

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

B07B 7/06

[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 95193299.3

[45]授权公告日 2000 年 7 月 26 日

[11]授权公告号 CN 1054782C

[22]申请日 1995.5.23 [24]颁证日 2000.4.28

[21]申请号 95193299.3

[30]优先权

[32]1994.5.27 [33]IT [31]MI94A001076

[86]国际申请 PCT/EP95/01948 1995.5.23

[87]国际公布 WO95/32811 英 1995.12.7

[85]进入国家阶段日期 1996.11.27

[73]专利权人 蒙特尔北美公司

地址 美国特拉华州

[72]发明人 G·戈沃尼 A·阿尔莱蒂

[56]参考文献

US3,918,585 1980.12.30

US4,880,530 1989.11.14

WO92/19392 1992.11.12

审查员 2F 01

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

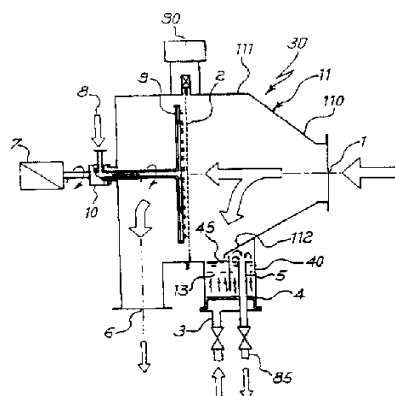
代理人 魏金玺 谭明胜

权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图页数 3 页

[54]发明名称 固体颗粒分级的方法和装置

[57]摘要

一种将固体颗粒、特别是用于烯烃聚合的粉状催化剂组分分级的方法,该方法 包括将悬浮在输送气流(1)中的固体颗粒输送并通过筛分装置(2)。在紧 邻筛分装置(2)的上游有辅助流化床分级器,其中,床(13)的顶部位于 格栅(2)下方的水平面。



1. 固体颗粒分级的方法，该方法包括将待分级的固体颗粒悬浮在输送气流（1）中，然后将其输送到筛分装置（2），在该处筛分所述颗粒，其特征在于在筛分装置（2）的上游建立不通过所述筛分装置的颗粒流化床（13），从而使易于通过所述筛分装置的颗粒从流化床（13）中排出并再引入输送气流（1），因而可提高分级效率。

2. 根据权利要求1的方法，其特征在于通过在所述筛分装置（2）的上游并位于其下部的区域（40），按基本上与输送气流（1）垂直的方向供入辅助气流（3）来建立流化床（13）。

3. 根据权利要求1或2的方法，其特征在于筛分装置（2）是竖直放置的筛且输送气流（1）基本上与该竖直放置的筛垂直。

4. 根据权利要求1的方法，其特征在于在筛分装置（2）的下游，输送气流被输送到分离装置（70），在离开所述分离装置的气体中加入待分级的固体颗粒后，将其再循环到筛分装置（2）。

5. 根据权利要求1的方法，其特征在于接近筛分装置（2）的区域中输送气的流速小于2m/s。

6. 根据权利要求1的方法，其特征在于固体在流化床（13）中的停留时间为1-20分钟。

7. 根据权利要求1的方法，其特征在于流化气的流速为2-6 cm/s。

8. 根据权利要求1的方法，其特征在于采用与输送气（1）逆流的定域气流定期清洗筛分装置（2）。

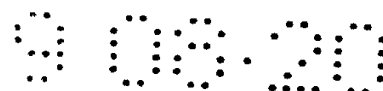
9. 用于固体颗粒分级的装置，该装置包括筛分装置（2）、供给含有待分级颗粒的输送气流（1）的装置、捕收和排放筛分装置（2）上游的大颗粒的装置（40）以及用于将细颗粒与筛分装置（2）下游的气体分离的装置（70），其特征在于捕收和排放大颗粒的装置（40）包括安装在筛分装置（2）下方的流化床（13），以使得能将此前未通过筛分装置（2）的颗粒进一步分级。

10. 根据权利要求9的装置，其特征在于用于捕收和排放大颗粒的装置（40）包括靠近筛分装置（2）的第一部分和通过安放在与气体分配器（4）相隔一定距离的直立挡板（45）与第一部分隔开的第二部分，这样，可使固体从装置（40）的第一部分进入第二部分，在第二部分中

安装了溢流型的排放装置（5）。

11. 根据权利要求 9 的装置，其特征在于筛分装置（2）由环形筛构成，并且它包括安装在筛下游用于清洗筛的装置，所述清洗装置由至少一条旋转棒（9）组成，该旋转棒与筛平行并与其靠近，其上装有利于喷射与输送气（1）逆流的加压清洗气的喷嘴。

12. 根据权利要求 9-11 中任一项的装置，其特征在于该装置包括快速更换筛分装置（2）的设备，所述设备包括弹性材料制成的空心环形垫圈（14），它安放在机壳（11）侧壁上设置的相应环形槽（16）内，并与加压气源（17）连接，当加压时，空心环形垫圈向筛分装置（2）的框架（21）施加压力，机壳（11）上靠近门（15）处有一条侧缝（18），用于插入和抽出筛分装置（2）。



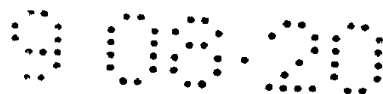
说明书

固体颗粒分级的方法和装置

5 本发明涉及固体颗粒分级的方法和装置。更具体而言，本发明涉及一种分级的方法，该方法包括将直径通常小于 200 微米、悬浮在输送气流中的固体颗粒输送通过筛分装置，其中，筛分的截止值可以低到 20-25 微米。

众所周知，在制备催化剂载体以及某些固体组分时，特别是在催化剂的粒度分布 (PSD) 直接影响成品表面形态的情况下，必须仔细地控制固体的粒度组成。例如，现代的烯烃气相聚合法中采用齐格勒/纳塔型载体催化剂，其情况就是这样。就制备所述催化剂而言，最新的技术开发可以生产活性极高的催化剂组分，然而其粒度和形态极大地影响所得聚合物的特性和形态。特别是，使用载带在氯化镁上的催化剂可以显著地简化聚烯烃（聚乙烯、聚丙烯、EPR、EPDM 等）的生产过程是人所共知的。事实上，可以制得呈球形颗粒的催化剂，这些催化剂适合于生产可重现其球形的聚合物；所述聚合物有很好的形态学特性（流动性和堆积密度）且不需要最终的挤压和制粒工序，众所周知，这些工序所需的设备和能源是昂贵的。这类催化剂的载体通常可以通过在惰性烃中将氯化镁与醇反应制备。接着将所得的 $MgCl_2$ /醇加合物的颗粒脱醇，并用卤化钛处理，这样即制得可用于聚合反应的催化剂组分。这类催化剂的实例列举在例如 US 4399054 和 EP 395083 专利中。

很明显，鉴于上述重现催化剂组分颗粒原来形状的机制，极其重要的是要避免将很小的颗粒引入反应体系，因为小颗粒会导致成品聚合物中形成细粉料，而必然在工厂操作中产生问题。因此，在制备载体或催化剂组分时，必不可少的工序是筛分，筛分应按这样的方式进行，即能得到具有直径符合所要求范围的颗粒。已知的一些分级方法（在液相或气相中借助重力或离心力分级）其缺点是不能准确无误地筛分。换言之，当颗粒的直径小于特定的截止值不得被除去时，上述已知的方法导致将一部分可用尺寸的颗粒与细粉料一起除去。这是由于必然要除去截止值附近的“灰区 (grey area)”所致，在待分级物质昂贵的情况下，这是该方法的一个严重缺点。



其他分级装置均以校准的过滤格栅为基础，然而，这类装置，特别是在减小了筛孔尺寸（例如 20-25 微米）的情况下，会造成生产率低和过滤格栅淤塞的问题。这类装置的另一缺点是由于振动式过滤格栅的机械能传递到颗粒而产生的，这会造成例如包括氯化镁/醇加合物的脆性颗粒破裂（这必然会降低分级作业的总效率），或由于颗粒的损坏会在其后的聚合过程中造成问题（生成细粉料）。上述装置中的一种在 WO92/19392 中作了说明，其中，公开了一种圆盘振动筛分离器，使用特制的狭槽来安放所述圆盘筛。

欧洲专利申请 EP-A-103702 中介绍了一种用于过滤碳颗粒的装置。其中，间歇式流化床与卧式过滤格栅结合，用以分离粒径大于 1mm 的颗粒。该装置不适合于细颗粒的连续分级，且由于采用机械振动方法清洗过滤格栅，因而不适用于脆性颗粒的分级。

Fr-A-2.198.794 公开了一种用于细固体颗粒（例如面粉）输送和分级的装置，其中固体颗粒悬浮在将其向格栅输送的输送气流中。为了避免格栅堵塞，通过来自位于扩大区的环形壁上的一系列孔眼的辅助气流，在所述格栅前方的所述扩大区中将高流化能赋予该颗粒。所涉及的高流化能虽然可避免筛分装置的堵塞，但却使该装置不适用于脆性颗粒。

在 GB-A-775,196 中，采用能提供气体射流的旋转装置，提高接近所述格栅的颗粒的能量，解决格栅堵塞的问题。在这种情况下该装置同样不适用于脆性颗粒。

因此，本发明的目的是提供一种用于固体颗粒分级的新方法，该方法不仅分离效率高而且还适合于处理脆性颗粒。本发明的方法特别适用于筛分粒状或球形的 $MgCl_2$ /醇加合物或 α -烯烃聚合中所用的齐格勒/纳塔型固体催化剂组分。

本发明的方法包括将待分级的固体颗粒悬浮在输送气流中，然后将其输送到筛分装置，在该处筛分所述颗粒；该方法的特征在于，在所述筛分装置的上游建立不通过筛分装置的颗粒流化床，从而使易于通过所述筛分装置的颗粒从流化床中排出并再引入输送气流中。由于从流化床排出并进入输送气流的细颗粒又出现在筛分装置之前，且其通过该筛分装置的概率大大增加，因而可提高该分级作业的效率，而且在筛分装置上游和下游收集的颗粒之间的截止值必然更加精确。筛上颗粒（即粒径大于所要求截止值的固体颗粒）从流化床中排放。



可通过例如在低于筛分装置的部位，按基本上与输送气流垂直的方向，将辅助气流供入所述筛分装置上游区来建立流化床。

筛分装置优选竖直放置的筛且输送气流基本上与该筛垂直。

5 优选采用与输送气逆流的高速定域气流定期清洗筛。可以采用例如与筛平行并与其靠近、装有许多可喷射压缩气体的喷嘴的旋转棒清洗筛。

根据本发明的另一个实施方案，在筛分装置（优选校准的金属网）的下游，含细粉料的输送气流被输送到分离装置；在离开所述分离装置的气体中加入待分级的固体颗粒，并将其再循环到筛分装置。

10 接近筛的颗粒输送气流的流速优选小于 2m/s ，更优选小于 1m/s ；流速为 $0.3\text{--}0.5\text{m/s}$ 特别适合。用来清洗筛的气体的流速取决于待分级固体的类型，然而无论如何必须足以使筛获得充分的清洗，同时，流速又不致过高以免损坏固体颗粒。

固体在筛分装置上游的流化床中的停留时间优选为 $1\text{--}20$ 分钟，更优选 $5\text{--}10$ 分钟。流化气的流速与待分级的颗粒类型有关，通常为 $2\text{--}6\text{cm/s}$ 。

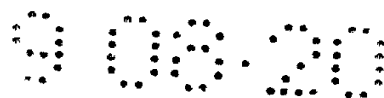
15 本发明的方法可有效地用于将载体和/或催化剂组分（以用于其制备的烃溶剂浸渍）同时干燥和分级。

从以下说明和附图，将会明显地看出本发明方法和装置的其他优点和特征，其中：

- 图 1 是分级装置的示意图；
- 20 - 图 2 是用于图 1 装置中的分级装置的放大纵剖面图；
- 图 3 是图 2 的一部分放大图；
- 图 4 是图 3 的零件图，说明筛的环形密封；和
- 图 5 是图 2 装置中快速更换筛的装置的视图。

参见附图，（30）表示固体颗粒的分级装置，它由其内安装了筛分装置（2）的空心机壳组成，所述筛分装置由刚性环形框架（21）和金属网（22）组成，并按与气流（1）基本上垂直的方式竖直地安装。所述气流（1）包含待分级颗粒，这些颗粒或以干产物或烃悬浮体形式在（35）处供入输送气流。机壳（11）包括开始的一段漏斗形连接部（110），其中，输送气流的流速降低到约为 $0.3\text{--}0.5\text{m/s}$ 的值。在漏斗形连接部（110）的下游，该机壳（11）有一个圆筒部（111），其中
30 安装了筛分装置（2）。

矩形的捕收室（40）安装在机壳的圆筒部下方，且在其下部装配了

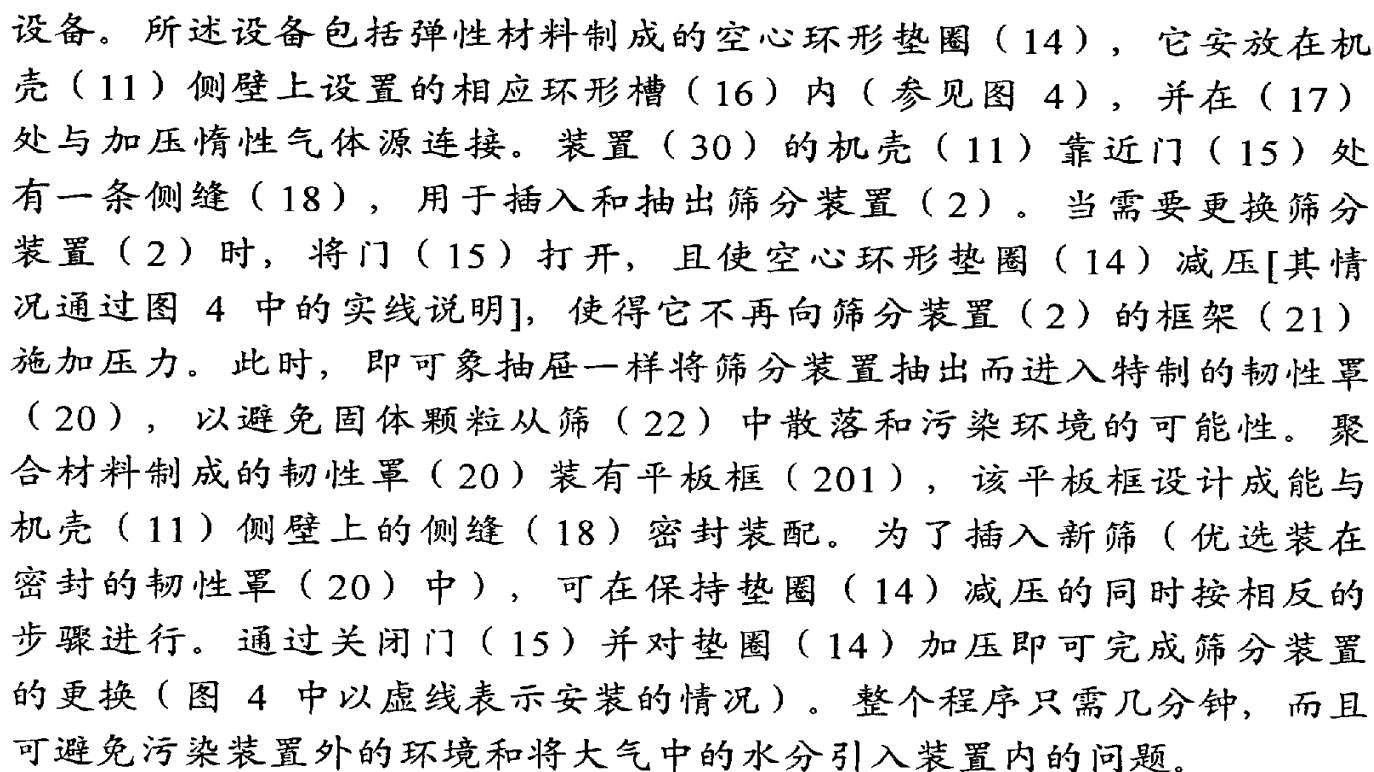


从进口 (3) 供入的流化气的分配器 (4)。通过直立的挡板 (45) 将捕收室 (40) 分为两个部分。靠近筛分装置 (2) 的室 (40) 的部分是分级区。与所述分级区隔开的这部分室是排放区，其上部通过机壳 (11) 的 (112) 部分屏蔽以遮挡下落的颗粒。溢流型的排放装置 (5) 安装在排放区，使流化床 (13) 的顶部处于与筛分装置 (2) 下部边缘大致相同水平的位置。如图 3 所示，筛上颗粒[即粒径大于截止值的颗粒，其路径在图 3 中以箭头 (50) 表示]“下落”进入装在分级区的流化床中，在挡板 (45) 之下通过后，可以输送到排放区，从该处通过装置 (5) 排出。由于流化床 (13) 的上述布置，致使细颗粒再送到筛分装置并通过它的概率极大地增加[其路径在图 3 中以箭头 (55) 表示]。此外，在图 3 中，箭头 (60) 表示下落到室 (40) 的分级区中的细粒级分，箭头 (65) 表示细粒级分朝着分级装置 (30) 的排料口运送，图中以编号 (6) 表示。

旋转的清洗气分配器 (9) 安装在筛分装置 (2) 的下游，所述气体分配器由一根多孔的或装有缝隙式喷嘴的棒组成；将加压的清洗气 (优选与输送气的组成相同) 在 (8) 处输入旋转的清洗气分配器。采用例如可根据待分级固体的类型和筛堵塞程度调速的电动机 (7) 使旋转棒旋转。将分级装置 (30) 的排出物 (6) 送到高效率的固体/气体分离装置 (图中以编号 (70) 表示)，细粉料则从该处排放到 (75)。固体-气体分离装置是例如涤气器或袋滤器。从分离装置 (70) 排出的基本上不含细粉料的气体，在 (35) 处添加待分级的固体后，通过鼓风机 (80) 再循环到装置 (30)。

与筛分装置 (2) 接触的细颗粒 (即粒径小于该筛的筛孔尺寸的颗粒) 根据与筛网碰撞的状况可能不会立即通过筛网，而落入捕收室 (40)。在没有流化床 (13) 的情况下，在 (85) 处排放的固体会含有不可忽略量的、粒径小于筛分装置 (2) 的筛孔尺寸的颗粒 (参见对比例)。而在有流化床 (13) 存在的情况下，筛分效率将显著地提高，这是由于细粉料会从流化床排出并再送到筛分装置，并以相当高的概率通过筛分装置所致。应该指出的是，在与筛网碰撞和固体在流化床中停留时间短暂的两种情况下，可以进行脆性颗粒的筛分而不致产生颗粒破裂的问题；因此，该装置甚至可用于特别脆性的载体和催化剂组分。

装置 (30) 可以方便地装配示于图 4 和 5 中的快速更换筛分装置的



分级装置 (30) 优选装配安全恒压器 (90) (参见图 1), 当通过筛的压差超过设定值时, 该恒压器可以发出指示, 这样, 在筛网过度堵塞的情况下就可避免破裂, 而当需要更换筛分装置时可迅速发出指示。

本发明的方法可以适用于平均粒度大于标称筛孔的有价值产品，或平均粒度小于筛孔的有价值产品。为了按不同截止值将颗粒分级，可以采用一种以上的本发明装置串联。

现在，参照以下实施例对本发明的方法作详细说明。

实施例 1-4

采用了工业规模的装置，筛的直径为约 0.8m，输送气流（氮气）约等于 600 Nm³/h。将三种不同类型的粉末（由欧洲专利 EP-A-395083 中所述类型的催化剂组分组成）进行筛分，以便除去细颗粒。纯氮气用作输送气、流化气和清洗气（在约 150 kg/h 的流率下供给）。流化气的流速保持在 4 cm/s。试验结果列于表 1。在所述表中，报道了用于每个实施例的筛的筛孔尺寸、固体进料的粒度分布及其流率、有价值产品（即未通过筛的颗粒，因而从所述筛上游的流化床中排放）的粒度分布和流率。催化剂组分粒度分布的分析采用 Malvern Instrument 2600 型激光分析仪进行。用所述仪器测定单一固体颗粒的粒径分布，是以单色激光束

的光学衍射为基础的。该分析方法包括将样品添加在含有己烷并装有搅拌器和再循环泵的测定池中。在保持悬浮液再循环的情况下进行测定。分析器的中央元件将接受到的信号进行加工并计算不同粒级颗粒样品中的粒度分布。在表 1 中，固体颗粒的粒度分布定义为颗粒直径的值（以微米计），低于该值的颗粒占所确定的颗粒的体积百分数。例如，参照 P_5 ，报道的值（以微米计）表示 5% 的颗粒具有低于报道值的直径。

实施例 4（对比例）是在过滤格栅上游没有流化床的情况下进行的。将实施例 4 的结果与实施例 3（其中进行了相同固体颗粒的分级）的结果比较可以清楚地看出，采用本发明的装置可以得到更好的分级结果；事实上，就有价值的颗粒是那些粒径大于 44 微米的颗粒而论， P_1 和 P_5 的值清楚地表明实施例 4 的有效产品中细颗粒的含量比实施例 3 的高。

表 1

实施例	筛孔 (微米)	进 料					有效产品 (未过筛)				
		粒度分布 (微米)				流率 (kg/h)	粒度分布 (微米)				流率 (kg/h)
		P_1	P_5	P_{10}	P_{50}		P_1	P_5	P_{10}	P_{50}	
1	25	7	32	38	64	80	29	36	41	65	76
2	37	11	28	34	57	100	30	36	40	61	90
3	44	4.5	15	35	55	100	41	55	61	83	88
4(对比)	44	4.5	15	35	55	100	30	49	53	75	86

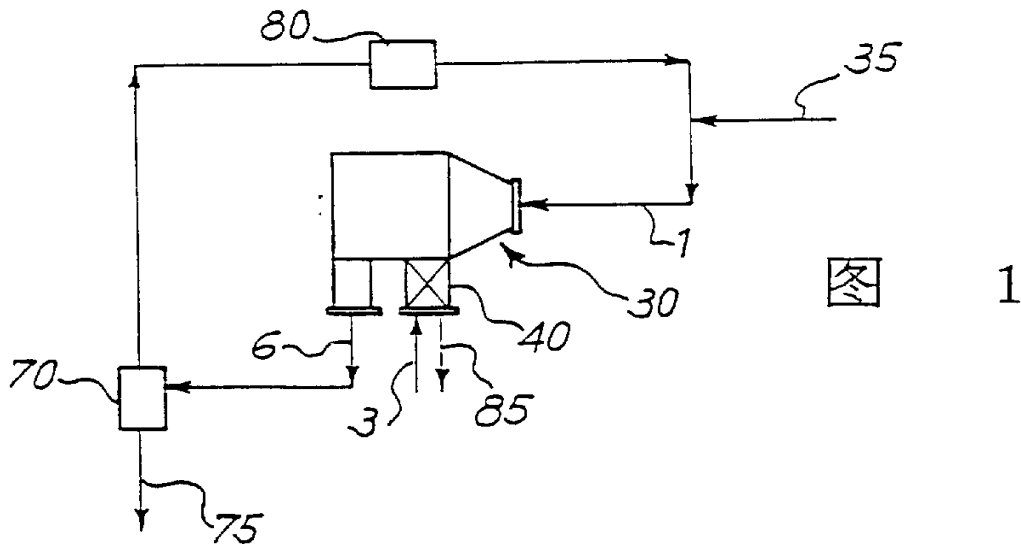


图 1

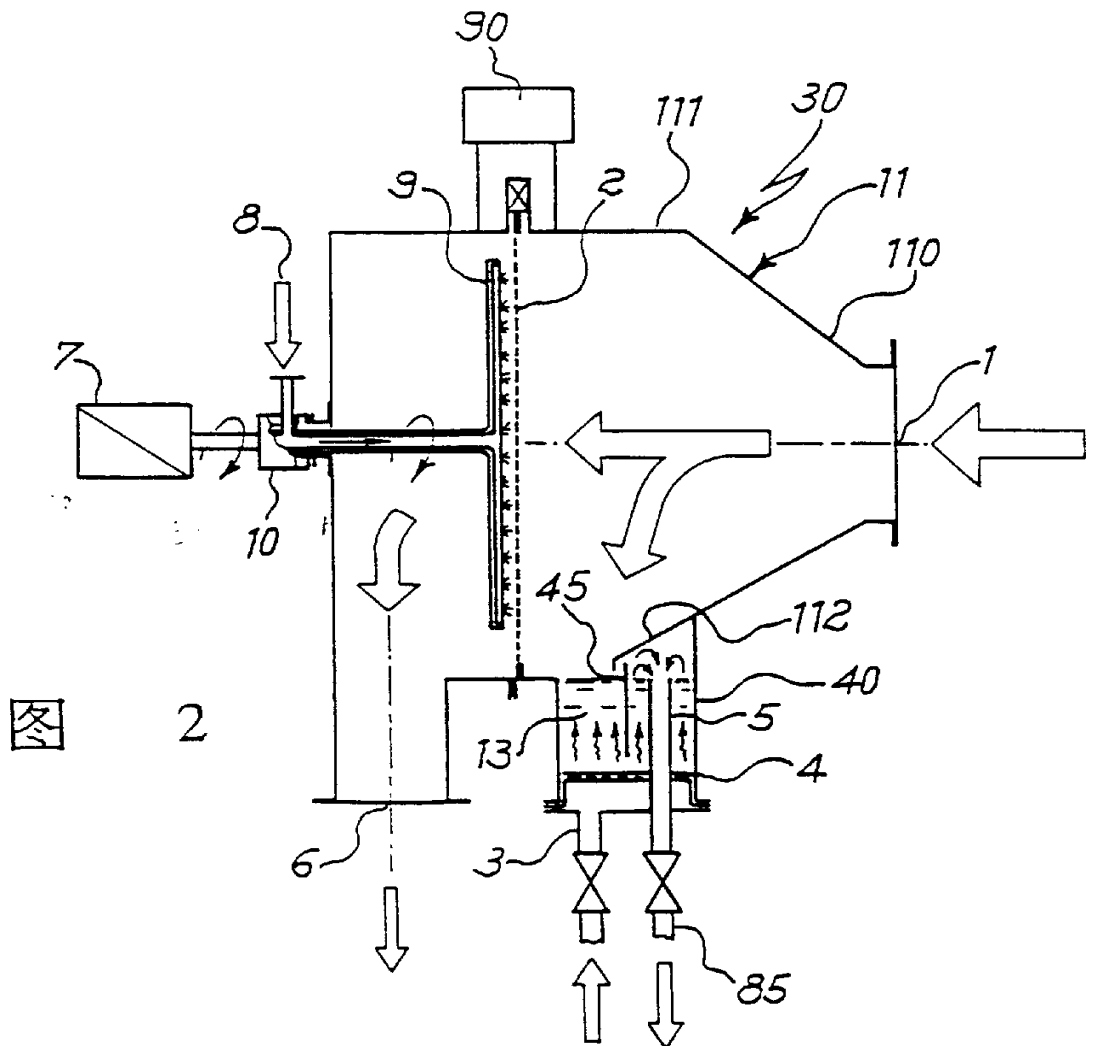


图 2

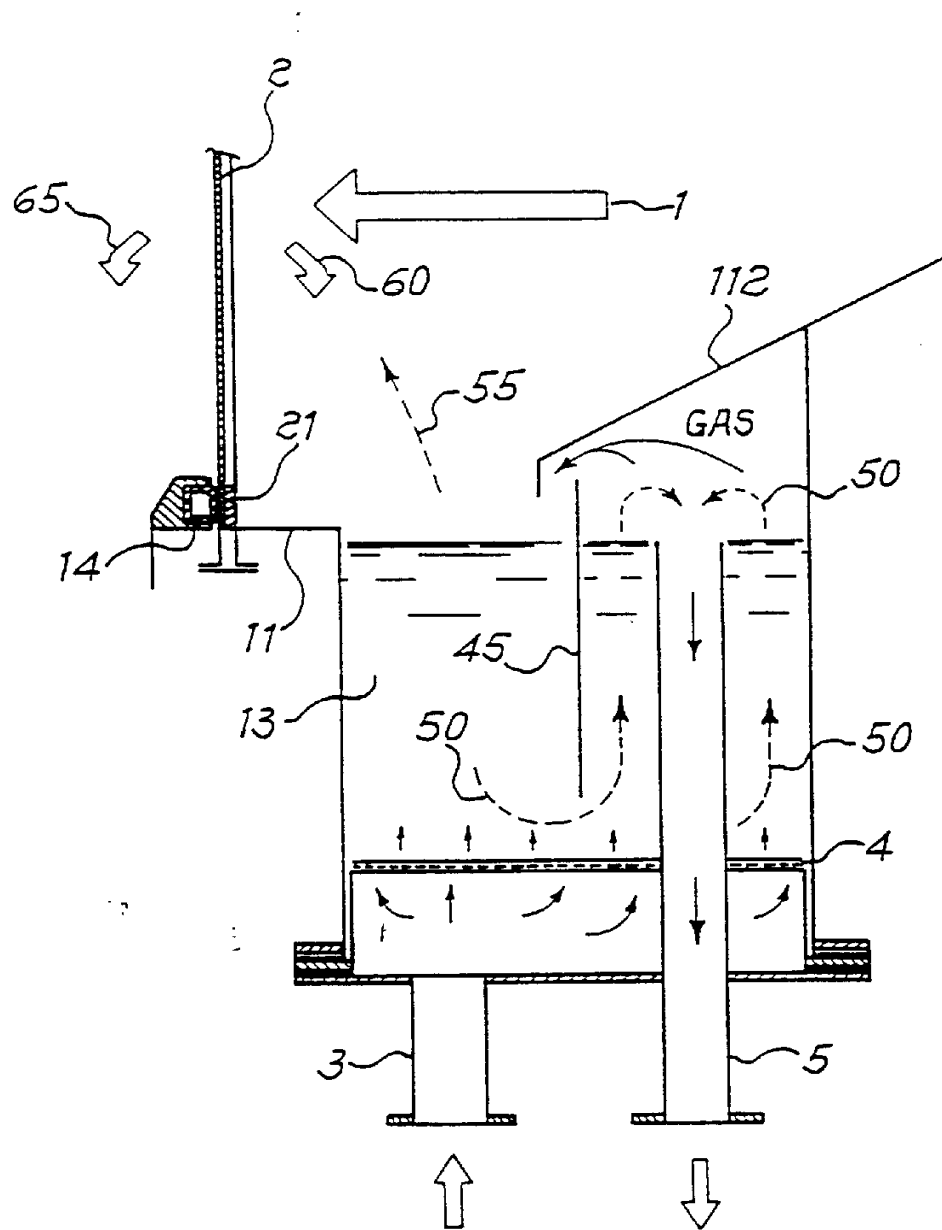
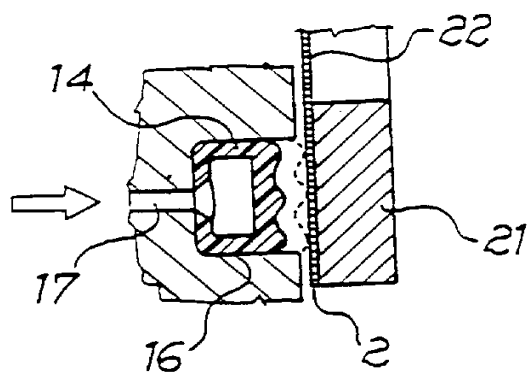
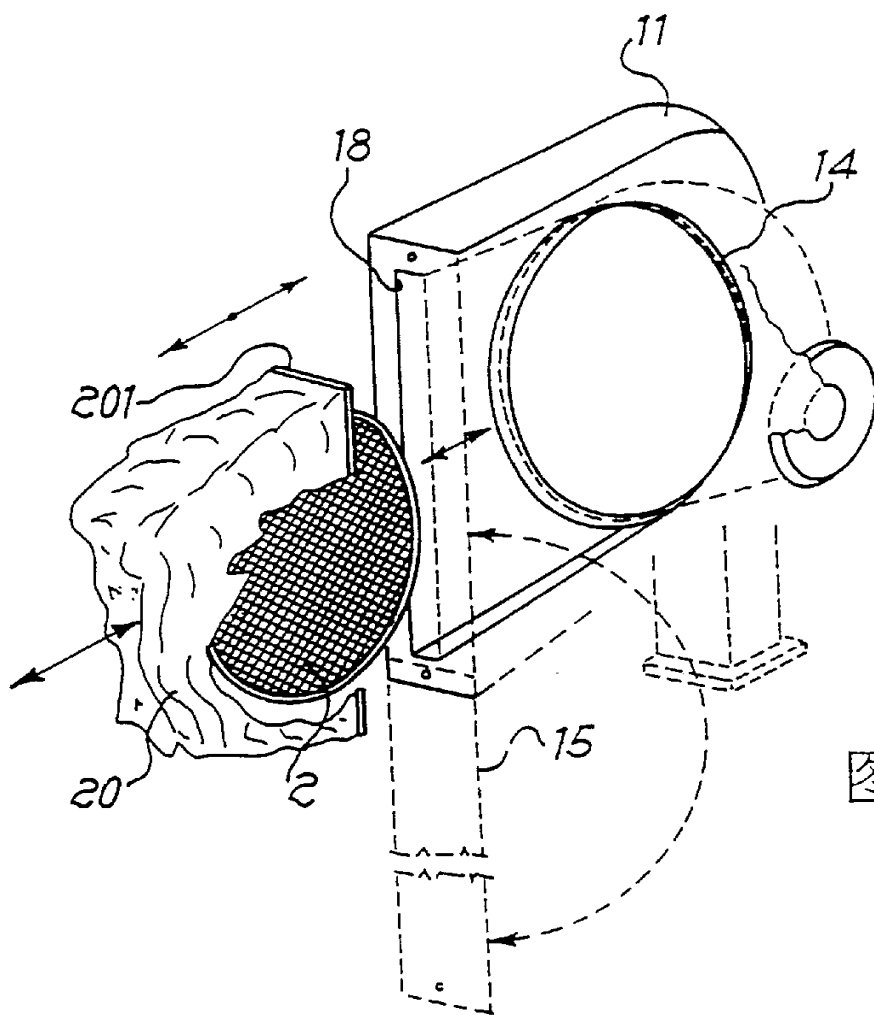


图 3



图

4



图

5