



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101743057 B

(45) 授权公告日 2014. 01. 01

(21) 申请号 200880018753. 8

(22) 申请日 2008. 07. 10

(85) PCT国际申请进入国家阶段日  
2009. 12. 04

(86) PCT国际申请的申请数据  
PCT/US2008/008569 2008. 07. 10

(87) PCT国际申请的公布数据  
W02008/150552 EN 2008. 12. 11

(73) 专利权人 劳德有限公司  
地址 美国加利福尼亚州

(72) 发明人 斯蒂芬·M·劳德

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公  
司 31100

代理人 马洪

(51) Int. Cl.  
B01J 8/18(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1103479 A, 1995. 06. 07, 权利要求 3.

US 2004151652 A1, 2004. 08. 05, 说明书第  
17 段, 附图 1.

US 2004151652 A1, 2004. 08. 05, 说明书第  
17、49 段, 附图 1-2.

审查员 施啸奔

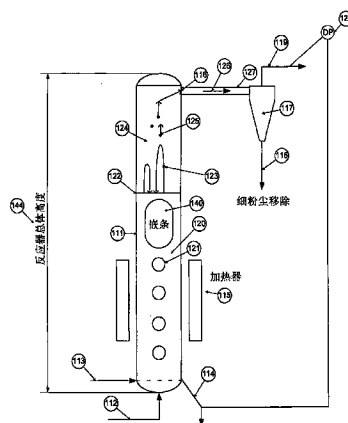
权利要求书1页 说明书5页 附图4页

(54) 发明名称

从流化床沉积反应器顶部移除颗粒物质的装  
置和方法

(57) 摘要

本发明提供了从流化床沉积反应器顶部移除  
颗粒物质的装置和方法。从反应器的顶部移除产  
品可以实现降低的脱离高度并且提供一种控制床  
的高度水平的被动装置, 尽管上述沉积增加了床  
的重量和高度。降低脱离高度的好处是允许在较  
短的反应器总体长度中使用较高的流化床, 从而  
降低反应器成本并且增加生产。气体入口与产品  
出口的分离允许气体入口区域比产品出口更凉。  
由入口气体造成的产品研磨与产品出口的分离,  
降低了产品中的种子损失, 并产生更加均匀的产  
品。在相同地方移除热的产品和热的气体允许在  
单个步骤中从两者回收能量。



CN 101743057 B

1. 一种流化床沉积反应器的用于颗粒物顶部移除的操作方法,包括:

提供一设定高度的、竖直的、大体圆柱形的反应器,具有至少一个位于或接近其底部的气体入口和至少一个位于或接近其顶部的气体和固体出口,

提供至少一个分离器,用于从颗粒产品分离气体,并提供在所述气体和固体出口与所述至少一个分离器之间的管道,

建立一加热的反应区,

以预定的流率对所述反应区提供一流化气体,

对所述反应区提供颗粒,以确立所需的颗粒床,所述颗粒床由气泡流化以确立所述流化床,所述流化床具有平均顶部高度水平,在所述顶部上方设有一脱离空间,所述脱离空间的高度不大于所述流化床的所述顶部与所述气体和固体出口之间的距离,

以一流率对所述反应区提供所述气体,使得大部分的所述颗粒保持在所述流化床的所述反应器中,而使一部分所述颗粒通过所述气体和固体出口排出,所述气体使一涂层被沉积在所述颗粒上,从而增加所述颗粒的尺寸和重量,以及

使所述流化床的高度增加,并使所述脱离高度减小,直到所述流化床的表面附近的嵌条破裂,使得在所述流化床之上被弹起的颗粒随废气通过所述反应器的所述气体和固体出口离开、经过所述管道和进入所述分离器。

2. 如权利要求 1 所述的方法,其还包括在从所述气体分离颗粒产品的同时回收热量,所述回收热量包括相组合地使用一个或多个产品分离器和一个或多个热量回收系统。

3. 权利要求 1 的方法,其中在所述反应器的所述底部还提供了至少一个用于移除颗粒产品的装置。

4. 权利要求 2 的方法,其中至少一个所述热量回收系统是向一个热量回收锅炉进行辐射。

5. 权利要求 2 的方法,其中所述一个或多个产品分离器提供一个或多个包括颗粒产品和粉尘产品的产品流。

## 从流化床沉积反应器顶部移除颗粒物质的装置和方法

### 技术领域

[0001] 本发明一般涉及沉积反应器领域,和更具体地涉及用于从流化床沉积反应器顶部移除颗粒物质的装置和方法。

### 背景技术

[0002] 流化床反应器已在化工行业具有悠久的历史,床上通常含有被精细分配的宝贵的催化剂,因此有必要设计反应器以防止催化剂损失。由此产生了以下的实际要求:在床表面之上的大的脱离高度和使用旋风分离器以捕捉细粉尘和将其返回所述床。业内发展了一个称为总脱离高度或 TDH 的概念,来估计已经被沉积的所有可通过重力沉积的颗粒的高度。在这个高度提供一个内置的旋风分离器来捕捉捕捉细粉尘和将其返回所述床。当催化剂被移除时,它通过重力从底部被移除。称为稀释相或运输反应器的其它反应器将所有的固体携带向上通过反应器且从顶部送出,但这些反应器没有一个可识别的床。当这些气体-固体反应器的概念应用于其中气体被引入以使床颗粒生长的沉积反应器的设计时,稀释相反反应器的主要问题是:它产生的主要是不希望的细粉尘。因此,大部分沉积反应器是流化床类型的,且已使用具有大的脱离高度和底部的固体出口的流化床基本设计。而内置旋风分离器的想法很少被使用,因为在旋风分离器外部的沉积和重新引入颗粒而不在堵塞旋风分离器出口的问题。由于总是会产生一些细粉尘,大部分沉积反应器具有外部旋风分离器或过滤器来收集灰尘和防止损坏用于回收废气的设备。因此,历史性的方法是从底部移除产品,提供大的脱离高度以尽量减少产品损失,并使用外部移除粉尘。

[0003] 沉积反应器的主要用途是高纯硅沉积,在 Lord 的 US 6 451 277 的图 1b 中描述了一种床加热方法,它从靠近床的顶部移除珠子,然后将它们加热并返回床上。值得注意的是该产品 3 仍然是从底部移除的。在上述专利中,该床加热方法不被认为是一种优选的方案,在优选方案中珠子以脉冲模式通过重力从底部移除、然后被再加热和返回床上。Lord 的 US 6 827 786 提供了一个多级沉积反应器的详细描述,它利用增加床高的优势,通过使用沿反应器侧边的额外注气点而制造额外的硅。在这个设计中,通过研磨进行的种子生产因为额外的喷嘴而沿反应器散布,且一些沉积从入口进一步发生,但大多数研磨和沉积发生在底部,固体产品被从底部移除。Lord 专利的第 3 列第 25 行讨论了的“De Beers(德比尔斯公司)”的文件,其中显示需要一段停留时间和温度以使产品充分结晶和使珠子脱氢。他在脉冲式珠子加热器中以高温和短的停留时间这样做。Lord 和他的很多参考文献没有提到对废气的能量回收,虽然 Lord 的 US 5 798 137 和 US 6 451 277 讨论了使用被送出产品的热量来加热传入的气体。

[0004] 现有技术的主要缺点是,在流化床设计中继承了底部出口和大的脱离空间,以及在移除热的产品的相同位置引入冷沉积气体的固有矛盾要求,其中冷沉积气体也通过研磨提供了大量的种子生产。Lord 的各个专利试图散布气体入口来处理上述的热和种子生产的问题,但必须在底部注入充足的气体以使床充分流化,因此对以这种方式能够完成的目标有一个限制。不可避免地是,底部的温度必须保持高于 800°C 以提供所需的结晶,并且有些

种子丢失在产品中,而这又污染了破碎的“种子珠子”。高温和高沉积气体浓度的组合会导致快速的反应,增加了墙壁沉积和增大了结块和堵塞的风险。

[0005] 这种多级设计方法也导致了高的反应器,且存在生产用于这种反应器的高纯度衬里的成本和制造问题,这制约了给定直径的反应器的级数和生产能力。还必须测量床的高度水平,并且通过打开阀门和改变净化流以允许适量的珠子离开上述床,从而在床生长时去除一些床来采取纠正动作。错误或卡住阀门可导致床太高或太低的情况。这些情况都是不可取的麻烦。

### 发明内容

[0006] 本发明的主要目的是提供具有更高产量的更短的反应器。

[0007] 本发明的另一项目的是提供一个被动的高度水平控制方法。

[0008] 本发明的另一项目的是提供更好质量的产品。

[0009] 本发明的另一项目的是减少反应器底部对高温的要求。

[0010] 本发明的另一项目的是减少堵塞的风险。

[0011] 本发明的另一项目的是减少墙壁沉积的厚度。

[0012] 本发明的另一项目的是降低产品移除系统中的压力。

[0013] 本发明的另一项目的是回收能量。

[0014] 本发明的其它目的和优势从下面的描述并且参照附图将变得明显,其中以说明和举例的方式公开了本发明的一个实施例。

[0015] 根据本发明的优选实施例,公开了一种从流化床沉积反应器顶部移除颗粒物质的装置和方法,包括:从反应器的顶部连同废气一起移除产品,从废气中分离颗粒产品,同时从产品和气体中回收热量,且可选地进一步进行粉尘和热量回收。

[0016] 这种设计的好处是被动的高度水平控制,减小的脱离高度,在一个较短的反应器中较高的流化床,产品出口与气体入口的分离,产品研磨和产品出口的分离,以及能量回收,从而导致较低的资金和经营成本,更好质量的产品和对于给定的反应器直径具有更大的产量。

### 附图说明

[0017] 附图构成本说明书的一部分且包括本发明的示范实施例,它可以按各种形式实施。可以理解的是,在某些情况下本发明的各个方面可能会放大或扩大显示以便于理解本发明。

[0018] 图 1 是说明现有技术的具有底部移除和大的脱离空间的流化床沉积反应器的运作的一个示意图。

[0019] 图 2a 是修改的相同的图,以显示本发明的好处。

[0020] 图 2b 是反应器顶部的一个详细的示意图,显示颗粒移除机理。

[0021] 图 3 是一个具有一体的热量回收的产品分离器的示意图。

### 具体实施方式

[0022] 这里是优选实施例的详细说明。但是,应当被理解的是,本发明可以按照不同的

形式实施。因此,这里公开的具体细节不应被解释为限制,而应作为权利要求的基础,并作为教导本领域技术人员以几乎任何适当的详细系统、结构或方式实施本发明的代表性的基础。

[0023] 首先参照图 1,其中示出了一个典型的流化床沉积反应器,包括一个具有高度 144 的承载容器或衬里 111,一个气体引入装置 112,一个可选的气体分配装置 113,一个底部产品移除装置 114,一个床加热装置 115,一个气体/粉尘混合物出口 116,一个连接装置 127,一个粉尘/气体分离装置 117,一个粉尘移除装置 118 和一个气体出口 119。承载容器 111 围绕在由气泡 121 流化且具有平均顶部高度水平 122 的一个颗粒床 120 周围,在所述顶部高度水平 122 以上,当所述产品颗粒 123 从在所述床中的随机碰撞而上升、然后在减小的脱离空间 124 中在重力作用下下降时,在所述床之上被弹起的所述产品颗粒 123 画出弧线,而小的夹带的粉尘颗粒 125 继续上升和随废气 126 通过气体/粉尘混合物出口 116 离开,穿过连接装置 127,然后进入粉尘/气体分离装置 117,在此处大部分灰尘 125 被从气体 126 移除,然后通过粉尘移除装置 118 最终离开系统,而气体 126 和残留的粉尘通过一个出口 119 离开。压差表 128 测量在底部产品移除装置 114 和气体出口 119 之间的压力差。这种测量表明所述颗粒床 120 的高度水平 122。底部移除装置 114 用于控制顶部高度水平 122 以保持所述脱离空间 124,使得产品颗粒 123 返回到颗粒床 120,并因此被底部产品移除装置 114 移除。这是一个非常普通的示意图,且专利文献中充满了已提出用于满足这些要求的各种方法和设备。它可以有一个以上的气体入口,和避免使用气体分配机构;加热装置可以有多种不同种类,且粉尘的移除可以通过图示的一个旋风分离器进行,或者通过一个过滤器或其它气体净化装置进行。

[0024] 按照本发明,图 2a 显示了与图 1 类似的示意图,但被修改以通过插在废气进入气体/粉尘分离装置 217 之前的气体/颗粒分离装置 230 从顶部移除颗粒产品。进一步的修改是移除了图 1 所示的差压传送器 128,它对床的高度水平控制是不必要的。因此,本发明包括具有高度 244 的承载容器或衬里 211,一个气体引入装置 212,一个可选的气体分配装置 213,一个可选的底部产品移除装置 214,一个床加热装置 215,一个气体/粉尘/颗粒混合物出口 216,第一个连接装置 241,一个具有颗粒移除装置 231 的气体/颗粒分离装置 230,一个可选的热量回收装置 242,另一个连接装置 229,一个气体/粉尘分离装置 217,另一个可选的热量回收装置 243,一个粉尘移除装置 218 和一个气体出口 219。承载容器 211 围绕在由嵌条(slug) 240 和气泡 221 流化、且具有平均顶部高度水平 222 的一个颗粒床 220 周围,在所述平均顶部高度水平 222 以上,在所述床之上被弹起的一些产品颗粒 223 在它们从在上述床中的随机碰撞而上升、然后在减小的脱离空间 224 中在重力作用下下降时画出弧线,而一些颗粒 236 和小的夹带的粉尘颗粒 225 继续上升和随废气 233 通过气体/粉尘混合物出口 216 和连接装置 241 离开,且进入粉尘/气体分离装置 230,在此处通过颗粒移除装置 231 移除颗粒。其余的气体和粉尘通过气体/粉尘顶部退出管 229 离开,然后进入气体/粉尘分离装置 217,在这里大部分的粉尘 225 被从气体 233 中移除,最终通过粉尘移除装置 218 离开系统,而气体 233 和剩余的粉尘通过一个出口 219 离开。

[0025] 为了将大的颗粒移除,所述平均顶部高度水平 222 非常接近气体/粉尘/粒状混合物出口 216,因此在所述床之上被弹起的一些产品颗粒 236 在上升然后在脱离空间 224 中在重力作用下下降时,没有形成弧线,而是随着夹带的粉尘 225 离开气体/粉尘/粒状混合

物出口 216。由于平均床高度水平 222 接近出口 216,床的高度水平 222 可以更高和 / 或总体高度 244 比如图 1 所示的现有技术更短。

[0026] 参照图 2b,其中详细显示使产品颗粒 236 被带出气体出口 216 的各种机制。基本机制是,产品颗粒 236 从床 222 的顶部随机弹出,以及将这些颗粒气动输送到气体 / 粉尘 / 颗粒出口 216 之外。此外,由于气体嵌条 240 的形成,床的高度水平上下振荡,所述气体嵌条将床的部分提升到高度水平 232,直到它们破裂和床的水平跌至较低的高度水平 234。也有可能使床达到超高的高度水平 235,此处床暂时比出口还高。出口管 241 可以如图所示以  $90^\circ$  或以高于或低于该水平线倾斜地连接到出口 216。角度的选择可以使用在出口管 241 中的气体速度通过标准气动输送计算来确定。

[0027] 现在参照图 3,显示了一个更详细的产品分离器 330 的示意图,它具有一体的热量回收系统 301,适用于高温和高纯度的应用。气体 / 粉尘 / 颗粒混合物 333 通过一个入口 357 进入产品分离器 330,它经由一个渗透 358 通过热量回收系统 301;然后气体和粉尘 356 被分离到顶部和经由出口管 329 离开,而颗粒 336 被分离到底部出口 331,在此处它被净化流 359 流化,并根据需要被取走。

[0028] 热量回收系统 301 包括被容纳在一个容器 351 中的传热流体 360,容器 351 被成形为用于从产品分离器的墙壁收集热量 350,具有用于传热流体 360 的一个入口 354 和一个出口 355。该容器可以使用各种传热液体,例如水或热油。通常有利的是该容器是一个压力容器,以允许在较高温度下进行热量回收。热量可以通过辐射从墙壁转移到所述容器,传导或对流和公知的传热技术可以用来增强从气体和固体向墙壁的传热。类似地,公知的气体 - 固体移除技术,如旋风分离器或过滤器,可以用来增强气体 - 固体分离。

[0029] 在一个特别有利的设计中,热量通过辐射从产品分离器的热表面转移到压力容器上,其中水 352 通过进口 354 进入和蒸汽 353 通过出口 355 离开。

[0030] 使用图 2 一个例子如下。容器的直径为 300mm,衬里 244 的总体高度是 7 米,床的平均高度水平 222 为 6 米,高的高度水平约为 6.6 米,低的高度水平约为 5.4 米。容器顶部的气体表面速度为 4.7ft/s(1.4m/s)。颗粒的平均粒径为 1mm,且终端速度是 21.8ft/s(6.56m/s)。因而颗粒的终端速度是气体表面速度的约 4 倍。这意味着,为了将颗粒携带出反应器,在略高于床的区域中的局部速度必须具有约为平均水平 4 倍的局部急剧上升。如此幅度急剧上升的速度发生在接近床的顶部,在床上方约 20 厘米。嵌条 240 具有约 1.2 米的最大长度,所以该嵌条的周期性生长和破裂提供了在低和高的高度水平之间约 1.2 米的高度变化。当嵌条破裂时,也加快了颗粒速度,然后颗粒被夹带出反应器。因此,颗粒的移除随嵌条 240 的脉冲而变化。

[0031] 相比之下,对于在平均床高度水平 122 为 6 米的类似的工作条件下的图 1 方案,总体高度将是 10 米,以便得到现有技术通常要求的脱离空间。

[0032] 在反应器底部的颗粒和气体是在  $700^\circ\text{C}$ ,然后被加热到  $800^\circ\text{C}$  温度,经由出口 216 作为蒸气 233 离开反应器。它们通过一个切向入口进入旋风产品分离器 230,其迫使气体和固体朝向容器的墙壁以改善气体到墙壁的传热。旋风分离器的直径为 10 英寸 (250mm),长度为 6ft (1.8m)。这比纯粹用于固体移除所需的长度长,以便为传热提供足够的面积。气体和颗粒都在  $600^\circ\text{C}$  离开。粉尘 / 气体分离器 217 是类似尺寸的,但只去除大约一半的热量,因为温差减少。气体和粉尘然后在  $500^\circ\text{C}$  离开粉尘 / 气体分离器。两种热量回收系统回收

的热量为 150PSIG(磅/平方英寸)蒸汽,这在各种目的的设备中是标准实用的且因此总是有需求的。

[0033] 虽然已经结合优选实施例描述了本发明,它不是为了将本发明的范围限制为上述的特定形式,与此相反,它旨在涵盖可能包含在由后附的权利要求所限定的本发明的精神和范围中的各种替换、修改和等同物。

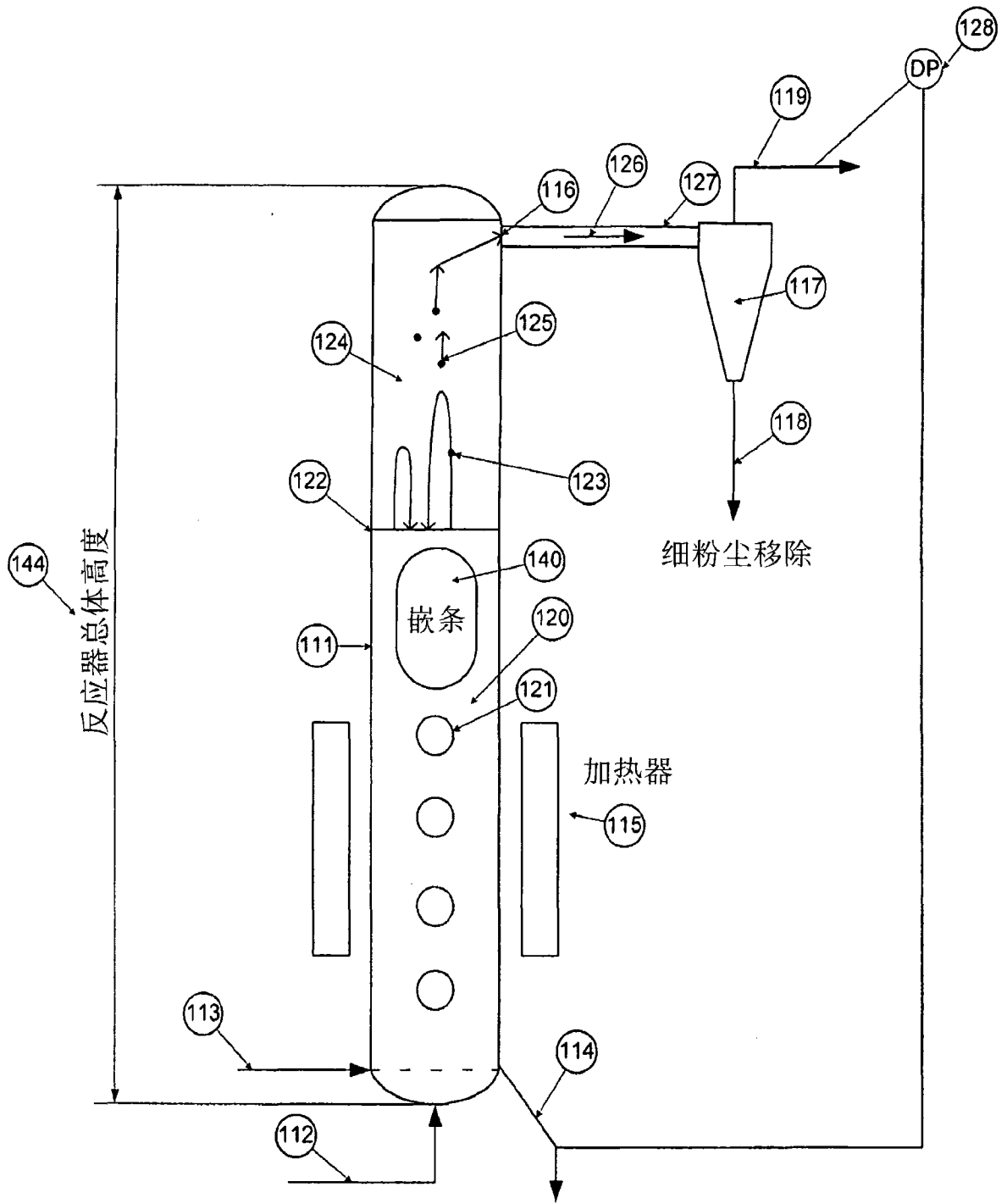


图 1 典型的流化床沉积反应器



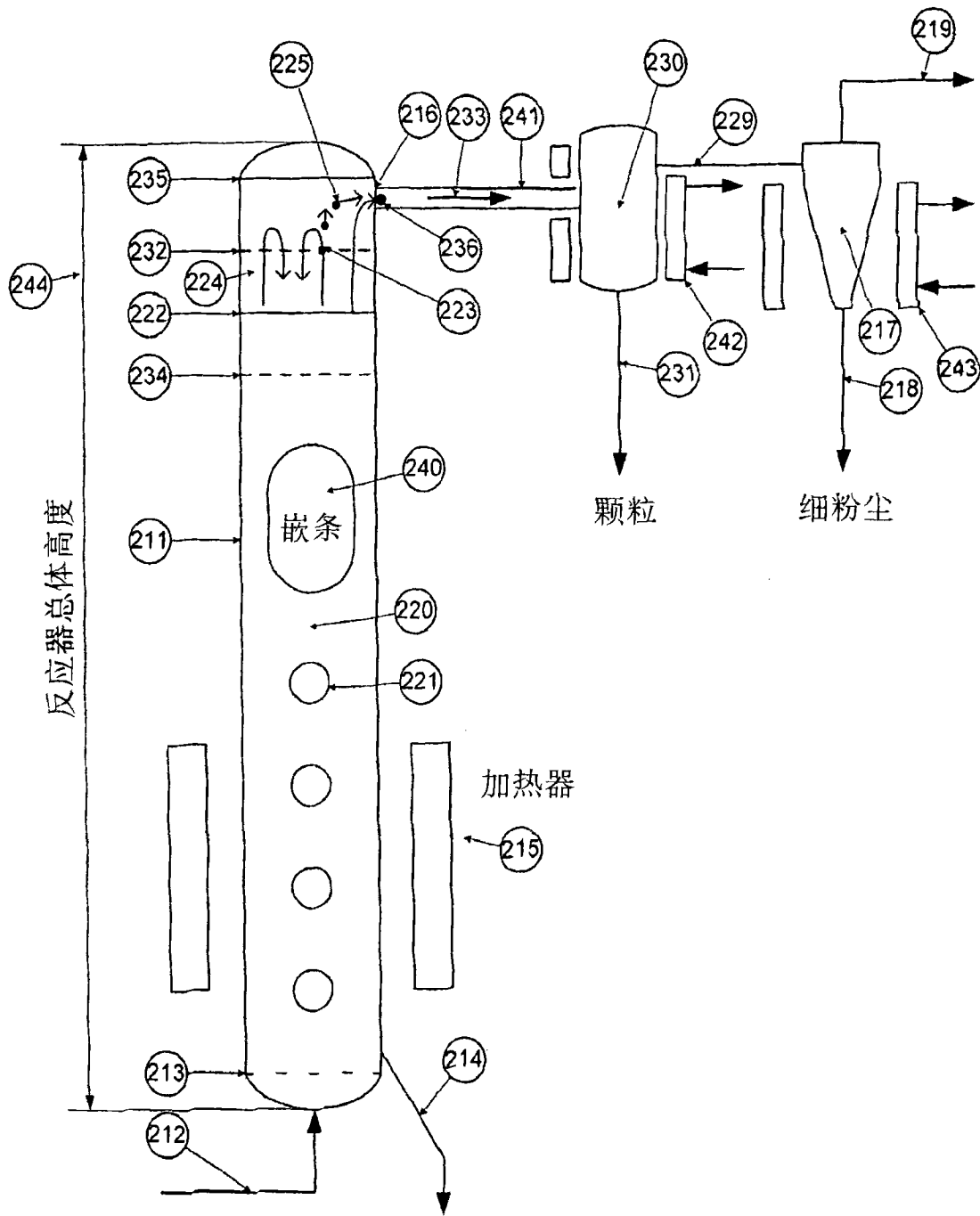


图 2a 本发明

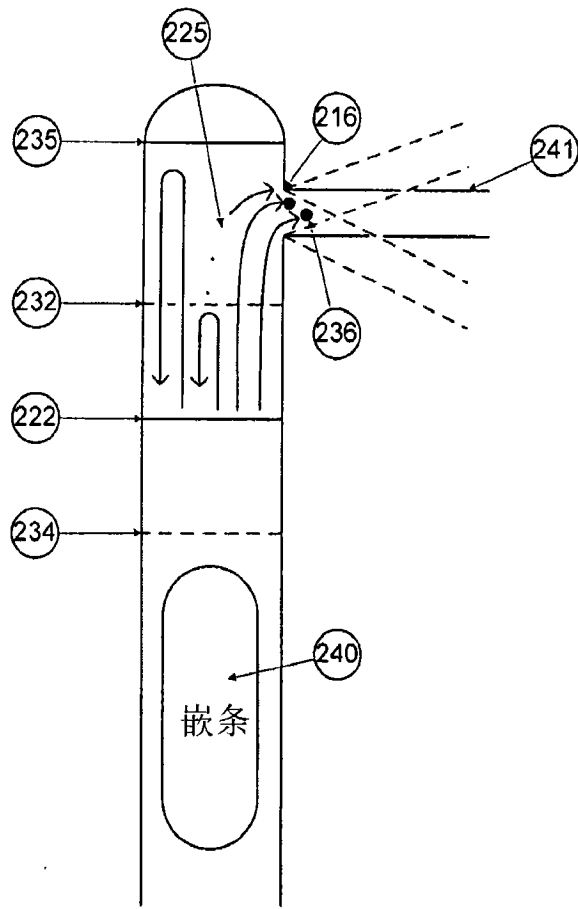


图 2b 颗粒移除机理的详细示意图

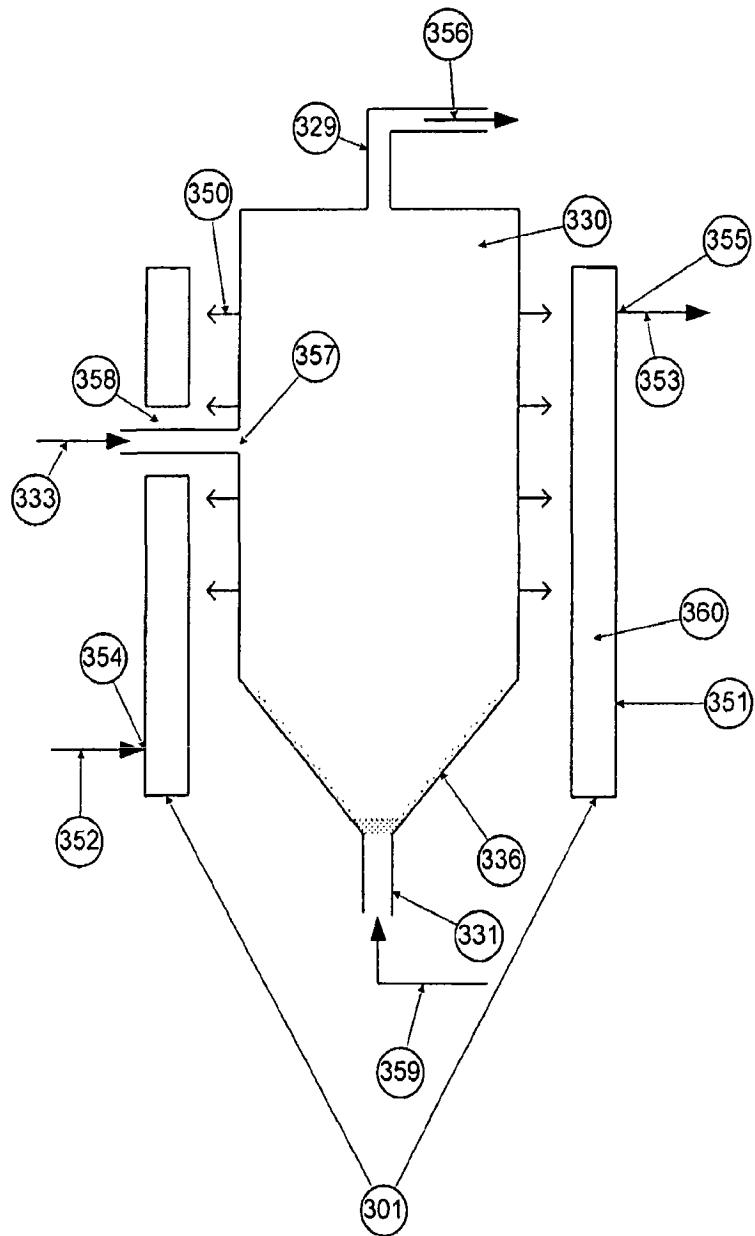


图 3 具有一体的热量回收的产品分离器的示意图