



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114545865 A

(43) 申请公布日 2022. 05. 27

(21) 申请号 202011336534.3

(22) 申请日 2020.11.25

(71) 申请人 新特能源股份有限公司

地址 830011 新疆维吾尔自治区乌鲁木齐
国家级高新技术产业开发区(新市区)
甘泉堡高新技术产业园

(72) 发明人 刘长圣 李大伟 刘丹丹 李伟
吕海花

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理
有限公司 11112
专利代理师 罗建民 邓伯英

(51) Int. Cl.

G05B 19/418 (2006.01)

G01B 33/035 (2006.01)

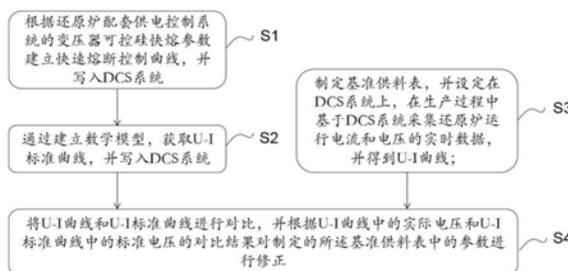
权利要求书2页 说明书11页 附图3页

(54) 发明名称

一种多晶硅生长控制方法

(57) 摘要

本发明公开一种多晶硅生长控制方法,包括:建立快速熔断控制曲线,并写入DCS系统;通过建立数学模型,获取U-I标准曲线,并写入DCS系统;制定基准供料表并设定在DCS系统上,在生产过程中基于DCS系统采集还原炉运行电流和电压的实时数据,并得到U-I实时曲线;将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的所述基准供料表中的参数进行修正,以使在实际电流达到标准电流时的实际电压达到标准电压,得到最终控制曲线和按所述最终控制曲线生产得到的品质均匀的多晶硅产品。本发明可避免还原炉运行超负荷导致的电气故障,获得品质均匀的多晶硅产品。



1. 一种多晶硅生长控制方法,包括:

S1根据还原炉配套供电控制系统的变压器可控硅快熔参数建立快速熔断控制曲线,并写入DCS系统;

S2通过收集的还原炉以往运行中达到预期指标性能的炉次的电流和电压数据建立数学模型,获取U-I标准曲线,并写入DCS系统;

S3制定基准供料表,并将所述基准供料表中的各参数值设定在DCS系统上,并将DCS系统与还原炉的供电控制系统通过网络及相应的通讯协议实现实时数据交互,在生产过程中基于DCS系统采集还原炉运行电流和电压的实时数据,并得到U-I实时曲线;

S4将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的所述基准供料表中的参数值进行修正,以使在实际电流达到标准电流时的实际电压达到标准电压,得到最终控制曲线和按所述最终控制曲线生产得到的品质均匀的多晶硅产品。

2. 根据权利要求1所述的多晶硅生长控制方法,其特征在于,所述步骤S2通过收集的还原炉以往运行中达到预期指标性能的炉次的电流和电压数据建立数学模型,获取U-I标准曲线,具体包括以下步骤:

在以往的多晶硅生产炉次中,选取硅棒生长速率、电耗、以及免洗料/菜花料/珊瑚料占比达到预期指标的炉次,并根据所选取的炉次在生产过程中的实际电压电流数据建立数学模型,拟合得到所述U-I标准曲线,其中,所述U-I标准曲线的方程式为:

$$U=aI^6+bI^5+cI^4+dI^3+eI^2+fI+K$$

其中,a、b、c、d、e、f分别为拟合产生的控制系数,且a、b、c、d、e、f不同时为零;K为常数; $I>0$ 。

3. 根据权利要求2所述的多晶硅生长控制方法,其特征在于,所述硅棒生长速率、电耗、以及免洗料/菜花料/珊瑚料占比达到预期指标是指:所述硅棒生长速率 $>80\text{Kg/h}$,所述电耗 $<50\text{KWh/kg}$,以及所述免洗料/菜花料/珊瑚料占比 $>80\%$ 。

4. 根据权利要求1所述的多晶硅生长控制方法,其特征在于,在同一电流下,所述U-I标准曲线中的标准电压小于或等于所述快速熔断控制曲线中的快熔电压。

5. 根据权利要求1所述的多晶硅生长控制方法,其特征在于,所述步骤S4将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的所述基准供料表中的参数值进行修正,包括:

每隔周期 t_1 ,将实际电压和标准电压进行一次对比,得到电压实际偏差值 ΔU ;

将电压实际偏差值 ΔU 的绝对值与预设的电压运行偏差设定值 ΔU_0 进行对比,并在当电压实际偏差值 ΔU 的绝对值大于预设的电压运行偏差设定值 ΔU_0 ,且保持所述电压实际偏差值 ΔU 的时间达到电压偏离判断时间 t_2 时,DCS系统触发电流/氢气/三氯氢硅调整机制。

6. 根据权利要求5所述的多晶硅生长控制方法,其特征在于,所述周期 t_1 为5-10min;

所述电压运行偏差设定值 ΔU_0 为对应的标准电压和对应的快速熔断控制曲线上的电压的差值的5%-10%;

所述电压偏离判断时间为5-10min,且 \geq 所述周期 t_1 。

7. 根据权利要求1-6任意一项所述的多晶硅生长控制方法,其特征在于,对不同的硅棒生长速率、电耗、以及免洗料/菜花料/珊瑚料占比的多晶硅生产炉次,分别确定U-I标准曲

线；

且同一还原炉炉型，采用相同的U-I标准曲线。

8. 根据权利要求1-6任意一项所述的多晶硅生长控制方法，其特征在于，对于不同的还原炉炉筒，分别建立U-I标准曲线；

且，每个还原炉内的硅棒分为多个相进行布置，对每相的实际电压、实际电流分别单独实时采集，分别得到不同相的U-I标准曲线。

9. 根据权利要求1-6任意一项所述的多晶硅生长控制方法，其特征在于，所述方法还包括：

S5将上一个多晶硅生产炉次的最终控制曲线用于作为下一个多晶硅生产炉次的纠正曲线。

一种多晶硅生长控制方法

技术领域

[0001] 本发明属于多晶硅技术领域,具体涉及一种多晶硅生长控制方法。

背景技术

[0002] 目前,国内大部分多晶硅企业在多晶硅的生产时采用的生产工艺控制模式基本相同,主要是基于多晶硅棒直径计算或温度测量设定通过控制料量配比和电流以生产出获得高价值的多晶硅产品,而国外主要是采用恒温控制技术直线进料控制模式。在上述这些控制模式中,测温或测直径均需借助于外部设备通过视镜进行测量,考虑到大直径还原炉的流场和温场的复杂性,普遍采用以点温度代表整体温度或以单根多晶硅棒直径代表整体多晶硅棒直径的方式进行测量,而随着生产过程中生长的硅棒直径增大,形态发生变化,以及反应硅粉的增多,上述测量方式必然出现误差,如果不能及时对控制值纠偏,必然会出现生产工艺控制偏离实际生长情况,带来一系列生产或质量问题。

[0003] 然而,在多晶硅实际生长过程中,由于大直径还原炉流场和温场的复杂性,导致经常会出现硅棒生长速率与供电系统设计的U-I曲线不匹配的现象,比如,加大电流后,而实际上硅棒并没有生长到预计大小,即硅棒生长出现偏差,导致该电流下电压降不到生产系统的容许值,在此运行情况下加快大电流的给定则会造成电流偏高,容易导致快熔保险丝出现过载现象,使快熔温度升高,温度升高后保险丝实际载流值变小,电流稍有波动就会导致保险丝熔断,对多晶硅生产系统的电源控制柜安全稳定运行造成重大影响,如长期过载运行会导致电气运行损坏严重,将会严重影响还原炉生产。目前,当还原炉内硅棒生长出现偏差时,在工艺控制参数优化过程中,几乎全部依赖于工作人员的经验,根据炉温和运行情况进行预判并对各参数进行调整,调整过程繁杂且漫长,效果甚微。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题是针对现有技术存在的以上不足,提供一种多晶硅生长控制方法,可对还原炉内多晶硅的生长过程进行及时纠偏调整,避免还原炉运行超负荷导致的电气故障,获得多晶硅生长速率稳定可控的生长模式,有利于获得品质均匀的多晶硅产品。

[0005] 解决上述技术问题的技术方案为:

[0006] 一种多晶硅生长控制方法,包括:

[0007] S1根据还原炉配套供电控制系统的变压器可控硅快熔参数建立快速熔断控制曲线,并写入DCS系统;

[0008] S2通过收集的还原炉以往运行中达到预期指标性能的炉次的电流和电压数据建立数学模型,获取U-I标准曲线,并写入DCS系统;

[0009] S3制定基准供料表,并将所述基准供料表中的各参数值设定在DCS系统上,并将DCS系统与还原炉的供电控制系统通过网络及相应的通讯协议实现实时数据交互,在生产过程中基于DCS系统采集还原炉运行电流和电压的实时数据,并得到U-I实时曲线;

[0010] S4将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的所述基准供料表中的参数值进行修正,以使在实际电流达到标准电流时的实际电压达到标准电压,得到最终控制曲线和按所述最终控制曲线生产得到的品质均匀的多晶硅产品。

[0011] 优选的是,所述步骤S2通过收集的还原炉以往运行中达到预期指标性能的炉次的电流和电压数据通过建立数学模型,获取U-I标准曲线,具体包括以下步骤:

[0012] 在以往的多晶硅生产炉次中,选取硅棒生长速率、电耗、以及免洗料/菜花料/珊瑚料占比达到预期指标的炉次,并根据所选取的炉次在生产过程中的实际电压电流数据建立数学模型,拟合得到所述U-I标准曲线,其中,所述U-I标准曲线的方程式为:

$$[0013] \quad U = aI^6 + bI^5 + cI^4 + dI^3 + eI^2 + fI + K$$

[0014] 其中,a、b、c、d、e、f分别为拟合产生的控制系数,且a、b、c、d、e、f不同时为零;K为常数; $I > 0$ 。

[0015] 优选的是,所述硅棒生长速率、电耗、以及免洗料/菜花料/珊瑚料占比达到预期指标是指:所述硅棒生长速率 $> 80\text{Kg/h}$,所述电耗 $< 50\text{KWh/kg}$,以及所述免洗料/菜花料/珊瑚料占比 $> 80\%$ 。

[0016] 优选的是,在同一电流下,所述U-I标准曲线中的标准电压小于或等于所述快速熔断控制曲线中的快熔电压。

[0017] 优选的是,所述步骤S4将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的所述基准供料表中的参数值进行修正,包括:

[0018] 每隔周期 t_1 ,将实际电压和标准电压进行一次对比,得到电压实际偏差值 ΔU ;

[0019] 将电压实际偏差值 ΔU 的绝对值与预设的电压运行偏差设定值 ΔU_0 进行对比,并在当电压实际偏差值 ΔU 的绝对值大于预设的电压运行偏差设定值 ΔU_0 ,且保持所述电压实际偏差值 ΔU 的时间达到电压偏离判断时间 t_2 时,DCS系统触发电流/氢气/三氯氢硅调整机制。

[0020] 优选的是,所述周期 t_1 为5-10min;

[0021] 所述电压运行偏差设定值 ΔU_0 为对应的标准电压和对应的快速熔断控制曲线上的电压的差值的5%-10%;

[0022] 所述电压偏离判断时间为5-10min,且 \geq 所述周期 t_1 。

[0023] 优选的是,对不同的硅棒生长速率、电耗、以及免洗料/菜花料/珊瑚料占比的多晶硅生产炉次,分别确定U-I标准曲线;

[0024] 且同一还原炉炉型,采用相同的U-I标准曲线。

[0025] 优选的是,对于不同的还原炉炉筒,分别建立U-I标准曲线;

[0026] 且,每个还原炉内的硅棒分为多个相进行布置,对每相的实际电压、实际电流分别单独实时采集,分别得到不同相的U-I标准曲线。

[0027] 优选的是,所述方法还包括:

[0028] S5将上一个多晶硅生产炉次的最终控制曲线用于作为下一个多晶硅生产炉次的纠正曲线。

[0029] 本发明的多晶硅生长控制方法,基于全过程DCS(分布式计算机控制系统)控制与

供电控制系统的实时数据交互,将电压降作为还原生产过程中的关键控制点,采用自动调节抵消干扰因素波动的影响,建立U-I(电压-电流)标准曲线控制模式,从而使电压稳定下降,进而避免运行超负荷电气故障;并且,采用流场模拟(由POLYSIM软件模拟)和伏安特性曲线(即U-I曲线)相结合的控制模式实现免洗料快速生长,可以实现单台还原炉过程自动化独立控制,获得生长速度稳定可控的生长模式和降电耗控制方式,有利于获得低成本高品质的多晶硅产品。

附图说明

- [0030] 图1为本发明实施例中多晶硅生长控制方法的步骤流程图;
- [0031] 图2为本发明实施例中各种曲线的示意图;
- [0032] 图3为本发明实施例中36对棒还原炉配套电控系统的变压器可控硅快速熔断控制曲线图;
- [0033] 图4为本发明实施例中的快速熔断控制曲线与各相的U-I实时曲线的对比图。
- [0034] 图中:1-快速熔断控制曲线;2-U-I实时曲线;3-U-I标准曲线。

具体实施方式

[0035] 为使本领域技术人员更好的理解本发明的技术方案,下面将结合本发明中的附图,对本发明中的技术方案进行清楚、完整的描述,显然,所描述的实施例是本发明的一部分实施例,而不是全部实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明的保护范围。

[0036] 在本发明的描述中,需要理解的是,方向性术语所指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。

[0037] 实施例1

[0038] 如图1所示,本实施例公开一种多晶硅生长控制方法,包括:

[0039] S1根据还原炉配套供电控制系统的变压器可控硅快熔参数(即变压器中快熔保险丝在不同电流参数下,需对应的电压参数)建立快速熔断控制曲线,并写入DCS系统;

[0040] S2通过收集的还原炉以往运行中达到预期指标性能的炉次的电流和电压数据建立数学模型,获取U-I标准曲线,并写入DCS系统;

[0041] S3制定基准供料表(包括生长运行时间、三氯氢硅/氢气供料量、硅棒、每相硅棒的电流等等参数),并将基准供料表中的各参数值设定在DCS系统上,并将DCS系统与还原炉的供电控制系统通过网络及相应的通讯协议(如PROFIBUS通讯协议)实现实时数据交互,在生产过程中基于DCS系统采集还原炉运行电流和电压的实时数据,并得到U-I实时曲线;

[0042] S4将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的所述基准供料表中的参数进行修正,以使在实际电流达到标准电流时的实际电压达到标准电压(即控制电压降,电压降反应了还原炉内硅棒的实际生长状态,是硅棒的直径、表面温度和炉内温度情况的综合反馈,并且每相硅棒的电压都可以实时反馈,电压降越低,沉积速率越高,电耗就越低),从而控制还原炉稳

定运行,得到最终控制曲线和按所述最终控制曲线生产得到的品质均匀的多晶硅产品。

[0043] 本实施例中,所述步骤S2通过收集的还原炉以往运行中达到预期指标性能的炉次的电流和电压数据建立数学模型,获取U-I标准曲线,包括以下步骤:

[0044] 在以往的多晶硅生产炉次中,选取硅棒生长速率、电耗、以及免洗料(即外观致密均匀良好,不需进行清洗或其它方式处理,就能满足直接使用要求的多晶硅产品)/菜花料/珊瑚料占比达到预期指标的炉次(即以降电耗或提升免洗料占比为最优化目标),并根据所选取的炉次在生产过程中的实际电压、实际电流数据建立数学模型,拟合得到上述U-I标准曲线,并进行多次重复验证。上述得到的U-I标准曲线的方程式为:

$$[0045] \quad U = aI^6 + bI^5 + cI^4 + dI^3 + eI^2 + fI + K$$

[0046] 其中,a、b、c、d、e、f分别为拟合产生的控制系数,且a、b、c、d、e、f不同时为零;K为常数;I>0(不包括停炉降电流阶段的实际电流),线性拟合得到的U-I标准曲线的偏差为 $R^2 \geq 0.9998$ 。

[0047] 需要注意的是,由于每个生长时间的电流都是一定的,且电流跟时间一一对应,因此,U-I标准曲线还可以用生长时间来拟合电压随生长时间(T)的变化来表示,即上述得到的U-I标准曲线又可以表示为 $U = gT^6 + hT^5 + jT^4 + kT^3 + mT^2 + nT + K$ (其中,g、h、j、k、m、n分别为拟合产生的控制系数,且g、h、j、k、m、n不同时为零),以便对比在某一时间下实际电压与要控制的电压之间的差距情况。

[0048] 在一些实施方式中,硅棒生长速率、电耗、以及免洗料/菜花料/珊瑚料占比达到预期指标是指:硅棒生长速率为>80Kg/h,比如,>90Kg/h;电耗为<50KWh/kg,比如,<49KWh/kg;免洗料/菜花料/珊瑚料总的比例范围为>80%。

[0049] 在一些实施方式中,在同一电流下,U-I标准曲线中的标准电压小于等于快速熔断控制曲线中的快熔电压,即确认U-I标准曲线控制在快速熔断控制曲线之下(如图2所示),以避免电压超负荷引起电气故障。

[0050] 本实施例中,步骤S4将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的基准供料表中的参数进行修正,包括以下步骤:

[0051] (4-1) 每隔时间周期 t_1 ,将实际电压和标准电压进行一次对比,得到电压实际偏差值 ΔU ;

[0052] (4-2) 将电压实际偏差值 ΔU 的绝对值与预设的电压运行偏差设定值 ΔU_0 进行对比,并在当电压实际偏差值 ΔU 的绝对值大于预设的电压运行偏差设定值 ΔU_0 ,且保持所述电压实际偏差值 ΔU 的时间达到电压偏离判断时间 t_2 时,DCS系统触发电流/氢气/三氯氢硅调整机制。电流/氢气/三氯氢硅调整机制的原理:电压降反应了还原炉内硅棒的实际生长状态,是硅棒的直径、表面温度和炉内温度情况的综合反馈,并且每相硅棒的电压都可以实时反馈,电压降越低,沉积速率越高,电耗就越低,而调节氢气的量或三氯氢硅的量,即改变料量配比,会改变炉内温度及硅棒表面温度,进而影响硅棒的电压降的大小,从而影响硅棒生长速度,因此,可通过调节氢气的量或三氯氢硅的量来调整硅棒的电压降的大小。

[0053] 在一些实施方式中,周期 t_1 为5-10min,即每隔5-10min进行一次电压比较。电压运行偏差设定值 ΔU_0 为对应的标准电压和对应的快速熔断控制曲线上快熔参数的电压的差值的5%-10%;电压偏离判断时间为5-10min,且 \geq 周期 t_1 ,以确定实际电压偏离标准电压

的量是否达到需调节的程度,避免过度调整。

[0054] 具体来说,在DCS系统上设定电压参数比较的时间周期 t_1 ,每隔时间周期 t_1 进行一次实际电压和标准电压对比,并且,在DCS系统上设定实际电压和标准电压的偏差允许范围,即设定电压允许偏差设定值 ΔU_0 。在还原炉运行过程中,按照设定的时间周期 t_1 对当前的实际电压和标准电压进行差值计算,即得到电压实际偏差值 ΔU ,一个周期 t_1 计算一个实际偏差值 ΔU 。用实际偏差值 ΔU 和电压运行偏差设定值 ΔU_0 进行对比:

[0055] 若电压实际偏差值 ΔU 的绝对值小于电压允许偏差设定值 ΔU_0 ,则保持按基准供料表中的对应参数继续运行还原炉,而不进行额外的调整;

[0056] 若电压实际偏差值 ΔU 的绝对值大于电压允许偏差设定值 ΔU_0 ,则DCS系统上的启动计时器计算出对应的电压偏离判断时间,当达到电压偏离判断时间 t_2 后,电压实际偏差值 ΔU 的绝对值仍大于电压允许偏差设定值 ΔU_0 ,则DCS系统触发电流/氢气/三氯氢硅调整机制;当电压偏离时间未达到设定电压偏离判断时间 t_2 时,电压实际偏差值 ΔU 的绝对值变化至小于电压允许偏差设定值 ΔU_0 ,则不触发电流/氢气/三氯氢硅调整机制。

[0057] 其中,触发电流/氢气/三氯氢硅调整机制包括电压正偏差(见图2中体现曲线2在曲线3之上部分)和电压负偏差(见图2中体现曲线2在曲线3之下部分)两种情况,具体调整过程如下:

[0058] 先在DCS系统上预先设定好第一氢气调节量、第二氢气调节量、三氯氢硅调节量、以及调节后的氢气变化幅度,其中,第一氢气调节量、第二氢气调节量均为对应的基准供料表中的氢气值参数的5-10%,第一氢气调节量优选为5%,第二氢气调节量优选为10%,三氯氢硅调节量为对应的基准供料表中的三氯氢硅参数的5-10%、调节后的氢气变化幅度为对应的U-I标准曲线的电压变化的斜率;

[0059] ①当电压正偏差条件满足时,即实际电压-标准电压 $>$ 电压允许偏差设定值 ΔU_0 时,先按照预先设定的第一氢气调节量(如按对应的基准供料表中的氢气值参数的5%)进行氢气降量,且使氢气降量过程中氢气变化按照预先设定的调节后的氢气变化幅度进行,同时,启动计时器开始计时,并在计时达到三个周期 t_1 后判断电压正偏差条件是否满足,若不满足电压正偏差条件,即实际电压偏差 ΔU 的绝对值小于允许偏差设定值 ΔU_0 ,则按照基准供料表中对应的时间点的参数继续运行还原炉,即恢复到对应时间点的基准工料表的参数量,若计时达到三个周期 t_1 后仍满足电压正偏差条件,则再按照预先设定的第二氢气调节量(如按照对应基准供料表中的氢气值参数的10%)对氢气进行降量,同时,再次启动计时器开始计时,并在计时达到三个周期 t_1 后再次判断电压正偏差条件是否满足,若不满足电压正偏差条件,即实际电压偏差 ΔU 的绝对值小于电压允许偏差设定值 ΔU_0 ,则按照基准供料表中对应的时间点的参数继续运行还原炉,即恢复到对应时间点的基准工料表的参数量,若三个周期 t_1 后仍满足电压正偏差条件,则保持当前三氯氢硅/电流/氢气调节量的给定值不变,并发出系统预警信号,以提示操作人员进行查看并进行人为干预,直至实际电压偏差 ΔU 恢复至电压允许偏差设定值 ΔU_0 以内后,预警消除。

[0060] ②当电压负偏差条件满足时,即标准电压-实际电压 $>$ 电压允许偏差设定值 ΔU_0 时,由于氢气对还原炉内的热场和气场影响大,且氢气的量不能过大,以防止导致整个多晶硅棒生长状况发生严重偏离,因此,当电压负偏差时优先通过调节氢气的量进行调整,若电压负偏差还存在,即氢气量调整后没有达到预期效果,则说明还原炉内存在的雾化情况未

得到控制,此时对应的三氯氢硅的基准量过大,需要对其进行降量,以控制雾化,具体过程如下:按照预先设定的第一氢气调节量(如按对应的基准供料表中的氢气值参数的5%)进行氢气升量,且使氢气升量过程中氢气变化按照预先设定的调节后的氢气变化幅度进行,即通过升高氢气的量进行调节;同时,启动计时器开始计时,并在计时达到三个周期 t_1 后判断电压负偏差条件是否满足,若不满足电压负偏差条件,即实际电压偏差 ΔU 的绝对值小于允许偏差设定值 ΔU_0 ,则按照基准供料表中对应的时间点的参数继续运行还原炉,即恢复到对应时间点的基准工料表的参数量,若计时达到三个周期 t_1 后仍满足电压负偏差条件,则再按照预先设定的三氯氢硅调节量(如按照对应基准供料表中的三氯氢硅参数的10%)对三氯氢硅进行降量,即再通过降低三氯氢硅的量进行调节;同时,再次启动计时器开始计时,并在计时达到三个周期 t_1 后再次判断电压负偏差条件是否满足,若不满足电压负偏差条件,即实际电压偏差 ΔU 的绝对值小于电压允许偏差设定值 ΔU_0 ,则按照基准供料表中对应的时间点的参数继续运行还原炉,即恢复到对应时间点的基准工料表的参数量,若三个周期 t_1 后仍满足电压负偏差条件,即降低三氯氢硅的量后仍没有达到预期效果,说明还原炉内可能存在氢气、三氯氢硅物料纯度等问题而导致的多晶硅棒生长异常,则保持当前三氯氢硅调节量/电流/氢气的给定值不变,并发出系统预警信号,以提示操作人员进行查看并进行人为干预,直至实际电压偏差 ΔU 恢复至电压允许偏差设定值 ΔU_0 以内后,预警消除。

[0061] 在一些实施方式中,对不同的硅棒生长速率、电耗、以及免洗料/菜花料/珊瑚料占比等质量指标的多晶硅生产炉次,分别确定U-I标准曲线。且同一还原炉炉型,可采用相同的U-I标准曲线。

[0062] 在一些实施方式中,考虑到各还原炉炉筒的热辐射存在差异性,对于不同的还原炉炉筒,分别建立U-I标准曲线,以抵消炉筒冷却水对热平衡的影响。每个还原炉内的硅棒分为多个相进行布置,对每相的实际电压、实际电流分别单独实时采集,分别得到不同相的U-I标准曲线。具体来说,还原炉的供电采用三相电源,为了保证三相电力传输平衡,还原炉的电源系统进行了相应的分相控制设置,即按照3的倍数进行分割,比如,一台还原炉有36对棒,可以分为6相,每相6对棒,以便进行电气控制,并且,按照布局可以将6相分为内环、外环,内环3相,外环3相,不同位置的相在同样的电流下的热场是略有差别的,每一相的电流电压数据可以单独采集,同一环上的三个相可以以三个相中的相同或相近的两个值作为判断条件,即内、外环均可以以电压值“三取二”作为判断条件执行自动调整程序,避免过度调整,有利于控制还原炉尤其是大型还原炉内气场和温场的复杂性。

[0063] 在一些实施方式中,本方法还包括:

[0064] S5将上一个多晶硅生产炉次的最终控制曲线用于作为下一个多晶硅生产炉次的纠正曲线(即U-I标准曲线),通过进行对比,循环闭合验证(即每完成一个炉次的生产,将上一个炉次的U-I标准曲线与下一个炉次的U-I标准曲线对比一次)得到的U-I标准曲线 $U = aI^6 + bI^5 + cI^4 + dI^3 + eI^2 + gI + K$ 的控制参数是否稳定,同时根据出炉电耗/沉积速率/免洗料等指标,验证控制的生产得的多晶硅产品品质的均匀性。

[0065] 在一些实施方式中,基准供料表采用大料量高电流的“雾化临界点”控制模式,即多晶硅生长初期快速建立稳定的气场和温场,达到接近雾化的状态,此时,沉积的速度是最快的,并利用多晶硅生长趋势模拟软件(如POLYSIM软件)模拟炉内气场和温场复杂工况,

确保建立多晶硅生长的稳定流场,而稳定的流场是硅棒均匀生长的基础,从而实现多晶硅快速均匀沉积。

[0066] 下面以36对棒炉型为例,并根据生产利润需求,从降电耗和提升免洗料占比两个方向对本实施例的多晶硅生长控制方法进行详细说明:

[0067] 制备例1

[0068] 对本制备例的多晶硅生长控制方法,包括以下步骤:

[0069] 根据36对棒还原炉配套电控系统的变压器可控硅快熔参数建立快速熔断控制曲线,如图3(其中,4P表示4对棒的相,和8P表示8对棒的相)所示,并写入DCS系统;

[0070] 选择以往生产中硅棒生长速率大于90Kg/h、电耗小于49KWh/kg、免洗料+菜花料占比大于80%的炉次作为达到预期指标的炉次,并根据所选取的这些炉次在实际生产运行中的电流和电压参数建立数学模型,经数据拟合得到U-I标准曲线 $U=4E^{-16}I^6-3E^{-12}I^5+1E^{-08}I^4-2E^{-05}I^3+0.0186I^2-10.288I+3965.8$ ($R^2=0.9998$),为了便于对比在某一时间下实际电压与要控制的电压之间的差距情况,该U-I标准曲线又可以用生长时间来拟合电压随生长时间(T)变化,即上述得到的U-I标准曲线又可以表示为 $U=8E^{-9}T^6-5E^{-6}T^5+0.0009T^4-0.0809T^3+3.7961T^2-105.22T+2306.7$ ($R^2=0.9998$)。对比该U-I标准曲线与快速熔断控制曲线,并确认该U-I标准曲线控制在快速熔断控制曲线之下,以避免电压超负荷引起电气故障;

[0071] 在同样物料供应和辅材条件下,选取以往生产中的免洗料占比等质量指标达到预期但电耗较高的还原炉,并记录这些还原炉(记为实验炉1)的平均电耗、以及免洗料占比等质量指标,作为对比例1,详见表2。将上述将确定好的U-I标准曲线写入实验炉1的DCS系统;

[0072] 制定基准供料表,如表1所示,将其中的各参数值设定在DCS系统上,并将DCS系统与还原炉的供电控制系统通过网络及相应的通讯协议(如PROFIBUS通讯协议)实现实时数据交互,在进行多晶硅生产时由DCS系统按制定的基准供料表自动控制该还原炉的运行,并在生产过程中基于DCS系统采集还原炉运行电流和电压的实时数据,并得到各相的U-I实时曲线;

[0073] 表1制备例1基准供料表

运时	TCS	H ₂ 流量	配比	a1b1c1 电流	a2b2c2 电流
h	kg/h	kg/h		A	A
0	0	55.0		250.00	250.00
1	1000	60.0	4.07	260.00	260.00
2	1400	65.0	3.15	280.00	280.00
...					
[0074] 14	3650	125.0	2.32	598.00	671.00
15	3800	130.0	2.32	626.00	707.00
...					
96	3550	190.0	3.63	1753.00	2393.00
97	3525	188.0	3.61	1758.00	2394.00
98	3500	186.0	3.60	1763.00	2395.00
99	3475	184.0	3.59	1768.00	2396.00
100	3475	182.0	3.55	1773.00	2397.00

[0075] 其中,TCS为三氯氢硅,a1、b1、c1、a2、b2、c2分别表示不同的相,配比为氢气与三氯氢硅的摩尔比。

[0076] 将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的所述基准供料表中的参数进行修正,以控制还原炉稳定运行,使在实际电流达到标准电流时的实际电压达到标准电压,得到最终控制曲线和按所述最终控制曲线生产得到的品质均匀的多晶硅产品。其中,电压允许偏差 ΔU_0 设定为对应的标准电压和对应的快速熔断控制曲线上的电压的差值的5%;周期 t_1 设定为5min;电压偏离判断时间 t_2 设定为10min。在还原炉运行过程中,按照设定的电压参数比较周期 t_1 对当前的实际电压与标准电压进行差值计算,即得到实际偏差值 ΔU ,每个比较周期计算一个实际偏差值,并将实际偏差值 ΔU 和电压运行偏差设定值 ΔU_0 进行对比,根据比较结果由DCS系统按上述设定的电流/氢气/三氯氢硅调整机制自动控制电压稳定下降,从而得到品质均匀的多晶硅产品。

[0077] 本制备例的快速熔断控制曲线与各相的实时U-I实时曲线的对比图如图4所示,通过图4可便于了解该炉次的多晶硅生产过程中的电压随电流的变化情况,并判断该过程是否超负荷(即电压超负荷,当实际电流达到标准电流,而实际电压大于对应的标准电压),以便在后续生产中进一步优化降低该过程的实际电压。

[0078] 在上述相同条件下,按制备例1步骤对各实验炉1进行多炉次生产,并记录按制备例1生产的平均指标,如表2所示。

[0079] 表2制备例1平均指标参数

	指标	对比例 1	制备例 1
[0080]	沉积时间(h)	/	90
	单炉产能 (吨)	7.65	8.774
	沉积速率 (Kg/h)	/	97.49
	单炉电耗 (KWh/kg)	55.5	45.8
	三氯氢硅一次转化率 (%)	/	11.37
[0081]	免洗料占比 (%)	80.17	60.99
	菜花料占比 (%)		20.71
	珊瑚料占比 (%)	/	11.24

[0082] 由表2可知,相比于传统方法(即对比例1),本发明方法的电耗由55.5kwh/kg降至45.8kwh/kg,单炉产量由7.65吨提高至8.77吨,且免洗料占比等质量指标仍保持在传统方法制备的多晶硅产品之上,也就是说,采用本发明的多晶硅生长控制方法可通过控制电压降实现低电耗模式,逐步降低整体电压和关键阶段的电压,可以逐步稳定降低电耗,并可以在其他还原炉子上进行复制生产。

[0083] 制备例2

[0084] 对本制备例的多晶硅生长控制方法,包括以下步骤:

[0085] 同样根据36对棒还原炉配套电控系统的变压器可控硅快熔参数建立快速熔断控制曲线,如图3所示,并写入DCS系统;

[0086] 选择以往生产中免洗料占比大于65%、电耗小于49KWh/kg的炉次的作为达到预期指标的炉次,并根据所选取的这些炉次在实际生产运行中的电流和电压参数建立数学模型,经数据拟合得U-I标准曲线 $U=3E^{-16}I^6-3E^{-12}I^5+1E^{-08}I^4-2E^{-05}I^3+0.0194I^2-11.191I+4123.9$ ($R^2=0.9998$),为了便于对比在某一时间下实际电压与要控制的电压之间的差距情况,该U-I标准曲线又可以表示为 $U=8E^{-8}T^6-3E^{-5}T^5+0.0033T^4-0.2171T^3+7.7277T^2-163.2T+2636.1$ 。对比该U-I标准曲线与快速熔断控制曲线,并确认该U-I标准曲线控制在快速熔断控制曲线之下,以避免电压超负荷引起电气故障;

[0087] 在同样物料供应和辅材条件下,选取以往生产中在电耗较低但免洗料占比等质量指标还有待提升的还原炉,并记录这些还原炉(记为实验炉2)的平均电耗、以及免洗料占比等质量指标,作为对比例2,详见表4。将上述将确定好的U-I标准曲线写入实验炉2的DCS系统;

[0088] 制定基准供料表,如表3所示,将其中的各参数值设定在DCS系统上,并将DCS系统与还原炉的供电控制系统通过网络及相应的通讯协议(如PROFIBUS通讯协议)实现实时数据交互,在进行多晶硅生产时由DCS系统按制定的基准供料表自动控制该还原炉的运行,并在生产过程中基于DCS系统采集还原炉运行电流和电压的实时数据,并得到各相的U-I实时曲线;

[0089] 表3制备例2基准供料表

运时	TCS	H ₂ 流量	配比	a1b1c1 电流	a2b2c2 电流
h	kg/h	kg/h	/	A	A
0	0	50.0	/	250.00	250.00
1	1000	60.0	4.02	260.00	260.00
2	1400	70.0	3.35	285.00	285.00
...					
[0090] 14	3650	135.0	2.48	597.00	597.00
15	3800	140.0	2.47	622.00	622.00
...					
96	3800	200.0	3.53	1778.00	1778.00
97	3800	200.0	3.53	1781.00	1781.00
98	3800	200.0	3.53	1784.00	1784.00
99	3800	200.0	3.53	1787.00	1787.00
100	3800	200.0	3.53	1790.00	1790.00

[0091] 其中,TCS为三氯氢硅,a1、b1、c1、a2、b2、c2分别表示不同的相,配比为氢气与三氯氢硅的摩尔比。

[0092] 将U-I实时曲线和U-I标准曲线进行对比,并根据U-I实时曲线中的实际电压和U-I标准曲线中的标准电压的对比结果对制定的所述基准供料表中的参数进行修正,以控制还原炉稳定运行,使在实际电流达到标准电流时的实际电压达到标准电压,得到最终控制曲线和按所述最终控制曲线生产得到的品质均匀的多晶硅产品。其中,电压允许偏差 ΔU_0 设定为对应的标准电压和对应的快速熔断控制曲线上的电压的差值的5%;周期 t_1 设定为5min;电压偏离判断时间 t_2 设定为10min。在还原炉运行过程中,按照设定的电压参数比较周期 t_1 对当前的实际电压与标准电压进行差值计算,即得到实际偏差值 ΔU ,每个比较周期计算一个实际偏差值,并将实际偏差值 ΔU 和电压运行偏差设定值 ΔU_0 进行对比,根据比较结果由DCS系统按上述设定的电流/氢气/三氯氢硅调整机制自动控制电压稳定下降,从而得到品质均匀的多晶硅产品。

[0093] 在上述相同条件下,按制备例2步骤对各实验炉2进行多炉次生产,并记录按制备例2生产的平均指标,如表4所示。

[0094] 表2制备例2平均指标参数

指标	对比例2	制备例2
沉积时间(h)	/	95
单炉产能(吨)	7.65	8.714
沉积速率(Kg/h)	/	91.73
单炉电耗(KWh/kg)	46	48.4
三氯氢硅一次转化率(%)	/	11.04

免洗料占比 (%)	57	68.99
菜花料占比 (%)	18.8	13.71
珊瑚料占比 (%)	15.3	7.24

[0096] 由表2可知,相比于传统方法(即对比例2),本发明方法生产的多晶硅产品中免洗料占比由57%提升至68.99%,菜花占比由18.8%降低至13.71%,珊瑚占比由15.3%降低至7.24%,综合质量指标仍保持在传统方法制备的多晶硅产品之上。也就是说,采用本发明的多晶硅生长控制方法可有效提升多晶硅产品的品质。

[0097] 本实施例的多晶硅生长控制方法,基于全过程DCS控制与供电控制系统的实时数据交互,将电压降作为还原生产过程中的关键控制点,采用自动调节抵消干扰因素波动的影响,建立U-I标准曲线控制模式,从而使电压稳定下降,进而避免运行超负荷电气故障;并且,采用流场模拟和伏安特性曲线相结合的控制模式实现免洗料快速生长,可以实现单台还原炉过程自动化独立控制,获得生长速度稳定可控的生长模式和降电耗控制方式,有利于获得低成本高品质的多晶硅产品。

[0098] 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。

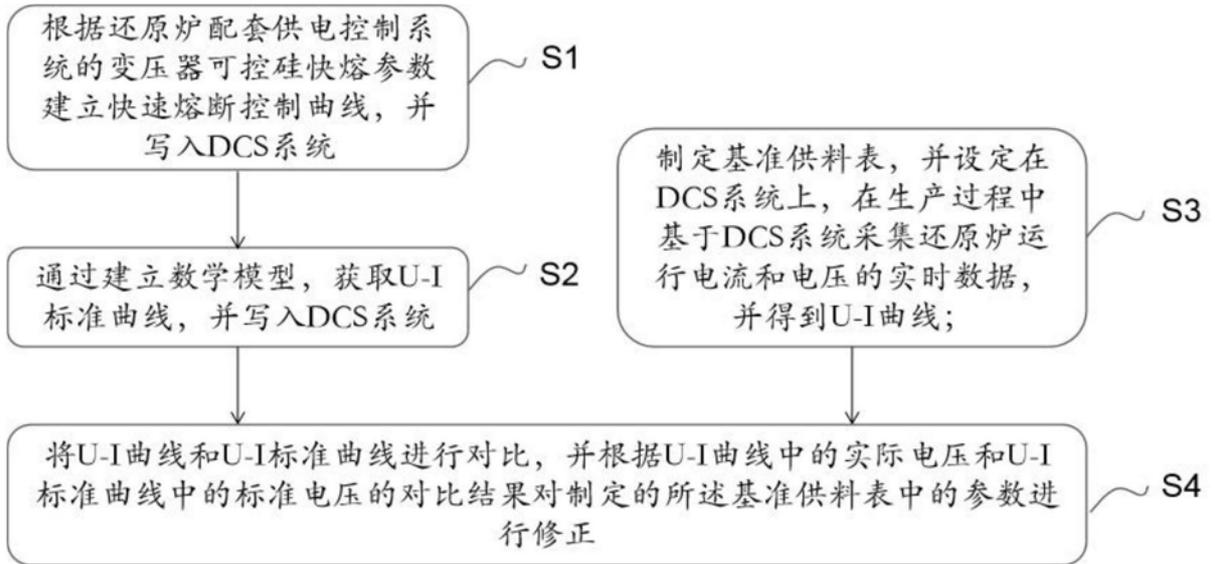


图1

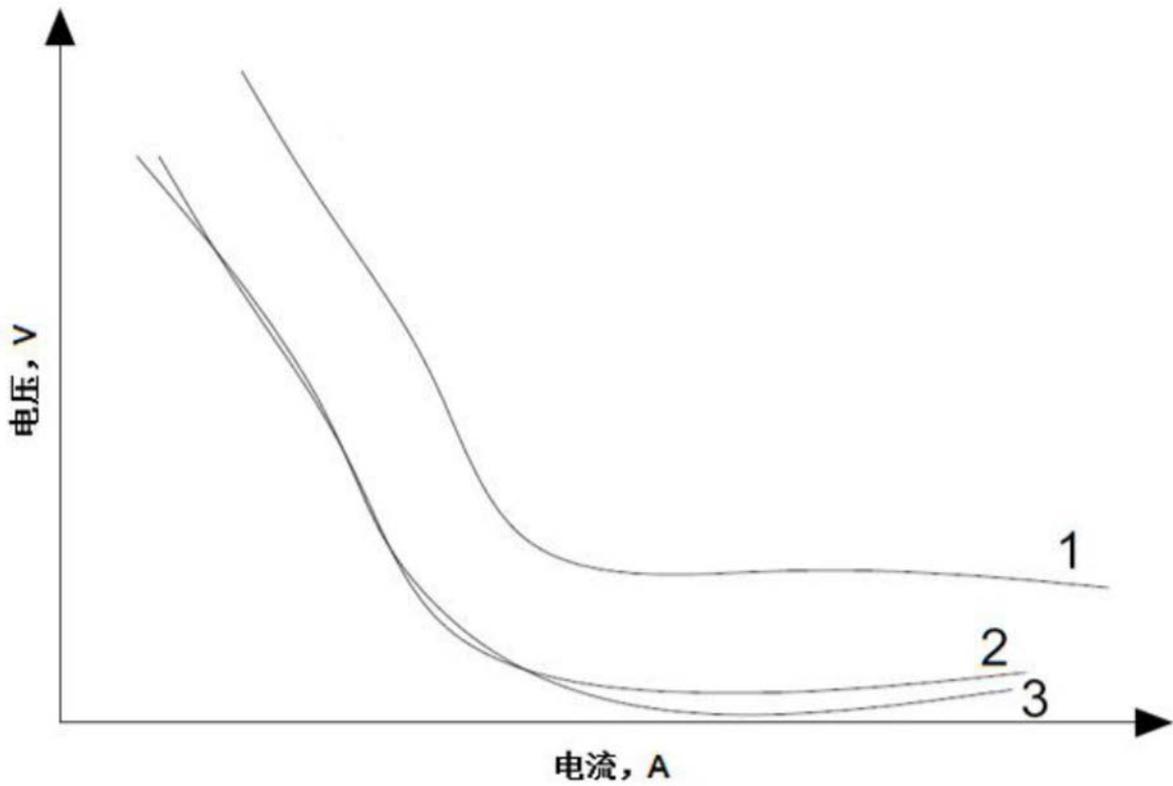


图2

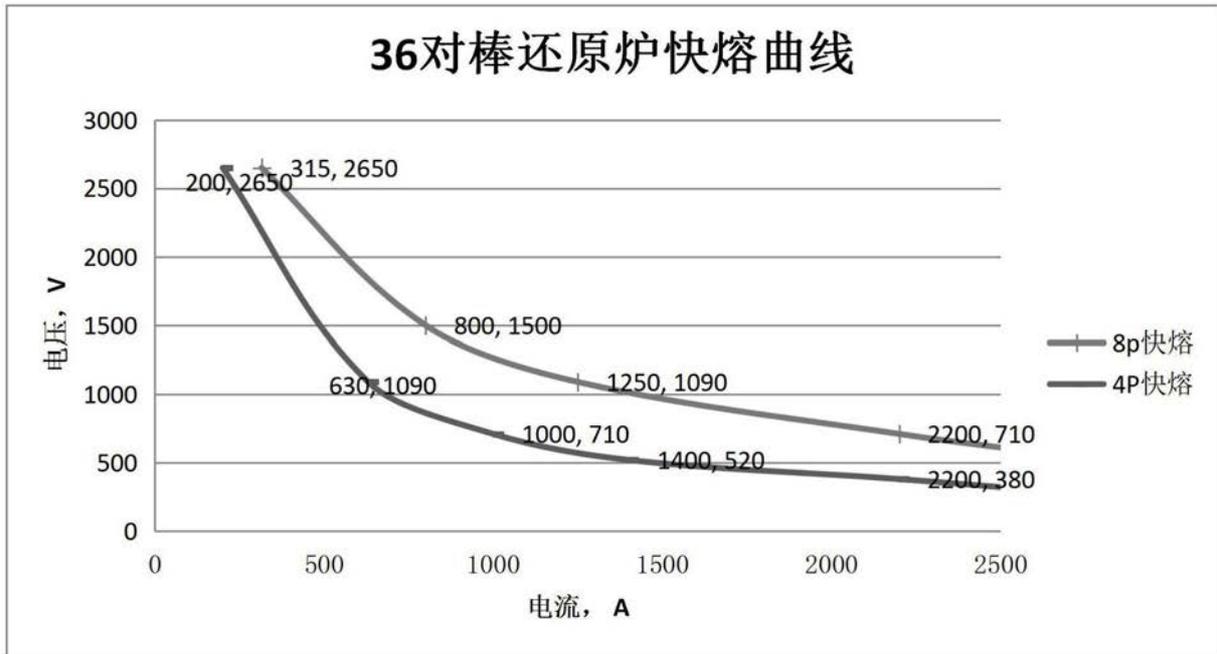


图3

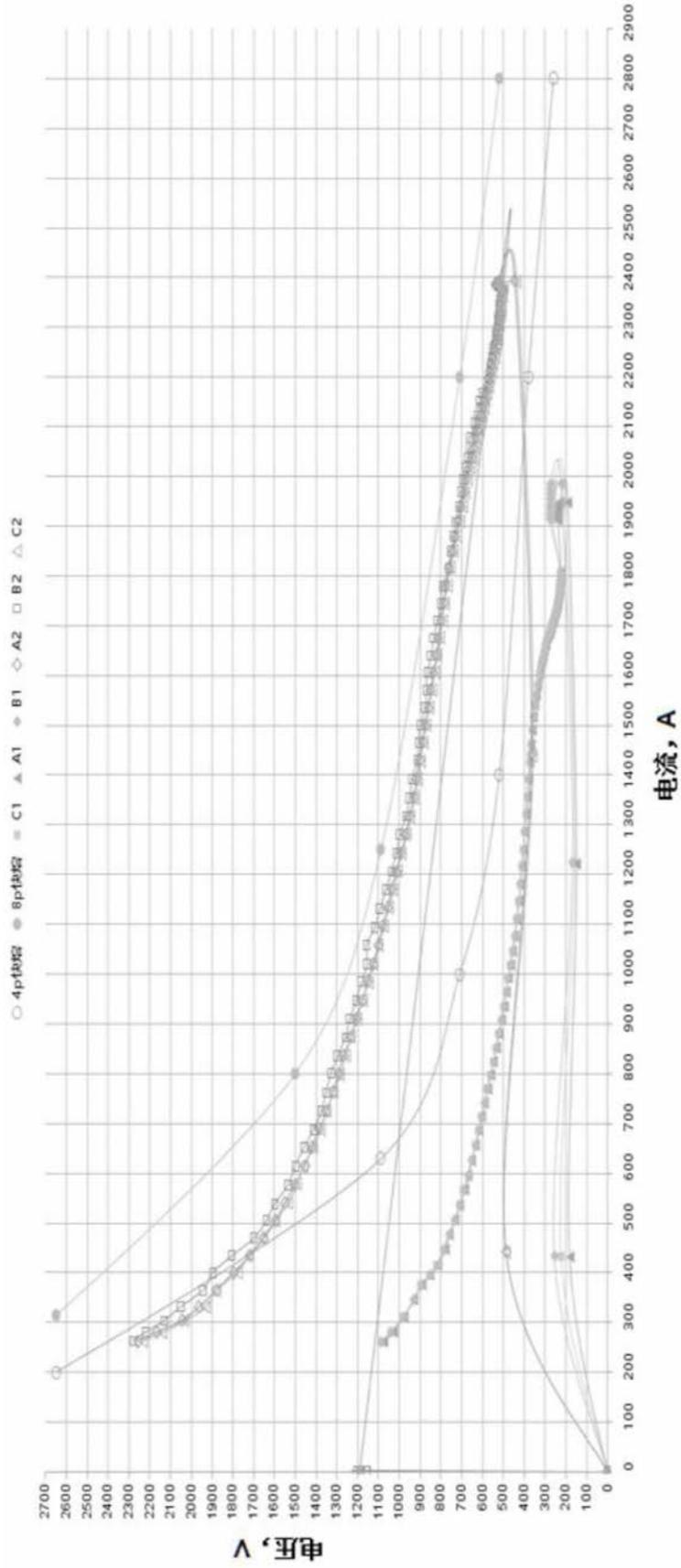


图4