



19 ES	11 NUMERO 449.213	10 A1
22	12 FECHA DE PRESENTACION 25-6-76	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO. 75.20254	32 FECHA 27 de Junio de 1975	33 PAIS Francia.-
---	---------------------------------	----------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C04F, B01J	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION Procedimiento y dispositivo para la fabricación de alquilaluminios.
--

71 SOLICITANTE (ES) Rhone-Poulenc Industries.-

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 22, Avenue Montaigne, 75 - PARIS 8ème, Francia.-

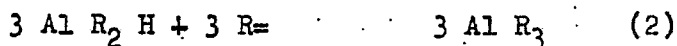
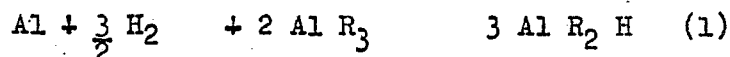
72 INVENTOR (ES) Robert MASOTTI, Ing., Georges BIOLA, Ing., Henri GUERPILLON, Ing.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE D. Jaime Gómez-Acebo y Modet.-
--

La presente invención se refiere a la puesta en reacción en continuo de sólidos finamente divididos con líquidos y gases y más particularmente se refiere a la fabricación de alquilaluminios.

5. Se sabe que los alquilaluminios pueden fabricarse a partir de aluminio, hidrogeno y olefinas como se describe en las patentes de Karl Ziegler, según las reacciones:



10.

en las que R representa un radical alquilo que tiene de 2 a 30 átomos de carbono y R. es la -olefina que corresponde al radical alquilo R.

15.

Igualmente se sabe que la fabricación del trialquilaluminio al R_3 puede realizarse ya sea en dos etapas sucesivas en reactores distintos - siendo fabricado el monohidruro de dialquilaluminio en un primer reactor según la reacción (1) anterior, y siendo fabricado el trialquilaluminio en un segundo reactor según la reacción (2) con reciclado de trialquilaluminio al primer reactor - o bien en una sola etapa en un solo reactor.

20.

El procedimiento en dos etapas permite generalmente obtener un mejor rendimiento que en el caso de una sola etapa, pero presenta el inconveniente de exigir una multiplicación de los reactores y por tanto una instalación compleja e imponer un reciclado de alquilaluminios poniendo así en práctica una circulación importante de líquidos peligrosos a presiones elevadas.

25.

Por lo demás, ya se han descrito diversos dispositivos para realizar la fabricación de monohidruro de dial-

30.

5.

quilaluminio, reacción que pone en práctica un contacto entre las tres fases gas-líquido-sólido. En particular se escriben en la patente americana nº 3.373.179 y la patente francesa nº 1.420.392 a nombre de Continental Oil Company, la patente francesa nº 1.173.100 a nombre de Studiengesellschaft Kohle y la patente belga nº 546.432 a nombre de Karl Ziegler.

10.

Los dispositivos de reacción en continuo descritos en estas patentes presentan sin embargo inconvenientes de los cuales los demás importantes son los siguientes:

15.

- algunos, como en la patente francesa nº 1.173.100, utilizan un sistema de platos tamizantes o filtrantes con interposición de cojines gaseosos para mejorar los contactos. Este sistema puede ser la sede de ensuciamientos o taponamientos parciales del reactor por las partículas muy activas de aluminio que tienen tendencia a aglomerarse entre sí en virtud de la ausencia de película aislante o protectora de alúmina, con todas las dificultades que ello arrastra habida cuenta del peligro presentado por los alquilaluminios;

20.

25.

- otros, como en el caso de la patente francesa nº 1.420.392, utilizan un sistema mecánico de agitación interna del reactor que puede ser en una o varias fases con las dificultades que ello ocasiona en el plano mecánico para conseguir una buena estanquidad al paso del árbol de accionamiento puesto que la presión de reacción es elevada (de 35 a 175 bares), así como los problemas ligados a la erosión de las paletas interiores, a la calcinación del aluminio activo en los pasos giratorios, y a la puesta en suspensión de los depósitos de partículas de aluminio

30.

formados por decantación.

5.

La presente invención tiene por objeto un procedimiento de fabricación de una mezcla de monohidruro de dialquilaluminios y de trialquilaluminios con un buen rendimiento en una sola etapa y en una sola zona de reacción que es perfectamente homogénea merced a una excelente eficacia del contacto agenciado en esta zona de reacción entre las tres fases gas-líquido-sólido, que permite evitar todos los inconvenientes señalados más arriba.

10.

La presente invención tiene igualmente por objeto un dispositivo que comprende un reactor compacto capaz de promover una reacción en medio perfectamente homogéneo, según el cual la excelente circulación y la mezcla muy íntima de los reactivos permiten un excelente contacto de las diferentes fases en presencia, lo que asegura una mejora notable de la cinemática de la reacción de alquilación del aluminio, generalmente lenta y de la cinética de intercambios caloríficos deseados. Además permite de forma simultánea y en continuo: la decantación fuera del reactor propiamente dicho, del aluminio que no ha reaccionado antes del trasegado de la fase líquida, el retorno de este aluminio no reaccionado directamente al reactor sin mediación de bomba o de exclusiva, y el trasegado de la fase líquida que contiene los alquilaluminios producidos al mismo tiempo que las finísimas impurezas presentes al comienzo en el polvo de aluminio y necesarias para realizar un ataque conveniente del metal.

15.

20.

25.

30.

Conforme al procedimiento de fabricación de una mezcla de monohidruro de alquilaluminios y de trialquilaluminios según la invención, se hace reaccionar a una pre-

5. sión de 30 a 200 bares y, preferentemente, de 80 a 150 bares, a una temperatura de 100 a 200°C, de hidrógeno gaseoso, aluminio en finas partículas y al menos una olefina que tiene de 2 a 30 átomos de carbono, caracterizándose este procedimiento porque se inyecta en una sola zona de reacción y en una sola etapa, el hidrógeno y/o un gas inerte en el seno del medio reaccional constituido por las tres fases sólido-líquido-gas en la parte inferior de esta zona de reacción en presencia de una chimenea que se sumerge en el medio reaccional, que realiza así una puesta en contacto de los reactivos por circulación del tipo "gas-lift" de las tres fases gas-líquido-sólido de dos columnas líquidas; se admite el producto de reacción que así resulta en una zona de decantación por una abertura agenciada en la parte inferior de la zona de reacción que comunica directamente con la parte inferior de la zona de decantación; se trasiega y se recoge la mezcla líquida de monohidruro de dialquilaluminios y de trialquilaluminios desprovista de las partículas de aluminio que no han reaccionado, por desbordamiento en la parte superior de la zona de decantación, mientras que se recicla el aluminio que no ha reaccionado que ha decantado cerca de la abertura, por arrastre por la circulación del medio reaccional en la zona de reacción.
- 10.
15. La inyección del hidrógeno y/o de un gas inerte puede efectuarse al exterior de la chimenea en el espacio anular definido por la chimenea que se sumerge en el medio reaccional y al periferia de la zona de reacción.
20. Sin embargo, la forma preferida de inyección de hidrógeno y/o de un gas inerte, según la invención, se efectúa en el interior de esta chimenea, realizándose la
- 25.
- 30.

puesta en rotación de las tres fases del medio reaccional por el mismo fenómeno que en la inyección exterior a la chimenea ya indicada, salvo que el sentido de rotación del medio reaccional es invertido.

5. El establecimiento de este movimiento circulatorio en continuo de las tres fases sólido-líquido-gas en presencia una de la otra permite una excelente agitación del medio reaccional y la realización práctica de una zona de reacción perfectamente homogénea.

10. Según una modalidad de la invención, se efectúa el trasegado de la mezcla líquida de monohidruro de dialquilaluminios y de trialquilaluminios de la zona de decantación de modo que su nivel de desbordamiento regule el nivel del líquido reaccional en la zona de reacción. En una forma preferida, se regula el nivel de desbordamiento de la zona de decantación al mismo nivel que el de la zona de reacción.

15. El caudal de inyección del hidrógeno y/o de un gas inerte tal como nitrógeno o argón, en la parte inferior de la zona de reacción, es función de las velocidades de circulación del líquido reaccional necesarias para arrastrar las partículas de aluminio que pueden ser de diversos tamaños, por ejemplo de una repartición granulométrica de algunos micrones a algunos milímetros.

20. Según la invención, es apropiado hacer pasar la fase gaseosa situada por encima del líquido reaccional en circulación, a una zona de "devesiulación" (eliminación de pequeñas partículas de líquido arrastradas por la fase gaseosa). La fase gaseosa así desprovista de líquido puede ser sometida a un tratamiento tal como condensación, refrigeración, recalentamiento y/o purga antes de ser comprimida

25. 30.

y enviada de nuevo a la parte inferior de la zona de reacción.

5. La entidad solicitante ha encontrado que, para mejorar la eficacia de la decantación, es ventajoso que la parte inferior de la zona de decantación, que comunica directamente con la zona de reacción, presente una sección recta más estrecha que la de su parte superior. Así, pues, se tiende a establecer una zona tranquila a la altura de la zona de decantación mientras que la parte inferior es la sede de ligeras turbulencias creadas por los reactivos en circulación en particular cerca de la abertura de comunicación de las dos zonas contiguas de decantación y de reacción. Esta zona de turbulencia favorece, por otra parte, el retorno de las partículas de aluminio decantadas que deslizan a lo largo de la pared, en el medio reaccional.
- 10.
- 15.

- Según una característica de la invención, la parte inferior de la zona de decantación está inclinada más de 45° con respecto a la horizontal. La entidad solicitante ha establecido que la eficacia de la decantación de las partículas de aluminio no reaccionado es tanto mejor cuanto que la inclinación es superior o igual a 60°C.
- 20.

- Puede ocurrir que burbujas gaseosas arrastradas con el líquido en circulación, asciendan a la zona de decantación y destruyan así el equilibrio. Para remediar este inconveniente, es ventajoso interponer una zona vertical situada entre la parte superior y la parte inferior de la zona de decantación, atrapando las burbujas que ascienden a esta zona de decantación.
- 25.

- La presente invención se aplica de forma muy satisfactoria a la fabricación de los butilaluminios (n-butil-se-
- 30.

5. cundario-butil- e isobutil-aluminio) según el procedimiento descrito en la solicitud de patente francesa nº 75.20253 depositada el 27 de junio de 1.975 por la entidad solicitante y que se refiere a "Procedimiento de obtención de alcoholes primarios de cadenas lineales a partir de cortes de hidrocarburos en C₄".

10. El dispositivo de fabricación de alquilaluminios objeto de la invención, comprende un reactor en una sola etapa constituido por una cubierta o envoltura exterior que se abocarda hacia la parte superior, por una chimenea central en el interior del reactor en cuya parte inferior se encuentra un difusor de gas; un decantador al exterior del reactor que comprende una unión que lo conecta directamente a la parte inferior del reactor, una cámara de sección relativamente importante necesaria para crear una zona tranquila de decantación de las partículas sólidas, y eventualmente un tubo vertical que sirve para atrapar las burbujas gaseosas que ascienden por esta unión.

15. La figura 1, representa una forma particular de realización del dispositivo según la invención.

20. La figura 2 representa el esquema de una instalación que pone en práctica el dispositivo de la invención para la fabricación de alquilaluminios ilustradas en el ejemplo concreto de realización descrito a continuación.

25. En la figura 1, el reactor propiamente dicho A es del tipo "gas-lift", creando la introducción de gas en la fase líquida reaccional diferencias de densidad, y pudiendo ser inducida una circulación bajo la influencia de esta variación.

30. La velocidad de circulación de la fase líquida debe

ser suficiente para mantener en suspensión la fase sólida que puede presentar en forma de polvo, de granalla, de virutas de aluminio, o, generalmente, en forma dividida.

5. Para lograr ésto, el reactor A y la chimenea C están constituidos por 2 tubos concéntricos tales que la sección interior de la chimenea C sea aproximadamente igual a la sección del espacio anular así formado.

10. Según una forma particular de realización de la invención, en la parte interior de la chimenea C, preferentemente en su parte inferior, se encuentra un difusor o un inyector de gas E que emite burbujas en la columna de líquido central ocasionando la circulación de los reactivos y la puesta en suspensión de la fase sólida.

15. Según la invención, el tubo periférico del reactor A está abocardado hacia la parte superior para permitir un degasificado del líquido que desborda por encima de la chimenea central disminuyendo así el reciclado de las burbujas.

20. El vértice del reactor A propiamente dicho recibe las tubuladuras M y N de introducción de las materias primas: hidrógeno, aluminio dividido, olefinas y, eventualmente, los disolventes apropiados de tipo conocido. Estas tubuladuras pueden sumergirse en el medio reaccional o simplemente conducir a la fase gaseosa del reactor como se representa en la figura 1, siendo inmediatamente atrapados los reactivos de alimentación por el medio reaccional en circulación y realizada la mezcla íntima de los reactivos.

25. El difusor de gas puede ser de configuraciones muy diversas y elegido entre los sistemas conocidos, tales como, entre otros, calcinado metálico, placa o tubo perforado, o
30. tobera.

El difusor puede ser alimentado por una fuente exterior de gas reactivo en G, eventualmente diluido por un gas inerte y/o por mediación de un circulador o de un compresor de gas situado entre F y G y no representado en la figura 1, el cual aspira la fase gaseosa en F hacia la parte superior del reactor para impulsarla en G en el tubo conectado al difusor E en la parte inferior del reactor.

5.

Puede ser útil colocar en la parte superior del reactor A, un "devesiculador" H (sistema que tiene como finalidad eliminar pequeñas partículas de líquido arrastradas por la fase gaseosa) por donde se hace pasar la fase gaseosa situada por encima del líquido reaccional en circulación antes de salir por F y ser impulsada en G en el tubo conectado al difusor E como acaba de indicarse.

10.

El equilibrio térmico deseado del reactor A es realizado con ayuda de una doble envolvente exterior I. Sin embargo, cualquier otro medio adecuado puede ser puesto en práctica tal como, entre otros, tubo serpentín en el interior del reactor, o por enfriamiento, recalentamiento o condensación de los gases al exterior del reactor.

15.

La otra parte del dispositivo de la invención comprende un decantador B unido directamente a la zona anular del reactor A por un tubo K. Este decantador engendra una zona tranquila en la que se efectúa la separación sólido-líquido. La sección de la parte superior del decantador B se elige de tal forma que pueda alcanzarse el grado de separación deseado.

20.

25.

Según la invención, el tubo K está inclinado más de 45°, y preferentemente, aproximadamente 60 a 65°, con respecto a la horizontal. Angulos de inclinación superiores a

30.

- 65°, por ejemplo 80°, son utilizables, pero la realización práctica de tales disposiciones no es fácil y la entidad solicitante ha comprobado que los mayores ángulos de inclinación presentan el inconveniente de comprometer la zona de tranquilidad que se intenta establecer en el decantador B.
5. Durante la decantación, los sólidos decantados en el tubo inclinado K descienden por este tubo y son puestos en circulación desde el momento mismo que alcanzan la zona anular del reactor.
10. El decantador B funciona a nivel constante, siendo trasegado el líquido que contiene la mezcla de monohidruro de dialquilaluminios y trialquilaluminios producidos, por un rebosadero por medio, por ejemplo, de un tubo de trasegado L. La altura de trasegado o el nivel de desbordamiento, regula la altura o el nivel de líquido en el reactor A.
15. Resulta útil colocar un tubo J de degasificado hacia la parte superior del tubo K entre éste y el decantador B a fin de trapar las burbujas que, arrastradas a la zona anular del reactor A, ascienden eventualmente por el decantador y destruyen así el equilibrio.
20. Al estar obligado este dispositivo a trabajar bajo presión elevada para la fabricación de alquilaluminios, unas líneas de equilibrados de gas no representadas en la figura 1 unen el reactor A, el tubo de degasificado J y el decantador B.
25. El dispositivo de la invención presenta el interés de ser de una gran simplicidad de realización interna puesto que está desprovisto del paso de árbol, del sistema mecánico de agitación, de tamices filtrantes, de platos, de pantallas o de deflectores, lo que representa una serie de ven-
- 30.

5. tajas técnicas muy importantes cuando se sabe que la presión de reacción es elevada, por ejemplo de 80 a 175 bares, y que los alquilaluminios son productos delicados de manipular puesto que son pirofóricos, y que el aluminio en circulación está en un estado muy dividido y activado que ensucia fácilmente un interior de reactor complejo como los del arte anterior, y que calcina fácilmente en piezas mecánicas en fricción o en rotación.

10. El dispositivo de la invención permite trasegas al mismo tiempo que el líquido, las finísimas impurezas presentes de partida en el polvo de aluminio y necesarias para tener un ataque conveniente del metal.

15. El tipo de reactor descrito más arriba, permite además una excelente circulación y un mezclado íntimo de los reactivos asegurando así una cinética de transferencia de masa muy satisfactoria e intercambios caloríficos deseados.

20. De un modo más general, el dispositivo de la invención puede ser utilizado para la realización de otros tipos de reacción haciendo intervenir simultáneamente las tres fases en presencia sólido-líquido-gas que necesitan un contacto íntimo de estas tres fases entre sí. Como ejemplos de tales reacciones, se puede citar en particular la hidrogenación catalítica en fase líquida y el hidro-tratamiento de bolsas de petróleo.

25. Al estar destinado este dispositivo a efectuar generalmente el contacto triple gas-líquido-sólido, comprende, según la invención, un reactor y un decantador caracterizado porque el reactor es de una sola etapa que se presenta bajo la forma de dos tubos concéntricos, uno de los cuales que sirve de chimenea central y el otro de pared del reactor abocar-

30.

5. dado hacia arriba; en la parte inferior de esta chimenea se encuentra un difusor de gas que permite la inyección de gas en la columna líquida que se encuentra por encima de este difusor, lo que ocasiona una puesta en circulación del tipo "gas-lift" de los reactivos en ausencia de todo sistema mecánico de agitación; el reactor comunica directamente con el decantador por un empalme, tal como por ejemplo un tubo, inclinado más de 45° , preferentemente igual o superior a 60° con respecto a la horizontal prolongada empalme que va a una cámara de decantación situada en la parte superior del decantador de sección apropiada y adaptada según la repartición granulométrica de las partículas de sólidos a decantar.

10. En una forma preferida de realización, este empalme inclinado comprende un tubo vertical situado entre la unión reactos-decantador y la cámara de decantación de modo a tratar burbujas eventuales que proceden del reactor, mientras que en la parte superior del interior del reactor se encuentra un devesiculador que actúa en la aspiración de la fase gaseosa, por ejemplo con ayuda de un sistema de aspiración y de impulsión al exterior del reactor.

15. El ejemplo que sigue de fabricación de una mezcla de tributilaluminios y de monohidruro de dibutilaluminios a partir de hidrógeno, y aluminio dividido y de un corte de hidrocarburo en C_4 , que se refieren al esquema de instalación de la figura 2, tiene como única finalidad ilustrar y hacer comprender mejor el funcionamiento del procedimiento y el dispositivo de la invención, y no debe ser considerado como limitativo.

20. Se introduce en el triturador 3, el aluminio de partida que se encuentra en forma de granalla, pepitas o viru-

tas en el tanque 1 así como un corte de hidrocarburos procedentes de cracking petrolífero contenido en el depósito 2 y que tiene la composición ponderal siguiente:

buteno-1: 53,9% buteno-2: 28,6% isobuteno: 7,2%

5. butano : 8,7% isobuteno: 1,5% butadieno: 0,05%

La trituración del aluminio en medio líquido permite reducir el tamaño de las partículas del metal y activarlo antes de su introducción en el reactor 11.

10. La pasta de aluminio finamente dividida en el corte de hidrocarburos C_4 es entonces introducida con ayuda de una bomba 4 en el reactor 11. El hidrógeno es introducido por la tubuladura 5 y permite mantener la presión constante en el reactor. Este reactor está conferido de modo a resistir a presiones elevadas (hasta los 200 bares), y comprende en el interior, una chimenea central 13 en cuya parte inferior se encuentra un generador de burbujas a modo de difusor de gas alimentado con ayuda de un compresor 7 que aspira la fase gaseosa en el vértice del reactor y la impulsa al fondo del reactor por el difusor, poniendo así los reactivos en circulación.

15.

20.

En las paredes exteriores del reactor 11 una doble envolvente regula la temperatura de la mezcla reaccional por una aportación o una eliminación de calorías.

25. El reactor está igualmente equipado de una tubuladura de introducción de disolvente 6, disolvente de enjuagado, por ejemplo, y comprende, además, líneas de equilibrado 8 de las fases gaseosas de las otras partes del dispositivo, con los sistemas de seguridad habituales, tales como válvula y disco de ruptura.

30. Las proporciones, en peso, de reactivos inyecta-

dos en continuo en este reactor de síntesis de los butilaluminios (mezclas de tributilaluminios y de monohidruros de dibutilaluminios) son las siguientes, por hora:

Aluminio : 104 partes hidrógeno: 13 partes.

5. Corte C₄ indicado más arriba: 656 partes.

La reacción es efectuada a 140°C con una presión de 120 bares.

10. Estas materias primas desde el momento mismo de la introducción en el reactor 11 son inmediatamente mezcladas con el medio reaccional en circulación.

15. La velocidad de introducción de los reactivos es regulada para que la proporción molar de monohidruro de dibutilaluminios (dosificable por complexometría con isoquinoleína) se mantenga al 56% en los butilaluminios. El grado de este monohidruro es regulado por la relación de la cantidad de aluminio en 1 alimentada a la cantidad del corte C₄ en 2 alimentada.

20. El aluminio no reaccionado del medio reaccional decanta en el decantador 12 y el trasegado de una fase líquida desprovista de las partículas metálicas de aluminio pero cargada de finísimas impurezas denominadas "lodos", se realiza en un recipiente 14 a nivel constante. El líquido trasegado que corresponde al líquido desbordante del tubo de trasegado que en el decantador, es entonces expansionado hasta la presión atmosférica recuperándose en 9 los gases procedentes de la expansión principalmente constituidos por hidrógeno y por 136 partes en peso de hidrocarburos C₄ que presentan la composición siguiente:

30. buteno-1 : 4,4 % buteno-2 : 15,5%
isobuteno: 2,9% butano + isobutano: 77,1%

5. En 10, se recoge el líquido constituido esencialmente por 635 partes en peso de una mezcla de tributilaluminios y de monohidruros de dibutilaluminios que comprende el 81% de radicales n-butil, 11% de radicales sec-butil y 8% de radicales isobutilo.

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

15. 1.- Procedimiento y dispositivo para la fabricación de alquilaluminios, más específicamente de monohidruro de alquilaluminios y de trialquilaluminios, según el cual se hace reaccionar a una presión de 30 a 200 bares y, preferentemente de 80 a 150 bares, a una temperatura de 100 a 200°C, hidrógeno gaseoso, aluminio en finas partículas y al menos una olefina que tiene de 2 a 30 átomos de carbono, caracterizándose el procedimiento porque se inyecta en una sola zona de reacción en una sola etapa, el hidrógeno y/o un gas inerte en el seno del medio reaccional constituido por las tres fases sólido-líquido-gas y en la parte inferior de la zona de reacción, en presencia de una chimenea que se sumerge en el medio reaccional, realizando así una puesta en contacto de los reactivos por circulación del tipo "gas-lift" de las tres fases sólido-líquido-gas de 2 columnas líquidas; se admite el producto de reacción que así resulta en una zona de decantación por una abertura agenciada en la parte inferior de la zona de reacción que comunica directamente con la parte inferior de la zona de decantación; se trasiega y se

20.

25.

30.

- recoge la mezcla líquida de monohidruro de dialquilaluminios y de trialkilaluminios desprovista de las partículas de aluminio que no han reaccionado, mientras que se recicla el aluminio que no ha reaccionado, que ha decantado cerca de la
5. abertura, por arrastre merced a la circulación del medio reaccional en la zona de reacción.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se inyecta hidrógeno y/o un gas inerte en el interior de la chimenea.
10. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se hace pasar por una zona de devesiculación la fase gaseosa situada por encima del líquido reaccional en circulación.
15. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la parte inferior de la zona de decantación que comunica directamente con la parte inferior de la zona de reacción, presenta una sección más estrecha que la que tiene en su parte superior.
20. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la parte inferior de la zona de decantación está inclinada más de 45° y, preferentemente, superior o igual a 60° con respecto a la horizontal prolongada.
25. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se interpone una zona vertical de degasificado en un lugar situado entre la parte superior y la parte inferior de la zona de decantación.
30. 7.- Dispositivo para la puesta en práctica del procedimiento según la reivindicación 1, del tipo que comprende un reactor y un decantador, caracterizado porque el reactor es de

- una sola etapa constituido por una envoltura exterior que se abocarda en la parte superior, que recibe en su vértice tubuladuras de alimentación de hidrógeno, de aluminio dividido y de olefinas que tienen 2 a 30 átomos de carbono, estando dispuesta una chimenea central en el interior del reactor en cuya parte inferior se encuentra un difusor de gas, y porque el decantador al exterior del reactor comprende una unión que lo conecta directamente a la parte inferior del reactor e inclinada más de 45°, con respecto a la horizontal, y una cámara de sección relativamente importante necesaria para crear una zona tranquila de decantación de las partículas sólidas.
5. 8.- Dispositivo según la reivindicación 7, caracterizado porque la parte superior del reactor comprende un devesiculator interno.
10. 9.- Dispositivo según la reivindicación 7 u 8, caracterizado porque el decantador comprende, además, un tubo vertical interpuesto hacia la parte superior de la unión inclinada y situado entre esta unión y la cámara de sección relativamente importante.
15. 10.- Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, caracterizado porque la unión está representada por un tubo inclinado de 60 a 65° con respecto a la horizontal.
20. 11.- Dispositivo según la reivindicación 7, caracterizado porque el reactor, de una sola etapa, se presenta bajo la forma de dos tubos concéntricos, uno de los cuales sirve de chimenea central y el otro de pared del reactor aborcadado hacia la parte superior; en la parte inferior de estas chimeneas se encuentra un difusor de gas que permite la inyección de gas en la columna líquida que se encuentra por encima de este difusor, lo que ocasiona una puesta en circulación del tipo "gas-lift"
- 25.
- 30.

- de los reactivos; comunicando el reactor directamente con el decantador por un empalme inclinado más de 45° y, preferentemente, igual o superior a 60° , con respecto a la horizontal prolongada, empalme que va a una cámara de decantación de sección apropiada y adaptada según la repartición granulométrica de las partículas de sólido a decantar.
- 5.

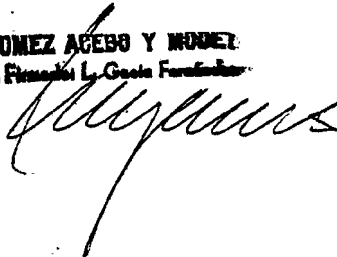
12.- Procedimiento y dispositivo para la fabricación de alquilaluminios, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, y en los dibujos adjuntos.

10. Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 NOV. 1976

RHONE-POULENC INDUSTRIES.

GOMEZ ACEBO Y MOJER
S. A. Filiales L. Gasca Fernández



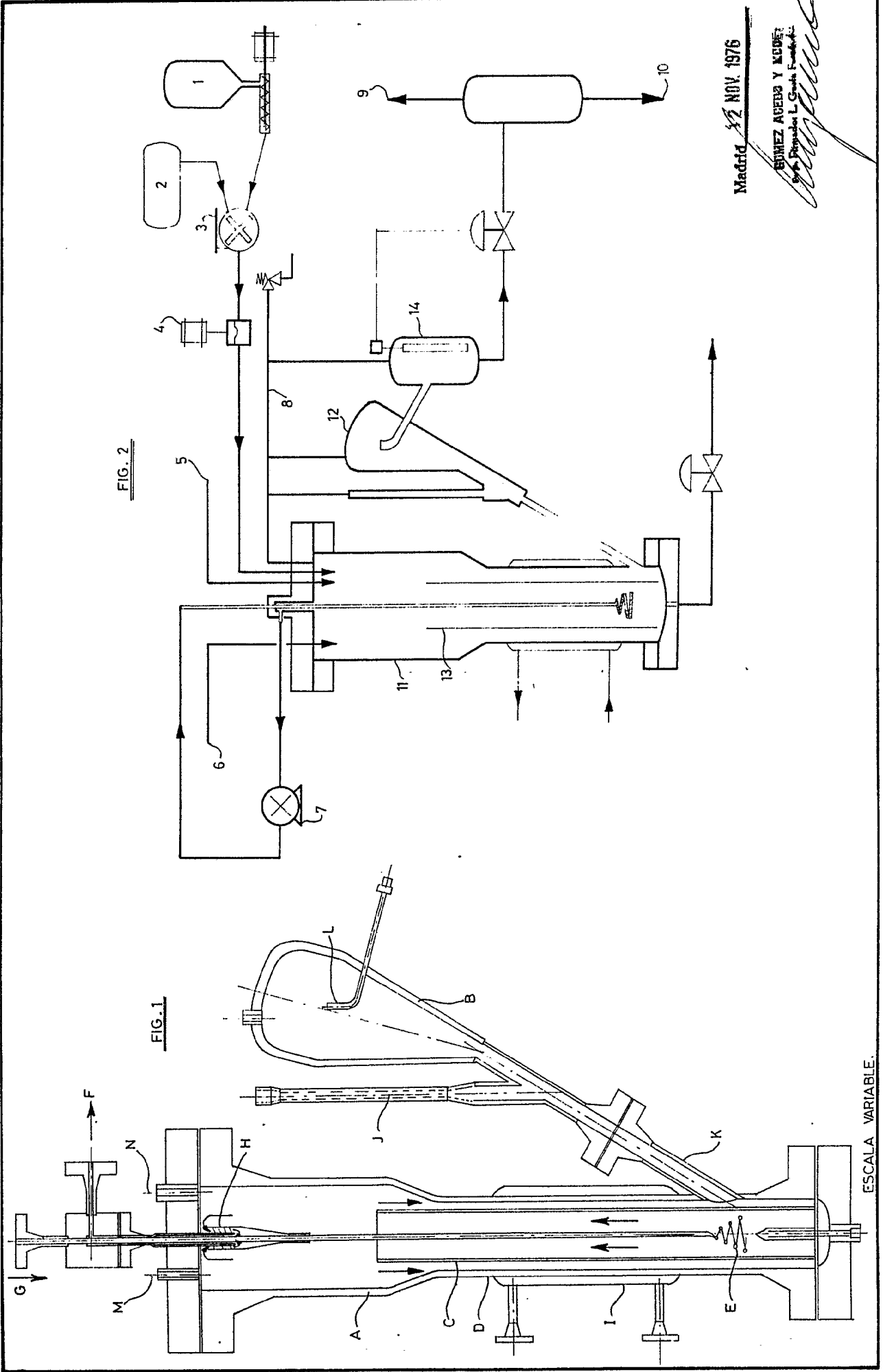


FIG. 2

FIG. 1

Madrid 22 NOV. 1976

BONIEZ ACEB3 Y K0067
Dip. Proprietario L. Gracia Fontanilla

ESCALA VARIABLE.

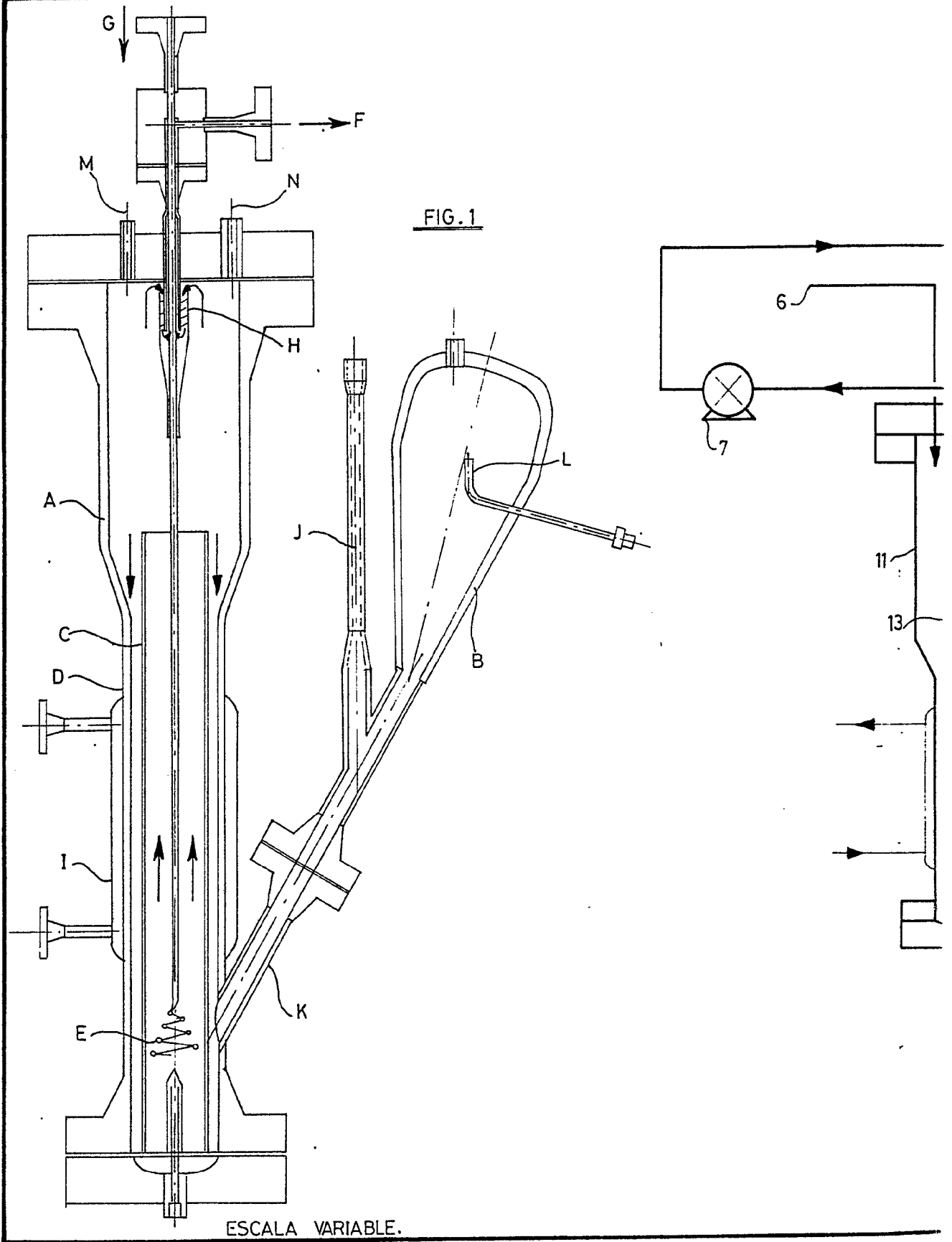
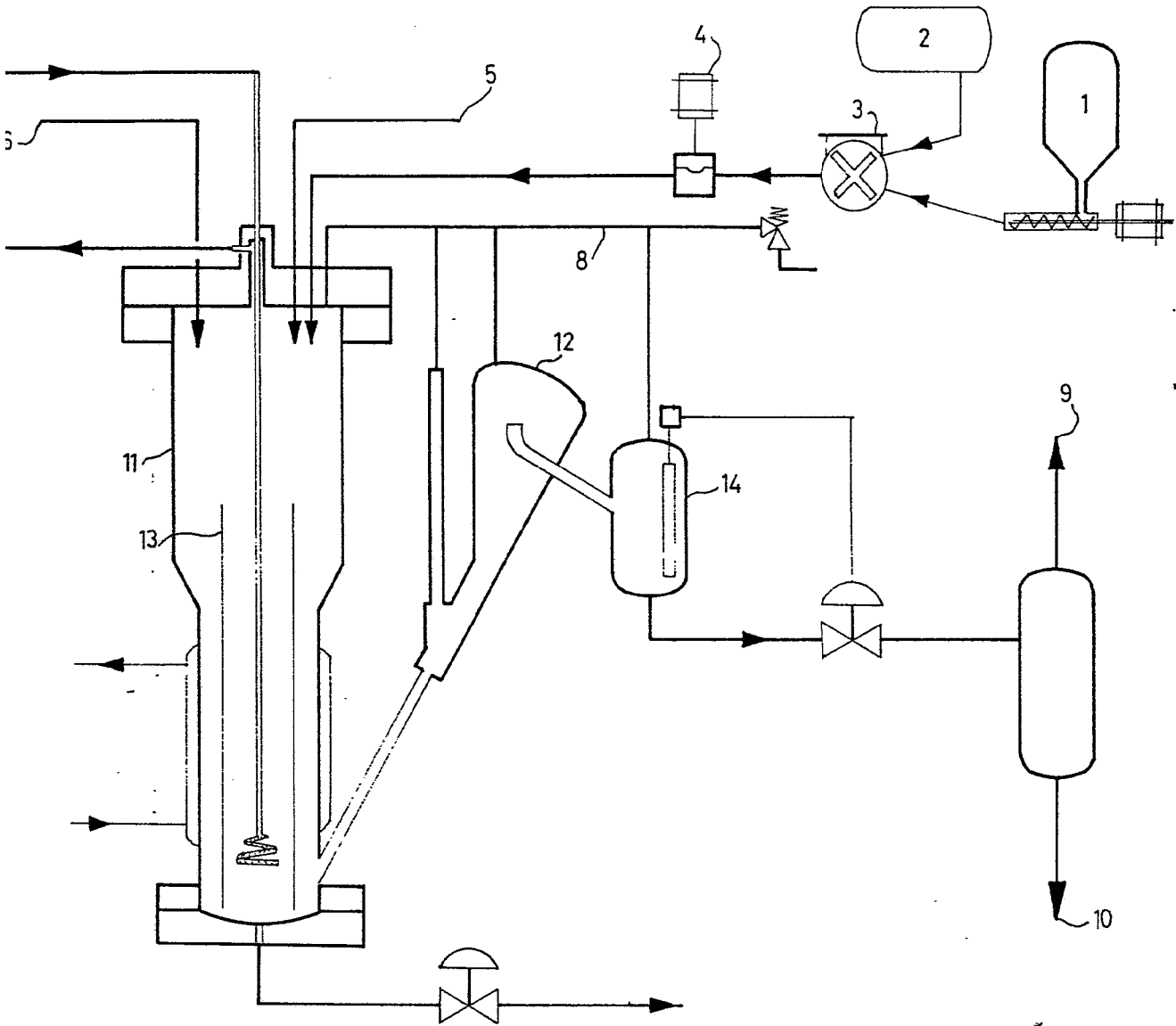


FIG. 1

ESCALA VARIABLE.

FIG. 2



Madrid 12 NOV. 1976

RODRIGUEZ ACEBS Y KODER
S. de Responsables L. Gueta Fernández