



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 304 015**

51 Int. Cl.:  
**C07C 231/24** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **05753206 .1**

86 Fecha de presentación : **22.06.2005**

87 Número de publicación de la solicitud: **1768953**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **04.04.2007**

54 Título: **Procedimiento para la purificación de dimetilacetamida (DMAc).**

30 Prioridad: **24.06.2004 DE 10 2004 030 616**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.09.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.09.2008**

73 Titular/es: **BASF SE**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Peschel, Werner;**  
**Kirchner, Tanja y**  
**Rust, Harald**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 304 015 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).

# ES 2 304 015 T3

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la purificación de dimetilacetamida (DMAc).

5 La invención se refiere a un procedimiento para la purificación por destilación de dimetilacetamida en bruto. A continuación se empleará la designación abreviada de DMAc para la dimetilacetamida.

10 La DMAc se emplea, de manera preponderante, como disolvente, por ejemplo como disolvente para la hilatura en solución de copolímeros bloque elásticos de poliuretano, que se conocen bajo los nombres comerciales de Spandex® o Lycra®, así como para la fabricación de fibras huecas.

15 Con el fin de poder obtener fibras de alto valor cualitativo en el momento de llevar a cabo la hilatura en solución, se exigen a la DMAc, empleada en este caso, las exigencias relativas a las especificaciones indicadas a continuación: contenido en agua < 100 ppm, valor del pH comprendido entre 6,5 y 7 y conductibilidad eléctrica específica < 0,6  $\mu\text{S}/\text{cm}$ , o incluso < que 0,2  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . La conductibilidad eléctrica de la DMAc pura se produce esencialmente por su contenido en impurezas, tales como ácidos, especialmente ácido acético y sales, especialmente las sales de amina del ácido acético. Las especificaciones indicadas de la DMAc pura con relación al valor del pH y a la conductibilidad eléctrica corresponden a un contenido en ácido acético menor que 50 ppm en peso.

20 A continuación se denominará como DMAc pura a una DMAc que cumpla estas exigencias relativas a las especificaciones.

25 Por el contrario, se denominará como DMAc en bruto a una mezcla que contenga DMAc, que no cumpla las exigencias relativas a las especificaciones precedentemente definidas. La DMAc en bruto contiene como componentes principales, además de la DMAc, aminas, ácido acético y agua. En este caso el contenido total en ácidos, preferentemente en ácido acético, además incluso de trazas de aminoácido así como en ácidos carboxílicos superiores, de la DMAc en bruto que debe ser purificada, de conformidad con la invención, no es mayor que un 20% en peso, referido a la DMAc.

30 Se entenderá como DMAc en bruto, que contiene agua, en este caso, una DMAc en bruto con un contenido en agua comprendido entre un 1 y un 99% en peso, o incluso comprendido entre un 2 y un 99% en peso, incluso comprendido entre un 80 y un 98% en peso, de manera especial comprendido entre un 95 y un 98% en peso, o incluso comprendido entre un 1 y un 6% en peso.

35 Las instalaciones conocidas para la purificación por destilación de la DMAc se hacen trabajar bajo vacío para reprimir eficazmente las reacciones de descomposición de la DMAc y para garantizar, de este modo, el mantenimiento de las exigencias relativas a las especificaciones.

40 Sin embargo, se ha encontrado que en las instalaciones de destilación, que se hacen trabajar hasta ahora usualmente bajo vacío, no pueden cumplirse frecuentemente las exigencias relativas a las especificaciones.

La publicación WO 2004/087 639 divulga la purificación de la DMAc.

45 La publicación FR-PS 1,406,279 describe un procedimiento para la obtención de DMAc mediante la reacción de ácido acético con dimetilamina y separación por destilación de la mezcla de la reacción en una disposición con dos columnas, haciéndose trabajar la primera columna a la presión atmosférica o a una presión ligeramente acrecentada, con una temperatura de la cola comprendida entre 165 y 170°C, con una temperatura de la cabeza comprendida entre 95 y 105°C y con una temperatura comprendida entre 100 y 200°C en la región de la alimentación de la columna, que se ha dispuesto aproximadamente en el centro de la columna. A partir de la primera columna se retira una corriente de cabeza, que contiene dimetilamina y agua y una corriente de cola gaseosa o líquida, que contiene DMAc, ácido acético así como monometilacetamida. Esta corriente de cola se envía a una segunda columna, aproximadamente hasta la zona central de la misma, y se separa en una corriente de cabeza, que contiene la DMAc purificada y en una corriente de cola, que contiene el azeótropo ternario constituido por ácido acético, DMAc y monometilacetamida.

55 Se ha indicado únicamente con relación al proyecto y a las condiciones de funcionamiento de la segunda columna, que se trata de un tipo de columna clásico y que las condiciones de trabajo son clásicas. Puede deducirse por los ejemplos que la segunda columna se hace trabajar a una presión de 400 mm de Hg y a una temperatura de la cabeza de 143°C, así como que la DMAc purificada contiene todavía aproximadamente 225 ppm de ácido acético y una cantidad equivalente de agua, y que, por lo tanto, no se cumplen las elevadas exigencias relativas a las especificaciones, como las que se han definido para la DMAc pura para las finalidades de la presente invención.

60 Un problema especial, que se presenta frecuentemente en la práctica, consiste en que el contenido en aminas es demasiado elevado en la DMAc pura, obtenida por destilación.

65 En el presente procedimiento se presentan, a título de aminas, la dimetilamina de baja volatilidad, que tiene un punto de ebullición de 7°C aproximadamente a 1 bar absoluto, junto con, de manera especial, la monometilamina.

## ES 2 304 015 T3

Con el fin de respetar las exigencias relativas a las especificaciones que han sido citadas precedentemente relativas al valor del pH en el intervalo comprendido entre 6,5 y 7, no debe sobrepasar la concentración en amina en la DMAc pura un valor de 5 ppm en peso aproximadamente. Las aminas en una concentración mayor tienen que neutralizarse mediante la adición de ácidos. A medida que aumenta el contenido en ácido aumentaría, sin embargo, la conductibilidad eléctrica de una manera inadmisibles.

Con el fin de resolver el problema de las elevadas concentraciones en amina, inadmisibles, en la DMAc pura, obtenida por destilación, se ha propuesto por lo tanto en la solicitud de patente alemana, que no ha sido publicada con anterioridad, DE 103 15 214.8 una forma de trabajo con una presión acrecentada con respecto a los procedimientos y, concretamente, a una presión situada en la región de la presión normal.

Sin embargo, esta forma de trabajo no es conveniente desde el punto de vista termodinámico para la separación por destilación de mezclas de productos con fuerzas preponderantes de Van der Waals y con una elevada formación de puentes de hidrógeno puesto que se vuelve menor el coeficiente de distribución del componente de bajo punto de ebullición, con el aumento de la presión y, de este modo, se hace mayor el coste de la separación. Este efecto está marcado de una forma especialmente intensa en la presente mezcla de productos que debe ser separada.

Por lo tanto, la tarea de la invención consistía en proporcionar un procedimiento para la obtención por destilación de la DMAc pura, que garantizase el mantenimiento de las especificaciones exigidas especialmente para la hilatura en solución destinada a la fabricación de fibras elásticas copolímeros bloque de poliuretano así como para la fabricación de fibras huecas y que no presentase los inconvenientes de los procedimientos conocidos.

Por otra parte, el procedimiento debería garantizar la separación del agua a partir de la DMAc en bruto con un grado de pureza, especialmente con un contenido residual en la DMAc por debajo de 50 ppm, que permitiese la reutilización o la eliminación sin problemas de la misma en forma de aguas residuales.

La solución parte de un procedimiento para la purificación por destilación de la dimetilacetamida en bruto que contiene agua (DMAc en bruto), que contiene DMAc, productos de bajo punto de ebullición y productos de elevado punto de ebullición, separándose los productos de bajo punto de ebullición y los productos de elevado punto de ebullición con obtención de la DMAc pura en una o en varias columnas conectadas en serie.

La invención se caracteriza porque la DMAc pura se retira en forma de corriente lateral líquida de una columna o de la última columna del conjunto de columnas conectadas en serie.

De manera sorprendente, se ha encontrado que es posible empobrecer por vía de destilación la concentración en aminas en la DMAc pura por debajo de aproximadamente 5 ppm en peso y respetar, de este modo, las especificaciones exigidas para la DMAc pura. Este resultado es sorprendente puesto que en la realización práctica de los procedimientos de separación por destilación es difícil, en general, el empobrecimiento de componentes hasta contenidos residuales situados por debajo de 10 ppm, especialmente puesto que no pueden evitarse por completo zonas con un entremezclado peor, especialmente en las regiones marginales de las empaquetaduras, durante la realización práctica de las destilaciones. De igual manera, en las mezclas de productos, que se emplean en el presente procedimiento de separación, tienen lugar reacciones muy complejas bajo las condiciones del procedimiento de la destilación, que conducen, entre otras cosas, a la nueva formación de aminas.

Por el contrario, se ha encontrado, de manera inesperada, que puede conseguirse la baja concentración en aminas, deseada, en el producto valorizable constituido por la DMAc pura, si ésta se retira de la destilación en forma de descarga lateral líquida.

En este caso se entenderá por descarga lateral, como es usual, que esté presente en la columna por encima del punto de descarga al menos otra etapa teórica de separación.

Se designan como productos de bajo punto de ebullición aquellas sustancias presentes, cuyo punto de ebullición se encuentre por debajo del punto de ebullición de la DMAc (166°C a presión normal) y se designan como productos de elevado punto de ebullición aquellas sustancias cuyo punto de ebullición se encuentre por encima del punto de ebullición de la DMAc.

En el presente procedimiento los productos de bajo punto de ebullición son, especialmente, el agua, además la dimetilamina y la dietilamina.

Los productos de elevado punto de ebullición son, especialmente, el azeótropo de la DMAc con ácido acético, además la etanolamina, así como también los denominados productos pesados (Heavyends), es decir productos de descomposición de elevado peso molecular en forma de líquidos de elevada viscosidad o en forma de productos sólidos.

Como columna en la forma de trabajo por agotamiento se designa una columna que presente apliques de acción separadora únicamente por debajo de la alimentación de la mezcla que debe ser separada en la columna. Por el contrario, una columna según la forma de trabajo por rectificación presenta únicamente apliques con acción separadora por encima de la alimentación de la mezcla que debe ser separada en la columna.

## ES 2 304 015 T3

5 Como columna con pared separadora se denomina, de manera conocida, una columna con una pared separadora dispuesta en la dirección longitudinal de la columna, que impide una mezcla de las corrientes de líquido y de vapor en regiones parciales de la columna. La pared separadora divide al recinto interno de la columna en una región de alimentación, en una región de descarga, en una región superior conjunta de la columna así como en una región inferior conjunta de la columna.

10 En el caso de la tarea de separación presente tienen que separarse los productos de bajo punto de ebullición y los productos de elevado punto de ebullición a partir de la mezcla de partida constituida por la DMAc en bruto y tiene que descargares el producto valorizable, constituido por la DMAc pura, como producto de punto de ebullición medio.

15 Para esta tarea de separación el técnico en la materia elegirá, en cada caso particular, la configuración más favorable de las columnas teniendo en consideración razonamientos económicos, especialmente la composición de la corriente de alimentación constituida por la DMAc en bruto y la especificación exigida para la DMAc pura, los costes actuales de energía, etc.

20 Por motivos de económicos, especialmente debido a los costes de inversión y a los costes de energía, es especialmente ventajoso, con frecuencia, elegir una columna con pared separadora para la realización del procedimiento de conformidad con la invención.

25 La construcción básica de una columna con pared separadora con pared separadora dispuesta verticalmente en la dirección longitudinal de la columna, que impide una mezcla de las corrientes de líquido y de vapor en regiones parciales de la columna, ya ha sido indicada precedentemente.

La pared separadora puede estar configurada de manera conocida por el técnico en la materia; es especialmente ventajoso configurarla de manera desprendible, especialmente insertable.

30 Los apliques con acción separadora más favorables en cada caso particular serán determinados por parte del técnico en la materia, según los razonamientos usuales correspondientes a la ingeniería del procedimiento. Por motivos de ingeniería de la construcción se han previsto para la columna con pared separadora especialmente empaquetaduras ordenadas o no ordenadas, siendo adecuados de una manera menos buena los platos.

35 La determinación del número óptimo de etapas de separación, en cada caso particular, en la región de la pared separadora se llevará a cabo por parte del técnico en la materia según razonamientos generales correspondientes a la ingeniería del procedimiento y, en este caso, teniéndose en consideración especialmente que la concentración en productos de bajo punto de ebullición en el extremo inferior de la pared separadora no puede sobrepasar un valor predeterminado, en función de la especificación predeterminada para el producto valorizable y, por lo tanto, que la concentración en productos de elevado punto de ebullición en el extremo superior de la pared separadora no debe sobrepasar un valor predeterminado.

40 De igual modo, pueden emplearse para la tarea presente de separación, configuraciones de columnas constituidas por varias columnas conectadas en serie, especialmente una configuración de las columnas constituida por una columna principal y por una columna con descarga lateral, separándose la DMAc pura a partir de la columna con descarga lateral. Esta configuración de las columnas es especialmente ventajosa para la purificación por destilación de la DMAc en bruto con un contenido en agua relativamente elevado.

45 En función de la composición de la corriente de la DMAc en bruto, de las exigencias de pureza exigidos a la DMAc pura así como en función de razonamientos económicos puede ser ventajoso, en el caso de la configuración de las columnas con columna principal y con columna con descarga lateral, descargar de la columna principal la corriente lateral líquida y hacer trabajar la columna con descarga lateral según la forma de trabajo por agotamiento.

50 En la configuración de las columnas con columna principal y con columna con descarga lateral, el técnico en la materia determinará en cada caso particular los apliques con acción separadora que sean más adecuados mediante razonamientos usuales correspondientes a la ingeniería del procedimiento y, de manera especial, el empleo de platos, de cuerpos de relleno o de empaquetaduras.

55 Como apliques son adecuados los apliques usuales tales como los platos usuales en el comercio, los cuerpos de relleno o las empaquetaduras, por ejemplo los platos de campanas, los platos de túnel, los platos de válvulas, los platos perforados, los platos con flujo dual (Dualflow) y los platos de rejilla, los anillos Pall<sup>®</sup>, los cuerpos en forma de silla de montar Berl<sup>®</sup>, los anillos de tela metálica, los anillos Raschig<sup>®</sup>, los cuerpos de relleno Intalox<sup>®</sup> y Intos<sup>®</sup>, así como también las empaquetaduras ordenadas, tales como por ejemplo Sulzer-Mellapak<sup>®</sup>, Sulzer-Optiflow<sup>®</sup>, Kühni-Rombopak<sup>®</sup> y Montz-Pak<sup>®</sup> así como las empaquetaduras de tela metálica. Son preferentes las empaquetaduras de elevado rendimiento.

60 Las empaquetaduras, precedentemente descritas, pueden emplearse de igual modo en la configuración de las columnas con columna con pared separadora.

El diámetro de las columnas con relación a la altura y a la posición de la alimentación y de la descarga puede determinarse según el conocido concepto de la etapa teórica de separación, en combinación con los apliques elegidos.

## ES 2 304 015 T3

De manera conocida se entenderá como una etapa teórica de separación aquella unidad de la columna que provoque un enriquecimiento del componente más fácilmente volátil de acuerdo con el equilibrio termodinámico, a condición de que se presente un entremezclado ideal, encontrándose la fase líquida y la fase gaseosa en equilibrio y sin que tenga lugar un arrastre de gotículas de líquido (véase la publicación de Vauck, Müller: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, VCH-Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1988).

El número de etapas teóricas de separación para la región situada por encima de la alimentación de la corriente de DMAc en bruto, que debe ser purificada, es decir para la región superior de la columna principal o para la región situada por debajo de la chapa separadora en la columna con pared separadora fijará según razonamientos usuales correspondientes a la ingeniería del procedimiento en función de la proporción de productos de bajo punto de ebullición en la DMAc en bruto y de la pérdida admisible en DMAc a través de la cabeza de la primera columna.

El número de las etapas teóricas de separación en la sección de agotamiento de la columna principal o de la columna con pared separadora por debajo de la chapa separadora se fijará, de manera preferente, en el intervalo comprendido entre 5 y 30, de manera especial en el intervalo comprendido entre 10 y 25, de manera especialmente preferente en el intervalo comprendido entre 12 y 18.

De manera preferente, la columna principal o bien la columna con pared separadora están equipadas, respectivamente, con un evaporador de cola y con un condensador situado sobre la cabeza de la columna.

De manera ventajosa, se regulará la temperatura en la cabeza de la columna principal o de la columna con pared separadora en un intervalo comprendido entre 40 y 130°C, de manera preferente en un intervalo comprendido entre 50 y 80°C, de manera especialmente preferente en un intervalo comprendido entre 50 y 70°C, y la temperatura en la cola de la columna principal o de la columna con pared separadora se regulará, respectivamente, en un intervalo comprendido entre 90 y 200°C, de manera preferente en un intervalo comprendido entre 110 y 170°C, de manera especialmente preferente en un intervalo comprendido entre 120 y 140°C.

Independientemente de la configuración de las columnas, elegida en cada caso particular, puede ser ventajoso hacer trabajar la columna, a partir de la cual se retira la DMAc pura, es decir especialmente la columna con pared separadora y la columna con descarga lateral, conectada aguas abajo de la columna principal, con una presión de cabeza < 1 bar absoluto, preferentemente con una presión de cabeza en el intervalo comprendido entre 0,1 y 0,7 bares absolutos, de manera especialmente preferente a una presión de cabeza en el intervalo comprendido entre 0,2 y 0,4 bares absolutos. La forma de trabajo con la presión atmosférica o con una presión situada por debajo de la presión atmosférica conduce, de manera especial, a un dimensionamiento de la columna ventajosamente más pequeño.

La descarga de los productos de elevado punto de ebullición contiene, además de ácido acético, también el producto valorizable constituido por la DMAc, puesto que el ácido acético y la DMAc forman un azeótropo de elevado punto de ebullición. La separación térmica completa entre el ácido acético y la DMAc no es posible, por lo tanto, por destilación. De manera usual se neutraliza en primer lugar con lejía de hidróxido alcalino el ácido acético y se concentra por evaporación la mezcla remanente. En este caso se reciclan hasta la destilación los vahos, que están constituidos esencialmente por la DMAc, y se elimina el residuo remanente. La neutralización y la concentración por evaporación subsiguiente pueden llevarse a cabo tanto de manera continua así como, también, de manera discontinua.

De manera ventajosa se llevará a cabo la purificación por destilación de manera continua.

Mediante el procedimiento, de conformidad con la invención, se obtiene, por lo tanto, de manera sorprendentemente sencilla una DMAc pura, que cumple las especificaciones exigidas en lo que se requiere al contenido en agua, a la conductibilidad eléctrica y, de manera especial, en lo que se refiere al valor del pH.

La invención se explica a continuación con mayor detalle por medio de un dibujo y de un ejemplo de realización.

En particular muestran:

la figura 1 un esquema de procedimiento con columna con pared separadora y

la figura 2 un esquema del procedimiento con columna principal y con columna con descarga lateral.

La figura 1 muestra una columna con pared separadora TWK con pared separadora TW dispuesta en la dirección longitudinal de la columna, que divide al recinto interno de la columna en una región de alimentación A, en una región de descarga B, en una región superior conjunta de la columna C así como en una región inferior conjunta de la columna D.

La corriente de alimentación 1, que está constituida por la DMAc en bruto, se alimenta a la región de alimentación A de la columna con pared separadora TWK. A partir de la región inferior conjunta de la columna D se retira una corriente lateral 2, a partir de la región conjunta superior de la columna C se retira una corriente de cabeza 3 y a partir de la región de descarga B se retira una corriente lateral 4, que contiene la DMAc pura.

## ES 2 304 015 T3

La figura 2 muestra un esquema del procedimiento para una configuración de la columna con columna principal HK y con una columna con descarga lateral SK. Las corrientes se han designado de la misma manera en el caso de la figura 1, es decir que la corriente de alimentación, que contiene la DMAc en bruto se ha designado como corriente 1, la corriente de cola, en la presente forma de realización procedente de la columna principal HK, se ha designado como corriente 2, la corriente de cabeza, en la presente forma de realización procedente de la columna principal HK, se ha designado como corriente 3 y la corriente, que contiene la DMAc pura que se retira en la presente forma de realización como corriente de cabeza a partir de la columna de descarga lateral SK, se ha designado como corriente 4.

### Ejemplo de realización

Se alimentó a una columna con pared separadora TWK, como la que se ha representado esquemáticamente en la figura 1, con 57 etapas teóricas de separación, con una pared separadora TW, que se extiende entre las etapas teóricas de separación 18 y 38, contándose las etapas de separación desde abajo hacia arriba en la columna, una corriente de DMAc en bruto 1 con la siguiente composición:

DMAc 99,1% en peso, dimetilamina 30 ppm, dimetilformamida 0,2% en peso, agua 0,3% en peso, ácido acético 1.000 ppm, ácido fórmico 350 ppm, ácido fosfórico 50 ppm y productos pesados (Heavyends) 0,2% en peso.

La presión en la cabeza en la columna con pared separadora TWK fue de 250 mbares aproximadamente.

Se retiró una corriente lateral líquida a la misma altura que la de la corriente 1 de DMAc en bruto, es decir también desde la etapa teórica de separación 30, a partir de la región de descarga B de la columna con pared separadora TWK, a una temperatura de 125,5°C, que presentaba la siguiente composición:

DMAc 99,9% en peso, dimetilformamida 720 ppm, ácido acético 30 ppm, agua 80 ppm y dimetilamina < 5 ppm. La composición correspondía a las exigencias relativas a las especificaciones para un empleo destinado a la fabricación de fibras.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la purificación por destilación de dimetilacetamida en bruto, que contiene agua (DMAc en bruto), que contiene DMAc, productos de bajo puntos de ebullición y productos de elevado punto de ebullición, separándose los productos de bajo punto de ebullición y los productos de elevado punto de ebullición con obtención de DMAc pura en una columna o en una o varias columnas conectada en serie, **caracterizado** porque se retira la DMAc pura como corriente lateral líquida (4) a partir de una columna o a partir de la última columna de un conjunto de columnas.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque una de las columnas es una columna con pared separadora (TWK), con pared separadora (TW) dispuesta en la dirección longitudinal de la columna, que divide al recinto interno de la columna en una región de alimentación (A), en una región de descarga (B), en una región superior conjunta de la columna (C) y en una región inferior conjunta de la columna (D), y porque se retira la DMAc pura a partir de la región de descarga (B) de la columna con pared separadora (TWK).
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el conjunto de columnas comprende una columna principal (HK) y una columna con descarga lateral (SK) y porque se separa la DMAc pura a partir de la columna con descarga lateral (SK).
- 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque la columna, a partir de la cual se descarga la DMAc pura, se hace trabajar con una presión de cabeza menor que 1 bar absoluto, de manera preferente a una presión de cabeza en el intervalo comprendido entre 0,1 y 0,7 bares absolutos, de manera especial con una presión de cabeza en el intervalo comprendido entre 0,2 y 0,4 bares absolutos.
- 25 5. Procedimiento según la reivindicación 2 o 4, **caracterizado** porque el punto de alimentación para la DMAc en bruto y el punto de descarga para la DMAc pura están colocados a la misma altura en la columna con pared separadora.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque se trabaja de manera continua.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 6, **caracterizado** porque la sección de agotamiento de la columna principal (HK) o de la columna con pared separadora (TWK) presenta entre 5 y 30, de manera preferente entre 10 y 25, de manera especialmente preferente entre 12 y 18 etapas teóricas de separación.
- 35 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 7, **caracterizado** porque la columna con pared separadora (TWK) o la columna principal (HK) presentan, respectivamente, un evaporador de cola y un condensador situado sobre la cabeza de la columna.
- 40 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 8, **caracterizado** porque la temperatura en la cabeza de la columna con pared separadora (TWK) o de la columna principal (HK) se ajusta en un intervalo comprendido entre 40 y 130°C, de manera preferente en un intervalo comprendido entre 50 y 80°C, de manera especialmente preferente en un intervalo comprendido entre 50 y 70°C, y la temperatura en la cola de la columna con pared separadora (TWK) o de la columna principal (HK) se ajusta, respectivamente, a un intervalo comprendido entre 90 y 200°C, de manera preferente en un intervalo comprendido entre 110 y 170°C, de manera especialmente preferente en un intervalo comprendido entre 120 y 140°C.
- 45 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 a 9, **caracterizado** porque la columna principal (HK) presenta una descarga lateral en estado gaseoso y la columna con descarga lateral (SK) se hace funcionar en una forma de trabajo por rectificaci3n.
- 50
- 55
- 60
- 65

FIG.1

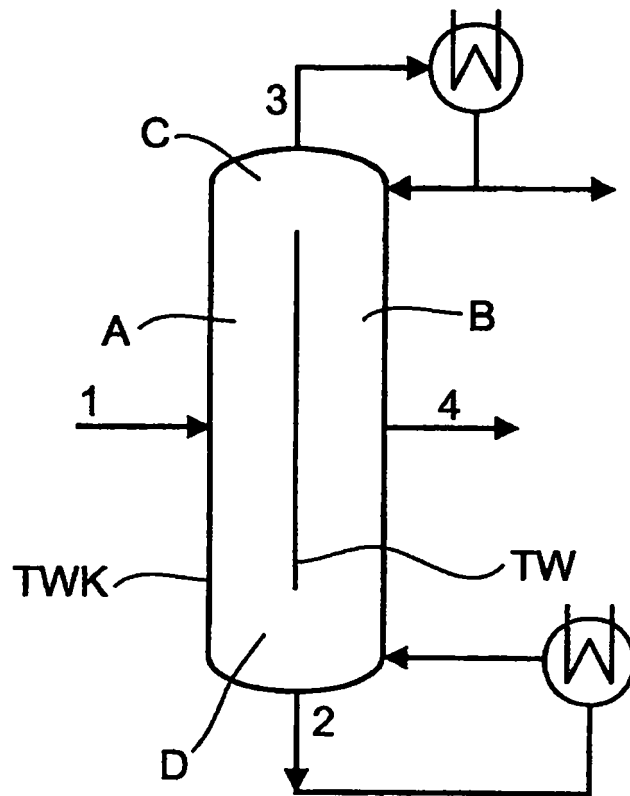


FIG.2

