



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109433119 A

(43)申请公布日 2019.03.08

(21)申请号 201811503406.6

(22)申请日 2018.12.10

(71)申请人 储晞

地址 100190 北京市海淀区中关村824号楼
305号

(72)发明人 储晞

(74)专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司 11127

代理人 钱能 李辉

(51)Int.Cl.

B01J 8/12(2006.01)

B01J 8/08(2006.01)

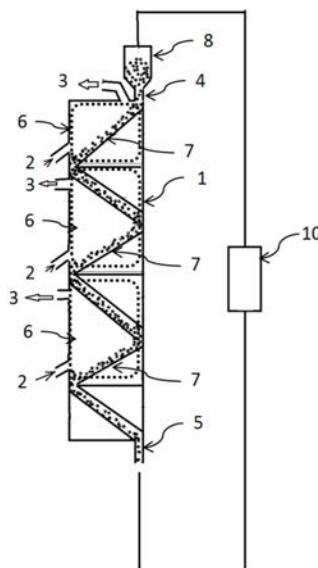
权利要求书2页 说明书10页 附图8页

(54)发明名称

用于制备颗粒的反应装置及制备颗粒的方法

(57)摘要

本发明公开了一种用于制备颗粒的反应装置及制备颗粒的方法,其涉及气相到固相沉积制备颗粒技术领域,所述用于制备颗粒的反应装置包括:具有原料气体入口、气体出口、颗粒入口和颗粒出口的反应壳体,所述反应壳体中形成有至少一个反应区;设置在所述反应区内的至少一块与水平面之间呈预设夹角的托板,所述托板能使得自所述颗粒入口进入的颗粒由上向下在所述托板上滚动或滑动至所述颗粒出口。本申请能够使得所有颗粒与原料气体在一个基本恒定的条件下进行接触反应,从而获取高纯度高性能的颗粒材料。



1. 一种用于制备颗粒的反应装置,其特征在于,所述用于制备颗粒的反应装置包括:具有原料气体入口、气体出口、颗粒入口和颗粒出口的反应壳体,所述反应壳体中形成有至少一个反应区;设置在所述反应区内的至少一块与水平面之间呈预设夹角的托板,所述托板能使得自所述颗粒入口进入的颗粒由上向下在所述托板上滚动或滑动至所述颗粒出口。

2. 根据权利要求1所述的用于制备颗粒的反应装置,其特征在于,所述反应区为多个,多个所述反应区沿竖直方向设置,所述颗粒入口位于最上端的所述反应区,所述颗粒出口位于最下端的所述反应区,在一个所述反应区内,所述原料气体入口、所述气体出口位于所述托板的同一侧,优选地,所述托板支撑颗粒的一侧表面具有多个台阶,优选地,位于下方的所述托板的上端比位于上方的所述托板的下端超出一段长度,以使位于上方的所述托板流下的颗粒能被位于下方的所述托板接住。

3. 根据权利要求2所述的用于制备颗粒的反应装置,其特征在于,多个所述托板呈曲折状分布或平行分布,位于下方的所述反应区的托板的上端能够承接所述位于上方的所述反应区的托板的下端排出的颗粒,优选地,所述托板上表面能够喷出不参与反应的中性或惰性气体搅动颗粒床层,所述托板的背面能够喷射原料气体到下一反应区的所述托板的上表面。

4. 根据权利要求1所述的用于制备颗粒的反应装置,其特征在于,所述反应壳体具有内侧壁和外侧壁,所述内侧壁和所述外侧壁之间形成所述反应区,所述托板沿圆柱螺旋线绕设在所述反应区内。

5. 根据权利要求1或2所述的用于制备颗粒的反应装置,其特征在于,一个所述反应区中的所述托板在水平方向上呈对称设置,所述反应区为多个,多个所述反应区沿竖直方向设置,位于下方的所述反应区的托板的上端能够承接所述位于上方的所述反应区的托板的下端排出的颗粒。

6. 根据权利要求1或2所述的用于制备颗粒的反应装置,其特征在于,一个所述反应区中的所述托板呈圆锥面状或抛物面状,所述反应区为多个,多个所述反应区沿竖直方向设置,位于下方的所述反应区的托板的上端能够承接所述位于上方的所述反应区的托板的下端排出的颗粒。

7. 根据权利要求1所述的用于制备颗粒的反应装置,其特征在于,所述用于制备颗粒的反应装置还包括:用于对所述反应区内的颗粒进行温度控制的热管理机构,所述热管理机构至少包括以下之一:

设置在所述反应区内的发热件,所述发热件采用燃烧加热、感应加热、微波加热、强光加热、电阻加热和回转炉加热方式中的一种或多种;

当所述颗粒的材料是导电材料时,所述加热机构为能与堆积颗粒床层电连接的电输出装置;

所述热管理机构位于所述反应区外部,以在所述反应区外部对所述颗粒进行加热;

当所述颗粒是由气相到固相冷凝而形成的时,所述热管理机构所起的作用为冷却。

8. 根据权利要求1所述的用于制备颗粒的反应装置,其特征在于,所述用于制备颗粒的反应装置还包括:用于将所述颗粒出口排出的颗粒运输至所述颗粒入口的颗粒运输机构,所述颗粒运输机构至少包括以下之一:斗式提升机、螺杆提升机、震动提升机、气力输送机;和/或

与所述气体出口相连接的气固分离机构,所述气固分离机构用于分离和收集反应尾气中的粉末;和/或

设置在所述原料气体入口处的气体分布器;和/或

筛分机构,所述筛分机构用于将所述反应壳体内的颗粒或所述颗粒出口排出的颗粒中达到要求直径的颗粒进行分离和收集;和/或

过渡沉积预防机构,所述过渡沉积预防机构包括:能使得颗粒与所述反应壳体内壁间起到阻隔作用的气帘机构;或设置在所述反应壳体内壁处的冷却或加热的夹层机构。

9. 一种采用权利要求1至8中任一所述的反应装置的制备颗粒的方法,其特征在于,包括以下步骤:

通过反应壳体的颗粒入口将颗粒种子加入至反应区中,使得所述颗粒种子在所述反应区的托板上形成由上向下不断滚动的堆积颗粒床层;

对堆积颗粒床层进行加热以达到颗粒反应所需温度;

通过反应壳体的原料气体入口通入原料气体,以使原料气体发生反应从而在颗粒种子上发生沉积形成达到要求直径的颗粒材料;

将所述反应壳体的颗粒出口排出的颗粒进行筛选得到达到要求直径的颗粒和未达到要求直径的颗粒,将未达到要求直径的颗粒通过反应壳体的颗粒入口重新加入至反应区中。

10. 根据权利要求9所述的制备颗粒的方法,其特征在于,还包括以下步骤:

对所述反应壳体的气体出口排出的反应尾气进行气固分离,以分离和收集反应尾气中的粉末;和/或

向所述反应壳体中通入辅助气体以在反应壳体内壁与颗粒之间形成起到阻隔作用的气帘;和/或

对部分达到要求直径的颗粒进行破碎以制备得到颗粒种子,并将制备得到的颗粒种子通过反应壳体的颗粒入口加入至反应区中;和/或

将达到要求直径的颗粒放入含有体积浓度为0-10%的原料气体的反应腔中进行反应以对颗粒进行表面处理;和/或

通过所述反应壳体的气体出口排出的反应尾气的余热对进入所述反应壳体中的原料气体和/或辅助气体和/或颗粒进行预热。

用于制备颗粒的反应装置及制备颗粒的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及气相到固相沉积制备颗粒技术领域,特别涉及一种用于制备颗粒的反应装置及制备颗粒的方法。

背景技术

[0002] 现代工业生产中对于颗粒材料如硅、镍、镁和钛等单质或者氮化硅、碳化硅、氧化硅与氧化亚硅等化合物的需求量越来越大,而在此同时,对于颗粒性能的要求也越来越苛刻。例如,颗粒材料需要满足高纯度、颗粒度均匀适中、颗粒材料的低生产成本以及能够实现大规模连续生产等等的要求。传统生产颗粒材料的首选反应器一般采用流化床反应器,其采用选定的原料气体在反应器中实施热分解或还原、氧化或氮化等过程,从而使原料气体中的目标元素单质在颗粒种子表面不断沉积,最终颗粒达到所设定的尺寸后加以收集成为所需要的颗粒材料。常见的反应过程有:氯硅烷热分解制备多晶硅,反应公式如下: $\text{SiHCl}_3 + \text{H}_2 \rightarrow \text{Si} + \text{HCl} + \text{SiCl}_4$; 羰基化提纯,如羰基镍分解制镍,其反应公式如下: $\text{Ni}(\text{CO})_4 \rightarrow \text{Ni} + \text{CO}$; 硅烷分解制备高纯多晶硅,其反应公式如下: $\text{SiH}_4 \rightarrow \text{Si} + 2\text{H}_2$

[0003] 在流化床反应器中,制备颗粒材料时利用原料气体达到悬浮固体颗粒的目的,这种操作具有耗气量大、气体循环量大的缺陷,而且会造成流化床反应器的腔体中有大量的自由空间,原料气体自身分解产生的大量粉尘难以收集,这会减少原料利用率和增加成本。流化床在化工中主要用于固体催化剂对气相的催化反应,而对于化学气相沉积其仅适用于低密度小颗粒,对于高密度大颗粒是非常困难的。其次,流化床反应器中的温度变化大,气体成分差别大,温度和气体浓度在不同的区域相差可达50%以上,这会导致其制备的产品颗粒内部成分不够均匀。例如,对于以氯硅烷或硅烷为原料气体的反应颗粒经过流化床内不同区域所生成的颗粒中氯和氢的含量是完全不同的,数值可以相差达几倍之多。

[0004] 同样的,对于反应原料气体穿过具有颗粒的床层的反应器而言,虽然能够生产较大的颗粒材料,但由于原料气体需要穿透颗粒层,导致不同层深下的颗粒与不同浓度的原料气体反应程度不同,因此也会出现反应过程中生成的颗粒的成分不均匀的问题。

发明内容

[0005] 为了克服现有技术的上述缺陷,本发明实施例所要解决的技术问题是提供了一种用于制备颗粒的反应装置及制备颗粒的方法,其能够使得所有颗粒与原料气体在一个基本恒定的条件下进行接触反应,从而获取高纯度高性能的颗粒材料。

[0006] 本发明实施例的具体技术方案是:

[0007] 一种用于制备颗粒的反应装置,所述用于制备颗粒的反应装置包括:具有原料气体入口、气体出口、颗粒入口和颗粒出口的反应壳体,所述反应壳体中形成有至少一个反应区;设置在所述反应区内的至少一块与水平面之间呈预设夹角的托板,所述托板能使得自所述颗粒入口进入的颗粒由上向下在所述托板上滚动或滑动至所述颗粒出口。

[0008] 优选地,所述反应区为多个,多个所述反应区沿竖直方向设置,所述颗粒入口位于

最上端的所述反应区,所述颗粒出口位于最下端的所述反应区,在一个所述反应区内,所述原料气体入口、所述气体出口位于所述托板的同一侧,优选地,所述托板支撑颗粒的一侧表面具有多个台阶,优选地,位于下方的所述托板的上端比位于上方的所述托板的下端超出一段长度,以使位于上方的所述托板流下的颗粒能被位于下方的所述托板接住。

[0009] 优选地,多个所述托板呈曲折状分布或平行分布,位于下方的所述反应区的托板的上端能够承接所述位于上方的所述反应区的托板的下端排出的颗粒,优选地,所述托板上表面能够喷出不参与反应的中性或惰性气体搅动颗粒床层,所述托板的背面能够喷射原料气体到下一反应区的所述托板的上表面。

[0010] 优选地,所述反应壳体具有内侧壁和外侧壁,所述内侧壁和所述外侧壁之间形成所述反应区,所述托板沿圆柱螺旋线绕设在所述反应区内。

[0011] 优选地,一个所述反应区中的所述托板在水平方向上呈对称设置,所述反应区为多个,多个所述反应区沿竖直方向设置,位于下方的所述反应区的托板的上端能够承接所述位于上方的所述反应区的托板的下端排出的颗粒。

[0012] 优选地,一个所述反应区中的所述托板呈圆锥面状或抛物面状,所述反应区为多个,多个所述反应区沿竖直方向设置,位于下方的所述反应区的托板的上端能够承接所述位于上方的所述反应区的托板的下端排出的颗粒。

[0013] 优选地,所述用于制备颗粒的反应装置还包括:用于对所述反应区内的颗粒进行温度控制的热管理机构,所述热管理机构至少包括以下之一:

[0014] 设置在所述反应区内的发热件,所述发热件采用燃烧加热、感应加热、微波加热、强光加热、电阻加热和回转炉加热方式中的一种或多种;

[0015] 当所述颗粒的材料是导电材料时,所述加热机构为能与堆积颗粒床层电连接的电输出装置;

[0016] 所述热管理机构位于所述反应区外部,以在所述反应区外部对所述颗粒进行加热;

[0017] 当所述颗粒是由气相到固相冷凝而形成的时,所述热管理机构所起的作用为冷却。

[0018] 优选地,所述用于制备颗粒的反应装置还包括:用于将所述颗粒出口排出的颗粒运输至所述颗粒入口的颗粒运输机构,所述颗粒运输机构至少包括以下之一:斗式提升机、螺杆提升机、震动提升机、气力输送机;和/或

[0019] 与所述气体出口相连接的气固分离机构,所述气固分离机构用于分离和收集反应尾气中的粉末;和/或

[0020] 设置在所述原料气体入口处的气体分布器;和/或

[0021] 筛分机构,所述筛分机构用于将所述反应壳体内的颗粒或所述颗粒出口排出的颗粒中达到要求直径的颗粒进行分离和收集;和/或

[0022] 过渡沉积预防机构,所述过渡沉积预防机构包括:能使得颗粒与所述反应壳体内壁间起到阻隔作用的气帘机构;或设置在所述反应壳体内壁处的冷却或加热的夹层机构。

[0023] 一种采用上述任一所述的反应装置的制备颗粒的方法,包括以下步骤:

[0024] 通过反应壳体的颗粒入口将颗粒种子加入至反应区中,使得所述颗粒种子在所述反应区的托板上形成由上向下不断滚动的堆积颗粒床层;

- [0025] 对堆积颗粒床层进行加热以达到颗粒反应所需温度；
- [0026] 通过反应壳体的原料气体入口通入原料气体，以使原料气体发生反应从而在颗粒种子上发生沉积形成达到要求直径的颗粒材料；
- [0027] 将所述反应壳体的颗粒出口排出的颗粒进行筛选得到达到要求直径的颗粒和未达到要求直径的颗粒，将未达到要求直径的颗粒通过反应壳体的颗粒入口重新加入至反应区中。
- [0028] 优选地，该方法还包括以下步骤：
- [0029] 对所述反应壳体的气体出口排出的反应尾气进行气固分离，以分离和收集反应尾气中的粉末；和/或
- [0030] 向所述反应壳体中通入辅助气体以在反应壳体内壁与颗粒之间形成起到阻隔作用的气帘；和/或
- [0031] 对部分达到要求直径的颗粒进行破碎以制备得到颗粒种子，并将制备得到的颗粒种子通过反应壳体的颗粒入口加入至反应区中；和/或
- [0032] 将达到要求直径的颗粒放入含有体积浓度为0-10%的原料气体的反应腔中进行反应以对颗粒进行表面处理；和/或
- [0033] 通过所述反应壳体的气体出口排出的反应尾气的余热对进入所述反应壳体中的原料气体和/或辅助气体和/或颗粒进行预热。
- [0034] 本发明的技术方案具有以下显著有益效果：
- [0035] 在本申请实施例用于制备颗粒的反应装置中，将颗粒种子自反应壳体的颗粒入口处输入，进入反应壳体内的颗粒在反应区中的托板上具有一定的层厚，然后在重力的作用下由上向下的滚动或滑动，在滚动过程中，颗粒的表面与自原料气体入口输入至反应壳体中的原料气体直接与颗粒表面发生接触反应，进而使得原料气体中的目标材料沉积在颗粒表面，使得颗粒不断长大。由于所有颗粒在反应过程中处于不间断滚动状态，且反应壳体中的原料气体位于托板的一侧而不需穿越过床层和托板，因此能够使得所有颗粒在较为恒定的条件下反应，从而制备得到纯度较高且单一的颗粒材料，通过上述方式可以实现高效节能、长期稳定、安全可靠的制备高纯度一致性好的颗粒材料。
- [0036] 参照后文的说明和附图，详细公开了本发明的特定实施方式，指明了本发明的原理可以被采用的方式。应该理解，本发明的实施方式在范围上并不因而受到限制。在所附权利要求的精神和条款的范围内，本发明的实施方式包括许多改变、修改和等同。针对一种实施方式描述和/或示出的特征可以以相同或类似的方式在一个或多个其它实施方式中使用，与其它实施方式中的特征相组合，或替代其它实施方式中的特征。

附图说明

- [0037] 在此描述的附图仅用于解释目的，而不意图以任何方式来限制本发明公开的范围。另外，图中的各部件的形状和比例尺寸等仅为示意性的，用于帮助对本发明的理解，并不是具体限定本发明各部件的形状和比例尺寸。本领域的技术人员在本发明的教导下，可以根据具体情况选择各种可能的形状和比例尺寸来实施本发明。
- [0038] 图1为本发明实施例中在第一种实施方式下的纵向剖面结构示意图；
- [0039] 图2为本发明实施例中在第二种实施方式下的结构示意图；

- [0040] 图3为本发明实施例中在第三种实施方式下的结构示意图；
- [0041] 图4为本发明实施例中在第四种实施方式下的结构示意图；
- [0042] 图5为本发明实施例中在第五种实施方式下的结构示意图；
- [0043] 图6为本发明实施例中在第六种实施方式下的结构示意图；
- [0044] 图7为本发明实施例中在第七种实施方式下的结构示意图；
- [0045] 图8为本发明实施例中托板设置的示意图。
- [0046] 以上附图的附图标记：
- [0047] 1、反应壳体；11、内侧壁；12、外侧壁；2、原料气体入口；3、气体出口；4、颗粒入口；5、颗粒出口；6、反应区；7、托板；8、储料装置；9、收集装置；10、颗粒运输机构。

具体实施方式

[0048] 结合附图和本发明具体实施方式的描述，能够更加清楚地了解本发明的细节。但是，在此描述的本发明的具体实施方式，仅用于解释本发明的目的，而不能以任何方式理解成是对本发明的限制。在本发明的教导下，技术人员可以构想基于本发明的任意可能的变形，这些都应被视为属于本发明的范围。需要说明的是，当元件被称为“设置于”另一个元件，它可以直接在另一个元件上或者也可以存在居中的元件。当一个元件被认为是“连接”另一个元件，它可以是直接连接到另一个元件或者可能同时存在居中元件。术语“安装”、“相连”、“连接”应做广义理解，例如，可以是机械连接或电连接，也可以是两个元件内部的连通，可以是直接相连，也可以通过中间媒介间接相连，对于本领域的普通技术人员而言，可以根据具体情况理解上述术语的具体含义。本文所使用的术语“垂直的”、“水平的”、“上”、“下”、“左”、“右”以及类似的表述只是为了说明的目的，并不表示是唯一的实施方式。

[0049] 除非另有定义，本文所使用的所有的技术和科学术语与属于本申请的技术领域的技术人员通常理解的含义相同。本文中在本申请的说明书中所使用的术语只是为了描述具体的实施方式的目的，不是旨在于限制本申请。本文所使用的术语“和/或”包括一个或多个相关的所列项目的任意的和所有的组合。

[0050] 为了能够使得所有颗粒与原料气体在一个基本恒定的条件下进行，从而获取高纯度高性能的颗粒材料，在本申请中提出了一种用于制备颗粒的反应装置，图1为本发明实施例中在第一种实施方式下的纵向剖面结构示意图，如图1所示，用于制备颗粒的反应装置包括：具有原料气体入口2、气体出口3、颗粒入口4和颗粒出口5的反应壳体1，反应壳体1中形成有至少一个反应区6；设置在反应区6内的至少一块与水平面之间呈预设夹角的托板7，托板7能使得自颗粒入口4进入的颗粒由上向下在托板7上滚动或滑动至颗粒出口5。

[0051] 在本申请实施例用于制备颗粒的反应装置中，将颗粒种子自反应壳体1的颗粒入口4处输入，进入反应壳体1内的颗粒在反应区6中的托板7上具有一定的层厚，然后在重力的作用下由上向下的滚动，在滚动过程中，颗粒的表面与自原料气体入口2输入至反应壳体1中的原料气体直接与颗粒表面发生接触反应，进而使得原料气体中的目标材料沉积在颗粒表面，使得颗粒不断长大。由于所有颗粒在反应过程中处于不但滚动状态，且反应壳体1中的原料气体位于托板7的一侧而不需穿越过床层和托板7，因此能够使得所有颗粒在较为恒定的条件下进行接触反应，从而制备得到纯度较高且单一的颗粒材料，通过上述方式可以实现高效节能、长期稳定、安全可靠的制备高纯度一致性好的颗粒材料。

[0052] 为了能够更好的了解本申请中的用于制备颗粒的反应装置,下面将对其做进一步解释和说明。如图1所示,在第一种实施方式下,用于制备颗粒的反应装置包括:具有原料气体入口2、气体出口3、颗粒入口4和颗粒出口5的反应壳体1,反应可以在中形成有至少一个反应区6,当反应区6为多个时,多个反应区6沿竖直方向设置,多个托板7呈曲折状分布或平行分布。位于下方的反应区6的托板7的上端能够承接位于上方的反应区6的托板7的下端排出的颗粒。当多个托板7呈平行分布时,位于下方的反应区6的托板7与位于上方的反应区6的托板7之间可以通过由两个平行的平板形成的输送机构传输颗粒材料。当多个托板7呈曲折状分布时,位于下方的反应区6的托板7的上端位于位于上方的反应区6的托板7的尾部,从而直接接受上方的反应区6的托板7上滚落的颗粒。反应器中的托板7与水平面之间具有预设夹角,通过控制预设夹角的大小可以有效控制不同形状、大小颗粒滚落的速度。预设夹角可以是恒定的角度,也可以是变化的角度,即托板7不同位置处的坡度不同。为了能够使得托板7上的颗粒滚落速度更慢,托板7支撑颗粒的一侧表面具有多个尺寸较小的台阶,从而减缓颗粒滚落的速度。

[0053] 如图1所示,反应壳体1的颗粒入口4位于最上端的反应区6,具体位于最上端的反应区6的托板7上端的上方,从而使得自颗粒入口4输入的颗粒落入托板7的上端,进而颗粒在托板7上自上而下滚动。颗粒出口5位于最下端的反应区6,从而使得反应壳体1内的颗粒在重力的作用下自行排出反应壳体1。在一个反应区6内,原料气体入口2、气体出口3位于托板7的同一侧,从而使得自原料气体入口2输入的原料气体能够直接与颗粒表面相接触,颗粒表面被沉积,颗粒进而不断被长大。

[0054] 在本实施方式中,反应区6的数量为3个,反应壳体1的原料气体入口2位于反应区6托板7下端的反应壳体1处,自原料气体入口2输入气体的气流与托板7上的颗粒流向平行,气体出口3位于反应区6中托板7上方处。根据实际需要可以在颗粒入口4安装一个用于存储颗粒并控制颗粒输出的储料装置8,同时还可以在颗粒出口5或最下方反应区6的托板7的下方安装一个用于收集颗粒的收集装置9和筛分装置(未示出)。

[0055] 图2为本发明实施例中在第二种实施方式下的结构示意图,如图2所示,在该实施方式中,反应壳体1内的原料气体入口2可以位于托板7中部的垂直于托板7表面的上方,原料气体可以采用气体分布器输入反应壳体1的内部中,从而使得气体能够较为均为的多角度的朝向托板7上的颗粒喷射。反应壳体1内的气体出口3可以为两个,一个气体出口3位于反应区6中托板7的下端处,另一个气体出口3位于反应区6中托板7的上端处或托板7上端的上方,两个气体出口3分别位于原料气体入口2的上下两侧,其能够有效的排出反应壳体1中生成的气体,并减小原料气体被排出的概率。需要说明的是,本实施方式中的其它结构可以参照其它实施方式中的用于制备颗粒的反应装置。

[0056] 图3为本发明实施例中在第三种实施方式下的结构示意图,如图3所示,在该实施方式中,多个托板7呈曲折状分布,位于下方的反应区6的托板7的上端位于位于上方的反应区6的托板7的尾部,从而直接接受上方的反应区6的托板7上滚落的颗粒。反应壳体1内的原料气体入口2可以位于反应壳体1的左右两侧,反应壳体1内的气体出口3也可以位于反应壳体1的左右两侧,位于反应壳体1左右两侧的原料气体入口2和气体出口3分别对不同反应区输入原料气体和输出反应尾气。需要说明的是,本实施方式中的其它结构可以参照其它实施方式中的用于制备颗粒的反应装置。

[0057] 图4为本发明实施例中在第四种实施方式下的结构示意图,如图4所示,在该实施方式中,在一个反应区6内设置有多块与水平面之间呈预设夹角的托板7,一个反应区6内的多块托板7相互之间平行并沿水平方向依次排列。反应区6为多个,多个反应区6沿竖直方向设置,颗粒入口4位于最上端的反应区6,颗粒出口5位于最下端的反应区6。不同反应区6内的相匹配的托板7呈曲折状分布或平行分布。例如,反应壳体1内设置有在一个3个反应区6,每一个反应区6内设置有3块与水平面之间呈预设夹角的托板7。每一个托板7上均能够使得自颗粒入口4进入的颗粒由上向下在托板7上滚动至颗粒出口5。通过上述方式可以在一个反应壳体1中的一个反应区6内形成多道滚落颗粒的轨道,从而达到节约空间的目的。原料气体可以由托板背面喷射到下一托板上面的颗粒层。需要说明的是,本实施方式中的其它结构可以参照其它实施方式中的用于制备颗粒的反应装置。

[0058] 图5为本发明实施例中在第五种实施方式下的结构示意图,如图5所示,在本实施方式中,反应壳体1至少包括内侧壁11和外侧壁12,内侧壁11和外侧壁12之间形成反应区6,该反应区6内设置有托板7,该托板7沿圆柱螺旋线绕设在反应区6内,托板7的一侧与内侧壁11相连接抵触,托板7的另一侧与外侧壁12相连接抵触。颗粒入口4和气体出口3可以位于反应壳体1的上端,颗粒入口4与圆柱螺旋线的托板7的上端相配,以使得自颗粒入口4输入的颗粒掉落在托板7上。原料气体入口2和颗粒出口5位于反应壳体1下端的托板7尾端处,原料气体入口2具体可以设置在托板7尾端的上侧面处。原料气体由反应壳体1下端的托板7尾端处的原料气体入口2进入反应壳体1,颗粒由反应壳体1上端的颗粒入口4输送至托板7上,颗粒在托板7上沿着圆柱螺旋线向下滚落,原料气体沿着圆柱螺旋线向上流动,在此过程中,原料气体中的目标材料沉积在颗粒上,颗粒不断被长大,所生成的尾气由反应壳体1上端的气体出口3导出反应壳体1。反应后的颗粒则通过位于反应壳体1下端的颗粒出口5排出反应壳体1。

[0059] 作为可选的,原料气体入口2也可以位于与托板7呈相同绕设形状的盘管的管道侧壁,原料气体从管道侧壁喷出。该盘管可以位于每一个托板7的背面、上方或侧边处,从而使得托板7上侧面附近或上层托板7背面充满均匀分布的原料气体,如此达到所有颗粒与原料气体在一个基本恒定的条件下进行反应。

[0060] 在一种优选的实施方式中,反应区6中可以设置有多沿圆柱螺旋线绕设的托板7,多个托板7之间相互保持并行并沿竖直方向排列分布。通过上述方式可以在一个反应壳体1内形成多道,类似于图4中的相互平行滚落颗粒的轨道,从而达到节约空间的目的。

[0061] 图6为本发明实施例中在第六种实施方式下的结构示意图,如图6所示,在本实施方式中,一个反应区6中的托板7在水平方向上呈对称设置,例如托板7的横截面可以呈V状或倒V状,呈倒V状的托板7为两块,两块托板7的中部具有间隙,以便颗粒从托板7的中间下落入下一个反应区6。反应区6可以为多个,多个反应区6沿竖直方向设置,位于下方的反应区6的托板7的上端能够承接位于上方的反应区6的托板7的下端排出的颗粒。反应壳体1的原料入口位于反应壳体上端的中部,从而使得颗粒在下落输送过程能够分成两部分,一部分滚落到托板7左侧,另一部分滚落到托板7右侧。在托板7的横截面呈倒V状的反应区6中,原料气体入口2可以位于托板7的下端处的反应壳体1的左右侧壁上,自原料气体入口2输入的气流与托板7相平行。在托板7的横截面呈V状的反应区6中,原料气体入口2可以位于托板7上方中部的管道侧壁上,管道沿垂直于纸面方向延伸,管道的侧壁上可以具有多个开孔,

以使管道中的气体能够多角度的朝向托板7上的颗粒喷射。气体出口3可以位于反应壳体1的上端以及反应壳体1的左右侧壁上,具体可以位于反应区6中托板7上方远离原料气体入口2的反应壳体1上。

[0062] 图7为本发明实施例中在第七种实施方式下的结构示意图,如图7所示,在本实施方式中,一个反应区6中的托板7呈圆锥面状抛物面状,反应壳体1的水平横截面呈圆形。其中,反应区6可以为多个,多个反应区6沿竖直方向设置,位于下方的反应区6的托板7的上端能够承接位于上方的反应区6的托板7的下端排出的颗粒。相邻反应区6中的托板7的圆锥面或抛物面状朝向相反,反应区6中圆锥面或抛物面状的尖角朝下的托板7的下端开设有开口,该开口能够使得颗粒从托板7的中间下落入下一个反应区6。在托板7的圆锥面或抛物面状的尖角朝上的反应区6中,原料气体入口2可以位于托板7的下端处的反应壳体1侧壁上。在托板7的圆锥面或抛物面状的尖角朝下的反应区6中,原料气体入口2可以位于托板7上方中部,气体可以通过带有开孔的球体等以多角度朝向托板7上的颗粒喷射。气体出口3可以位于反应壳体1的上端中部以及反应壳体1的侧壁上,当气体出口3位于反应壳体1的侧壁上时,其可以位于反应区6中托板7上方远离原料气体入口2的反应壳体1上。

[0063] 在上述多种实施方式中,图8为本发明实施例中托板设置的示意图,如图8所示,在一种优选的实施方式中,位于下方的托板7的上端比位于上方的托板7的下端超出一段长度,以使位于上方的托板7流下的颗粒能被位于下方的托板7接住。托板7的两端尽可能的不与反应壳体1的内壁相接触,以防止颗粒流直接与反应器壳体1内壁相接触。颗粒在循环过程中与其相接触的所有表面尽可能都由目标材料本身或不引入污染的其他材料构成。

[0064] 在上述多种实施方式中,用于制备颗粒的反应装置还可以包括:用于对反应区6内的颗粒进行温度控制的热管理机构,热管理机构能够使得颗粒在预设的同一温度条件下进行反应。热管理机构可以位于反应壳体1内部或外部。热管理机构的选择可根据颗粒的具体反应来确定,例如,热管理机构至少包括以下之一:设置在反应区6内的发热件,发热件采用燃烧加热、感应加热、微波加热、强光加热、电阻加热和回转炉加热方式中的一种或多种;当颗粒的材料是导电材料时,热管理机构为能与堆积颗粒床层电连接的电输出装置;热管理机构位于反应区6外部,以在反应区6外部对颗粒进行加热。当所述颗粒是由气相到固相冷凝而形成时,所述热管理机构所起的作用为冷却。除了托板本身之外,两个托板7之间的转向管道也可以作为颗粒的热管理单元。

[0065] 在上述多种实施方式中,用于制备颗粒的反应装置还包括:用于将颗粒出口5排出的颗粒运输至颗粒入口4的颗粒运输机构10,颗粒运输机构10至少包括以下之一:斗式提升机、螺杆提升机、震动提升机、气力输送机等等。在本申请中并不对颗粒运输机构10的类型做任何限制,只需满足将颗粒出口5排出的颗粒运输至颗粒入口4即可。通过颗粒运输机构10可以使得颗粒在反应壳体1中的托板7上循环滚动,使其不断与原料气体进行反应,直至颗粒的尺寸满足要求。该结构可以有效减小反应壳体1的尺寸规模。

[0066] 在上述多种实施方式中,反应壳体1的内壁、托板7拖起颗粒的表面层和所有能与颗粒有接触的部件可以采用与所制备颗粒相同的材料或对颗粒不产生污染的材料制成。例如,生产多晶硅材料可用高纯硅、高纯碳化硅、高纯氮化硅、石英或石墨等在高温下不会扩散杂质进入反应壳体1内的材料,如此可减少或避免反应壳体1材质对颗粒的污染,同时,在高温条件下具备足够的机械强度。

[0067] 在上述多种实施方式中,托板可以包括多个部分,例如包括:拖起颗粒的表面层、隔热层、温度控制层、强化层、背面层等等。表面层可以优选选择目标材料本身,其主要用于拖起颗粒并尽可能的不对颗粒产生污染。隔热层用于阻止表面层的热量向背离颗粒的方向传播。温度控制层可以用于对托板的背面的温度进行控制,从而使得托板的背面不至于出现过快沉积,温度控制层可以是设置在托板中的导热管网或热管网等等。强化层用于加强整个托板的机械强度,其可以是一层具有较高强度起到支撑作用的材料或一些加强筋等。背面层同样可以采用与所制备颗粒相同的材料或对颗粒不产生污染的材料制成。可选择地,原料气体可以通过托板内部布置的管道,由托板背面喷射到下面相邻的托板上表面的颗粒层,同样,不参与反应的中性或惰性气体通过喷嘴从托板内安装的管道从托板的正面喷出以搅动颗粒床层。

[0068] 在上述多种实施方式中,用于制备颗粒的反应装置还可以包括:与气体出口3相连接的气固分离机构,气固分离机构用于分离和收集反应尾气中的粉末。将气体出口3排出的反应尾气经过具有密集堆积颗粒材料床层的气固分离机构以收集反应尾气中的粉末材料,密集堆积的颗粒材料床层的填充率为20%以上。当然,还可以对分离出粉末材料后的反应尾气按照气体成分进行分离,将分离出的原料气体自原料气体入口2输送回反应壳体1中循环利用。

[0069] 为了使堆积颗粒床层中颗粒材料之间的自由空间较小,进而提高填充率,可以采取加压、喷动床和下行移动床等操作。例如,具体措施可以通过移动床(竖直和水平,倾斜)增加颗粒堆积密度,减少自由空间从而减少了气相粉末生成和加速粉末向颗粒的聚合。

[0070] 在上述多种实施方式中,用于制备颗粒的反应装置还可以包括:筛分机构,筛分机构用于将反应壳体1内的颗粒或颗粒出口5排出的颗粒中达到要求直径的颗粒进行分离和收集。例如,筛分机构可以与反应壳体1的颗粒出口5相连接,其将反应壳体1的颗粒出口5排出的颗粒中达到要求直径的颗粒进行分离和收集,不满足要求直径的颗粒则可以输送至颗粒运输机构10,通过颗粒运输机构10将不满足要求直径的颗粒输送至反应壳体1的颗粒入口4。当然,筛分机构也可以设置在反应壳体1内,其直接筛分出满足要求直径的颗粒和满足要求直径的颗粒,并将它们分别从反应壳体1的颗粒出口5排出,排出的不满足要求直径的颗粒直接通过颗粒运输机构10再次输送至反应壳体1的颗粒入口4。

[0071] 在上述多种实施方式中,用于制备颗粒的反应装置还可以包括:颗粒种子制备机构,种子制备机构用于将部分制备得到的颗粒进行碎裂,从而得到小颗粒材料。小颗粒材料一方面可以作为气固分离机构中密集堆积的颗粒材料床层,另外一方面还可以输送至反应壳体1的颗粒入口4作为颗粒种子,从而补充反应壳体1中的颗粒数量,以维持堆反应壳体1中颗粒的动态平衡。例如,种子制备机构可以采用研碎器等能够将大颗粒进行粉碎的装置。

[0072] 在上述多种实施方式中,用于制备颗粒的反应装置还可以包括:对筛分机构筛分得到的达到要求直径的颗粒初品表面进行处理的表面整理机构,经表面整理机构后可以得到表面光洁的颗粒材料,经过表面处理的颗粒材料经过冷却收集包装或直接输送到下游生产工段。表面整理机构可以为含有体积浓度为0-10%的原料气体的反应腔,原料气体的浓度可以根据实际颗粒的类型和反应情况进行改变。在本申请中并不做任何限制。当反应腔中不含有原料气体时(即含有0%的原料气体,中性或惰性气体),各颗粒材料初品通过相互摩擦,使表面变得光洁;当反应腔体中含有原料气体时,除各颗粒材料初品之间的相互摩擦

外,低浓度的原料气体分解后在颗粒材料初品表面沉积,进一步使得颗粒材料初品表面变得光洁。

[0073] 在上述多种实施方式中,用于制备颗粒的反应装置还可以包括:预热机构,预热机构可以为热交换器,其设置在反应壳体1的内部或外部,其利用反应尾气中的余热对进入反应壳体1中的原料气体和/或辅助气体和/或颗粒进行预热,通过上述方式有效利用了反应余热,降低了生产成本。

[0074] 在上述多种实施方式中,用于制备颗粒的反应装置还可以包括:过渡沉积预防机构,过渡沉积预防机构包括:能使得颗粒与反应壳体1内壁间起到阻隔作用的气帘机构;或设置在反应壳体1内壁处的冷却或加热的夹层机构。气帘机构可以是设置在反应壳体1内壁上的多个通气口,且该多个通气口的设置方式能使通入的辅助气体沿反应壳体1内壁形成气帘,从而使得反应壳体1中的颗粒与反应壳体1内壁之间具有一定的阻隔作用,同时还可以达到稀释原料气体、搅拌托板7上形成的堆积颗粒床层以防结块的目的,从而防止原料气体入口2和反应壳体1内壁沉积固体材料。通常而言,辅助气体可以采用惰性或不参加反应的气体。冷却或加热的夹层机构可以对反应壳体1的内壁进行热管理,如通过加热或通以冷却水套的方式控制内壁温度,以达到减少沉积的效果。

[0075] 本申请中制备颗粒的反应装置可以适用于包括但不限于硅颗粒、镍颗粒、镁颗粒、氮化硅颗粒、碳化硅颗粒、氧化硅颗粒与氧化亚硅颗粒等等能够通过沉积和/或冷凝制备获取的颗粒。

[0076] 在本申请中还提出了一种制备颗粒的方法,该制备颗粒的方法可以包括以下步骤:

[0077] 通过反应壳体1的颗粒入口4将颗粒种子加入至反应区6中,使得颗粒种子在反应区6的托板7上形成由上向下不断滚动的堆积颗粒床层。堆积颗粒床层中的颗粒的覆盖厚度可以为平均颗粒直径的一倍以上、两倍以上、3倍以上、4倍以上或5倍以上等,优选地为均匀覆盖在托板上的密堆积颗粒床层,不留有暴露托板的地方。

[0078] 对堆积颗粒床层进行加热以达到颗粒反应所需温度。根据颗粒的类型和性质可以选择上述热管理机构中的一种或多种对堆积颗粒床层进行加热或冷却,例如颗粒为镍颗粒时,加热过程中可以将堆积镍颗粒床层与电源电极连接,即给堆积镍颗粒床层加电压。因堆积镍颗粒床层镍颗粒相互接触导电,可通电利用镍颗粒自身电阻放热来进行加热,从而使堆积颗粒床层达到羰基镍热分解温度。同样的,当生产颗粒多晶硅时,托板上表面托起颗粒硅床层的部分可以由高纯多晶硅或多晶硅板组成,通过给板的两端施加电压而使得每一块板都成为一个电阻加热单元,同时,板上的颗粒床层也会成为自导电加热的一部分。当所述颗粒是由气相到固相冷凝而形成时,所述热管理机构所起的作用为冷却。

[0079] 通过反应壳体1的原料气体入口2通入原料气体,以使原料气体发生反应从而在颗粒种子上发生沉积形成达到要求直径的颗粒材料。

[0080] 将反应壳体1的颗粒出口5排出的颗粒进行筛选得到达到要求直径的颗粒和未达到要求直径的颗粒,将未达到要求直径的颗粒通过反应壳体1的颗粒入口4重新加入至反应区6中。

[0081] 对反应壳体1的气体出口3排出的反应尾气进行气固分离,以分离和收集反应尾气中的粉末。

[0082] 通过设置在反应壳体1内壁上的多个通气口的气帘机构向反应壳体1中通入辅助气体以在反应壳体1内壁与颗粒之间形成起到阻隔作用的气帘。

[0083] 通过颗粒种子制备机构对部分达到要求直径的颗粒进行破碎以制备得到颗粒种子,并将制备得到的颗粒种子通过反应壳体1的颗粒入口4加入至反应区6中,从而补充反应壳体1中的颗粒数量,以维持堆反应壳体1中颗粒的动态平衡。

[0084] 通过表面整理机构将达到要求直径的颗粒放入含有体积浓度为0-10%的原料气体的反应腔中进行反应以对颗粒进行表面处理,从而使得颗粒材料初品表面变得光洁。

[0085] 通过预热机构利用反应壳体1的气体出口3排出的反应尾气的余热对进入反应壳体1中的原料气体和/或辅助气体和/或颗粒进行预热。

[0086] 本申请提供的用于制备颗粒的反应装置及制备颗粒的方法与目前采用的流化床工艺生产颗粒材料比较主要具有以下几方面优点:

[0087] 1、原料送入反应壳体1后在托板7上形成由上向下滚动的颗粒床层,如此可以在无需设置气体分布器的前提下就可实现原料气体与颗粒材料种子在稳定反应条件下充分接触反应,克服了流化床工艺中不同层深下的颗粒与不同浓度的原料气体反应程度不同而生成的颗粒成分不均匀的问题,同时还可以实现反应装置的平稳连续运行。

[0088] 2、本申请反应装置中的原料气体从托板7上的颗粒床层表面掠过,或原料气体以多个角度喷射到颗粒床层,而不穿越床层,从而使得反应在稳定的条件下进行。

[0089] 本说明书中的上述各个实施方式均采用递进的方式描述,各个实施方式之间相同相似部分相互参照即可,每个实施方式重点说明的都是与其他实施方式不同之处。披露的所有文章和参考资料,包括专利申请和出版物,出于各种目的通过援引结合于此。描述组合的术语“基本由...构成”应该包括所确定的元件、成分、部件或步骤以及实质上没有影响该组合的基本新颖特征的其他元件、成分、部件或步骤。使用术语“包含”或“包括”来描述这里的元件、成分、部件或步骤的组合也想到了基本由这些元件、成分、部件或步骤构成的实施方式。这里通过使用术语“可以”,旨在说明“可以”包括的所描述的任何属性都是可选的。多个元件、成分、部件或步骤能够由单个集成元件、成分、部件或步骤来提供。另选地,单个集成元件、成分、部件或步骤可以被成分离的多个元件、成分、部件或步骤。用来描述元件、成分、部件或步骤的公开“一”或“一个”并不说为了排除其他的元件、成分、部件或步骤。

[0090] 以上所述仅为本发明的几个实施方式,虽然本发明所揭露的实施方式如上,但所述内容只是为了便于理解本发明而采用的实施方式,并非用于限定本发明。任何本发明所属技术领域的技术人员,在不脱离本发明所揭露的精神和范围的前提下,可以在实施方式的形式上及细节上作任何的修改与变化,但本发明的专利保护范围,仍须以所附权利要求书所界定的范围为准。

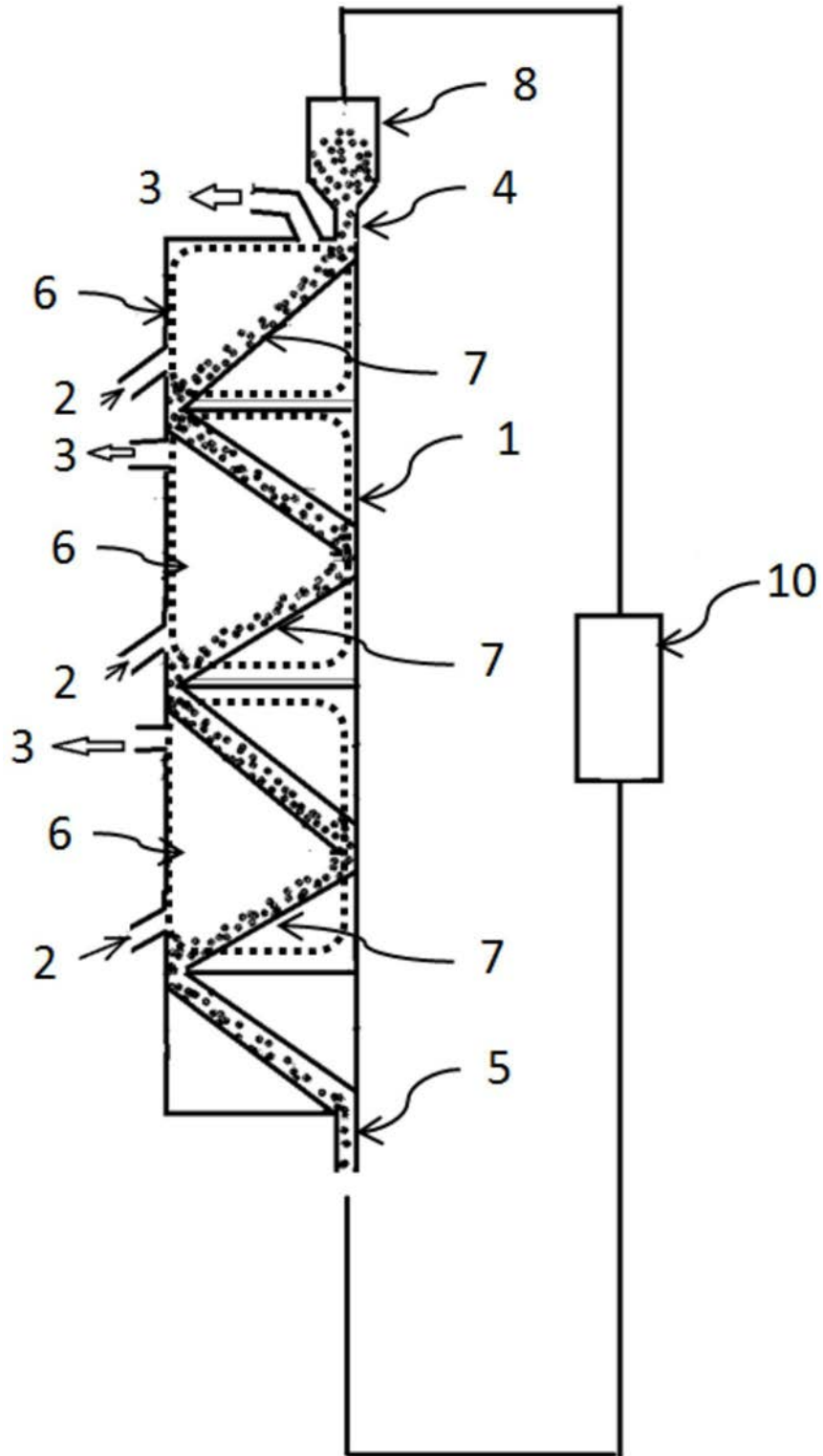


图1

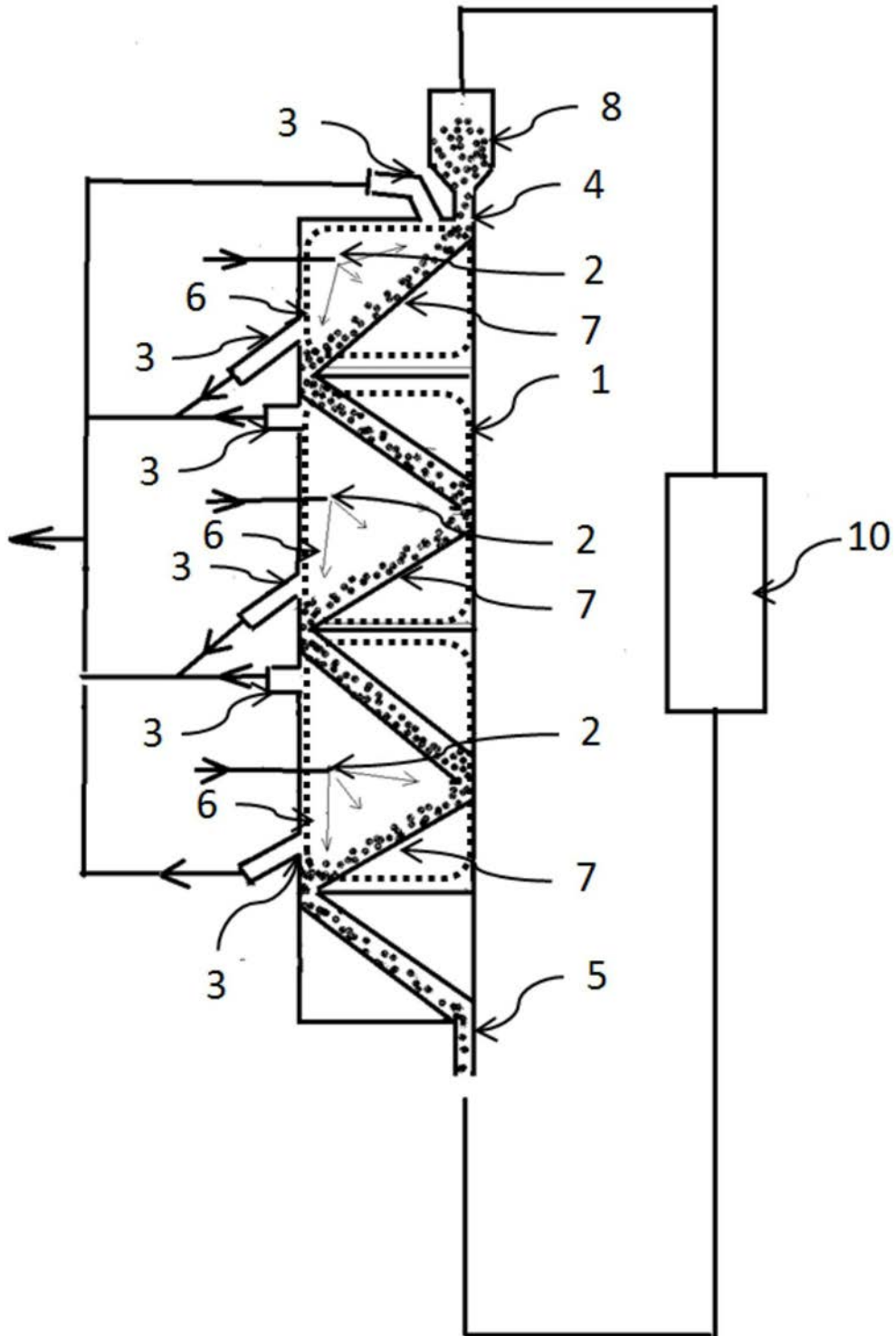


图2

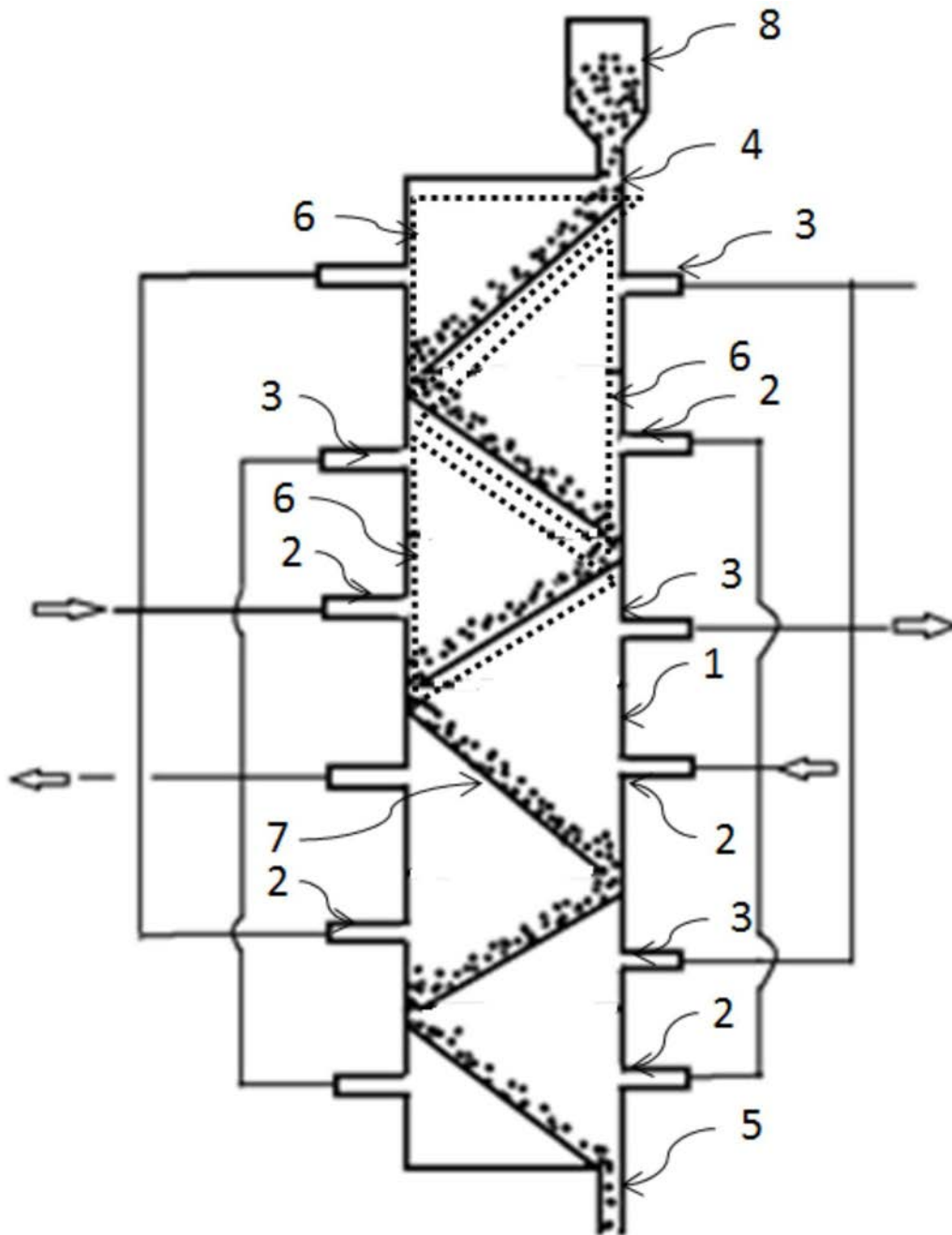


图3

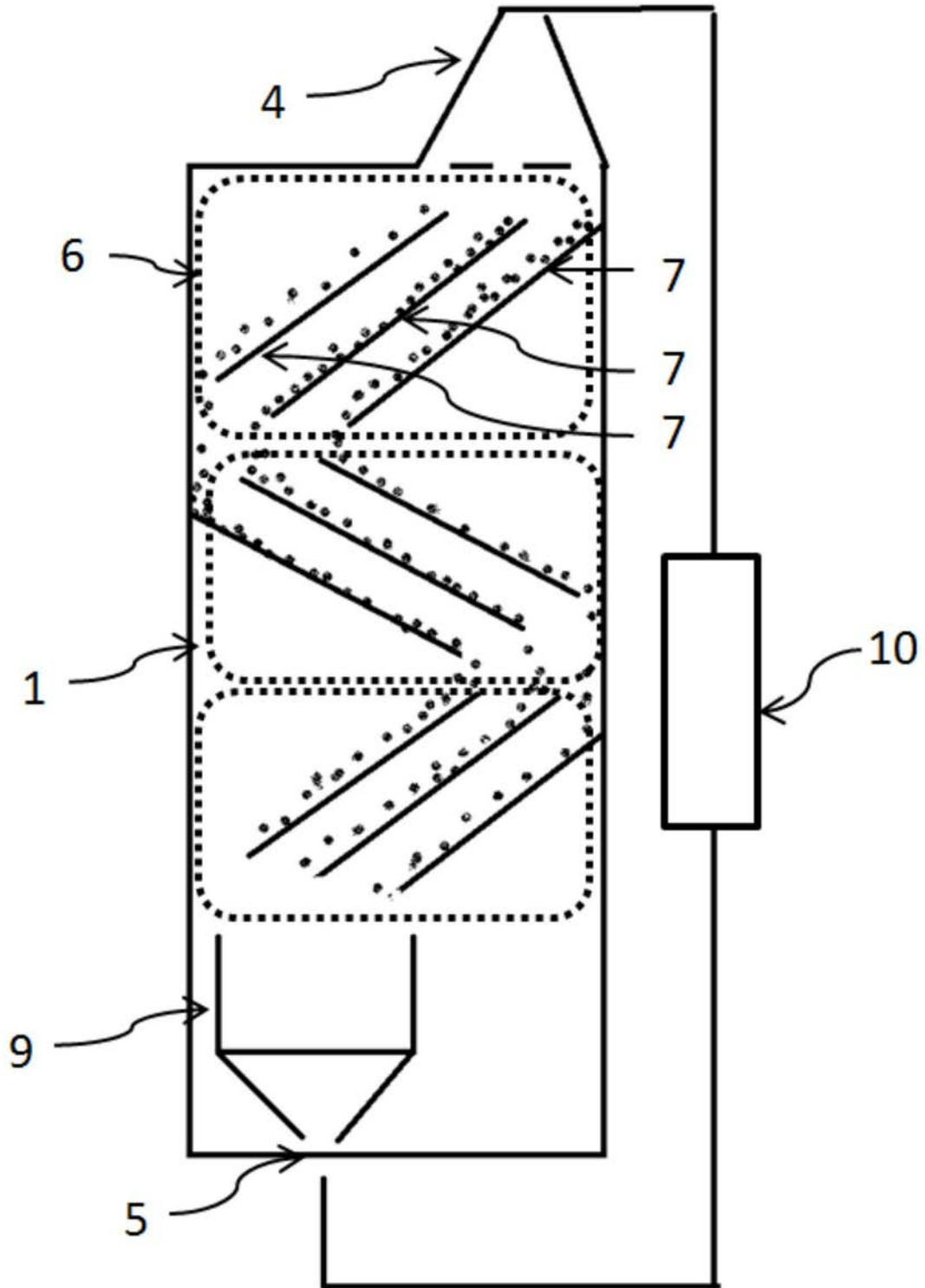


图4

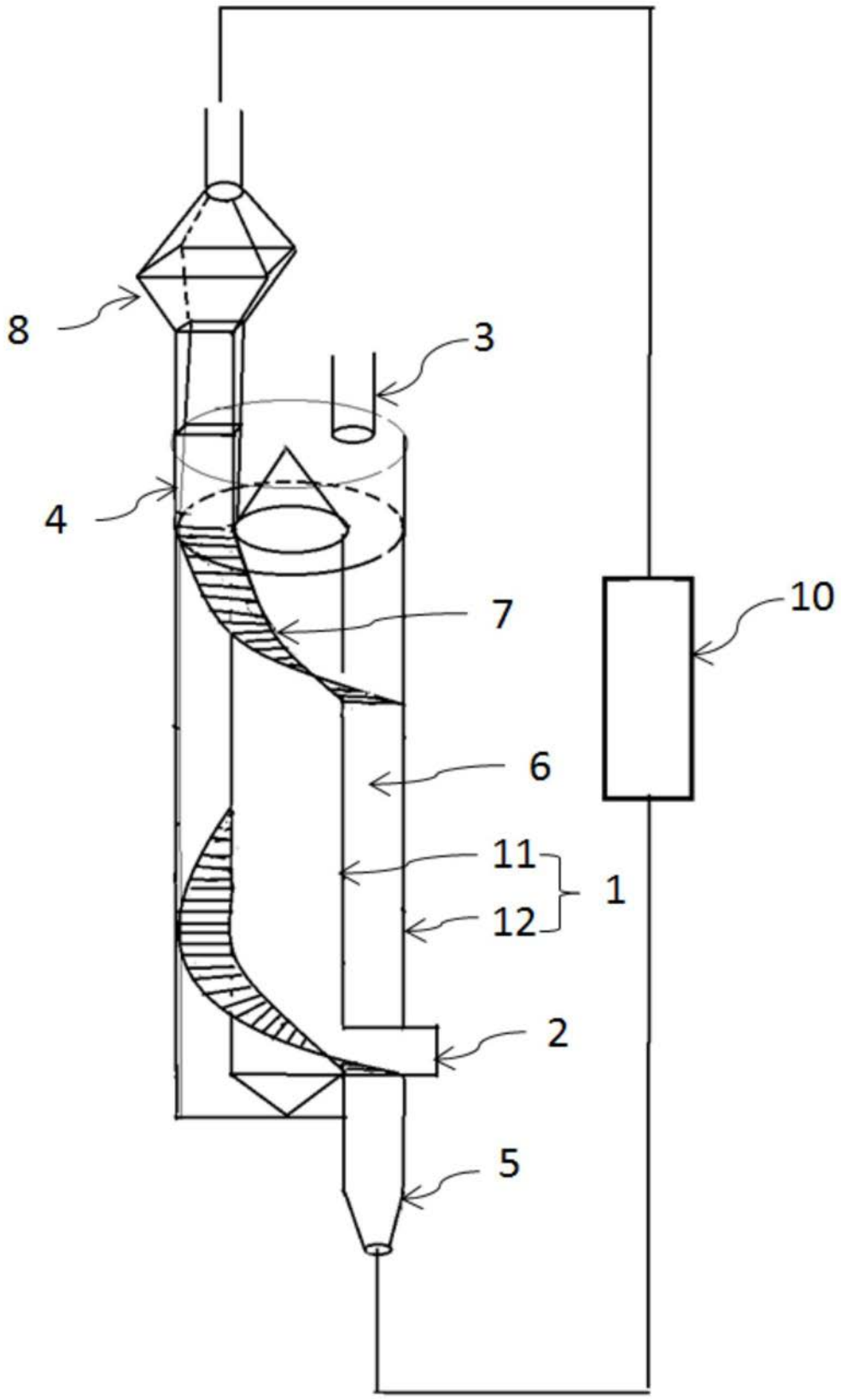


图5

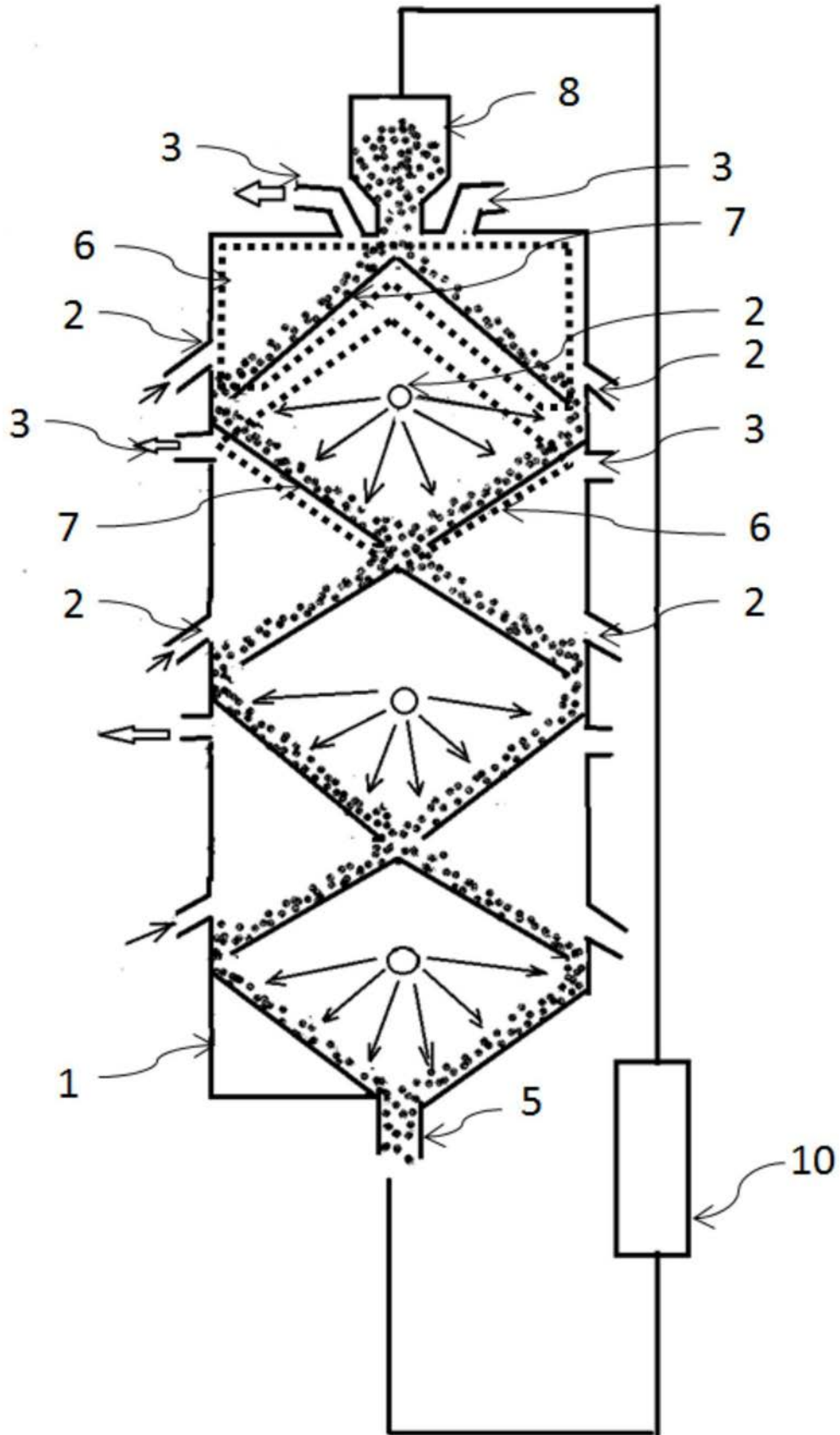


图6

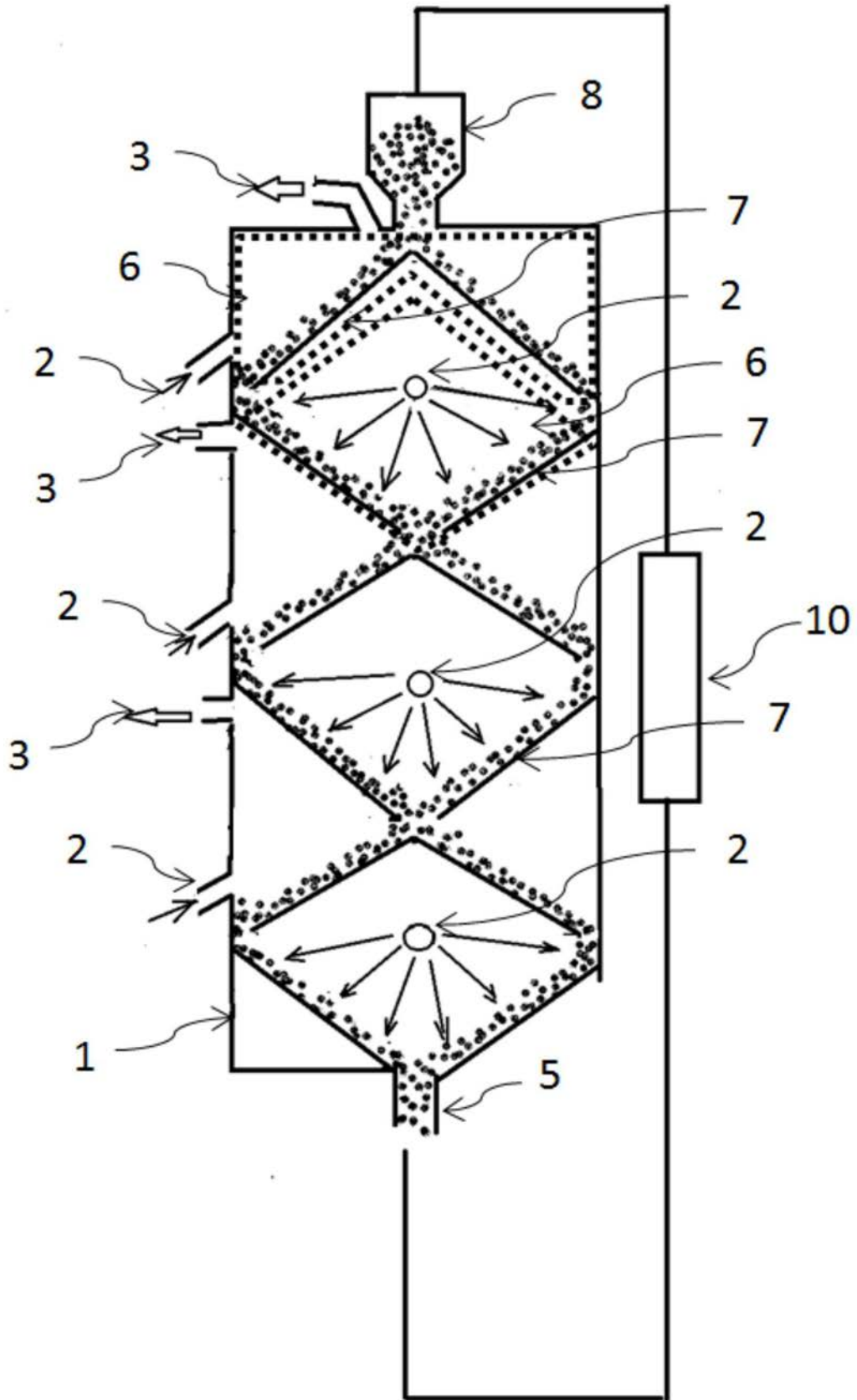


图7

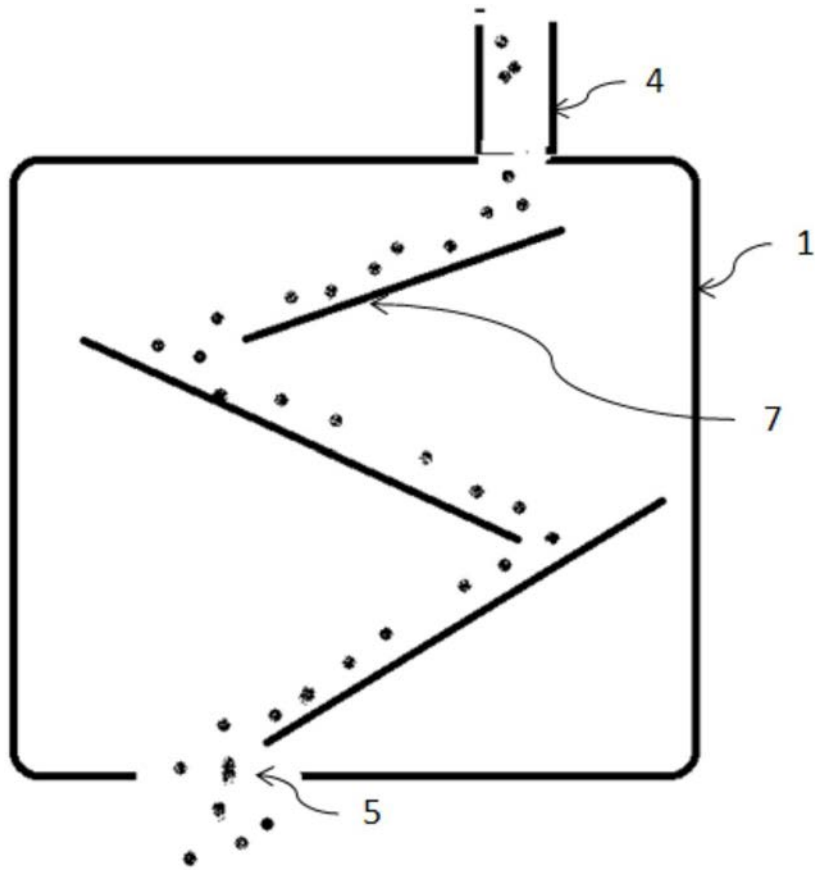


图8