

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3770617号
(P3770617)

(45) 発行日 平成18年4月26日(2006.4.26)

(24) 登録日 平成18年2月17日(2006.2.17)

(51) Int. Cl.

B 0 7 B 7/06 (2006.01)

F I

B 0 7 B 7/06

請求項の数 12 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願平8-500259	(73) 特許権者	モンテル ノース アメリカ インコーポ レーテッド
(86) (22) 出願日	平成7年5月23日(1995.5.23)		アメリカ合衆国、デラウェア 19808
(65) 公表番号	特表平10-500896		ウィルミントン センタービル ロード
(43) 公表日	平成10年1月27日(1998.1.27)		2801
(86) 国際出願番号	PCT/EP1995/001948	(74) 代理人	弁理士 野河 信太郎
(87) 国際公開番号	W01995/032811		ゴボニ、ガブリエル
(87) 国際公開日	平成7年12月7日(1995.12.7)	(72) 発明者	イタリア国 アイー44045 レナツ オ、ヴィア ピラストロ、63
審査請求日	平成14年5月16日(2002.5.16)		アルレッティ アリーゴ
(31) 優先権主張番号	M194A001076	(72) 発明者	イタリア国 アイー41034 フィナレ エミリア、ヴィア マッツィーニ、8
(32) 優先日	平成6年5月27日(1994.5.27)		
(33) 優先権主張国	イタリア(IT)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 固定粒子の分級方法及び装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

分級すべき固体粒子を移送ガス流(1)に浮遊させ、それらを粒子のスクリーニングが行われるスクリーニング手段に移送することからなり、スクリーニング手段を通過しなかつた粒子の流動床(13)をスクリーニング手段(2)の上流に設置することにより、スクリーニング手段を通過することができる粒子を流動床(13)から排出し、移送ガス流(1)に再導入し、よって、分級の効率が改善されることを特徴とする固体粒子の分級方法。

【請求項2】

流動床(13)が、スクリーニング手段(2)より下の点でかつ上流のゾーンに送り込まれた補助ガス流によって、実質的に移送ガス流(1)に垂直方向に設置される請求の範囲1記載の方法。

【請求項3】

スクリーニング手段(2)が、垂直に配置されたスクリーンであり、かつ移送ガス流(1)が、実質的に垂直に配置されたスクリーンに垂直である請求の範囲1又は2記載の方法。

【請求項4】

スクリーニング手段(2)下流の移送ガス流を分離装置(70)に送り込み、該装置から出たガスを、分級すべき固体粒子を添加した後にスクリーニング手段(2)に再循環する請求の範囲1記載の方法。

10

20

【請求項 5】

スクリーニング手段 (2) 近傍のゾーンにおいて移送ガスの流速が 2 m/s 未満である請求の範囲 1 記載の方法。

【請求項 6】

流動床 (13) における固体の残留時間が $1 \sim 20$ 分である請求の範囲 1 記載の方法。

【請求項 7】

流動ガスの流速が $2 \sim 6 \text{ cm/s}$ である請求の範囲 1 記載の方法。

【請求項 8】

スクリーニング手段 (2) が、移送ガス (1) に逆流して局在するガス流によって定期的にクリーニングされる請求の範囲 1 記載の方法。

10

【請求項 9】

スクリーニング手段 (2)、分級すべき粒子を含有する移送ガス (1) 流を送り込む手段、スクリーニング手段 (2) の上流の大きな粒子を収集し排出する手段 (40) 及びスクリーニング手段 (2) の下流のガスから微粒子を分離する手段 (70) からなり、大きな粒子を収集し排出する手段 (40) が、スクリーニング手段 (2) を通過しなかった粒子のさらなる分級を行うように、スクリーニング手段 (2) の下に配置された流動床からなることを特徴とする固体粒子の分級装置。

【請求項 10】

大きな粒子を収集し排出する手段 (40) が、スクリーニング手段 (2) 近傍の第 1 パート及びガス・ディストリビューター (4) から一定の距離で配置された垂直バッフル (45) によって前記第 1 パートから分離された第 2 パートからなり、手段 (40) の第 1 パートから第 2 パートへ固体を送り込むことができ、第 2 パートにおいてオーバーフロー型の排出装置 (5) が配置されている請求の範囲 9 記載の装置。

20

【請求項 11】

スクリーニング手段 (2) が、環状のスクリーンからなり、スクリーン自体の下流に配置するスクリーンのクリーニングシステムを有し、クリーニングシステムがスクリーンに平行かつ近接した少なくとも 1 つの回転バー (9) からなり、移送ガス (1) に対して逆流圧下に排出されるクリーニングガス用ノズルを備えることを特徴とする請求の範囲 9 又は 10 記載の装置。

【請求項 12】

スクリーニング手段 (2) の迅速な交換システムを有し、このシステムは、容器 (11) の側壁に付与された対応する環状溝 (16) に配置され、かつ加圧ガス源 (17) に接続された弾性材料の中空の環状ガスケット (14) を有し、中空のガスケットは、加圧した際にスクリーニング手段 (2) の枠 (21) に圧力をかけるものであり、容器 (11) は、スクリーニング手段 (2) の導入及び取り出しのために、扉 (15) によって閉じられる側面スリット (18) を有している請求の範囲 9～11 のいずれか 1 つに記載の装置。

30

【発明の詳細な説明】

本発明は、固体粒子の分級方法及び装置に関する。より詳細には、移送ガス流に浮遊させた一般に $200 \mu\text{m}$ より小さい直径を有する固体粒子をスクリーニング手段に送ることからなり、スクリーニングのカットオフ値を $20 \sim 25 \mu\text{m}$ 程度と低くすることができる分級方法に関する。

40

触媒支持体及び固体成分の製造において、特に触媒の粒度分布 (PSD) が直接最終製品の形態に影響する場合、固体粒度測定を注意深くコントロールすることが必要であることはよく知られている。これは、例えば、最近のオレフィンの重合用気相法で、チグラ／ナッタ型の支持触媒が使用される場合である。最近の固体触媒の製造における技術開発では、非常に活性な触媒成分を製造することができ、そのサイズ及び形態は、得られたポリマーの性質及び形態に非常に影響する。特に、塩化マグネシウムに支持された触媒の使用がよく知られており、それは、ポリオレフィン (ポリエチレン、ポリプロピレン、EPR、EPDM 等) の製造方法を非常に簡素化する。実際、触媒の球形形状を複製するポリマーを製造するのに適した球形粒子の形態の触媒を得ることができ、そのポリマーは、良好

50

な形態学的特性（流動性及びかさ密度）を有し、よく知られているように、必要とされる装置及びエネルギーに関して費用がかかる最終押出及びペレット化工程を必要としない。そのような触媒の支持体は、通常塩化マグネシウムを不活性炭化水素中でアルコールに反応させることによって得られる。得られた $MgCl_2$ /アルコール付加物の粒子は、続いて脱アルコール化され、ハロゲン化チタンで処理され、このように重合化反応に使用される触媒成分が得られる。そのような触媒の例は、例えば米国特許4399054号及び欧州特許395083号に示されている。

上述した触媒成分粒子の当初形態の複製のメカニズムの観点から、非常に小さな粒子は、機械設備の操作において重大な問題を引き起こす最終ポリマーでの微細物の形成を発生させるため、反応系において非常に小さな粒子の導入を回避することが非常に重要であることは明らかである。従って、支持体又は触媒成分の製造における必須の工程はスクリーニングであり、それは、所望の範囲におさまる直径を有する粒子を得るような方法で行うべきである。公知の分級方法（液体又はガス中での重力又は遠心力による）は、クリアカット・スクリーニングができないという欠点を有する。言い換えれば、特定のカットオフ値よりも小さい直径を有する粒子を除去しなければならない場合、上述の公知の方法は、有用な直径を有する粒子の一部を細粒とともに除去してしまう。これは、カットオフ値近辺の“グレー・エリア”を消失させることが必要であるためであるが、分級すべき物質が高価である場合に重大な問題となる。

他の分級システムは、目盛りが定められた濾過グリッドに基づくものであるが、特にメッシュ開口サイズ（例えば $20 \sim 25 \mu m$ ）が小さい場合、低い生産性及び濾過グリッドの汚染の双方の問題を生じさせる。そのようなシステムの他の不都合は、振動濾過グリッドから粒子に伝達された機械的エネルギーに起因し、それにより塩化マグネシウム/アルコール付加物からなるような脆い粒子の破損（結果的に分級操作における全体の効率の低下をもたらす）を引き起こし、あるいは粒子にダメージを与えて重合中に問題（微細物の発生）を生じさせる。これらシステムの一つはWO92/19392号に記載されており、環状のスクリーンを収容する特別のスロットを採用した環状の振動スクリーン・セパレータが開示されている。

欧州特許A-103702号は、不連続流動床が1mmより大きな直径を有する粒子を分離する水平濾過グリッドを備えた炭素粒子の濾過システムを記載している。このシステムは、細粒の連続的な分級には適当でなく、機械的振動による濾過グリッドのクリーニングのシステムは、脆い粒子の分級には適当でない。

フランスA-2.198.794号は、小麦粉のような細かい固体粒子の移送及び分級用装置が開示されており、ここでは固体粒子は、それらをグリッドの方へ移送する移送ガス流中で浮遊される。グリッドのブロックを防止するために、高い流動エネルギーが、グリッド前方の広いゾーンの環状壁に位置する一連の孔から送り込まれる補助ガス流をとって、広いゾーンの粒子に与えられる。高い流動エネルギーは、スクリーニング装置のブロックを防止するものではあるが、脆い粒子に適当でない装置をもたらす。

英国A-775,196号においては、グリッドのブロックの問題を、ガスジェットを付与することができる回転装置によってグリッドに近づく粒子のエネルギーを増加させて解決している。この場合の装置においても、脆い粒子には適当でない。

従って、本発明の目的は、脆い粒子の処理に適当で、さらに、高い分離効率を有する新規な固体粒子の分級方法である。本発明の方法は、特に粒状又は球状の $MgCl_2$ /アルコール付加物、あるいは α -オレフィンの重合に使用されるチグラ/ナッタ型の固体触媒成分のスクリーニングに有効である。

本発明の方法は、分級すべき固体粒子を移送ガス流に浮遊させ、それらを粒子のスクリーニングが行われるスクリーニング手段に移送することからなり、その方法は、スクリーニング手段を通過しない粒子の流動床をスクリーニング手段の上流に設置し、よって、スクリーニング手段を通過する粒子を流動床から排除し、移送ガス流に再導入されることによって特徴付けられる。流動床から移送ガス流に排出された微粒子をスクリーニング手段の手前に再び存在させ、それらの通過の可能性を増大させることによって、分級操作の効率

10

20

30

40

50

、及びその結果として、スクリーニング手段の上流と下流とで集められた粒子との間のより正確な分離を増大させる。大きめの粒子（つまり、所望のカットオフ値よりも大きな直径を有する固体粒子）は流動床から排出される。

流動床は、例えば、スクリーニング手段より下の点でスクリーニング手段の上流のゾーンに導入された補助ガス流によって、実質的に移送ガス流に垂直方向に設置される。

スクリーニング手段は、垂直に配置されたスクリーンであることが好ましく、移送ガス流は実質的にスクリーンに垂直である。

スクリーンは、移送ガスに逆流する高速局在ガス流によって、定期的にクリーニングすることが好ましい。クリーニングは、例えばスクリーンに平行かつ近接し、加圧ガスを排出する多数のノズルを具備した回転バーを用いて行うことができる。

10

本発明の他の態様は、スクリーニング手段の下流に、目盛りが定められた金属ネットがあることが好ましく、微細物を含む移送ガス流は分離装置に送り込まれる。分離装置から排出されるガスは、分級すべき固体粒子が加えられ、スクリーニング装置に再循環される。スクリーン近傍の粒子移送ガス流の流速は、 2 m/s 未満であることが好ましく、 1 m/s 未満であることがより好ましく、 $0.3\sim 0.5\text{ m/s}$ の流速であることが特に好ましい。スクリーンをクリーニングするために用いられるガスの流速は分級すべき固体のタイプによって、同時に固体粒子が損傷しないよう過剰とならず、どのような場合でもスクリーンの良好なクリーニングを行うために十分であるべきである。

スクリーニング手段の上流の流動床での固体の残留時間は、 $1\sim 20$ 分間であることが好ましく、 $5\sim 10$ 分間であることがより好ましい。流動ガスの流速は分級すべき粒子のタイプに関係し、一般に $2\sim 6\text{ cm/s}$ である。

20

本発明の方法は、支持体及び／又は触媒成分の製造において用いられた炭化水素溶媒に含浸された支持体及び／又は触媒成分を同時に乾燥及び分級するために好適に使用することができる。

さらに、本発明の方法及び装置の利点及び特徴は、以下の記載及び添付図面から明らかとなるであろう。

—図1は分級装置の概略図である。

—図2は図1の装置に使用される分級装置の拡大縦断面図である。

—図3は図2の要部拡大図である。

—図4は図3の詳細であり、スクリーンの外周シールを示した図である。

30

—図5は図2の装置におけるスクリーンの迅速な交換のためのシステムを示す図である。

図面によれば、(30)は、内部にスクリーニング手段(2)が設置された中空容器からなる固体粒子の分級装置を示しており、スクリーニング手段は、硬直な外周フレーム(21)及び金属ネット(22)からなり、実質的にガス流(1)に直交するように垂直に配置されている。ガス流(1)は、分級すべき粒子((35)において導入される)を、乾燥生成物又は炭化水素懸濁剤のいずれかとして、移送ガス中に含んでいる。容器(11)は初めに漏斗形状の接合部(110)を備え、そこでの移送ガスの流速は $0.3\sim 0.5\text{ m/s}$ のオーダー値に減少する。漏斗形状部(110)の下流で、容器(11)は円筒部(111)を有し、そこにスクリーニング手段(2)が配置されている。長方形収集チャンバー(40)が容器の円筒部の下に配置されており、流動ガス・ディストリビューター(4)が下部に装備され、流入口(3)から導入される。収集チャンバー(40)は、垂直バフル(45)によって2つのパートに分割されている。スクリーニング手段(2)近傍のチャンバー(40)の一部は分級ゾーンである。分級ゾーンから分離されたチャンバーの一部は排出ゾーンであり、容器(11)のパート(112)によって上部からの落下粒子から保護される。オーバーフロー型の排出装置(5)が、流動床(13)の上部がスクリーニング手段(2)の下端とほぼ同じレベルとなるような位置であって排出ゾーン内に設置されている。図3に示したように、大きめの粒子（つまり、カットオフ値よりも大きな直径を有する粒子、図3においては図式的にその進路を矢印(50)で表した）は、分級ゾーンに収容された流動床に「落下」し、バフル(45)下を通り、排出ゾーンに送り込まれ、そこから装置(5)を通して排出される。上記の流動床(13)の配置で、ス

40

50

クリーニング手段に再送され、よってそれを通過する微粒子の確率は非常に増大する（図式的に、進路は図3において矢印（55）で表した）。さらに、図3において、矢印（60）は、図式的にチャンバー（40）の分級ゾーンに落下する微細物の画分を示しており、矢印（65）は分級装置（30）からの排出のために移送された微細物の画分を示し、図面には参照番号（6）で示している。

回転クリーニングガス・ディストリビューター（9）は、スクリーニング手段（2）の下流に配置されており、そのガス・ディストリビューターは貫通又はスリットノズルが装備されたバーからなる。圧縮クリーニングガス、好ましくは移送ガスと同じ組成を有したガスは、（8）で回転ガス・ディストリビューターに送り込まれる。バーは、例えば電気モータ（7）によって、分級すべき固体のタイプ及びスクリーンの目ずまりの程度に応じて調整可能な速度で回転する。分級装置（30）の排出物（6）は、図中（70）によって示された高効率の固体／ガス分離システムに送り込まれ、そこから微細物が（75）に排出される。固体／ガス分離システムは、例えばスクラバー又はバックフィルターである。分離システム（70）を出たガスは、実質的に微細物が除去されており、送風機（80）によって、（35）において分離すべき固体を添加した後、装置（30）に再循環される。

スクリーニング手段（2）と接触する微粒子（つまり、スクリーンのメッシュ開口サイズよりも小さな直径を有する粒子）は、メッシュを直接通らないかもしれない。流動床（13）がない場合には、（85）に排出された固体は、スクリーニング手段（2）のメッシュ開口サイズよりも小さな直径を有する粒子のかなりの量を含有する（比較例参照）。微細物は流動床から排出される傾向にあり、スクリーニング手段を通過する可能性が著しく増加してスクリーニング手段に再送されるため、スクリーニングの効率は流動床（13）の存在によってかなり増加する。メッシュに衝突する状態及び流動床における固体の残留時間の短縮の双方は、粒子自体の破損の問題なく脆い粒子のスクリーニングがなされることを指摘しなければならない。従って、装置は特に脆い支持体及び触媒成分である場合でも使用することができる。

装置（30）は、スクリーニング手段の迅速な交換システムを具備するのが有利で、図4及び5に図式的に表している。このシステムは、弾性体材料の中空の環状ガasket（14）からなり、容器（11）の側壁に付与された対応する環状溝（16）（図4参照）に配置され、かつ（17）における加圧不活性ガス源に接続されている。装置（30）の容器（11）は側面スリット（18）を、扉（15）に近接して、スクリーニング手段（2）の導入及び取り出しのために備えている。スクリーニング手段（2）を取り替える必要がある場合、扉（15）を開け、スクリーニング手段（2）の枠（21）にもはや加圧しないようにして、中空ガasket（14）を減圧する（状態は図4中、連続線によって表されている）。この時、スクリーニング手段を、図示したように、粒子がスクリーン（22）から剥れたり周辺を汚染する可能性を避けるために特別な可撓性ケース（20）に取り出す。高分子材料の可撓性ケース（20）は平らな枠（201）を備え、容器（11）の側壁における側面スリット（18）を密閉し、ピッタリ合うように取り付けのためにデザインされている。新しいスクリーンを導入するため（それは密閉可撓性ケース（20）に収納されることが好ましい）、ガasket（14）を減圧に保持しながら、逆の手順を行う。スクリーニング手段の取り替えは扉（15）を閉め、ガasket（14）を加圧することによって完了する（図4中、点線で示す）。全工程を行うために2、3分しか必要とせず、装置の外部を汚染したり、大気中の湿気を内部に導入するという問題が回避される。

分級装置（30）は、スクリーンがだめになる圧力の設定値を越えた場合に表示する安全調圧器（90）を装備していることが好ましく（図1）、よって過度にメッシュがめずまりしている場合の破損を防止し、スクリーニング手段を取り替えることが必要である場合に即座に表示する。

本発明の方法は、興味ある生成物が呼称スクリーンメッシュよりも大きな平均サイズを有

10

20

30

40

50

している場合に、又はスクリーンメッシュよりも小さな平均サイズを有する生成物が興味ある場合に適用することができる。異なるカットオフ値の粒子を分級するために、連続的に本発明の1以上の装置を使用することができる。

本発明の方法を、さらに以下の実施例を引用して説明する。

実施例1～4

工業規模の装置を、約0.8mの直径を有するスクリーン及び約600Nm³/hに匹敵する移送ガス流（窒素）で使用した。3種の異なるタイプの粉末、欧州特許A-395083号に記載されたタイプの触媒成分からなる粉末を、微粒子を除去するためにスクリーニングに付した。純粋な窒素を移送ガス、流動ガス及び洗浄ガス（約150kg/hの流速で送り込んだ）として用いた。流動ガスの流速は4cm/sに維持した。試験結果を表1に示す。この表においては、スクリーンのメッシュサイズ、送り込まれた固体の粒度分布、その流速、興味ある生成物の粒度分布及び流速（つまり、スクリーンを通過せず、よって、そのスクリーンから上流の流動床から排出された粒子）を各実施例で示す。触媒成分の粒度分布の分析を、レーザー分析器、モデル・マルベルン・インストルメント2600で行った。単一固体粒子の直径の分布の測定を、上記の機器で、単色のレーザービームの光学回折に基づいて行った。分析方法は、ヘキサンを含有し、スターラー及び再循環ポンプを装備した測定セルへのサンプルの添加を含む。測定は懸濁液を循環させながら行われる。分析器のセントラルユニットは信号を精巧に受信し、直径の異なった分級のサンプルにおける粒子の粒度分布を算出する。表1において、固体の粒度分布を粒径値として表し（μm）、それ以下の粒子の測定された容量パーセントを含める。例えば、P₅を引用すると、示された値（μm）は、粒子の5%が示された値以下の直径を有することを意味する。

実施例4（比較）は濾過グリッドから上流に流動床なしで行った。実施例4の結果を実施例3（同じ固体粒子を分級した）の結果と比較すると、本発明の装置は、良好な分級を得ることができることが明らかである。実際、興味ある生成物が44μmより大きな直径を有することを考慮すれば、P₁及びP₅の値はあきらかに、有用な生成物において、微粒子の含量は実施例3よりも実施例4のほうが大きいことを示している。

10

20

【表1】

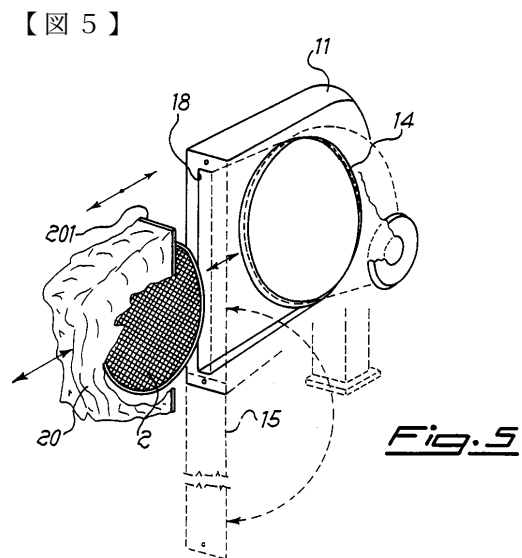
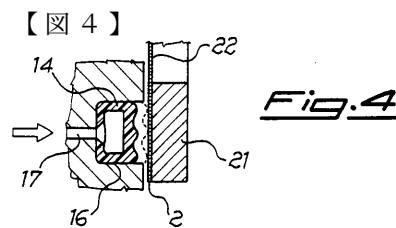
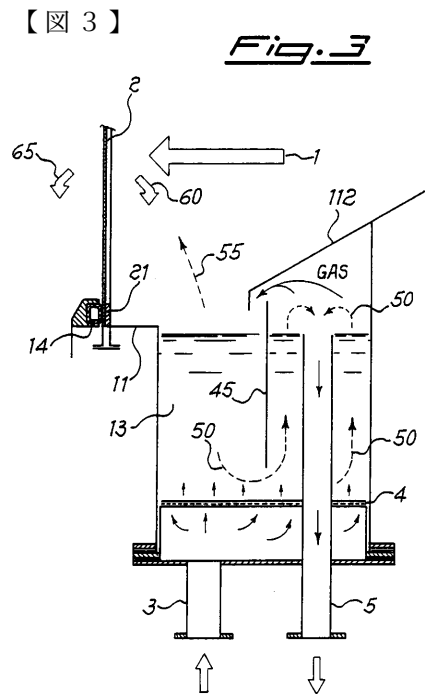
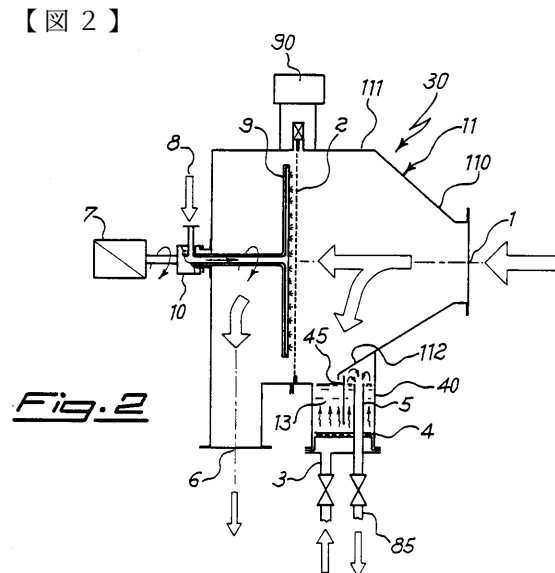
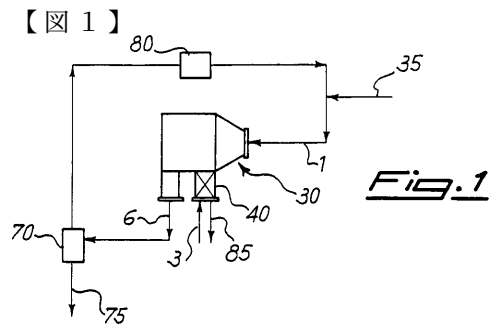
実施例	メッシュ サイズ (μm)	導入物						有用生成物 (ふるいせず)				
		粒度分布 (μm)				流速 (kg/h)		粒度分布 (μm)				流速 (kg/h)
		P_1	P_5	P_{10}	P_{50}			P_1	P_5	P_{10}	P_{50}	
1	25	7	32	38	64	80		29	36	41	65	76
2	37	11	28	34	57	100		30	36	40	61	90
3	44	4.5	15	35	55	100		41	55	61	83	88
4 (比較例)	44	4.5	15	35	55	100		30	49	53	75	86

10

20

30

40



フロントページの続き

審査官 富永 正史

- (56)参考文献 特開平04-078474 (JP, A)
特開平07-185463 (JP, A)
特開昭51-107557 (JP, A)
米国特許第03774759 (US, A)
欧州特許出願公開第00103702 (EP, A1)
独国特許出願公開第01757516 (DE, A1)
独国特許出願公開第03223073 (DE, A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B07B 1/00 - 15/00