



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108726481 B

(45)授权公告日 2020.04.28

(21)申请号 201710240227.7

C01B 33/107(2006.01)

(22)申请日 2017.04.13

C01B 33/035(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

B01D 50/00(2006.01)

申请公布号 CN 108726481 A

B01D 53/00(2006.01)

B01D 53/02(2006.01)

(43)申请公布日 2018.11.02

(56)对比文件

(73)专利权人 新特能源股份有限公司

CN 101357764 A,2009.02.04,

地址 830011 新疆维吾尔自治区乌鲁木齐

CN 101279735 A,2008.10.08,

国家级高新技术产业开发区(新市区)

JP 3749464 B2,2006.03.01,

甘泉堡高新技术产业园

CN 204602200 U,2015.09.02,

CN 201746334 U,2011.02.16,

(72)发明人 陈世涛 王文

审查员 刘佳

(74)专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理

有限公司 11112

代理人 罗建民 邓伯英

(51)Int.Cl.

C01B 3/50(2006.01)

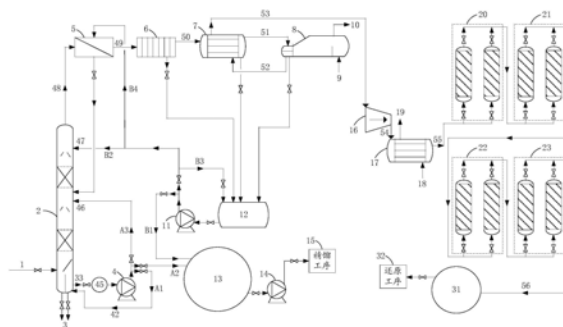
权利要求书2页 说明书12页 附图3页

(54)发明名称

一种多晶硅还原尾气的处理装置

(57)摘要

本发明提供一种多晶硅还原尾气的处理装置,包括:洗涤塔,用于对还原尾气进行淋洗处理,并从塔釜输出含硅粉氯硅烷液体,从塔顶输出不凝气;循环泵保护单元,用于去除含硅粉氯硅烷液体中的硅粉和杂质后输出氯硅烷液体;洗涤塔循环泵,用于将氯硅烷液体增压后送回洗涤塔内部参与淋洗工作;除尘单元,用于去除不凝气中的硅粉,得到除尘后的不凝气;多级冷却单元,用于使除尘后的不凝气依次经过多级冷却处理,将其中的氯硅烷全部冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐,同时输出含有杂质氢气;多级活性炭吸附单元,用于使多级冷却单元输出的含有杂质氢气依次经过多级吸附处理,得到纯净的氢气并送往氢气缓冲罐。本发明能够有效去除还原尾气中的硅粉。



1. 一种多晶硅还原尾气的处理装置,所述还原尾气包括氢气、氯硅烷和少量硅粉的混合气,其特征在于,所述处理装置包括:

洗涤塔,用于利用塔内自上而下的氯硅烷淋洗液对所述还原尾气进行淋洗处理,并从塔釜输出含硅粉氯硅烷液体,从塔顶输出不凝气,所述不凝气包括氢气、未被吸收的氯硅烷和硅粉的混合气;

循环泵保护单元,用于去除洗涤塔塔釜输出的含硅粉氯硅烷液体中的硅粉和杂质后输出氯硅烷液体;

洗涤塔循环泵,用于将循环泵保护单元输出的氯硅烷液体增压后经洗涤塔上部的一级喷淋口送入洗涤塔内部参与淋洗工作;

除尘单元,用于去除洗涤塔塔顶输出的不凝气中的硅粉,得到除尘后的不凝气;

多级冷却单元,用于使除尘后的不凝气依次经过多级冷却处理,将除尘后的不凝气中的氯硅烷全部冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐,同时输出含有杂质氢气;

多级活性炭吸附单元,用于使多级冷却单元输出的含有杂质氢气依次经过多级吸附处理,得到纯净的氢气并送往氢气缓冲罐;

所述循环泵保护单元包括两台陶瓷过滤器,所述两台陶瓷过滤器并联连接,且一开一备;

所述除尘单元包括两台除尘器,所述两台除尘器并联连接,且一开一备;

所述处理装置还包括第一输送泵,用于将氯硅烷冷凝液收集罐中的氯硅烷冷凝液增压后经洗涤塔上部的二级喷淋口送入洗涤塔内部参与淋洗工作;

其中,氯硅烷冷凝液收集罐经第一输送泵增压后输出的氯硅烷冷凝液分成五部分,分别为B1部分、B2部分、B3部分、B4部分和B5部分,B1部分进入氯硅烷储罐,这部分用于氯硅烷储罐的液位平衡;B2部分经洗涤塔上部的二级喷淋口进入洗涤塔,以实现二级喷淋,也是带入洗涤塔的第二冷源;B3部分返回氯硅烷冷凝液收集罐;B4部分进入除尘单元中的被切除的除尘器的顶部冲洗口;B5部分进入被切除的陶瓷过滤器的顶部冲洗口。

2. 根据权利要求1所述的处理装置,其特征在于,所述循环泵保护单元还包括第一压差表和第一控制单元,所述第一压差表分别与两台陶瓷过滤器的入口和出口连接,用于测量处于运行状态的陶瓷过滤器的前后压差,所述第一控制单元用于在第一压差表的测量值大于0.1MPa时将处于运行状态的陶瓷过滤器切除,同时将处于备用状态的陶瓷过滤器切换为运行状态。

3. 根据权利要求2所述的处理装置,其特征在于,所述循环泵保护单元还包括液位开关罐,其分别与两台陶瓷过滤器的出口和洗涤塔循环泵的入口连接,液位开关罐上设置有液位开关,用于测量液位开关罐内的液位,所述第一控制单元还用于在液位开关罐内的液位低于70%时使洗涤塔循环泵联锁停车。

4. 根据权利要求3所述的处理装置,其特征在于,所述液位开关罐上还设置有压力表,用于测量液位开关罐内的液体压力,所述第一控制单元还用于在液位开关罐内的液体压力低于0.1MPa时使洗涤塔循环泵联锁停车。

5. 根据权利要求1-4中任一项所述的处理装置,其特征在于,所述洗涤塔的底部设置有竖直的隔离滤网,用于将洗涤塔内的底部区域分隔成喷淋液区和泵抽液区,且洗涤塔循环泵经循环泵保护单元从所述泵抽液区抽取液体;在隔离滤网的上方设置有倾斜的隔离挡

板,所述隔离挡板的一端固定在洗涤塔的内壁上,另一端为自由端且向所述喷淋液区倾斜,用于将洗涤塔内淋洗下来的含硅粉氯硅烷液体导入所述喷淋液区,而进入喷淋液区的含硅粉氯硅烷液体经隔离滤网过滤后进入泵抽液区。

6. 根据权利要求5所述的处理装置,其特征在于,所述隔离滤网的上部设有溢流口,用于在喷淋液区的液位达到预设位置时,通过该溢流口进入泵抽液区。

7. 根据权利要求6所述的处理装置,其特征在于,所述洗涤塔循环泵的出口还通过隔离滤网反冲洗管线与洗涤塔底部的泵抽液区相连,所述隔离滤网反冲洗管线上设置有控制阀,其用于在喷淋液区的液位达到预设位置,且泵抽液区的液位下降,而洗涤塔循环泵运行正常时打开,以利用洗涤塔循环泵输出的增压后的氯硅烷液体对隔离滤网进行反冲洗。

8. 根据权利要求1-4中任一项所述的处理装置,其特征在于,所述除尘单元还包括第二压差表和第二控制单元,所述第二压差表分别与两台除尘器的入口和出口连接,用于测量处于运行状态的除尘器的前后压差,所述第二控制单元用于在第二压差表的测量值大于0.1MPa时将处于运行状态的除尘器切除,同时将处于备用状态的除尘器切换为运行状态。

9. 根据权利要求1-4中任一项所述的处理装置,其特征在于,所述多级冷却单元包括空气冷却器和氟利昂冷却器,所述空气冷却器采用八台,用于对除尘后的不凝气进行冷却处理,将除尘后的不凝气中的大部分氯硅烷冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐,同时输出剩余不凝气至氟利昂冷却器;所述氟利昂冷却器用于对所述剩余不凝气进行冷却处理,将所述剩余不凝气中的其余氯硅烷冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐,同时输出含有杂质氢气。

10. 根据权利要求9所述的处理装置,其特征在于,所述多级冷却单元还包括位于空气冷却器和氟利昂冷却器之间的冷热介质换热器,其用于利用氟利昂冷却器输出的含有杂质氢气的冷量对空气冷却器输出的剩余不凝气进行冷却处理,并将冷却处理过程中冷凝下来的氯硅烷送往氯硅烷冷凝液收集罐。

一种多晶硅还原尾气的处理装置

技术领域

[0001] 本发明涉及多晶硅生产技术领域,具体涉及一种多晶硅还原尾气的处理装置。

背景技术

[0002] 多晶硅是集成电路和光伏发电所采用的关键原材料,是国家新能源开发所必须的原材料。在当下化石能源日益短缺的时代,新型能源的崛起已成为必然趋势。

[0003] 在我国的多晶硅生产过程中,90%的多晶硅生产企业都采用改良西门子法多晶硅生产工艺进行多晶硅的生产,同时采用CDI装置(即尾气干法回收装置)对还原装置产生的尾气(即还原尾气)进行回收处理。具体为,对还原尾气中的氢气及氯硅烷进行分离处理,然后除掉CDI装置分离出来的氢气中含有的杂质,并使其重复进入还原装置中,用于生产使用;将CDI装置分离出来的氯硅烷输送到精馏装置,以将四氯化硅分离出来,并输送至冷氢化或热氢化装置中作为原料,重新生产出三氯氢硅,然后送入还原装置中参与还原反应,而从精馏装置分离出来的三氯氢硅及二氯二氢硅则直接送入还原装置中参与还原反应,以生产多晶硅。

[0004] 在改良西门子法多晶硅生产工艺中,CDI装置的尾气处理流程的特点是,使还原尾气依次经过循环水冷却器、盐水冷却器、氟利昂冷却器进行冷却,从而将大部分氯硅烷冷凝下来,使氢气与氯硅烷分离,分离出来的氢气经氢压机进行压缩处理,压缩后的氢气进入吸收塔洗涤,经-44℃的循环氯硅烷洗涤后再送入活性炭吸附柱中,以吸收氢气中夹杂的少量氯硅烷、HCl、PH₃等,然后送入还原装置中,重复参与生产。吸收塔中洗涤氢气后的循环氯硅烷送入解析塔,将其中HCl、二氯二氢硅、PH₃蒸发后的部分氯硅烷通过泵加压送入吸收塔以循环使用,同时将富余部分氯硅烷输送至精馏工序。

[0005] 发明人发现,采用CDI装置对还原尾气进行处理存在着三大缺陷:

[0006] 一是无法有效除掉还原生产后通过尾气带入CDI装置的硅粉。带入的硅粉将会使CDI装置的塔、泵堵塞、磨损,从而导致设备损坏或系统停车,并会对下游工序造成影响。

[0007] 二是CDI装置能耗偏高。通过对国内一些多晶硅生产企业进行数据统计后发现,在万吨级的多晶硅生产企业中,多晶硅的生产总电耗平均为8.2万度/吨硅,而CDI装置电耗平均占多晶硅生产总电耗的15%,达到1.2万度/吨硅。

[0008] 三是系统庞大、设备庞多,检修、维护困难。万吨级的多晶硅企业的CDI装置,占地面积达到12000m²以上,投资达到2亿元以上,各类塔、泵、换热器、压缩机、冷冻机、槽、罐等设备达到200台之多,且每一套装置损坏,皆可能造成多晶硅生产线局部或全系统停车。

[0009] 以上原因导致多晶硅生产过程中成本上升,系统故障频繁,导致企业竞争力下降。

发明内容

[0010] 本发明所要解决的技术问题是针对现有技术中所存在的上述缺陷,提供一种多晶硅还原尾气的处理装置,能够有效去除还原尾气中的硅粉,大幅度降低还原尾气的处理能耗,大幅缩减还原尾气处理所需设备量。

[0011] 解决本发明技术问题所采用的技术方案是：

[0012] 本发明提供一种多晶硅还原尾气的处理装置，所述还原尾气包括氢气、氯硅烷和少量硅粉的混合气，所述处理装置包括：

[0013] 洗涤塔，用于利用塔内自上而下的氯硅烷淋洗液对所述还原尾气进行淋洗处理，并从塔釜输出含硅粉氯硅烷液体，从塔顶输出不凝气，所述不凝气包括氢气、未被吸收的氯硅烷和硅粉的混合气；

[0014] 循环泵保护单元，用于去除洗涤塔塔釜输出的含硅粉氯硅烷液体中的硅粉和杂质后输出氯硅烷液体；

[0015] 洗涤塔循环泵，用于将循环泵保护单元输出的氯硅烷液体增压后经洗涤塔上部的一级喷淋口送入洗涤塔内部参与淋洗工作；

[0016] 除尘单元，用于去除洗涤塔塔顶输出的不凝气中的硅粉，得到除尘后的不凝气；

[0017] 多级冷却单元，用于使除尘后的不凝气依次经过多级冷却处理，将除尘后的不凝气中的氯硅烷全部冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐，同时输出含有杂质氢气；

[0018] 多级活性炭吸附单元，用于使多级冷却单元输出的含有杂质氢气依次经过多级吸附处理，得到纯净的氢气并送往氢气缓冲罐。

[0019] 可选地，所述循环泵保护单元包括第一压差表、第一控制单元和两台陶瓷过滤器，所述两台陶瓷过滤器并联连接，且一开一备，所述第一压差表分别与两台陶瓷过滤器的入口和出口连接，用于测量处于运行状态的陶瓷过滤器的前后压差，所述第一控制单元用于在第一压差表的测量值大于0.1MPa时将处于运行状态的陶瓷过滤器切除，同时将处于备用状态的陶瓷过滤器切换为运行状态。

[0020] 可选地，所述循环泵保护单元还包括液位开关罐，其分别与两台陶瓷过滤器的出口和洗涤塔循环泵的入口连接，液位开关罐上设置有液位开关，用于测量液位开关罐内的液位，所述第一控制单元还用于在液位开关罐内的液位低于70%时使洗涤塔循环泵联锁停车。

[0021] 可选地，所述液位开关罐上还设置有压力表，用于测量液位开关罐内的液体压力，所述第一控制单元还用于在液位开关罐内的液体压力低于0.1MPa时使洗涤塔循环泵联锁停车。

[0022] 可选地，所述洗涤塔的底部设置有竖直的隔离滤网，用于将洗涤塔内的底部区域分隔成喷淋液区和泵抽液区，且洗涤塔循环泵经循环泵保护单元从所述泵抽液区抽取液体；在隔离滤网的上方设置有倾斜的隔离挡板，所述隔离挡板的一端固定在洗涤塔的内壁上，另一端为自由端且向所述喷淋液区倾斜，用于将洗涤塔内淋洗下来的含硅粉氯硅烷液体导入所述喷淋液区，而进入喷淋液区的含硅粉氯硅烷液体经隔离滤网过滤后进入泵抽液区。

[0023] 可选地，所述隔离滤网的上部设有溢流口，用于在喷淋液区的液位达到预设位置时，通过该溢流口进入泵抽液区。

[0024] 可选地，所述洗涤塔循环泵的出口还通过隔离滤网反冲洗管线与洗涤塔底部的泵抽液区相连，所述隔离滤网反冲洗管线上设置有控制阀，其用于在喷淋液区的液位达到预设位置，且泵抽液区的液位下降，而洗涤塔循环泵运行正常时打开，以利用洗涤塔循环泵输出的增压后的氯硅烷液体对隔离滤网进行反冲洗。

[0025] 可选地,所述除尘单元包括第二压差表、第二控制单元和两台除尘器,所述两台除尘器并联连接,且一开一备,所述第二压差表分别与两台除尘器的入口和出口连接,用于测量处于运行状态的除尘器的前后压差,所述第二控制单元用于在第二压差表的测量值大于0.1MPa时将处于运行状态的除尘器切除,同时将处于备用状态的除尘器切换为运行状态。

[0026] 可选地,所述多级冷却单元包括空气冷却器和氟利昂冷却器,所述空气冷却器采用八台,用于对除尘后的不凝气进行冷却处理,将除尘后的不凝气中的大部分氯硅烷冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐,同时输出剩余不凝气至氟利昂冷却器;所述氟利昂冷却器用于对所述剩余不凝气进行冷却处理,将所述剩余不凝气中的其余氯硅烷冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐,同时输出含有杂质氢气。

[0027] 可选地,所述多级冷却单元还包括位于空气冷却器和氟利昂冷却器之间的冷热介质换热器,其用于利用氟利昂冷却器输出的含有杂质氢气的冷量对空气冷却器输出的剩余不凝气进行冷却处理,并将冷却处理过程中冷凝下来的氯硅烷送往氯硅烷冷凝液收集罐。

[0028] 可选地,所述处理装置还包括第一输送泵,用于将氯硅烷冷凝液收集罐中的氯硅烷冷凝液增压后经洗涤塔上部的二级喷淋口送入洗涤塔内部参与淋洗工作。

[0029] 有益效果:

[0030] 本发明所述多晶硅还原尾气的处理装置,能够在保障分离出的氢气质量的情况下,将还原尾气带入的硅粉进行有效处理,大幅度降低还原尾气的处理能耗,将还原尾气处理装置的设备量大幅缩减,减少系统检修、维护的难度,还能够在新企业建设时大幅减少投资额度,为企业创造更高的经济效益。

附图说明

[0031] 图1为本发明实施例提供的多晶硅还原尾气的处理装置的结构示意图;

[0032] 图2为图1中洗涤塔循环泵保护单元的结构示意图;

[0033] 图3为图1中洗涤塔的结构示意图;

[0034] 图4为图1中活性炭吸附柱的结构示意图。

[0035] 图中:1—还原尾气;2—洗涤塔;3—洗涤塔排渣口;4—洗涤塔循环泵;5—除尘单元;6—空气冷却器;7—冷热介质换热器;8—氟利昂冷却器;9—液态氟利昂入口;10—气态氟利昂出口;11—第一输送泵;12—氯硅烷冷凝液收集罐;13—氯硅烷储罐;14—第二输送泵;15—精馏工序;16—氢气压缩机;17—7℃水换热器;18—7℃水上水口;19—7℃水回水口;20—第一级活性炭吸附柱;21—第二级活性炭吸附柱;22—第三级活性炭吸附柱;23—第四级活性炭吸附柱;24—吸附柱再生吹扫氢气入口;25—吸附柱再生吹扫氢气出口;26—7℃水入口;27—7℃水出口;28—1.2MPa饱和蒸汽入口;29—1.2MPa饱和蒸汽冷凝液出口;30—蒸汽疏水阀;31—氢气缓冲罐;32—还原工序;33—含硅粉氯硅烷液体;34—陶瓷滤芯;35—陶瓷过滤器;36—反洗陶瓷滤芯排渣口;37—第一压差表;38—液位开关罐;39—液位开关;40—压力表;41—反洗陶瓷滤芯冲洗管线;42—隔离滤网反冲洗管线;43—隔离滤网;44—隔离挡板;45—循环泵保护单元;46—一级喷淋口;47—二级喷淋口;48—不凝气;49—除尘后的不凝气;50—空冷后的不凝气;51—换热后降温的不凝气;52—氟利昂冷却后的含有杂质氢气;53—换热后升温的含有杂质氢气;54—升压后含有杂质氢气;55—降温后含有杂质氢气;56—纯氢气。

具体实施方式

[0036] 为使本领域技术人员更好地理解本发明的技术方案,下面结合附图和实施例对本发明作进一步详细描述。

[0037] 本发明实施例提供一种多晶硅还原尾气的处理装置,主要涉及多晶硅生产工艺的研究及装置在多晶硅生产中的应用。所述还原尾气的温度为130℃左右,压力为0.45MPa,其包括氢气、氯硅烷和少量硅粉的混合气,所述氯硅烷包括三氯氢硅、四氯化硅和二氯二氢硅。其中,硅粉在还原尾气中的体积百分比仅为0.1%,虽然占比小,但是对多晶硅生产工艺的影响较大,应该予以去除;当然,所述混合气中还会含有少量的HCl(氯化氢)和PH₃(磷化氢)等杂质。

[0038] 需要说明的是,本发明中出现的“少量”指的是含量极少,在本领域中一般认为HCl的体积百分比小于0.1%,PH₃的体积百分比小于50PPM就属于少量的范畴。本发明中出现的“左右”指的是在基础值上加减预设数量的单位,例如130℃左右,假设预设数量的单位为5个单位,则指的是125℃~135℃,或者说,指的是130℃±第一预设温度值;再例如85%左右,假设预设数量的单位为3个单位,则指的是82%~88%,或者说,指的是85%±第一预设百分比。至于各数值对应的预设数量的单位,可由本领域技术人员根据实际情况进行设定。

[0039] 如图1所示,所述处理装置包括:

[0040] 洗涤塔2,用于利用塔内自上而下的氯硅烷淋洗液对所述还原尾气1进行淋洗处理,并从塔釜输出含硅粉氯硅烷液体33,从塔顶输出不凝气48;所述含硅粉氯硅烷液体33包括硅粉和氯硅烷的混合液,以及少量杂质(如HCl、PH₃);所述不凝气48包括氢气、未被吸收的氯硅烷和硅粉的混合气,以及少量杂质(如HCl、PH₃);

[0041] 循环泵保护单元45,用于去除洗涤塔2塔釜输出的含硅粉氯硅烷液体33中的硅粉和杂质后输出氯硅烷液体,所述氯硅烷液体中几乎不含硅粉和杂质,即为较纯净的液态氯硅烷;

[0042] 洗涤塔循环泵4,用于将循环泵保护单元45输出的氯硅烷液体增压后经洗涤塔2上部的一级喷淋口46送入洗涤塔2内部作为淋洗液参与淋洗工作;

[0043] 除尘单元5,用于去除洗涤塔2塔顶输出的不凝气48中的硅粉,得到除尘后的不凝气49;由于硅粉已被除尘单元5去除,故所述除尘后的不凝气49包括氢气和未被吸收的氯硅烷的混合气,以及少量杂质(如HCl、PH₃);

[0044] 多级冷却单元,用于使除尘后的不凝气49依次经过多级冷却处理,将除尘后的不凝气49中的氯硅烷全部冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐12,同时输出含有少量杂质(如HCl、PH₃、氯硅烷)的氢气;

[0045] 多级活性炭吸附单元,用于使多级冷却单元输出的含有少量杂质的氢气依次经过多级吸附处理,将氢气中混合的杂质全部去除,得到纯净的氢气56并送往氢气缓冲罐31。

[0046] 本实施例中,为防止进入洗涤塔2内的氯硅烷淋洗液的量过大,可以将洗涤塔循环泵4输出的增压后的氯硅烷液体中除了经一级喷淋口送入洗涤塔内部以外的部分送往氯硅烷储罐13;同时,也可以将氯硅烷冷凝液收集罐12中的氯硅烷冷凝液送往氯硅烷储罐13。而氯硅烷储罐13内的液态氯硅烷可通过第二输送泵14输送至下游的精馏工序15,利用精馏装置对二氯二氢硅、三氯氢硅和四氯化硅进行分离处理后可进行重复利用。此外,氢气缓冲罐31内的纯净氢气可输送至上游的还原工序32,使纯净的氢气在还原装置中参与还原反应,

以生产电子级多晶硅。其中,第二输送泵14输出的液体氯硅烷的压力范围为1.0~1.5MPa。

[0047] 可见,经过前述设备的处理,既能够将还原尾气1中的硅粉有效去除(利用除尘单元和循环泵保护单元实现),又能将还原尾气中的氢气和氯硅烷良好分离,且分离出的氢气经多级活性炭吸附单元吸附处理后得到的纯净氢气可送至上游还原工序参与还原反应;分离出的氯硅烷(包括氯硅烷冷凝液和氯硅烷液体)可送至下游精馏工序,经分离处理后重复利用。而且,参与处理的设备量很少,能耗较低,故而生产成本及检修、维护成本均较低。

[0048] 如图2所示,所述循环泵保护单元45包括第一压差表37、第一控制单元(图中未示出)和两台陶瓷过滤器35,所述两台陶瓷过滤器35并联连接,且一开一备,即一台处于运行状态,另一台处于备用状态。

[0049] 所述陶瓷过滤器35内部设有精密型的陶瓷滤芯,能够有效过滤洗涤塔2塔釜输出的含硅粉氯硅烷液体33中99%以上的粒度大于1 μ m(或大于1300目)的硅粉和杂质,从洗涤塔2塔釜输出的含硅粉氯硅烷液体33从处于运行状态的陶瓷过滤器35的下部进入,自下而上经陶瓷滤芯34的过滤处理后,从陶瓷过滤器35的顶部输出较纯净的氯硅烷液体,再送至洗涤塔循环泵4进行增加处理,从而有效保护了的洗涤塔循环泵4的平稳运行,避免杂质对泵的磨损。

[0050] 所述第一压差表37分别与两台陶瓷过滤器35的入口和出口连接,即设置在两台陶瓷过滤器35前后,用于测量处于运行状态的陶瓷过滤器35的前后压差,所述第一控制单元用于在第一压差表37的测量值大于0.1MPa时将处于运行状态的陶瓷过滤器35切除,同时将处于备用状态的陶瓷过滤器35切换为运行状态,从而及时切换掉运行的陶瓷过滤器35,避免因阻力过大而导致的工作介质通过量低、触发联锁,以及引起洗涤塔循环泵4跳停的现象发生。

[0051] 在处于运行状态的陶瓷过滤器35被切除(即切换隔离)后,为了使其满足备用状态所需条件,从而恢复为备用状态,如图2所示,可以利用第一输送泵11使氯硅烷冷凝液收集罐12中的部分氯硅烷冷凝液经反洗陶瓷滤芯冲洗管线41进入陶瓷过滤器35的顶部冲洗口,自上而下对陶瓷滤芯34进行反冲洗,冲洗后形成的富含硅粉的氯硅烷液体经陶瓷过滤器35底部的反洗陶瓷滤芯排渣口36送至下游的渣浆处理工序(图中未示出)。

[0052] 此外,所述循环泵保护单元45还包括液位开关罐38,其分别与两台陶瓷过滤器35的出口和洗涤塔循环泵4的入口连接,即位于两台陶瓷过滤器35之后、洗涤塔循环泵4之前。

[0053] 可以对洗涤塔循环泵4设置液位联锁保护,使洗涤塔循环泵4与液位开关罐38的低液位联锁。具体地,液位开关罐38上设置有液位开关39,用于测量液位开关罐38内的液位,所述第一控制单元还用于在液位开关罐38内的液位低于70%时使洗涤塔循环泵4联锁停车,从而有效保护泵的安全运行,避免因液位不足而导致泵过热烧坏。

[0054] 还可以对洗涤塔循环泵4设置压力联锁保护,使洗涤塔循环泵4与液位开关罐38内的液体压力远传联锁。具体地,所述液位开关罐38上还设置有压力表40,用于测量液位开关罐38内的液体压力,所述第一控制单元还用于在液位开关罐38内的液体压力低于0.1MPa时使洗涤塔循环泵4联锁停车,从而有效保护泵的安全运行,避免因液位不足而导致泵过热烧坏。

[0055] 本实施例中,循环泵保护单元45主要针对工作介质为富含杂质的流体,且泵体对工作介质要求较高的情况,由于一般情况下洗涤塔循环泵4都采用屏蔽泵,硅粉含量过高会

对屏蔽泵造成较大磨损,因此适用本设备。具体地,通过循环泵保护单元45中的陶瓷过滤器35有效去除洗涤塔2塔釜输出的含硅粉氯硅烷液体33中的硅粉和杂质,从而对洗涤塔循环泵4进行保护,避免富含硅粉的液态氯硅烷磨损泵。

[0056] 公知的是,硅的密度为 $2.33\text{g}/\text{cm}^3$,氯硅烷的平均密度为 $1.4\text{g}/\text{cm}^3$,可见,硅的密度大于氯硅烷的平均密度。因此,在洗涤塔2内利用自上而下的氯硅烷淋洗液对还原尾气1进行淋洗后,含硅粉的氯硅烷液体会迅速沉入洗涤塔底部,比较容易与不凝气分离。

[0057] 而且,经过洗涤塔循环泵4将循环泵保护单元45输出的氯硅烷液体增压后再经洗涤塔2上部的一级喷淋口46送入洗涤塔2内部作为淋洗液参与淋洗工作,能够将还原尾气中80%左右的硅粉喷淋洗涤下来,再通过间歇排渣,可以将积攒在洗涤塔2底部的富含硅粉的氯硅烷液体输送至下游的渣浆工序(图中未示出)进行处理;在氯硅烷淋洗液对还原尾气进行淋洗的同时,还向还原尾气输入了冷量,使还原尾气在淋洗的过程中得以降温。

[0058] 如图3所示,所述洗涤塔2的底部设置有竖直的隔离滤网43,用于将洗涤塔内的底部区域分隔成喷淋液区(位于图2中隔离滤网43左侧的区域)和泵抽液区(位于图2中隔离滤网43右侧的区域),且洗涤塔循环泵4经循环泵保护单元45从所述泵抽液区抽取液体;在隔离滤网43的上方设置有倾斜的隔离挡板44,所述隔离挡板44的一端固定在洗涤塔2的内壁上,另一端为自由端且向所述喷淋液区倾斜,其倾斜角度为与水平面夹 40° 角,用于将洗涤塔2内淋洗下来的含硅粉氯硅烷液体导入所述喷淋液区,而进入喷淋液区的含硅粉氯硅烷液体经隔离滤网43过滤后进入泵抽液区。喷淋液区和泵抽液区的底部都设有洗涤塔排渣口3,可通过定期排渣将这两个区积攒的富含硅粉的氯硅烷液体输送至下游的渣浆工序。

[0059] 所述隔离滤网43为多层60目的滤网,从而使喷淋液区内的含硅粉氯硅烷液体中绝大部分直径大于 0.3mm 的硅粉颗粒过滤后,再进入泵抽液区,至于具体的层数可由本领域技术人员根据实际情况决定。

[0060] 所述隔离滤网43的上部设有溢流口(图中未示出),用于在喷淋液区的液位达到预设位置时,通过该溢流口进入泵抽液区,以避免因泵抽液区缺液而导致泵抽空。当然,所述溢流口底部的高度与所述预设位置的高度齐平。所述预设位置可以为喷淋液区高度的80%位置处,即喷淋液区的液位达到80%后,将通过隔离滤网43上部溢流口进入泵抽液区。

[0061] 所述洗涤塔循环泵4的出口还通过隔离滤网反冲洗管线42与洗涤塔2底部的泵抽液区相连,所述隔离滤网反冲洗管线42上设置有控制阀,当喷淋液区的液位达到预设位置(可以为喷淋液区高度的80%位置处),且泵抽液区的液位下降,而洗涤塔循环泵4运行正常,说明隔离滤网43出现硅粉堵塞现象,此时打开控制阀使隔离滤网反冲洗管线42导通,就可利用洗涤塔循环泵4输出的增压后的氯硅烷液体对隔离滤网43进行反冲洗,以冲掉隔离滤网43上的硅粉。

[0062] 经前述描述可知,洗涤塔循环泵4输出的增压后的氯硅烷液体(压力范围为 $1.0\sim 1.5\text{MPa}$)可以分成三部分,分别为A1部分、A2部分和A3部分(如图1所示)。其中,A1部分通过隔离滤网反冲洗管线42进入洗涤塔2底部的泵抽液区,这部分仅在隔离滤网被硅粉堵塞时才开启投用,且投用时的流量可设定为10吨/小时,一旦隔离滤网的堵塞现象消除后,即可关闭;A2部分进入氯硅烷储罐13,这部分的流量可控制为130吨/小时;A3部分经洗涤塔2上部的一级喷淋口46进入洗涤塔2,这部分的流量可根据多晶硅生产工况进行调整,常规情况下可设定为100吨/小时。

[0063] 本实施例中,所述除尘单元5用于将还原尾气中未被洗涤塔2洗涤下来的硅粉进一步有效去除,其包括第二压差表、第二控制单元和两台除尘器,所述两台除尘器并联连接,且一开一备,即一台处于运行状态,另一台处于备用状态。

[0064] 所述除尘器内部设有筒形的不锈钢网状滤芯(即致密的钢丝筒),能够有效过滤洗涤塔2塔顶输出的不凝气48中99.5%以上的大于1000目的硅粉,同时能将该不凝气中夹带的液滴一起拦截下来,从洗涤塔2塔顶输出的不凝气48从处于运行状态的除尘器下部进入,自下而上经除尘器的过滤处理后,从除尘器的顶部输出除尘后的不凝气49,其中包含的硅粉含量极少(0.5%以下)、粒径极小,因而能够保障后续工序生产正常。

[0065] 所述第二压差表分别与两台除尘器的入口和出口连接,用于测量处于运行状态的除尘器的前后压差,所述第二控制单元用于在第二压差表的测量值大于0.1MPa时将处于运行状态的除尘器切除,同时将处于备用状态的除尘器切换为运行状态。

[0066] 处于运行状态的除尘器被切除(即切换隔离)后,为了使其满足备用状态所需条件,从而恢复为备用状态,可以利用第一输送泵11使氯硅烷冷凝液收集罐12中的部分氯硅烷冷凝液进入除尘器的顶部冲洗口,自上而下对除尘器的滤芯进行反冲洗,冲洗后形成的携带有硅粉的氯硅烷液体(其相比于洗涤塔2塔釜输出的含硅粉氯硅烷液体33,硅粉含量少很多)可送至洗涤塔2回收。

[0067] 如图1所示,第一输送泵11还可用于将氯硅烷冷凝液收集罐12中的氯硅烷冷凝液增压后经洗涤塔上部的二级喷淋口47送入洗涤塔内部作为淋洗液参与淋洗工作,为防止进入洗涤塔2内的氯硅烷淋洗液的量过大,可以使氯硅烷冷凝液收集罐12中的部分氯硅烷冷凝液送入洗涤塔2内部,另一部分氯硅烷冷凝液送入氯硅烷储罐13,其余部分氯硅烷冷凝液返回氯硅烷冷凝液收集罐12。

[0068] 本实施例中,洗涤塔循环泵4将循环泵保护单元45输出的(部分)氯硅烷液体增压后再经洗涤塔2上部的一级喷淋口46送入洗涤塔2内部,第一输送泵11将氯硅烷冷凝液收集罐12输出的(部分)氯硅烷冷凝液增加后再经洗涤塔2上部的二级喷淋口47送入洗涤塔2内部,使这两部分液态的氯硅烷作为淋洗液参与淋洗工作,从而将还原尾气中95%左右的硅粉喷淋洗涤下来,仅有5%左右的硅粉作为不凝气从洗涤塔2塔顶输出,同时还原尾气中60%的氯硅烷被淋洗下来,混入淋洗液中后从洗涤塔2塔釜输出。而且,从一级喷淋口46和二级喷淋口47进入洗涤塔2的淋洗液在对还原尾气进行淋洗的同时,还向还原尾气输入了冷量,使还原尾气在洗涤塔中由130℃左右降至70℃左右,故洗涤塔2塔顶输出的不凝气48和除尘单元5输出的除尘后的不凝气49的温度均为70℃左右。可以看出,二级喷淋在一级喷淋基础上对还原尾气进行了冷量补充,如果没有设置二级喷淋,相对而言,从洗涤塔2塔顶输出的不凝气的温度会上升,从而会加大空气冷却器6和氟利昂冷却器8的负荷。

[0069] 如图1所示,所述多级冷却单元包括空气冷却器6和氟利昂冷却器8,所述空气冷却器6采用八台,由其下部的风机提供动力并利用空气提供冷量,用于对温度为70℃左右的除尘后的不凝气49进行冷却处理,将除尘后的不凝气49中的大部分氯硅烷(85%左右)冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐12,同时输出温度为40℃左右的剩余不凝气至氟利昂冷却器8,故空气冷却器6为除尘后的不凝气49的冷凝过程提供85%左右的冷量。所述氟利昂冷却器8用于对所述剩余不凝气进行冷却处理(即深冷处理),将所述剩余不凝气中的其余氯硅烷(15%左右)冷凝下来并送往氯硅烷冷凝液收集罐12,同时输出含有杂质氢气,其中约有

99.8%的氢气,仅含有少量的氯硅烷、HCl和PH₃等杂质,故氟利昂冷却器8为除尘后的不凝气49的冷凝过程提供15%左右的冷量。如图1所示,氟利昂冷却器8上还设有液态氟利昂入口9和气态氟利昂出口10,低温的液态氟利昂通过所述入口9进入氟利昂冷却器8后,与所述剩余不凝气进行换热,冷量被所述剩余不凝气利用后变为气态氟利昂并从所述出口10输出。

[0070] 为充分回收冷量,节能降耗,在空气冷却器6后、氟利昂冷却器8前,设置一台冷热介质换热器7,其能够将空气冷却器6输出的气体与氟利昂冷却器8输出的气体进行换热。因此,较优地,所述多级冷却单元还包括位于空气冷却器6和氟利昂冷却器8之间的冷热介质换热器7,其用于利用氟利昂冷却器8输出的含有杂质氢气的冷量对空气冷却器6输出的空冷后的不凝气进行冷却处理,并将冷却处理过程中冷凝下来的氯硅烷送往氯硅烷冷凝液收集罐12。

[0071] 具体地,空气冷却器6对温度为70℃左右的除尘后的不凝气49进行冷却处理后,输出温度为40℃左右的空冷后的不凝气50至冷热介质换热器7的管程,同时将85%左右的氯硅烷冷凝下来;冷热介质换热器7利用氟利昂冷却器8输出的气体的冷量对空冷后的不凝气50进行换热(降温)处理,从其管程输出温度为-10℃左右的换热后降温的不凝气51至氟利昂冷却器8,同时又冷凝下来部分氯硅烷,冷热介质换热器7冷凝下来的氯硅烷相比于空气冷却器6和氟利昂冷却器8要少很多;氟利昂冷却器8对换热后降温的不凝气51进行深冷处理后,将15%左右的氯硅烷冷凝下来,此时除尘后的不凝气49中99.8%的氯硅烷已被冷凝下来,然后输出温度为-44℃左右的氟利昂冷却后的含有杂质氢气52至冷热介质换热器7的壳程;氟利昂冷却后的含有杂质氢气52在冷热介质换热器7中换热后形成10℃左右的换热后升温的含有杂质氢气53并从冷热介质换热器7的壳程输出。而空气冷却器6、冷热介质换热器7和氟利昂冷却器8冷凝下来的氯硅烷冷凝液均送入氯硅烷冷凝液收集罐12。

[0072] 经前述描述可知,氯硅烷冷凝液收集罐12经第一输送泵11增压后输出的氯硅烷冷凝液(压力范围为1.0~1.5MPa)可以分成五部分,分别为B1部分、B2部分、B3部分、B4部分和B5部分(如图1所示)。其中,B1部分进入氯硅烷储罐13,这部分用于氯硅烷储罐13的液位平衡,流量应控制在40吨/小时,实际上这部分是可以关闭的;B2部分经洗涤塔2上部的二级喷淋口47进入洗涤塔2,以实现二级喷淋,也是带入洗涤塔2的第二冷源(第一冷源为一级喷淋),流量应控制在40吨/小时;B3部分返回氯硅烷冷凝液收集罐12,这部分所在管线为备用管线,一般情况下可以不用;B4部分进入除尘单元5中的被切除的除尘器的顶部冲洗口,这部分仅在除尘器被切除后才开启投用,且投用时的流量可设定为10吨/小时,一旦被切除的除尘器恢复为备用状态后,即可关闭;B5部分进入被切除的陶瓷过滤器35的顶部冲洗口,这部分仅在陶瓷过滤器被切除后才开启投用,且投用时的流量可设定为10吨/小时,一旦被切除的陶瓷过滤器恢复为备用状态后,即可关闭。

[0073] 如图1所示,多级冷却单元输出的含有杂质氢气(即前述换热后升温的含有杂质氢气53)在进入多级活性炭吸附单元之前,为了更好地满足活性炭吸附柱的工作要求以获得更好的吸附效果,可以使所述含有杂质氢气先经过氢气压缩机16和液体介质换热器的处理。因此,较优地,所述处理装置还包括氢气压缩机16和液体介质换热器,所述氢气压缩机16用于对所述含有杂质氢气进行压缩提压,得到升压后含有杂质氢气54;所述液体介质换热器用于对所述升压后含有杂质氢气54进行冷却处理,得到降温后含有杂质氢气55,然后

再将所述降温后含有杂质氢气55送入多级活性炭吸附单元进行吸附处理。

[0074] 其中,液体介质换热器可采用7℃水换热器17。如图1所示,7℃水换热器17上还设有7℃水上水口18和7℃水回水口19。

[0075] 具体地,从冷热介质换热器7的壳程输出的所述含有杂质氢气(即前述换热后升温的含有杂质氢气53)的温度为10℃左右,压力为0.45MPa,经氢气压缩机16的压缩提压,将其压力提至1.8MPa,其温度也由于压缩作用而上升,同时被氢气压缩机16自带的循环水换热器冷却至30℃左右,从而得到温度为30℃左右、压力为1.8MPa的升压后含有杂质氢气54。所述升压后含有杂质氢气54经7℃水换热器17的冷却处理,得到温度为10℃左右、压力为1.8MPa的降温后含有杂质氢气55。

[0076] 如图1所示,本实施例中,所述多级活性炭吸附单元包括串联的四级活性炭吸附柱,分别为第一级活性炭吸附柱20、第二级活性炭吸附柱21、第三级活性炭吸附柱22和第四级活性炭吸附柱24。其中,每级活性炭吸附柱均包括两个活性炭吸附柱,且一开一备,即一个处于运行状态,另一个处于备用状态。具体地,所述处理装置还包括计时单元和第三控制单元,所述计时单元用于计量处于运行状态的活性炭吸附柱累计工作时间,所述第三控制单元用于当处于运行状态的活性炭吸附柱累计工作满12小时将其切除,同时将处于备用状态的活性炭吸附柱切换为运行状态,从而实现自动切换备用的活性炭吸附柱为工作状态,以保证吸附过程高效、连续进行。

[0077] 对于处于运行状态的活性炭吸附柱,为保证吸附效果,避免因吸附过程发生的放热反应大量放热而使活性炭温度快速上升,造成吸附效果变差,在活性炭吸附柱进入工作阶段前,可利用7℃水将活性炭的温度降至10℃左右(进入多级活性炭吸附单元的降温后含有杂质氢气55的温度也是10℃左右),并在活性炭吸附柱的工作阶段持续通入7℃水,以带走吸附过程产生的热量。具体地,活性炭吸附柱的下部设有7℃水入口26、上部设有7℃水出口27,打开7℃水入口26和7℃水出口27所在管线上的阀门,自下而上向活性炭吸附柱通入7℃水,能够将活性炭吸附柱中由于吸附反应而产生的热量带走,并从活性炭吸附柱上部的7℃水出口27送出,以免活性炭吸附柱在工作过程中升温过快。

[0078] 对于被切除的活性炭吸附柱,为了使其满足备用状态所需条件,从而恢复为备用状态,需要对其进行再生处理。具体地,活性炭吸附柱的顶部设有与氢气缓冲罐31相连的吸附柱再生吹扫氢气入口24、底部设有与下游的氢气回收处理工序(图中未示出)相连的吸附柱再生吹扫氢气出口25,活性炭吸附柱的上部设有1.2MPa饱和蒸汽入口28、下部设有1.2MPa饱和蒸汽冷凝液出口29,当需要进行再生处理时,关闭7℃水入口26和7℃水出口27所在管线上的阀门,打开1.2MPa饱和蒸汽入口28和1.2MPa饱和蒸汽冷凝液出口29所在管线上的阀门,自上而下向处于再生状态的活性炭吸附柱通入1.2MPa饱和蒸汽,将活性炭吸附柱的压力由1.8MPa泄压至0.05MPa,并通过饱和蒸汽的热量对活性炭吸附柱进行加热再生,使其上吸附的少量杂质(如氯硅烷、HCl、PH₃)被加热,这些杂质在吸收了足够的热量后会脱离活性炭吸附柱,与此同时需打开氢气缓冲罐31至吸附柱再生吹扫氢气入口24的管线上的阀门以及吸附柱再生吹扫氢气出口25至氢气回收处理工序管线上的阀门,利用氢气缓冲罐31中储存的氢气自上而下对活性炭吸附柱进行吹扫,且吹扫量控制在500Nm³/h,使脱离了活性炭吸附柱的杂质随着吹扫氢气进入到下游的氢气回收处理工序。

[0079] 依次经过前述四级活性炭吸附柱的吸附处理,有效去除了氢气(即前述降温后含

有杂质氢气55)中的少量氯硅烷、HCl,以及物理性质与HCl极为相似的且会导致生产的多晶硅品质下降的PH₃,并得到较为纯净的纯氢气56,从而保证了氢气的品质,满足下游还原工序32生产电子级多晶硅。

[0080] 下面,以年产量为3万吨的多晶生产装置为例,详细描述本实施例所述还原尾气处理装置的工艺流程:

[0081] 一、还原尾气洗涤塔部分

[0082] 自还原装置输出的压力为0.5MPa、温度为130℃左右的还原尾气,其中含有9.4吨/小时氢气,68吨/小时四氯化硅,88.4吨/小时三氯氢硅,13.6吨/小时二氯二氢硅的混合气,总量为179.4吨/小时。

[0083] 还原尾气从洗涤塔2下部进入,经过洗涤塔循环泵4的一级喷淋洗涤,以及第一输送泵11的二级喷淋洗涤,在洗涤塔2内将还原尾气中95%的硅粉除掉,以及将还原尾气中60%的氯硅烷淋洗下来,混入喷淋液中,同时将还原尾气的温度降至70℃左右,从塔顶输出不凝气48,并进入除尘单元5。

[0084] 从洗涤塔2塔顶输出的温度为70℃左右的不凝气48进入除尘单元,在除尘单元的除尘器内将不凝气48中未被洗涤下来的硅粉进一步有效除掉,将99.5%以上大于1000目的硅粉除掉。

[0085] 洗涤塔循环泵4从洗涤塔2底部抽取含硅粉氯硅烷液体33,含硅粉氯硅烷液体33先进入陶瓷过滤器35,其使用精密型的陶瓷滤芯34,可有效过滤99%以上的粒度>1μm(或大于1300目)的杂质;过滤后的氯硅烷液体从陶瓷过滤器35出来后进入液位开关罐38,然后进入洗涤塔循环泵4,经泵提压后,经洗涤塔2上部的一级喷淋口46进入洗涤塔2内对还原尾气进行一级喷淋洗涤。根据洗涤塔2内的液位情况,控制洗涤塔循环泵4输出的约130吨/小时氯硅烷液体采出至氯硅烷储罐13。

[0086] 氯硅烷冷凝液收集罐12经第一输送泵11输出40吨/小时的氯硅烷冷凝液,通过洗涤塔2上部的二级喷淋口47进入洗涤塔2内对还原尾气进行二级喷淋洗涤。根据氯硅烷冷凝液收集罐的液位情况,将其中富余的约40吨/小时的氯硅烷冷凝液采出至氯硅烷储罐13。而氯硅烷储罐13中的氯硅烷液体经后续的精馏工序15处理,对二氯二氢硅、三氯氢硅和四氯化硅进行分离重复利用。

[0087] 除尘单元5中的两台除尘器一开一备,当除尘器前后压差大于0.1MPa时,及时切换除尘器,将除尘器切换隔离后,通过第一输送泵11从氯硅烷冷凝液收集罐12引来氯硅烷冷凝液对除尘器的滤芯进行反冲洗,冲洗后得到的携带有硅粉的氯硅烷液体输送至洗涤塔2回收。

[0088] 洗涤塔2底部的喷淋液区与泵抽液区底部的洗涤塔排渣口3定期打开,排放富含硅渣的氯硅烷,以除掉沉积下来的硅粉,输送至下游渣浆处理工序。

[0089] 洗涤塔2的底部固定有隔离滤网43,将洗涤塔内的底部区域分隔成喷淋液区和泵抽液区,隔离滤网43的上方设置有倾斜40度的隔离挡板44,将洗涤塔2内淋洗下来的含硅粉氯硅烷液体导入所述喷淋液区,再经多层60目的隔离滤网43,将大部分直径大于0.3mm的硅粉颗粒过滤后,进入泵抽液区。当喷淋液区的液位达到80%后,将超过隔离滤网43上部溢流口,并溢流到泵抽液区,避免因泵抽液区缺液而导致泵抽空。当喷淋液区液位达到80%,且泵抽液区液位下降,而泵运行正常时,说明隔离滤网43存在硅粉堵塞现象,此时可打开隔

离滤网反冲洗管线42上的控制阀,利用洗涤塔循环泵4输出的增压后的氯硅烷液体对隔离滤网43进行反冲洗。

[0090] 二、降温、深冷部分

[0091] 从除尘单元5输出的温度为70℃左右的除尘后的不凝气49进入八台空气冷却器6,通过风机进行降温,将除尘后的不凝气49的温度降至40℃以下,在空气冷却器6中冷凝下来的氯硅烷送至氯硅烷冷凝液收集罐12中。

[0092] 从空气冷却器6输出的空冷后的不凝气50,进入到冷热介质换热器7,与出氟利昂冷却器8输出的气体进行换热,从管程输出-10℃左右的换热后降温的不凝气51,在冷热介质换热器7中冷凝下来的氯硅烷也送至氯硅烷冷凝液收集罐12中。

[0093] 从冷热介质换热器7管程输出的换热后降温的不凝气51进入到氟利昂冷却器8中,通过壳程的氟利昂蒸发吸收热量,将气体51温度降至-44℃左右,从而将99.8%的氯硅烷冷凝下来,并输出氟利昂冷却后的含有杂质氢气52至冷热介质换热器7的壳程,然后从冷热介质换热器7的壳程输出换热后升温的含有杂质氢气53,在氟利昂冷却器8中冷凝下来的氯硅烷也送至氯硅烷冷凝液收集罐12中。此时气体53的组成约为99.8%的氢气,仅含少量的氯硅烷、HCl和PH₃。

[0094] 三、压缩、冷却部分

[0095] 从冷热介质换热器7的壳程输出的换热后升温的含有杂质氢气53的温度为10℃左右,压力0.45MPa,然后进入到氢气压缩机16,利用氢气压缩机16对氢气53进行压缩提压,将氢气53提压至1.8MPa,氢气53由于压缩作用温度上升,被压缩机自带的循环水换热器冷却至30℃左右,从而输出温度为30℃左右、压力为1.8MPa的升压后含有杂质氢气54。

[0096] 从氢气压缩机16输出的升压后含有杂质氢气54进入一台7℃水换热器17,将氢气54冷却至10℃左右。

[0097] 四、四级活性炭变压吸附

[0098] 从7℃水换热器17输出压力为1.8MPa、温度为10℃左右的降温后含有杂质氢气55从第一级活性炭吸附柱20底部进入,在压力为1.8MPa,温度为10℃的环境下,利用活性炭的吸附功能将氢气55中几乎全部的氯硅烷和HCl、PH₃等杂质吸附,再依次进入第二级、第三级、第四级活性炭吸附柱。从四级活性炭吸附柱出来的氢气,基本已将含有的氯硅烷和HCl、PH₃等杂质几乎100%除掉,可以有效保障氢气的品质,满足电子级多晶硅生产。

[0099] 从四级活性炭吸附柱输出的较为纯净的纯氢气56进入氢气缓冲罐31,然后送入上游还原工序的还原装置重复使用。

[0100] 发明人发现,本发明在多晶硅生产中带来了如下有益效果:

[0101] 1) 可将还原装置产生的还原尾气带入的99.5%的硅粉除掉,避免硅粉磨损泵,或造成设备、装置堵塞,进而造成系统局部或全部停车。

[0102] 2) 可将还原尾气处理的电耗由1.2万度/吨硅,降至0.6万度/吨硅,节约0.6万度/吨硅,万吨级多晶硅生产企业年平均节省6000万度电以上。

[0103] 3) 可使新建多晶硅企业在还原尾气处理装置的投资由2亿元下降至1亿元以下,装置总设备量由200台下降至100台以下。装置占地面积由12000m²下降至6000m²以下。

[0104] 4) 可将还原尾气处理装置运行、维护、检修、管理人员,由原来的平均60人,降至35人以下。

[0105] 5) 本发明采用1.2MPa饱和蒸汽对吸附柱进行加热再生,热效率更高,加热速度更快,与传统方法使用170℃左右热水加热再生相比,可提升15℃,再生效果更好,保障了氢气中PH₃杂质的有效去除,且得到的氢气品质能够满足电子级多晶硅生产。同时由于直接使用饱和蒸汽,减少了换热器、热水罐、输水泵的设置,减少设备投资约1000万元以上,每年节省维护费用100万元以上,减少运行操作人员4人次。

[0106] 6) 本发明在处理还原尾气的过程中,不需要使用循环水换热器,且85%的冷量由空气冷却器提供,可节约100吨水/小时,全年可节约80万吨水,在水资源匮乏的地区具有相当大的优势。

[0107] 7) 可将还原尾气处理装置由普遍采取的每年1次大检修,延长至2~3年大检修1次,节约检修费用200万元/年。

[0108] 综上所述,本发明针对现有改良西门子法生产多晶硅工艺中CDI装置存在的不足,提出一种应用于多晶硅生产还原尾气的新型处理装置,其能够在保障分离出的氢气品质满足生产电子级多晶硅的情况下,将还原尾气带入的硅粉进行有效处理,大幅度降低还原尾气的处理能耗,将还原尾气处理所需的设备量大幅缩减,减少系统检修、维护的难度,还能够在新企业建设时大幅减少投资额度,为企业创造更高的经济效益。

[0109] 可以理解的是,以上实施方式仅仅是为了说明本发明的原理而采用的示例性实施方式,然而本发明并不局限于此。对于本领域内的普通技术人员而言,在不脱离本发明的精神和实质的情况下,可以做出各种变型和改进,这些变型和改进也视为本发明的保护范围。

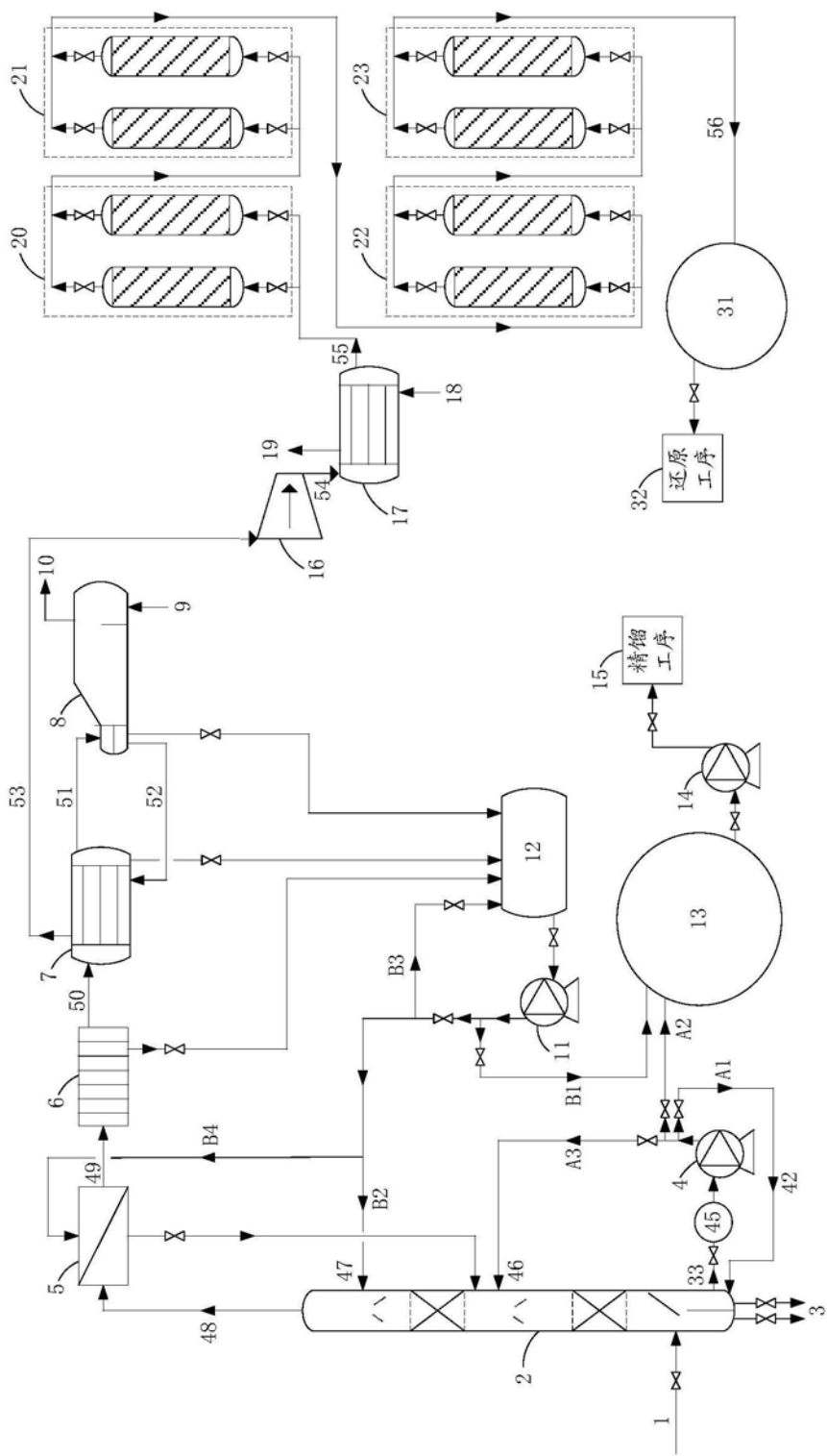


图1

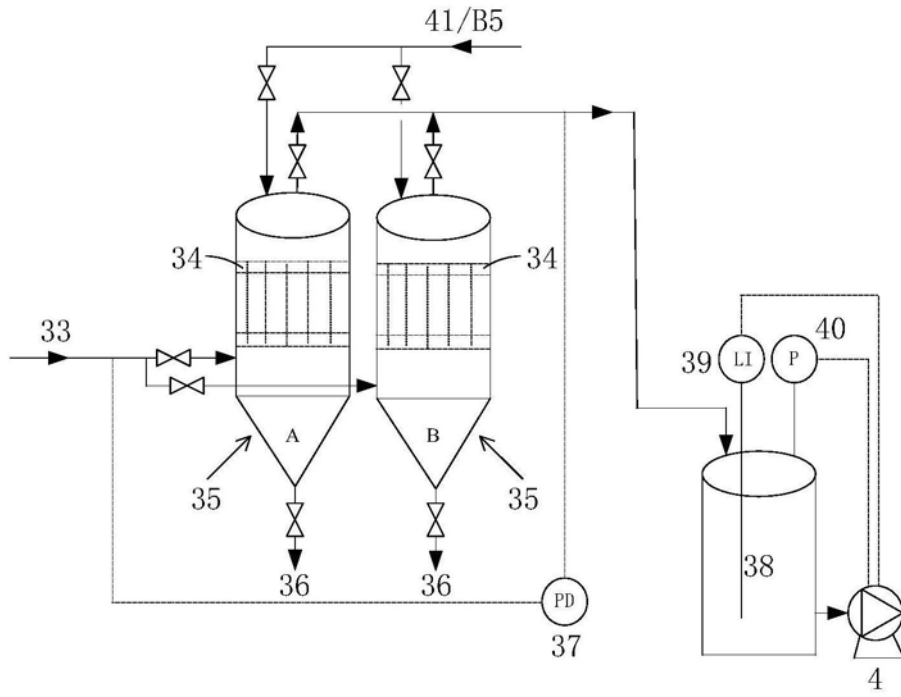


图2

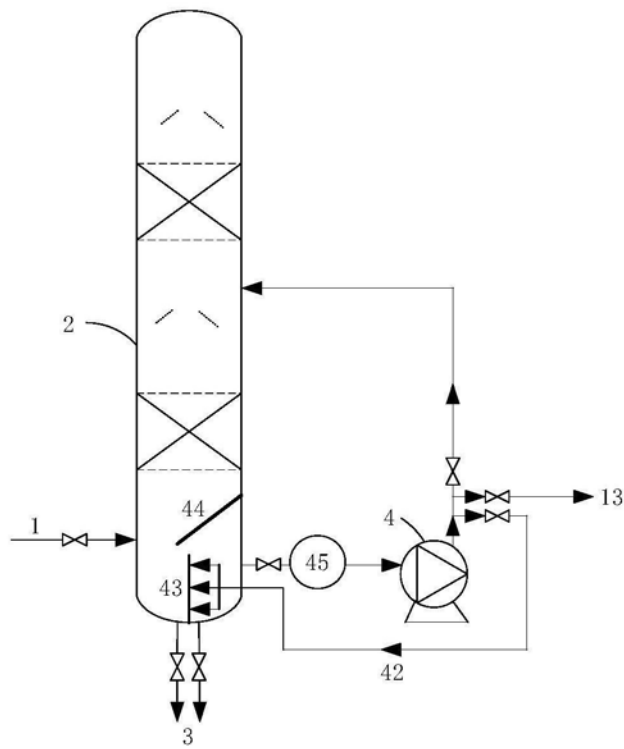


图3

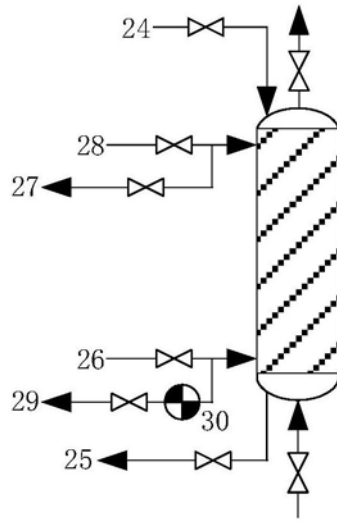


图4