

# 金属烧结滤芯用于多晶硅氯硅烷 净化放大研究

刘见华<sup>1,2,3\*</sup>, 万 焱<sup>1,2,3</sup>, 赵 雄<sup>1,2,3</sup>, 赵 宇<sup>1,3</sup>, 周勇毅<sup>1,3</sup>, 严大洲<sup>1,2,3</sup>

(1. 洛阳中硅高科技有限公司, 河南 洛阳 471000; 2. 中国恩菲工程技术有限公司, 北京 100038;  
3. 多晶硅制备技术国家工程实验室, 河南 洛阳 471000)

**摘要:**采用金属粉末烧结滤芯对多晶硅制备干法回收工序的氯硅烷进行中试净化研究,在相同过滤精度和面积下,对比处理量对初始过滤压降和不同滤饼剥离方式对剥离率的影响。结果表明,当原料颗粒浓度为 $235\text{ g/m}^3$ 、采用液相反冲滤饼剥离方式时,出口颗粒平均浓度为 $2.1\text{ g/m}^3$ ,过滤效率为99.1%。

**关键词:**金属烧结滤芯;氯硅烷;过滤;多晶硅

中图分类号:TQ127.2

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2021)07-0231-03

DOI:10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2021.07.047

## Pilot study on metal sintered filter element for purifying chlorosilane in polysilicon production

LIU Jian-hua<sup>1,2,3\*</sup>, WAN Ye<sup>1,2,3</sup>, ZHAO Xiong<sup>1,2,3</sup>, ZHAO Yu<sup>1,3</sup>,  
ZHOU Yong-yi<sup>1,3</sup>, YAN Da-zhou<sup>1,2,3</sup>

(1. China Silicon Corporation Ltd., Luoyang 471000, China; 2. China ENFI Engineering Corporation, Beijing 100038, China; 3. National Engineering Laboratory of Polysilicon Manufacturing Technology, Luoyang 471000, China)

**Abstract:** Metal powder sintered filter element is utilized to perform pilot study on purification of chlorosilane in dry recovery section of polysilicon production. Under the same filtration precision and area, the influence of treatment amount on initial filter pressure drop is compared with the influence of different stripping method for filter cake on the stripping rate. Results show that outlet dust concentration is  $2.1\text{ g}\cdot\text{m}^{-3}$  and filtration efficiency is 99.1% when the entrance dust concentration is  $235\text{ g}\cdot\text{m}^{-3}$  and liquid phase back wash filter cake stripping method is employed.

**Key words:** metal sintered filter element; chlorosilane; filter; polysilicon

高纯多晶硅是光伏电池和半导体硅晶圆的核心原材料,对纯度和颗粒含量有极高的要求,98%的产能采用改良西门子法进行制备。改良西门子法以工业硅粉为原料,经过反应、精馏、还原、氯化等工序实现高纯多晶硅的制备,在合成、还原、氯化等工艺过程会产生大量超细的固体微粒,并随气态或液体氯硅烷在系统中流转,对输送泵等运动部件会造成磨损,黏结、堵塞阀门、液位计等控制测量部件,冲刷管道致使磨损泄露,造成安全环保事故。也会在装置、管道等部位沉积,成为微颗粒的释放源,影响产品质量。

氯硅烷固体颗粒除杂主要有精馏浓缩、管道过滤器、袋式及陶瓷过滤器等方式,精馏浓缩<sup>[1-2]</sup>是使用精馏塔将固体颗粒进行浓缩,通过排放残液并进行水解处理,造成物料损耗的同时也存在安全环保问题,另外,浓缩的固体颗粒在精馏塔内聚集容易造成塔系设备尤其是再沸器换热管堵塞,频繁停塔清

堵,影响正常运行。管道过滤是在管道上设置过滤器,例如篮式过滤器,以物料自身的压力为驱动力,通过滤网对固体微粒进行截留,过滤精度受滤网孔径的影响,滤网孔径过小,阻力降过大,运行周期短,且过滤器空间容积小,需频繁地进行排渣作业,由于氯硅烷自身物性,直接对空作业安全风险大,另外,过滤器内部密封结构不良,容易造成泄漏,过滤效率低<sup>[3]</sup>。这2种方式未在源头进行固体杂质的处理,颗粒物已进入整个系统,在系统的设备、管道等处积聚,使整个系统受到不可逆的污染,在后续运行时,积聚的颗粒会持续释放,影响产品品质。袋式及陶瓷过滤器<sup>[4-5]</sup>是以袋式或陶瓷滤芯作为过滤元件,在过滤器内均匀分布,对固体颗粒进行过滤。袋式滤芯过滤精度相对较低,但可以清洗后重复使用,较多地用于初级粗过滤,不同滤袋材质对介质和温度适应性不同,当超出滤料使用温度限制后,滤袋会收缩无法过滤,甚至到无法抽出袋笼,同时,滤饼剥

收稿日期:2020-09-24;修回日期:2021-05-20

作者简介:刘见华(1987-),男,硕士,高级工程师,研究方向为多晶硅等硅基材料的设计研发,通讯联系人,liujh@sinosico.com。

效率低。陶瓷滤芯的耐热冲击和机械冲击能力差,冷热交替及机械碰撞容易造成滤芯断裂而使得整个过滤系统失效。另外,由于陶瓷滤芯的壁厚较厚,在线反吹扫能力弱,不容易将滤芯表面的滤饼分离干净。2020 年国内多晶硅产能 55 万 t,占全球的 82%,每万吨多晶硅产量需氯硅烷过程循环量高达 50 万  $\text{m}^3$  以上,因此亟需研究开发高效、大规模、长周期运行的过滤装置将系统中的微颗粒进行分离。

金属粉末烧结滤芯是将金属粉末经过压制成型并高温真空烧结制备,结构强度大,机械性能好,耐冷热和机械冲击,同时,滤芯的孔径分布均匀,壁厚小,过滤面积大,阻力降小<sup>[6-7]</sup>,但在多晶硅系统中,较大规模处理量的金属粉末烧结过滤器的应用鲜见报道,本文中采用 100  $\text{m}^3/\text{h}$  较大规模液体处理量的金属粉末烧结滤芯过滤器,对多晶硅制备还原尾气干法回收的氯硅烷进行产业化应用研究,在源头对固体颗粒进行分离,提升系统的洁净度。

## 1 实验方法

在改良西门子法多晶硅工艺流程中,三氯氢硅还原工序因三氯氢硅还原不充分以及二氯二氢硅等物质的分解,会产生大量细小的无定型硅颗粒,是系统主要的颗粒污染源之一,实验将过滤装置设置在干法回收工序,对干法回收工序的氯硅烷进行固体颗粒处理,氯硅烷为四氯化硅、三氯氢硅和二氯二氢硅混合物,改良西门子法多晶硅工艺流程及过滤设置位置见图 1。

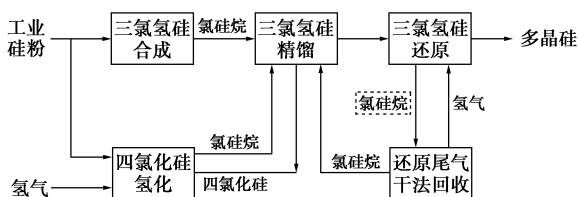


图 1 改良西门子法多晶硅工艺流程及过滤设置位置

原料固体颗粒浓度 235  $\text{g}/\text{m}^3$ ,主要是无定型硅,为灰黑色粉末,采用 Hydro 2000SM 型激光粒度测试仪对氯硅烷中固体颗粒进行测试,颗粒粒度分布在 0.3~100  $\mu\text{m}$  区间, D50 为 7.459  $\mu\text{m}$ ,颗粒分布集中且较细小,粒度分布见图 2。因此,金属粉末烧结滤芯过滤精度选择 1  $\mu\text{m}$ ,滤芯规格  $\phi 50 \times 1\ 000\ \text{mm}$ ,数量 300 根,过滤面积 50  $\text{m}^2$ ,设计处理量 100  $\text{m}^3/\text{h}$ ,采用 2 台一用一备的模式。

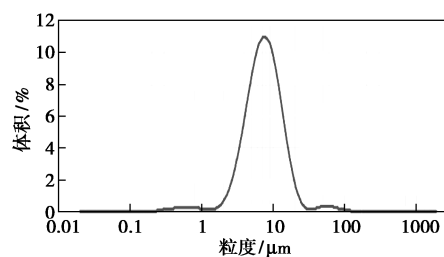


图 2 氯硅烷中固体颗粒度分布

## 2 结果和讨论

### 2.1 过滤效率影响分析

过滤装置主要以滤芯表层微孔和滤饼捕捉对固体杂质进行过滤,在设计处理量 100  $\text{m}^3/\text{h}$ ,间隔 5 h 测定过滤产品中的固体含量,以 5 d 为 1 个运行周期,过滤产品中颗粒浓度变化见图 3,出口粉尘平均浓度为 2.1  $\text{g}/\text{m}^3$ ,过滤效率为 99.1%,有较好的过滤效果和效率。

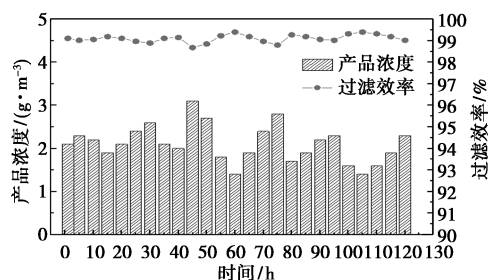


图 3 过滤器出口产品浓度及效率

过滤装置对干法回收氯硅烷的过滤效果见图 4,过滤器进口物料呈灰黑色浑浊液,过滤产品无色澄清透明,无可见颗粒物,能有效地对浑浊液进行分离。



(a) 进口原料

(b) 出口产品

图 4 过滤器进口原料和出口产品

### 2.2 装置初始压力降的影响

过滤压降是过滤器的重要参数,新的运行周期初始压力降的大小影响装置的运行周期。实验不同处理量下,在运行周期初始时的压力降与处理量的关系。

表1为不同流量下过滤器初始压降。在小于 $100\text{ m}^3/\text{h}$ 设计处理量时,过滤器初始压力降缓慢升高,在此通量下能够较好地运行,继续增加通量,初始运行阻力快速增加,上升趋势明显。过滤过程中装置的总压力降<sup>[8]</sup>由滤芯自身的阻力压降、滤饼层以及液体静压组成,在初始运行时,滤饼层尚未完全形成,过滤器内液体为相同状态,因此滤饼层和液体静压压降可视为固定值,因此初始压降主要受滤芯压降的影响。滤芯自身的阻力压降主要受自身过滤精度、孔隙通道、结构、厚度和残留滤料的影响,残留的固体颗粒在过滤孔隙中聚集,堵塞和降低孔隙数量,过滤面积降低,介质流速增加,摩擦力增大,导致介质通过滤芯阻力增加。同时,介质流速与产生的摩擦力正相关,过滤面积一定的条件下,小于设计通量,流速较小,增加通量仍能够有足够的过滤面积保证物料的通过,超过设计通量后,物料流速增加明显,受到的摩擦阻力迅速升高,导致阻力明显增加。

表1 不同流量下过滤器初始压降

流量/ $(\text{m}^3 \cdot \text{h})$	40	60	80	100	120	140
过滤器压差/kPa	5.6	7	9	10	16	22

### 2.3 滤饼剥离方式

过滤装置运行压降达到设定值后,需要将滤饼从滤芯表面进行剥离排渣,试验了惰性气体脉冲和液体反冲2种方式剥离滤饼。通过称量排出渣的质量与计算运行周期内进料量中的理论固含量比值得出滤饼的剥离率(表2)。

表2 2种滤饼剥离方式的剥离率 %

方式	气相脉冲	液相反冲
剥离率	84	93

采用气体脉冲剥离滤饼时,配置1台缓冲罐,使用氮气对储罐增压至 $0.6\text{ MPa}$ ,然后控制阀门快速打开,提供气体的瞬间冲击力,从滤芯内部向外部反吹,依靠气体的冲击力实现滤饼的剥离。液体反冲则采用另外一台过滤器的滤清液从滤芯内部向外部冲洗。金属烧结滤芯机械强度大,金属层相对较薄,反洗再生能力较好。采用气体脉冲方式滤饼剥离效率为 $84\%$ ,液相反冲方式滤饼剥离效率为 $93\%$ ,液体反冲方式滤饼剥离率明显优于气体脉冲方式。分析可能是液体密度和黏度较气体相差较大,液体会

产生较大且持续的摩擦力和黏滞力,使得滤饼剥离,滞留在滤芯孔道内部的微小颗粒也会悬浮或分散在液体中随其流动而被带出滤芯孔道;同时,反冲时,气体的瞬间冲击力容易造成滤芯表面局部滤饼脱落,在此处阻力减小,反吹气体会优先从此处通过,形成类似短路效果,使得滤芯其他部位气体通过量减小,局部滤饼剥离不彻底。液体虽然也有这种情况,但是自身密度大、流速小、反馈慢,此效果不明显。因此,优先采用液体反冲方式有利于滤饼的剥离。

### 3 结论

(1)金属粉末烧结滤芯基于其良好的结构和性能,可以较大规模处理多晶硅制造氯硅烷中的固体颗粒,出口粉尘浓度为 $2.1\text{ g}/\text{m}^3$ ,过滤效率为 $99.1\%$ ,有较好的过滤效果和效率,可连续化运行和自动化操作,可在氢化和合成工序推广,对颗粒物产生的源头进行控制和防范,有效解决大规模氯硅烷中固体颗粒分离难题。

(2)过滤器初始压降主要受滤芯压降的影响,装置处理量与过滤器初始阻力正相关,随物料流速增加阻力增大。

(3)金属烧结滤芯反洗再生能力较好,液体密度和黏度较气体相差较大,气体脉冲方式滤饼剥离效率为 $84\%$ ,液相反冲方式滤饼剥离效率为 $93\%$ ,优先采用液体反冲方式有利于滤饼的剥离。

### 参考文献

- [1] 黄国强,杨劲,王红星.四氯化硅残液处理方法的研究进展[J].化工进展,2012,31(8):1828-1833.
- [2] 刘挥彬,杨永亮,张升学,等.氯硅烷残液处理技术研究进展[J].有色冶金节能,2016,32(5):54-58.
- [3] 石程亮,姜海明,李明.一种多晶硅生产过程中尾气杂质过滤的方法:CN,104524904A[P].2014-12-31.
- [4] 孙鹏,孟文妍,白文峰,等.除尘用金属纤维烧结毡过滤性能研究[J].过滤与分离,2015,25(2):30-32.
- [5] 李新望,谷晓娟,左大海,等.陶瓷超滤膜用于盐湖卤水提锂合格液的中试研究[J].无机盐工业,2020,52(4):61-64.
- [6] 任小军.烧结金属多孔材料的性能及其在低温流体中的沸腾和相分离特性研究[D].上海:上海交通大学,2013.
- [7] 黄国涛,左孝青,孙彦琳,等.多孔金属过滤材料研究进展[J].材料导报,2010,24(S2):448-452,456.
- [8] 代广平,张博松,罗晓兰,等.金属丝网过滤器过滤初期阶段压力特性的研究[J].过滤与分离,2009,19(4):1-4,16. ■