

多晶硅生产节能技术研究

陈海宝（亚洲硅业（青海）股份有限公司，青海 西宁 810007）

摘要：高纯多晶硅材料是信息产业和太阳能光伏发电产业的基础原材料，世界多个发达国家将其列为战略性材料，对其实施政策鼓励与财政支持。传统太阳能级多晶硅企业向半导体级转型还存在很高的技术壁垒，缺经验、缺技术。各厂家都在加大力度进行高质量多晶硅生产研发，逐步摸索电子级多晶硅整套生产工艺，缩小同进口产品的巨大差距。

关键词：多晶硅；生产；节能技术；研究

多晶硅是信息产业和太阳能光伏发电产业的关键原材料，全球多晶硅产业化生产工艺有三氯氢硅氢还原法（又称改良西门子法）和硅烷流化床法两种工艺，前者占世界总产能的95%，是多晶硅生产的主流工艺。多晶硅生产属于典型的化工过程，生产过程的物料涉及四氯化硅、三氯氢硅、二氯二氢硅等氯硅烷工艺介质和导热油、氟利昂等公用工程介质，大部分属于易燃、易爆、有毒、有害介质，故在此类物料的输送过程中一般选用屏蔽泵，以保证物料的零泄漏，避免造成生产事故及环保问题。基于此，本文对多晶硅生产节能技术进行研究，得出以下节能措施，仅供相关人士参考。

1 施主杂质浓度、受主杂质浓度

采用西门子法工艺制备区熔多晶硅，主要原料为三氯氢硅和氢气，其中施主杂质浓度、受主杂质浓度在工艺上主要影响因素为三氯氢硅内磷、硼元素氯化物的含量，降低磷、硼含量需要在三氯氢硅原料精馏、干法回收后精馏工艺中，将磷、硼含量降低到接近电子级三氯氢硅的标准。具体数据可参照硅外延用三氯氢硅国家标准（GB/T30652-2014）进行对照。一方面，杂质组分一般都能在精馏提纯过程中实现较彻底分离，大部分的杂质也能在精馏系统的高、低沸点产品中得以去除，产品纯度还可以通过进行精馏塔的串联改造，塔板、填料的优化，适当加大精馏的能耗，加大中间产品的检测频次等措施进行提高。另一方面，精馏产品中的部分微量杂质与氯硅烷的沸点比较接近，甚至以共沸物形式存在，要达到生产电子级多晶硅要求，需要增加吸附器来进一步提高纯度。

2 屏蔽泵的应用要点

屏蔽泵在多晶硅生产中主要用于易燃、易爆、有毒、有害介质的输送，具有完全无泄漏的结构特点，可避免物料输送中发生跑、冒、滴、漏问题，是多晶硅生产中极为重要的设备。针对多晶硅生产过程中氯硅烷介质的特点，在屏蔽泵的设备选型、设计布置和生产使用等方面进行优化改进，才能保证其长期稳定运行，避免安全和环保事故的发生。①降低泵的安装高度。采取措施：一是尽可能降低泵的基础高度；二是提高储罐基础高度

（如提高整个罐区的基础高度），如将提纯塔的回流罐放置在建筑结构的二层，而泵放置在一层；②降低泵送液体温度。采取措施：在易发生气蚀的屏蔽泵前管道加夹套冷却；③保证密封储罐的备压，因为随着密封储罐液位降低，储罐上方的气体压力也会降低；④提高泵的吸入性能，减少吸入管道阻力。采取措施：加大吸入管道直径、减少管道长度和弯头数量，并采用大曲率半径的弯头；⑤对于经常发生过滤器堵塞的屏蔽泵，如 SiCl_4 输送泵，可将Y型过滤器改为提篮式过滤器，因为提篮式过滤器滤筒过滤面积大（可容杂质的体积比Y型过滤器大70倍以上），堵塞频率小，且清洁方便；⑥对于经常发生过滤器堵塞的屏蔽泵，如 SiCl_4 输送泵，可以考虑在过滤器前后设置差压检测装置，一旦过滤器出现堵塞，可以第一时间发现故障。

3 外在品质

电子级多晶硅国标中4.5章节要求多晶硅表面结构致密、平整（断面边缘颗粒不大于3mm），相当于晶硅棒不能出现太阳能级硅料的“菜花”现象，这需要在还原炉运行过程中精细控制硅棒生长速度和形态，均匀控制炉内温度、流场，这对还原炉的设计和运行操作要求较高。一些设计不合理的还原炉炉型如果经过试验始终不能解决硅棒均匀生长问题，则需要重新设计还原炉的进/出气循环、炉筒长径比、硅棒排列等，在经过充分仿真模拟验证后再进行生产试验。

4 电子级多晶硅发展

电子级多晶硅可分为电子级区熔用多晶硅和电子级直拉用多晶硅。电子级区熔用多晶硅质量要求更苛刻，采用区熔法生产的单晶硅中氧、碳含量低，载流子浓度低，电阻率高，主要应用于制造IGBT、高压整流器、晶闸管、高压晶体管等高压大功率半导体器件。而直拉法生产的单晶硅片广泛用于集成电路存储器、微处理器、手机芯片和低电压晶体管、电子器件等电子产品，用途更为广泛，电子级直拉用多晶硅市场占比达90%以上。加强关键核心技术的支

材料、设备、工艺、质量控制等与产品质量稳定性相关联的核心关键技术,支持对于整体化工工艺的机理性研究,支持提升生产自动化和智能化水平。支持建立电子级多晶硅材料检测分析平台,开展高纯硅材料及硅晶圆中超痕量杂质定性定量分析等化学分析技术和晶体微观结构分析等物理检测分析技术研究,提供全产业链材料检测服务,打造第三方半导体材料分析实验室。

5 多晶硅能量利用系统

在多晶硅生产过程中,由于生产工序的不同,会导致后期对系统能量的需求量和需求方式也不同。其中作为系统中能量消耗最大的系统——还原系统来说,生产多晶硅的原材料在还原炉内由于不断升高的温度,使得载体上的高温沉积不断增多,最后获得最终的成品——多晶硅,并且通过发热载体的设备将电能转换为多晶硅在沉积时所需的大量热能,且这部分产生的热能在满足多晶硅使用的过程中还能剩余很多热量,剩余的部分热量就可通过高温水作为传热的媒介,将这部分热量导出,导出后可用于其他需要热量进行制作的多晶硅的生产工序中,这样能节约为其他工序提供热量的过程和燃料,而且也减少在生产多晶硅沉积时所需要的热量。除为其他生产工序提供热量外,还可通过氢化工序、还原尾气干法回收工序或精馏提纯工序,来将副产物进行分离或者提纯等操作,进行副产物的再利用,副产物中混合有各种介质,不同的介质的沸点是不同的,因此如果通过沸点的不同进行副产物的分离操作,就需要为不同介质的沸点提供热量,这样还原工序中剩余的热量就可以达到进一步的利用。通过还原工序中产出的热量优先提供给需要热量的多晶硅的沉积,再将剩余的热量提供给其他工序中需要热量的工序,实现副产物的分离或者提纯等操作,通过这样的操作可以最大程度的满足多晶硅系统的能量节约和再利用,实现系统内的能量平衡。

6 多晶硅企业配套循环水的应用

多晶硅企业配套循环水冷却系统及其水质控制工艺,并对几种水质控制的新措施进行了介绍,这些新措施具有符合国家环保需求、降低防腐除垢药剂费用、减少排污水量、减少甚至消除冷却塔及设备清洗频次的优点。因此,采用水质控制新技术,虽一次投入较大,但可以较快回收前期投入,基本为一次性投入;传统的药剂处理工艺,需要定期购置药剂,并进行日常存放管理、投加,在使用过程中还会对操作人员的身体健康以及外部环境造成一定的影响。新型电子、新材料等处理工艺应该是未来循环水场水质控制技术的发展方向,因此,在新厂建设及技改项目中,为达到更好的经济效益及环保效益,应尽量选用新技术。

7 降低氢气消耗

氢气是多晶硅生产中的主要原材料之一,其纯度直

接影响多晶硅的产品质量,因此氢气质量以及氢气在多晶硅生产系统中的进出平衡是多晶硅生产过程中重点关注的环节。通过结合某多晶硅工厂的生产统计数据,详细分析多晶硅生产过程中的氢气来源和消耗情况。氢气来源主要包括还原炉产氢和水电解制氢两部分,而消耗氢气的系统则包括氢化系统、还原系统、精馏提纯系统、干法回收系统、公用辅助系统。其中,氢化反应、公用辅助系统的耗氢量占氢气消耗量的85%以上。根据氢气消耗分析,就多晶硅生产企业如何降低氢气消耗,从氢化系统停车泄压、还原系统启停炉、公用辅助系统泄露等方面给出了优化建议,为类似的多晶硅生产企业提供参考。随着多晶硅生产规模的大型化、管理的精细化以及工艺技术的越来越先进,多晶硅的氢气消耗将会越来越低,生产成本也会得到有效降低。

8 结束语

太阳能的发展促进了多晶硅市场的扩大,在多晶硅不断发展的情况下,如何降低成本是很多生产企业为了提高市场竞争力需要研究的重要方向,在目前多晶硅生产的过程来看,存在部分的问题,导致对蒸汽量的需要会增加,多晶硅生产系统还原工序的热量也会有一定程度的浪费现象,而且由于回水系统由于水循环量比较大,造成的电量的消耗也会相对较大,因此采用多晶硅高温水系统的优化措施进行优化可以有效的降低生产企业的生产成本,也会提高多晶硅生产系统的稳定性,因此多晶硅生产系统高温水的利用和优化对于生产企业具有非常重要的意义和研究价值。

参考文献:

- [1] 多晶硅生产耦合节能技术应用研究.青海省,青海黄河上游水电开发有限责任公司光伏产业技术分公司[Z].2018-11-22.
- [2] 刘松.多晶硅化工节能生产技术分析[J].江西化工,2018(05):34-35.
- [3] 胡海勇.多晶硅高效节能环保生产关键技术研发与产业化应用[Z].新特能源股份有限公司,2018-07-31.
- [4] 李万存,刘兴平.多晶硅生产过程中的节能降耗技术分析[J].海峡科技与产业,2017(03):142-143.
- [5] 严大洲.多晶硅生产用高效节能36对棒还原炉装备技术[S].河南省,洛阳中硅高科技公司,2016-06-20.
- [6] 恩菲.多晶硅领域最高国家奖“花落”恩菲[N].中国有色金属报,2013-01-24(007).
- [7] 李群生.多晶硅生产中精馏节能减排与提高质量技术的应用[J].精细与专用化学品,2009,17(02):25-30+2.
- [8] 陈绍章.多晶硅生产中节能减排技术研究[A].中国电子材料行业协会、徐州市政府、徐州市经济开发区管委会:中国电子材料行业协会,2008:3.