



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102344143 A

(43) 申请公布日 2012. 02. 08

(21) 申请号 201110216669. 0

(22) 申请日 2011. 07. 30

(71) 申请人 常州天合光能有限公司

地址 213031 江苏省常州市新北区电子产业
园天合路 2 号

(72) 发明人 付少永 张驰 熊震 王梅花
黄振飞

(74) 专利代理机构 常州市维益专利事务所
32211

代理人 王凌霄

(51) Int. Cl.

C01B 33/037(2006. 01)

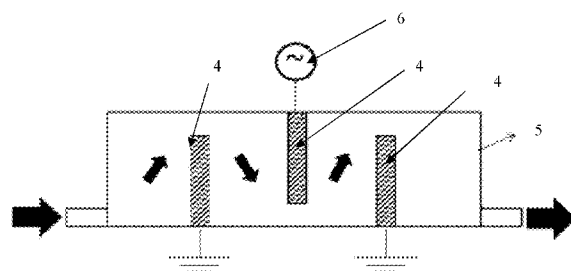
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

金属硅的物理提纯方法及其设备

(57) 摘要

本发明涉及太阳能级多晶硅料的提纯技术领域,特别是一种金属硅的物理提纯方法及其设备,包括流化床、进料系统、等离子激励电源以及收料和气体循环装置,在流化床内采用介质阻挡放电的方法作为等离子的产生方式,用流化床对硅粉进行预热和传输,用硅粉粒度、载气预热温度和载气流速对颗粒平均处理时间进行控制,用载气预热温度、载气的气氛种类和介质阻挡放电的等离子激励电源功率对纯化效果进行控制,在流动过程中对约束在等离子体中的硅粉实现纯化,最终将提纯后的硅料从流化床末端产出。本发明的有益效果是:可以在常压和近常压的条件下提纯硅料,用于提纯的离子密度高,能量大,提纯效率高,成本低。



1. 一种金属硅的物理提纯方法,其特征是:在流化床内采用介质阻挡放电的方法作为等离子的产生方式,用流化床对硅粉进行预热和传输,用硅粉粒度、载气预热温度和载气流速对颗粒平均处理时间进行控制,用载气预热温度、载气的气氛种类和介质阻挡放电的等离子激励电源功率对纯化效果进行控制,在流动过程中对约束在等离子体中的硅粉实现纯化,最终将提纯后的硅料从流化床末端产出。

2. 根据权利要求1所述的金属硅的物理提纯方法,其特征是:具体步骤如下:

- 1) 流化床整体抽空至 1mTorr;
- 2) 从分布板通入预热至设定温度的载气,并控制流速和调节压强;
- 3) 待气流稳定后,打开等离子激励电源产生等离子,调节进料系统以及收料和气体循环装置的压强,使流场产生流动,流速达到设定值后,进料系统开始连续加料;
- 4) 通过调节硅粉粒度、载气预热温度和载气流速,控制颗粒平均停留时间;
- 5) 从收料和气体循环装置中回收处理完毕的硅和气体。

3. 根据权利要求1或2所述的金属硅的物理提纯方法,其特征是:载气主要以惰性气体为主,根据不同杂质,选择通入 H_2 、 HCl 、 O_2 这三种功能气体中的一种、两种或者全部。

4. 根据权利要求1或2所述的金属硅的物理提纯方法,其特征是:硅粉粒度的平均粒径 $\leq 50 \mu m$ 。

5. 根据权利要求1或2所述的金属硅的物理提纯方法,其特征是:等离子激励电源为 5kV 至 10kV 正弦交流电源,正弦交流电源的频率为 200Hz $\sim$ 20kHz。

6. 根据权利要求1或2所述的金属硅的物理提纯方法,其特征是:等离子激励电源为纳秒脉冲电源。

7. 根据权利要求1或2所述的金属硅的物理提纯方法,其特征是:所述的载气预热温度为 $800^\circ C$ $-1000^\circ C$ 。

8. 根据权利要求1或2所述的金属硅的物理提纯方法,其特征是:根据硅料本身的状况,可实施多级提纯或反复提纯。

9. 一种应用于权利要求1所述的提纯方法的提纯设备,其特征是:包括流化床、进料系统、等离子激励电源以及收料和气体循环装置,流化床包括分布板和床体,床体为可抽真空的密闭环境,床体内表面涂覆低介电系数的绝缘介质,在床体内设置彼此平行错位的平行电极,使流体以 S 型穿过等离子区域,其表面涂覆高介电系数涂层,平行电极与床体间绝缘,在平行电极上加等离子激励电源,在平行电极间形成介质阻挡放电,形成等离子,流化床的前端连接进料系统、末端与收料和气体循环装置,载气通过分布板进入床体,硅粉通过进料系统进入流化床进行纯化,提纯后的硅料从流化床末端进入收料和气体循环装置。

10. 根据权利要求9所述的提纯设备,其特征是:平行电极有三块,彼此横向平行错位,流态化物质可以通过错位的部分横向 S 型流动。

金属硅的物理提纯方法及其设备

技术领域

[0001] 本发明涉及太阳能级多晶硅料的提纯技术领域,特别是一种金属硅的物理提纯方法及其设备。

背景技术

[0002] 晶体硅是目前应用最为广泛的太阳能电池材料,主流的太阳能级硅料都采用西门子法制备。为降低原材料成本,目前有多种方法对低成本硅料如冶金硅进行处理,使之纯度接近 6N,符合硅太阳能电池的纯度要求,分别是:

[0003] 1. 高温碳一硅和铝一硅还原纯化技术;

[0004] 2. 利用结晶时杂质分凝效应纯化冶金硅;

[0005] 3. 酸洗纯化技术;

[0006] 4. 结渣纯化技术;

[0007] 5. 气吹和蒸发纯化技术;

[0008] 6. 辉光放电产生冷等离子体纯化技术。

[0009] 酸洗纯化技术可以在常温下进行,但其处理效率和效果有限,一般作为其他处理手段的辅助;

[0010] 辉光放电产生冷等离子体纯化技术也可在较低温度下处理,但其离子密度低(低于 10^{10})、离子能量小(小于 1eV),处理效果有限,另外,其低气压的工作条件限制了其物料运输;

[0011] 其他几种方法都涉及到硅料的融化,需要 1400℃以上的高温处理。

发明内容

[0012] 本发明所要解决的技术问题是:提供一种金属硅的物理提纯方法及其设备,降低提纯难度,提高提纯效率。

[0013] 本发明解决其技术问题所采用的方案是:一种金属硅的物理提纯方法,在流化床内采用介质阻挡放电的方法作为等离子体的产生方式,用流化床对硅粉进行预热和传输,用硅粉粒度、载气预热温度和载气流速对颗粒平均处理时间进行控制,用载气预热温度、载气的气氛种类和介质阻挡放电的等离子激励电源功率对纯化效果进行控制,在流动过程中对约束在等离子体中的硅粉实现纯化,最终将提纯后的硅料从流化床末端产出。

[0014] 具体步骤如下:

[0015] 1) 流化床整体抽空至 1mTorr;

[0016] 2) 从分布板通入预热至设定温度的载气,并控制流速和调节压强;

[0017] 3) 待气流稳定后,打开等离子激励电源产生等离子,调节进料系统以及收料和气体循环装置的压强,使流场产生流动,流速达到设定值后,进料系统开始连续加料;

[0018] 4) 通过调节硅粉粒度、载气预热温度和载气流速,控制颗粒平均停留时间;

[0019] 5) 从收料和气体循环装置中回收处理完毕的硅和气体。

[0020] 载气主要以惰性气体为主,根据不同杂质,选择通入 H_2 、 HCl 、 O_2 这三种功能气体中的一种、两种或者全部。

[0021] 硅粉粒度的平均粒径 $\leq 50 \mu m$ 。

[0022] 等离子激励电源为 5kV 至 10kV 正弦交流电源,正弦交流电源的频率为 200Hz ~ 20kHz。

[0023] 等离子激励电源为纳秒脉冲电源。

[0024] 载气预热温度为 $800^\circ C$ - $1000^\circ C$ 。

[0025] 根据硅料本身的状况,可实施多级提纯或反复提纯。

[0026] 一种提纯设备,包括流化床、进料系统、等离子激励电源以及收料和气体循环装置,流化床包括分布板和床体,床体为可抽真空的密闭环境,床体内表面涂覆低介电系数的绝缘介质,在床体内设置彼此平行错位的平行电极,使流体以 S 型穿过等离子区域,其表面涂覆高介电系数涂层,平行电极与床体间绝缘,在平行电极上加等离子激励电源,在平行电极间形成介质阻挡放电,形成等离子,流化床的前端连接进料系统、末端与收料和气体循环装置,载气通过分布板进入床体,硅粉通过进料系统进入流化床进行纯化,提纯后的硅料从流化床末端进入收料和气体循环装置。

[0027] 具体地,平行电极有三块,彼此横向平行错位,流态化物质可以通过错位的部分横向 S 型流动。

[0028] 本发明的有益效果是:可以在常压和近常压的条件下提纯硅料,用于提纯的离子密度高,能量大,提纯效率高,成本低。在常压和近常压的条件下,介质阻挡放电可以在多种气氛下产生能量密度达 $10^{14} cm^{-3}$ 的离子密度,比普通辉光放电等离子体高 4 至 5 个数量级。另外,其电子平均能量可达 10eV 以上。另外,常压和近常压的气压使得气相颗粒输运变得可行。

附图说明

[0029] 下面结合附图和实施例对本发明进一步说明;

[0030] 图 1 是本发明的流化床的主视图;

[0031] 图 2 是本发明的流化床的俯视图;

[0032] 图中,1. 进料系统;2. 收料和气体循环装置;3. 分布板;4. 平行电极;5. 床体;6. 等离子激励电源。

具体实施方式

[0033] 一种金属硅的物理提纯方法,在流化床内采用介质阻挡放电的方法作为等离子的产生方式,在气氛近常压下(10000Pa 至常压)用流化床对硅粉进行预热和传输,用硅粉粒度、载气预热温度和载气流速对颗粒平均处理时间进行控制,用载气预热温度、载气的气氛种类和介质阻挡放电的等离子激励电源 6 的功率对纯化效果进行控制,在流动过程中对约束在等离子体中的硅粉实现纯化,最终将提纯后的硅料从流化床末端产出。

[0034] 具体步骤如下:

[0035] 1) 流化床整体抽空至 1mTorr;

[0036] 2) 从分布板 3 通入预热至设定温度的载气,并控制流速和调节压强;

[0037] 3) 待气流稳定后,打开等离子激励电源6产生等离子,调节进料系统1以及收料和气体循环装置2的压强,使流场产生流动,流速达到设定值后,进料系统1开始连续加料;

[0038] 4) 通过调节硅粉粒度、载气预热温度和载气流速,控制颗粒平均停留时间;

[0039] 5) 从收料和气体循环装置2中回收处理完毕的硅和气体。

[0040] 载气主要以惰性气体为主,根据不同杂质,选择通入 H_2 、 HCl 、 O_2 这三种功能气体中的一种、两种或者全部,其中, H_2 、 HCl 产生的H离子可去除硅料中的P、B杂质。 Cl 、 O 离子可以去除硅料中的过渡金属。

[0041] 硅粉粒度的平均粒径 $\leq 50\mu m$ 。

[0042] 等离子激励电源6为5kV至10kV正弦交流电源,正弦交流电源的频率为200Hz~20kHz。

[0043] 为提高等离子高能部分的产额,可以用纳秒脉冲电源取代正弦波电源。

[0044] 载气预热温度为 $800^{\circ}C$ ~ $1000^{\circ}C$ 。

[0045] 根据硅料本身的状况,可实施多级提纯或反复提纯。

[0046] 介质阻挡放电的设备组成与普通的辉光放电装置类似,区别在于平行电容板之间的阻挡介质和激励电源。此种平行电容板放电电极可以以多种形式实现,本发明采用错位的电容平板作为电极,使流体以S型穿过等离子区域。

[0047] 图1和图2所示,本提纯设备,包括流化床、进料系统1、等离子激励电源6以及收料和气体循环装置2,流化床包括分布板3和床体5,根据颗粒的粒径选择不同开孔率的分布板3。预热载气通过分布板3进入床体5,最后拽起颗粒形成流体。

[0048] 床体5为可抽真空的密闭环境,进料系统1、以及收料和气体循环装置2也都处于同一密闭系统种。床体5内表面涂覆低介电系数的绝缘介质,在床体5内设置彼此平行错位的平行电极4,使流体以S型穿过等离子区域,其表面涂覆高介电系数涂层,平行电极4与床体5间绝缘,在平行电极4上加等离子激励电源6,在平行电极4间形成介质阻挡放电,形成等离子,等离子分布范围在平行电极4之间的空间范围。如图2所示,平行电极4有三块,彼此横向平行错位,中间一块与等离子激励电源6连接,两侧的平行电极4接地,流态化物质可以通过错位的部分横向S型流动。

[0049] 流化床的前端连接进料系统1、末端与收料和气体循环装置2,载气通过分布板3进入床体5,硅粉通过进料系统1进入流化床进行纯化,提纯后的硅料从流化床末端进入收料和气体循环装置2。

[0050] 实施例1:

[0051] 本实施例中先将系统的本底真空抽至1mTorr,然后通入包含功能气体的载气($Ar:H_2:HCl=98:1:1$),气体预热温度为 $900^{\circ}C$ 。调节压强至常压,然后对系统施加电压4kV、频率10kHz的正弦交流电源。放电稳定后,通过进料系统1随载气向系统装填待处理硅料。实施例中,硅料粉体随载气会被加热到 $900^{\circ}C$,以利于颗粒内固相扩散的进行。颗粒平均粒径 $50\mu m$ 。颗粒在装置内的平均停留时间为1h,根据硅料本身的状况,可实施多级提纯或反复提纯。

[0052] 实施例2:

[0053] 本实施例在相对较低真空度下(10^4Pa)实施实验方案,需对进一步硅料粒径细化($1\mu m$),否则平均处理时间会相应缩短。其他参数与实施例1类似。

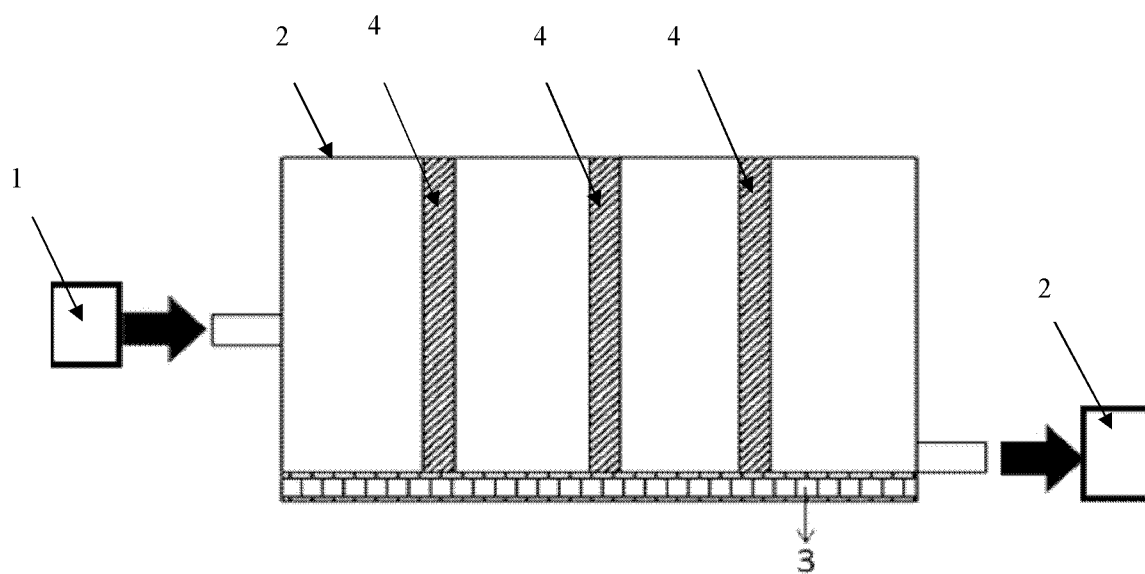


图 1

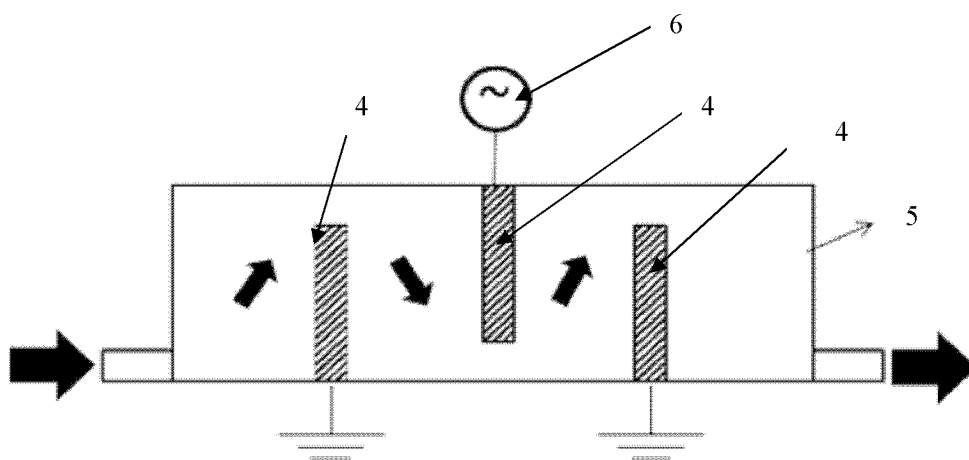


图 2