los reactores de lecho de ebullición como a los reactores de suspensión.

25 Esta opción permite aprovechar al máximo todas las sinergias entre las dos tecnologías (sistemas de lecho de ebullición y de suspensión), proporcionando así un proceso nuevo y mejorado que aprovecha los aspectos positivos del catalizador heterogéneo soportado, típico de la tecnología de lecho de ebullición, y aquellas del catalizador nanodisperso típico de la tecnología de suspensión.

30 También es posible utilizar el proceso de acuerdo con la presente invención para la renovación de una planta de lecho de ebullición existente utilizando el equipo existente y solo efectuando modificaciones para la introducción del catalizador adicional disperso, separando los productos y reciclando los más productos pesados al reactor de hidrocrqueo.

35 El sistema de lecho de ebullición se puede llevar a cabo de acuerdo con el procedimiento y las condiciones típicas de la técnica conocida (véase, por ejemplo, "Oil & Gas Science and Technology, Rev. IFP, Vol. 55, 2000, Nro. 4, página 397").

40 La concentración del metal de transición en el catalizador nanodisperso, en la materia prima, incluida la corriente reciclada, alimentada a la zona de hidroconversión, varía de 10 a 30.000 ppm, preferiblemente de 1.000 a 20.000 ppm.

45 El reactor utilizado se hace funcionar preferiblemente bajo presión de hidrógeno, o una mezcla de hidrógeno y sulfuro de hidrógeno, que varía de 100 a 200 atmósferas, dentro de un intervalo de temperatura de 360 a 480 °C. La mezcla de gas, constituida por hidrógeno y gas reciclado, ingresa al reactor desde arriba y se distribuye a través del lecho catalítico mediante un distribuidor adecuado de diseño específico (placa de rejilla).

50 El grado de purga requerido depende de la velocidad a la que se producen el coque y los sulfuros metálicos y de la concentración de materia sólida en el medio de reacción en el estado estacionario. Operando de acuerdo con el proceso descrito, la purga a efectuar se puede mantener a un nivel inferior al 10% con respecto a la materia prima alimentada.

55 Las posibles etapas de destilación de la sección de separación a la que se envía la corriente efluente de la zona de hidroconversión, se pueden realizar a presión reducida, preferiblemente entre 0,001 y 0,5 MPa, más preferentemente entre 0,01 y 0,3 MPa.

60 Ahora se proporciona una realización preferida de la presente invención con la ayuda de la Figura 1 que, sin embargo, no debe considerarse una limitación del alcance de la reivindicación en sí misma.

La materia prima (1) pesada nueva se mezcla con el catalizador (2) nuevo y se envía (3) a un reactor (E) de hidroconversión de lecho de ebullición en el que está presente un catalizador heterogéneo soportado.

Una corriente (4), que contiene el producto de reacción y el catalizador nanodisperso, sale de dicho reactor (E) y se envía a una columna (S) de separación para separar los productos (5) de la fracción líquida que contiene el catalizador (6) nanodisperso que se recicla (7), después de una purga (8), al reactor de hidroconversión.

5 Ejemplo 1

Se llevaron a cabo pruebas experimentales en una planta piloto como se representa en la Figura 1. Los reactores de lecho de ebullición se hicieron funcionar en un conjunto típico de condiciones operativas.

10 Se realizaron tres pruebas comparativas en la planta piloto:

- prueba A: la corriente de fondo pesada de la columna de destilación al vacío se recicló al reactor y solo se utilizó un catalizador en suspensión. No se utilizaron otros catalizadores durante la prueba.
- prueba B: la corriente de fondo pesada de la columna de destilación al vacío se recicló al reactor y se utilizaron dos catalizadores: un catalizador en suspensión y un catalizador comercial en los lechos de ebullición.
- prueba C: la corriente de fondo pesada de la columna de destilación al vacío se recicló al reactor y solo se usó

15 un catalizador comercial en los lechos de ebullición. La alimentación de residuos al vacío utilizada para las pruebas experimentales se produjo a partir del crudo ligero Basrah. La caracterización de la alimentación se reporta en la tabla 1.

Tabla 1: caracterización del crudo ligero VR Basrah

Carbono	% en peso	83,45
Hidrógeno	% en peso	10,07
Nitrógeno	% en peso	0,38
Azufre	% en peso	4,82
Asf C5	% en peso	16,5
MCRT	% en peso	24,77
THFi	% en peso	<0,1
Mo	ppm en peso	1795
Níquel	ppm en peso	45
Vanadio	ppm en peso	153
Densidad a 15 °C	Kg/m ³	1031,4
5%	°C	524
10%	°C	540
20%	°C	562
30%	°C	581
40%	°C	598
50%	°C	615,5
60%	°C	634
70%	°C	653
80%	°C	674,5
90%	°C	698,5
95%	°C	711,5

25 Las condiciones de operación, el rendimiento de los productos y el desempeño de HDx (HDS, HDN) se indican en la tabla 2.

Tabla 2: condiciones de operación, rendimiento de productos y desempeño de HDx

	prueba A	prueba B	prueba C
Condiciones de operación			
Temperatura, °C	430	400	400
Presión total, barg	140	140	140
WHSV, h ⁻¹ (1)	-	0,51	0,49
Tiempo medio de residencia, h	4,3	3,9	4,1
Concentración de Mo(2)	1000	1000	-
Días en la corriente	30	30	6(3)
Distribución de productos (% en peso)			
H2S	4,0	3,7	(4)
C1-C4	8,9	9,6	(4)
PI-170°C	9,3	6,9	(4)
170-350°C	33,6	44,3	(4)
350-500°C	44,1	35,5	(4)
HDN	30,0	56,3	(4)
HDS	74,0	88,0	(4)

(continuación)

-
- (1) Con base en la carga del catalizador de lecho de ebullición
 - (2) Concentración en la alimentación de líquido a los reactores
 - (3) Prueba detenida debido a la desactivación del catalizador del lecho de ebullición
 - (4) Rendimiento de productos no determinado para la desactivación continua del catalizador de lecho de ebullición
-

5 Los datos producidos en la prueba B, utilizando el catalizador en suspensión y el catalizador comercial en el lecho de ebullición, muestran una hidrogenación (HDN) mucho mayor y una hidrosulfuración (HDS) mayor en comparación con los resultados de la prueba A, obtenidos utilizando únicamente el catalizador en suspensión. Además, en la prueba B se obtuvo una distribución de rendimiento de productos similar a la de la prueba A, y con un corte de diésel atmosférico más alto, pero con una severidad de las condiciones operativas más baja, es decir, a una

10

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la hidroconversión de crudos pesados, seleccionados entre petróleos crudos, petróleos crudos pesados, betún de arenas bituminosas, residuos de destilación, cortes pesados de destilación, residuos de destilación desasfaltados, aceites vegetales, aceites de carbón y esquisto bituminoso, aceites de la descomposición térmica de material de desecho, polímeros, biomasas, que comprende enviar el crudo pesado a una zona de hidroconversión, efectuada en un reactor de lecho de ebullición, en el que se introduce hidrógeno, en presencia de un catalizador de hidroconversión soportado heterogéneo adecuado, en el que el catalizador de hidrogenación heterogéneo soportado está formado por un portador y una fase activa, dicha fase activa consta de dos componentes, el primer componente es una mezcla de sulfuros, uno de los cuales se obtiene a partir de un metal perteneciente al grupo VIB y al menos otro obtenido a partir de un metal perteneciente al grupo VIII, el segundo componente consiste en sitios ácidos introducidos regulando la composición del portador o agregando una segunda fase al portador seleccionado entre una zeolita o una arcilla; y también un catalizador de hidrogenación adecuado, nanodisperso en dicho crudo pesado, en el que la concentración del metal de transición en el catalizador nanodisperso, nanodisperso en la materia prima, que comprende la corriente reciclada, alimentada a la zona de hidroconversión, definida con base en la concentración del metal o metales presentes, varía de 1.000 a 20.000 ppm; y enviar la corriente procedente de la zona de hidroconversión a una zona de separación, en la que la fracción líquida separada, que contiene el catalizador nanodisperso, se recicla al reactor de lecho de ebullición.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la zona de separación a la que se envía la corriente efluente procedente de la zona de hidroconversión, si está en fase líquida o líquida/vapor mixta, comprende una o más etapas de destilación atmosférica y/o al vacío y/o una o más ultrarrápidas, mediante las cuales se efectúa la separación de las diferentes fracciones provenientes de la reacción de hidroconversión, del residuo de destilación o del líquido que sale de la única o última etapa ultrarrápida, que se recicla al reactor de lecho de ebullición.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la zona de separación a la que se envía la corriente efluente de la zona de hidroconversión, si está en fase vapor, comprende uno o más separadores de alta presión.
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa una purga sobre la fracción líquida separada que contiene el catalizador nanodisperso, reciclado al reactor de lecho de ebullición.
5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador de hidrogenación nanodisperso se basa en sulfuro de Mo o W.
6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque el catalizador de hidrogenación nanodisperso se puede formar *in situ* partiendo de un precursor soluble en crudo que puede ser descompuesto, o *ex situ*.
7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración del catalizador de hidrogenación, nanodisperso en la materia prima, que comprende la corriente reciclada, alimentada a la zona de hidroconversión, varía de 3.000 a 20.000 ppm.
8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el metal perteneciente al grupo VIB es el molibdeno.
9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el metal perteneciente al grupo VIII se selecciona entre Ni y Co.
10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque las reacciones de hidroconversión en lechos de ebullición tienen lugar a temperaturas que oscilan entre 360 y 480 °C y presiones que van desde 100 a 200 atmósferas.
11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado porque las etapas de destilación se llevan a cabo a presión reducida en el intervalo de 0,001 a 0,5 MPa.
12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 11, caracterizado porque las etapas de destilación se llevan a cabo a presión reducida en el intervalo de 0,01 a 0,3 MPa.

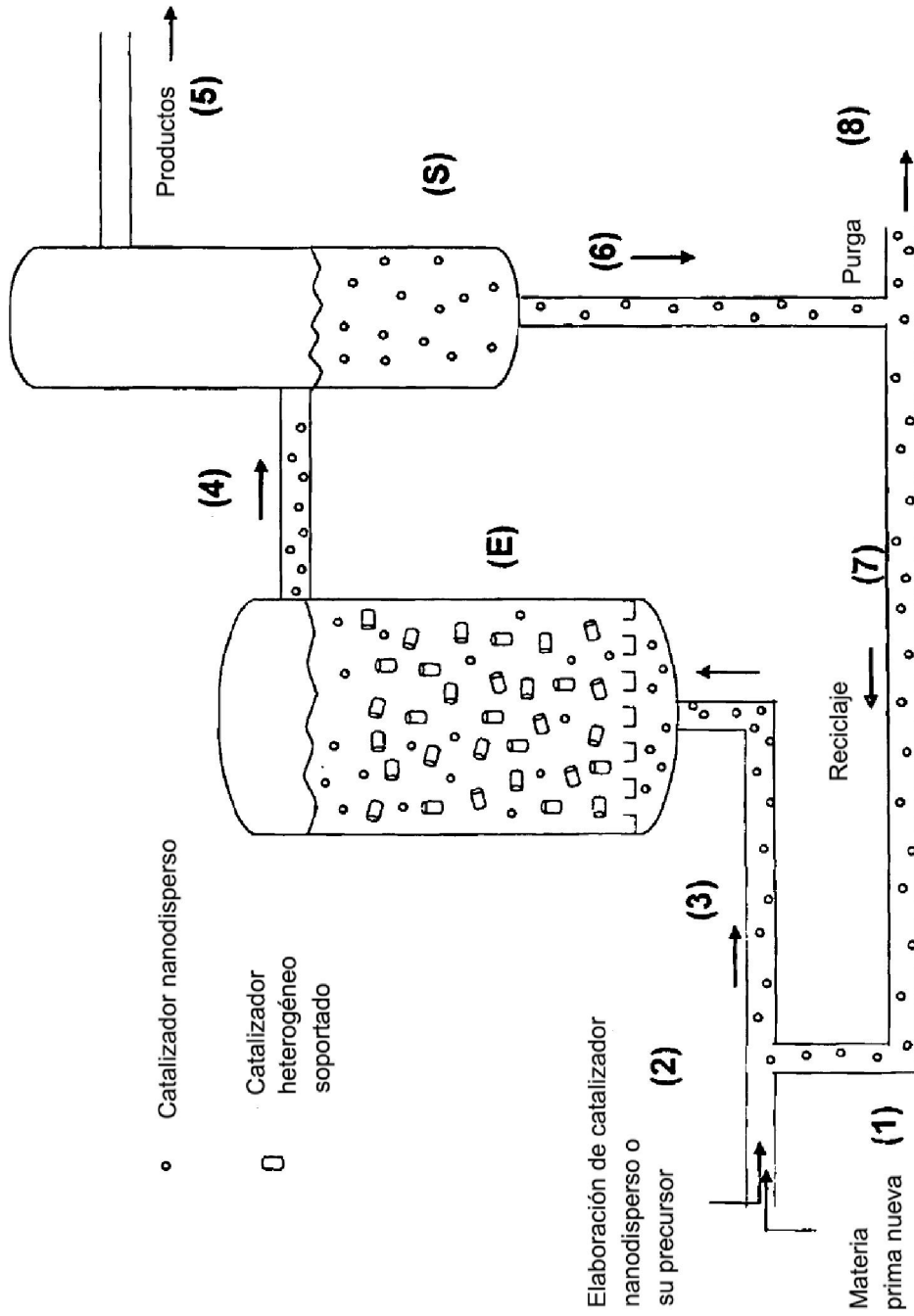


Fig. 1