



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116764355 A

(43) 申请公布日 2023. 09. 19

(21) 申请号 202310583684.1

B01D 53/14 (2006.01)

(22) 申请日 2023.05.23

(71) 申请人 四川永祥新能源有限公司

地址 614800 四川省乐山市五通桥区龙翔路999号

(72) 发明人 李兵 王朝阳 张芥茗 侯槟
晏涛 欧松 张鼎 冯欢 彭杨

(74) 专利代理机构 成都天嘉专利事务所(普通合伙) 51211

专利代理师 王艳平

(51) Int. Cl.

B01D 47/06 (2006.01)

C01B 33/037 (2006.01)

C01B 9/02 (2006.01)

C01B 33/03 (2006.01)

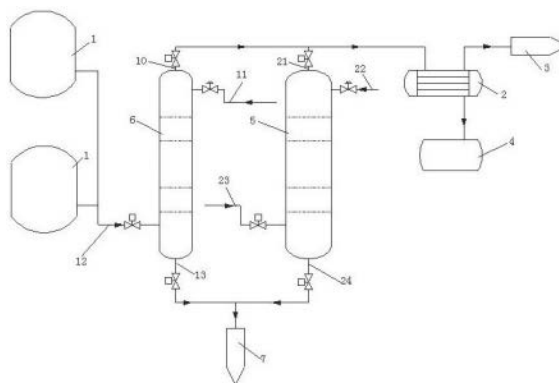
权利要求书3页 说明书11页 附图9页

(54) 发明名称

一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法和控制系统、方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法和控制系统、方法,属于三氯氢硅合成工艺技术领域,由至少2个三氯氢硅合成炉顶部出去的合成气送入洗涤单元进行洗涤,再送至冷凝器处理,冷凝处理后得到的不凝气送至再生氢系统;冷凝处理后得到的液相收集至产品液储罐;洗涤单元包括并联的大洗涤塔和小洗涤塔,洗涤单元工作时,择一开启大洗涤塔或小洗涤塔,大洗涤塔的处理量可满足与其连接的全部三氯氢硅合成炉同时运行时产生气体的洗涤,解决现有技术中由多台三氯氢硅合成炉顶部出去的高温合成气,进入淋洗塔进行洗涤,出现洗涤塔实际处理量与设备设计处理量不匹配,出现洗涤效果不佳,得到的产品液中的金属杂质含量过高的问题。



1. 一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气的洗涤方法,其特征在于:

由至少2个三氯氢硅合成炉(1)顶部出去的合成气送入洗涤单元进行洗涤,经洗涤单元处理后得到的气相经洗涤单元顶部的管线送至冷凝器(2)处理,冷凝处理后得到的不凝气送至回收工序的再生氢系统(3);

冷凝处理后得到的液相收集至产品液储罐(4),待用;

经洗涤单元处理后得到的渣浆从洗涤单元的下部排出至渣浆处理单元(7)进行处理;

所述洗涤单元包括并联的大洗涤塔(5)和小洗涤塔(6),洗涤单元工作时,择一开启大洗涤塔(5)或小洗涤塔(6),所述大洗涤塔(5)的处理量可满足与大洗涤塔(5)连接的全部三氯氢硅合成炉(1)同时运行时产生气体的洗涤。

2. 根据权利要求1所述的一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,其特征在于:所述小洗涤塔(6)的处理量可满足与小洗涤塔(6)连接的一半数量的三氯氢硅合成炉(1)同时运行时产生气体的洗涤。

3. 根据权利要求1所述的一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,其特征在于:所述大洗涤塔(5)和小洗涤塔(6)的外部设有通蒸汽的夹套(36),

当前端三氯氢硅合成炉(1)进入洗涤单元的气量较小时,并与小洗涤塔(6)负荷60%~120%匹配时,启动小洗涤塔(6)、关闭大洗涤塔(5);若低于小洗涤塔(6)负荷的60%时,向小洗涤塔(6)的夹套(36)中通蒸汽,使小洗涤塔(6)的负荷量处于60%~120%之间;

当前端三氯氢硅合成炉(1)进入洗涤单元的气量较大时,在未通入蒸汽的情况下,超过小洗涤塔(6)的120%负荷时,启动大洗涤塔(5)、关闭小洗涤塔(6),若大洗涤塔(5)正好60%~120%负荷运行,则不用向大洗涤塔(5)的夹套(36)内通蒸汽;如负荷低于60%时,需向大洗涤塔(5)的夹套(36)内通蒸汽,以达到大洗涤塔(5)最低正常运行负荷。

4. 根据权利要求1所述的一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,其特征在于:所述大洗涤塔(5)、小洗涤塔(6)均包括塔本体(8),塔本体(8)为内部中空的筒体,塔本体(8)的下部设有进气口(8.1),进气口(8.1)处连接有向塔本体(8)内部伸入的气体分布器(8.2),气体分布器(8.2)上设有若干开口朝下的短节(8.3),塔本体(8)内的中上部设有若干塔盘(8.4),塔盘(8.4)上分布有筛孔(8.5),下部所述塔盘(8.4)上筛孔(8.5)的孔径大于上部塔盘(8.4)上筛孔(8.5)的孔径,所述塔盘(8.4)的流道两侧设有导流板,所述气体分布器(8.2)的上方设有破泡器(8.6)。

5. 根据权利要求4所述的一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,其特征在于:塔本体(8)内部的所述塔盘(8.4)分为多级孔径的塔盘(8.4)。

6. 根据权利要求4所述的一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,其特征在于:所述塔本体(8)内顶部的塔盘(8.4)上方设有填料层(8.7)。

7. 根据权利要求4所述的一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,其特征在于:所述塔盘(8.4)的出口堰为倾斜板(8.8),倾斜板(8.8)的尾部连接有竖板(8.9)。

8. 根据权利要求4所述的一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,其特征在于:所述倾斜板(8.8)与塔盘(8.4)的夹角为 θ , $90^{\circ} < \theta \leq 150^{\circ}$ 。

9. 根据权利要求4所述的一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,其特征在于:所述塔盘(8.4)的弓形区设有导向孔(8.10)和/或导向板(8.11)。

10. 一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气的洗涤控制系统,其特征在于:包括DCS(9),

以及并联的高处理量的大洗涤塔(5)和低处理量的小洗涤塔(6),所述小洗涤塔(6)连接有出料管线I(10)、喷淋液进管I(11)、进气管线I(12)、排渣管线I(13)和蒸汽进管I(14),所述进气管线I(12)上设有切断阀I(15),所述蒸汽进管I(14)上设有调节阀I(17),小洗涤塔(6)中部设有压力传感器II(18),调节阀I(17)分别与压力传感器I(16)、压力传感器II(18)控制连接;所述喷淋液进管I(11)上设有调节阀II(19)和流量计I(20),调节阀II(19)与流量计I(20)控制连接;

所述大洗涤塔(5)连接有出料管线II(21)、喷淋液进管II(22)、进气管线II(23)、排渣管线II(24)和蒸汽进管II(25),所述进气管线II(23)上设有切断阀II(26),所述蒸汽进管II(25)上设有调节阀III(28),大洗涤塔(5)中部设有压力传感器III(27),调节阀III(28)分别与压力传感器I(16)和压力传感器III(27)控制连接;所述喷淋液进管II(22)上设有调节阀IV(30)和流量计II(31),调节阀IV(30)与流量计II(31)控制连接。

11.一种如权利要求10的洗涤控制系统的控制方法,其特征在于:全部所述三氯氢硅合成塔中的合成气通过合成气总管(29)分别连接大洗涤塔(5)和小洗涤塔(6),合成气总管(29)上设有压力传感器I(16),

a. 通过设置在合成气总管(29)上的压力传感器I(16)和小洗涤塔(6)中部的压力传感器II(18)分别采集小洗涤塔(6)的进口压力信号和塔中部压力信号,并将压力信号上传至DCS(9),DCS(9)将收到的信号进行处理,根据进口压力与塔中部压力的差值并确定小洗涤塔(6)中的实时液位,再将实时液位与预设液位值进行比较;

当实时液位等于预设液位值时,不开启蒸汽进管I(14)上调节阀I(17);

当实时液位低于预设液位值时,不开启蒸汽进管I(14)上调节阀I(17),同时DCS(9)向流量计I(20)发出一个增大流量的信号,并控制调整与流量计I(20)控制连接的调节阀II(19)的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS(9),再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;同时流量计I(20)将流量信号上传至DCS(9),DCS(9)控制调节与流量计I(20)控制连接的调节阀II(19)的开度,当流量计I(20)上传的流量信号达到流量计I(20)设计值的120%负荷时,切换至大洗涤塔(5);

当实时液位高于预设液位值时,DCS(9)向调节阀I(17)发出一个增加蒸汽压力的信号,并控制调整调节阀I(17)的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS(9),再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;

b. 通过设置在合成气总管(29)上的压力传感器I(16)和大洗涤塔(5)中部的压力传感器III(27)分别采集大洗涤塔(5)的进口压力信号和塔中部压力信号,并将压力信号上传至DCS(9),DCS(9)将收到的信号进行处理并判断大洗涤塔(5)中的实时液位,再将实时液位与预设液位值进行比较;

当实时液位等于预设液位值时,不开启蒸汽进管II(25)上调节阀III(28);

当实时液位低于预设液位值时,不开启蒸汽进管II(25)上调节阀III(28),同时DCS(9)向流量计II(31)发出一个增大流量的信号,并控制调整与流量计II(31)控制连接的调节阀IV(30)的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS(9),再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;同时流量计II(31)将流量信号上传至DCS(9),DCS(9)控制调节与流量计II(31)控制连接的调节阀II(19)的开度;

当实时液位高于预设液位值时,DCS(9)向调节阀III(28)发出一个增加蒸汽压力的信

号,并控制调整调节阀III(28)的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS(9),再次进行比较,直至时液位等于预设液位值,若蒸汽进管II(25)上的调节阀全开,大洗涤塔(5)内液位仍过高,切换至小洗涤塔(6)来洗涤合成气。

12.根据权利要求11所述控制方法,其特征在于:所述小洗涤塔(6)的出料管线I(10)上设有切断阀III(32),小洗涤塔(6)的排渣管线I(13)上设置有切断阀IV(33);大洗涤塔(5)的出料管线II(21)上设有切断阀V(34),大洗涤塔(5)的排渣管线II(24)上设置有切断阀VI(35),

小洗涤塔(6)切换至大洗涤塔(5)的方法为:

- I. 通过喷淋液进管II(22)对大洗涤塔(5)进行补液;
- II. 再打开与大洗涤塔(5)连接的进气管线I(12)上的切断阀II(26),再打开与大洗涤塔(5)连接的出料管线II(21)上的切断阀V(34);
- III. 再关闭与小洗涤塔(6)连接的喷淋液进管I(11)上的调节阀II(19),停止向小洗涤塔(6)补液;
- IV. 再关闭与小洗涤塔(6)连接的进气管线I(12)上的切断阀I(15),后关闭与小洗涤塔(6)连接的出料管线I(10)上的切断阀III(32),并定时开启排渣管线II(24)上的切断阀VI(35)进行排渣。

一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法和控制系统、方法

技术领域

[0001] 本发明涉及三氯氢硅合成工艺技术领域，具体涉及一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法和控制系统、方法。

背景技术

[0002] 在多晶硅生产中，由三氯氢硅合成炉顶部出去的合成气，温度约300℃，合成气中含有氯硅烷、氢气、硅粉、金属氯化物及高沸物，常规的处理方式为：将合成气经硅粉过滤器进行过滤，除去大部分大颗粒硅粉，然后再送入洗涤塔中进行洗涤。

[0003] 而在实际生产中，为减小设备布置空间和降低设备投入等原因，一般会采用一个洗涤塔对应连接多个三氯氢硅合成炉的方式来处理合成气，而在实际设备运行时，易出现设备负荷不匹配导致洗涤效果不佳的问题。以本公司的某条三氯氢硅合成生产线为例，设计时，洗涤塔的处理量是按照4台三氯氢硅合成炉同时运行的产气量来设计的，但当只运行1~2台三氯氢硅合成炉时，因进入洗涤塔的高温混合气体整体热负荷较小，对应所需的喷淋液的喷淋量也较小，但由于洗涤塔规格已确定，将喷淋液的喷淋量调节至过小又会出现洗涤效果不好、塔盘容易堵塞等问题，为保证设备正常运行、避免塔盘出现堵塞，通常又会采取加大喷淋量，后从洗涤塔底部连续采出产品液到产品罐的方式进行处理。

[0004] 这种采用加大喷淋液量的方式，虽可以达到避免塔盘堵塞的目的，但洗涤下来的硅粉、金属氯化物及高沸物均易进入到了产品液罐，当只运行1~2台三氯氢硅合成炉时，产品液中的金属杂质含量较高，可达到10000ppbw以上，导致产品液质量不高的问题，即洗涤塔并没有达到洗涤塔应有的作用，仅达到对合成气降温的作用。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法，是基于现有洗涤系统的进一步优化，解决现有技术中由多个三氯氢硅合成炉顶部出去的高温合成气，进入淋洗塔进行洗涤气体后，由于洗涤塔实际气体处理量与设备设计气体处理量不匹配导致达不到预期的洗涤效果，同时出现能源浪费、处理洗涤下来的硅粉、金属氯化物及高沸物均进入到了产品液罐困难、成本高等问题。

[0006] 本发明通过下述技术方案实现：

一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气的洗涤方法，由至少2个三氯氢硅合成炉顶部出去的合成气送入洗涤单元进行洗涤，经洗涤单元处理后得到的气相经洗涤单元顶部的管线送至冷凝器处理，冷凝处理后得到的不凝气送至回收工序的再生氢系统；

冷凝处理后得到的液相收集至产品液储罐，待用；

经洗涤单元处理后得到的渣浆从洗涤单元的下部排出至渣浆处理单元进行处理；

所述洗涤单元包括并联的大洗涤塔和小洗涤塔，洗涤单元工作时，择一开启大洗涤塔或小洗涤塔，所述大洗涤塔的处理量可满足与大洗涤塔连接的全部三氯氢硅合成炉同

时运行时产生气体的洗涤。

[0007] 进一步的,所述小洗涤塔的处理量可满足与小洗涤塔连接的一半数量的三氯氢硅合成炉同时运行时产生气体的洗涤。

[0008] 即本发明中,几乎不改变原有的三氯氢硅合成塔的布置,只需要在原有处理系统上增设一台小洗涤塔即可,相对而言对设备、管线排布改动较小,设备投资较小,便于推广,且得到的产品液中的杂质含量稳定,并降低至5000ppbw及以下。

[0009] 进一步的,所述大洗涤塔和小洗涤塔的外部设有通蒸汽的夹套,

当从前端三氯氢硅合成炉进入洗涤单元的气量较小时,并与小洗涤塔负荷60%~120%匹配时,启动小洗涤塔、关闭大洗涤塔;若低于小洗涤塔负荷的60%时,向小洗涤塔的夹套中通蒸汽,使小洗涤塔的负荷量处于60%~120%之间;

当从前端三氯氢硅合成炉进入洗涤单元的气量较大时,在未通入蒸汽的情况下,超过小洗涤塔的120%负荷时,启动大洗涤塔、关闭小洗涤塔,若大洗涤塔正好60%~120%负荷运行,则不用向大洗涤塔的夹套内通蒸汽;如负荷低于60%时,需向大洗涤塔的夹套内通蒸汽,以达到大洗涤塔最低正常运行负荷,可进一步改善洗涤塔实际运行负荷与设计负荷不匹配的问题。

[0010] 进一步的,本发明还提出了一种更优结构的洗涤塔结构,具体包括塔本体,塔本体为内部中空的筒体,塔本体的下部设有进气口,进气口处连接有向塔本体内部伸入的气体分布器,气体分布器上设有若干开口朝下的短节,塔本体内的中上部设有若干塔盘,塔盘上分布有筛孔,下部所述塔盘上筛孔的孔径大于上部塔盘上筛孔的孔径,所述气体分布器的上方设有破泡器,优选的,本方案中的大洗涤塔、小洗涤塔均采用上述塔本体结构,优化后的塔本体结构可以明显降低产品罐中的杂质含量,可由原来的杂质含量10000ppbw降低到5000ppbw以下。

[0011] 进一步的,塔本体内部的所述塔盘分为多级孔径的塔盘。

[0012] 进一步的,所述塔本体内顶部的塔盘上方设有填料层,设置有填料层的洗涤塔可明显降低产品液中的杂质含量。

[0013] 进一步的,所述塔盘的出口堰为倾斜板,倾斜板的尾部连接有竖板。

[0014] 进一步的,所述倾斜板与塔盘的夹角为 θ , $90^{\circ} < \theta \leq 150^{\circ}$ 。

[0015] 进一步的,所述塔盘的弓形区设有导向孔和/或导向板,进一步优化后的洗涤塔不仅能明显降低产品液中的杂质含量,还能明显增长洗涤塔的运行周期,降低设备的维护次数,减轻维护设备的工人的劳动强度。

[0016] 一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气的洗涤控制系统,包括DCS,以及并联的高处理量的大洗涤塔和低处理量的小洗涤塔,所述小洗涤塔连接有出料管线I、喷淋液进管I、进气管线I、排渣管线I和蒸汽进管I,所述进气管线I上设有切断阀I,所述蒸汽进管I上设有调节阀I,小洗涤塔中部设有压力传感器II,调节阀I分别与压力传感器I、压力传感器II控制连接;所述喷淋液进管I上设有调节阀II和流量计I,调节阀II与流量计I控制连接;

所述大洗涤塔连接有出料管线II、喷淋液进管II、进气管线II、排渣管线II和蒸汽进管II,所述进气管线II上设有切断阀II,所述蒸汽进管II上设有调节阀III,大洗涤塔中部设有压力传感器III,调节阀III分别与压力传感器I和压力传感器III控制连接;所述喷淋液进管II上设有调节阀IV和流量计II,调节阀IV与流量计II控制连接。

[0017] 一种如前述洗涤控制系统的控制方法,全部所述三氯氢硅合成塔中的合成气通过合成气总管分别连接大洗涤塔和小洗涤塔,合成气总管上设有压力传感器I,

a. 通过设置在合成气总管上的压力传感器I和小洗涤塔中部的压力传感器II分别采集小洗涤塔的进口压力信号和塔中部压力信号,并将压力信号上传至DCS,DCS将收到的信号进行处理,根据进口压力与塔中部压力的差值并确定小洗涤塔中的实时液位,再将实时液位与预设液位值进行比较;

当实时液位等于预设液位值时,不开启蒸汽进管I上调节阀I;

当实时液位低于预设液位值时,不开启蒸汽进管I上调节阀I,同时DCS向流量计I发出一个增大流量的信号,并控制调整与流量计I控制连接的调节阀II的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS,再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;同时流量计I将流量信号上传至DCS,DCS控制调节与流量计I控制连接的调节阀II的开度,当流量计I上传的流量信号达到流量计I设计值的120%负荷时,切换至大洗涤塔;

当实时液位高于预设液位值时,DCS向调节阀I发出一个增加蒸汽压力的信号,并控制调整调节阀I的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS,再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;

b. 通过设置在合成气总管上的压力传感器I和大洗涤塔中部的压力传感器III分别采集大洗涤塔的进口压力信号和塔中部压力信号,并将压力信号上传至DCS,DCS将收到的信号进行处理并判断大洗涤塔中的实时液位,再将实时液位与预设液位值进行比较;

当实时液位等于预设液位值时,不开启蒸汽进管II上调节阀III;

当实时液位低于预设液位值时,不开启蒸汽进管II上调节阀III,同时DCS向流量计II发出一个增大流量的信号,并控制调整与流量计II控制连接的调节阀IV的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS,再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;同时流量计II将流量信号上传至DCS,DCS控制调节与流量计II控制连接的调节阀II的开度;

当实时液位高于预设液位值时,DCS向调节阀III发出一个增加蒸汽压力的信号,并控制调整调节阀III的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS,再次进行比较,直至时液位等于预设液位值,若蒸汽进管II上的调节阀全开,大洗涤塔内液位仍过高,切换至小洗涤塔来洗涤合成气。

[0018] 进一步的,所述小洗涤塔的出料管线I上设有切断阀III,小洗涤塔的排渣管线I上设置有切断阀IV;大洗涤塔的出料管线II上设有切断阀V,大洗涤塔的排渣管线II上设置有切断阀VI,

小洗涤塔切换至大洗涤塔的方法为:

I. 通过喷淋液进管II对大洗涤塔进行补液;

II. 再打开与大洗涤塔连接的进气管线I上的切断阀II,再打开与大洗涤塔连接的出料管线II上的切断阀V;

III. 再关闭与小洗涤塔连接的喷淋液进管I上的调节阀II,停止向小洗涤塔补液;

IV. 再关闭与小洗涤塔连接的进气管线I上的切断阀I,后关闭与小洗涤塔连接的出料管线I上的切断阀III,并定时开启排渣管线II上的切断阀VI进行排渣。

[0019] 本发明与现有技术相比,具有以下优点及有益效果:

一、本发明中,提出了一种优化后的高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,采用了包括并联的大洗涤塔和小洗涤塔的洗涤单元,这样,当洗涤单元连接的多台三氯氢硅合成炉在全部运行时,可选择开启大洗涤塔对合成气进行处理;当只有少部分(如:半数及以下)的三氯氢硅合成炉运行时,可开启小洗涤塔对合成气进行处理,尽可能减小因洗涤塔实际气体处理量与设计额定处理量不匹配,造成洗涤塔堵塞或洗涤不完全的问题。采用本方案,最后得到的产品液中的金属杂质较少,可低至10ppbw及以下。

[0020] 二、本发明中,考虑到实际生产时为提高降低设备投入成本和减少设备占用面积,1套洗涤单元连接的三氯氢硅合成炉较多,可达4~5个三氯氢硅合成炉,即使设有大洗涤塔和小洗涤塔两种规格的洗涤塔进行选择使用,仍易出现设备实际气体处理量与设计额定处理量不匹配,造成洗涤塔堵塞或洗涤不完全的问题,在不增加其他规格的洗涤塔的情况下,通过在大洗涤塔和小洗涤塔的外部设有通蒸汽的夹套,当然也可根据实际需求,选择在部分洗涤塔上设置通蒸汽的夹套,提高热负荷,保证洗涤效果的同时确保塔盘不堵塞;及时将洗涤塔下来的硅粉、金属氯化物及高沸排出系统,实现其与产品液的有效分离。

[0021] 三、本发明中,还提出了一种结构优化后的洗涤塔,通过对洗涤塔中进物料部件、塔盘等结构的优化,可有效洗涤下合成气中的硅粉、金属氯化物等杂质,并将杂质从塔釜的排渣管线排出系统外至渣浆处理系统进一步处理,避免出现结垢、堵塞设备的问题。

[0022] 四、本发明中,同时提出了一种较优的控制系统及控制方法,通过检测合成气总管上的压和大、小洗涤塔塔中部的压力,并通过两处的压力差判断塔中流体的液位,再根据塔中液位调整洗涤塔上相应蒸汽进管上的阀门开度、喷淋液进管上阀门的开度,或切换大、小洗涤塔,使得塔中实时液位与设计值时液位相匹配,达到预期的处理效果。

附图说明

[0023] 图1为实施例1的系统结构示意图。

[0024] 图2是另一种实施例方式的系统结构示意图。

[0025] 图3是又一种实施例方式的系统结构示意图。

[0026] 图4是洗涤塔的结构示意图。

[0027] 图5是另一种优选实施方式的洗涤塔的结构示意图。

[0028] 图6是图5的A部放大图。

[0029] 图7是设置有导向孔和导向板的塔盘结构示意图。

[0030] 图8是又一种优选实施方式的洗涤塔的结构示意图。

[0031] 图9是三氯氢硅合成气的洗涤控制系统的结构示意图。

[0032] 图10是对比例1中的洗涤系统结构示意图。

[0033] 其中,1、三氯氢硅合成炉;2、冷凝器;3、再生氢系统;4、产品液储罐;5、大洗涤塔;6、小洗涤塔;7、渣浆处理单元;8、塔本体;9、DCS;10、出料管线I;11、喷淋液进管I;12、进气管线I;13、排渣管线I;14、蒸汽进管I;15、切断阀I;16、压力传感器I;17、调节阀I;18、压力传感器II;19、调节阀II;20、流量计I;21、出料管线II;22、喷淋液进管II;23、进气管线II;24、排渣管线II;25、蒸汽进管II;26、切断阀II;27、压力传感器III;28、调节阀III;29、合成气总管;30、调节阀IV;31、流量计II;32、切断阀III;33、切断阀IV;34、切断阀V;35、切断阀VI;36、夹套;37、泵;7.1、渣浆缓冲罐;8.1、进气口;8.2、气体分布器;8.3、短节;8.4、塔盘;

8.5、筛孔;8.6、破泡器;8.7、填料层;8.8、倾斜板;8.9、竖板;8.10、导向孔;8.11、导向板。

具体实施方式

[0034] 下面结合实施例对本发明作进一步地详细说明,但本发明的实施方式不限于此。

[0035] 实施例1

本实施例为最基本的实施方式,一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气的洗涤方法,属于三氯氢硅合成技术领域,由至少2个三氯氢硅合成炉1顶部出去的合成气送入一套洗涤单元进行洗涤。

[0036] 参考图1,以2个三氯氢硅合成炉1顶部出去的合成气送入一套洗涤单元进行洗涤的系统为例,进一步说明本方案。所述洗涤单元包括并联的大洗涤塔5和小洗涤塔6,所述大洗涤塔5的处理量可满足2个三氯氢硅合成炉1同时运行时产生气体的洗涤,所述小洗涤塔6可满足1个三氯氢硅合成炉1运行时产生气体的洗涤,洗涤单元工作时,择一开启大洗涤塔5或小洗涤塔6。

[0037] 经洗涤单元处理后得到的气相经洗涤单元顶部的管线送至冷凝器2处理,冷凝处理后得到的不凝气送至回收工序的再生氢系统3;

冷凝处理后得到的液相收集至产品液储罐4,待用;

经洗涤单元处理后得到的渣浆从洗涤单元的下部排出至渣浆处理单元7进行处理。

[0038] 实施例2

本实施例为另一种较佳实施方式,是在实施例1上的进一步优化,参考图2,本实施例以洗涤单元连接有4个三氯氢硅合成炉1的结构为例,进一步说明本方案。

[0039] 其中,所述小洗涤塔6的处理量可满足与小洗涤塔6连接的2台三氯氢硅合成炉1同时运行时产生气体的洗涤,所述大洗涤塔5可以满足4个三氯氢硅合成炉1同时运行时产生气体的洗涤。

[0040] 实施例3

本实施例与实施例1-2相比,区别在于,参考图3,所述大洗涤塔5和小洗涤塔6的外部设有通蒸汽的夹套36,

当从前端三氯氢硅合成炉1进入洗涤单元的气量较小时,并与小洗涤塔6负荷60%~120%匹配时,启动小洗涤塔6、关闭大洗涤塔5;若低于小洗涤塔6负荷的60%时,向小洗涤塔6的夹套36中通蒸汽,使小洗涤塔6的负荷量处于60%~120%之间;

当从前端三氯氢硅合成炉1进入洗涤单元的气量较大时,在未通入蒸汽的情况下,超过小洗涤塔6的120%负荷时,启动大洗涤塔5、关闭小洗涤塔6,若大洗涤塔5正好60%~120%负荷运行,则不用向大洗涤塔5的夹套36内通蒸汽;如负荷低于60%时,需向大洗涤塔5的夹套36内通蒸汽,以达到大洗涤塔5最低正常运行负荷。

[0041] 当然,也可以根据实际生产需要,如连接的三氯氢硅合成炉1个数的不同,选择在部分洗涤塔(小洗涤塔6或大洗涤塔5)上设置有通蒸汽的夹套36。

[0042] 实施例4

本实施例与实施例1-3相比,区别在于,所述大洗涤塔5、小洗涤塔6均包括塔本体8,塔本体8为内部中空的筒体,参考图4,塔本体8的下部设有进气口8.1,进气口8.1处连接

有向塔本体8内部伸入的气体分布器8.2,气体分布器8.2上设有若干开口朝下的短节8.3,塔本体8内的中上部设有若干塔盘8.4,塔盘8.4上分布有筛孔8.5,下部所述塔盘8.4上筛孔8.5的孔径大于上部塔盘8.4上筛孔8.5的孔径,所述气体分布器8.2的上方设有破泡器8.6。

[0043] 本实施例中,采用向塔本体8内部伸入的气体分布器8.2,且气体分布器8.2上设有若干开口朝下的短节8.3,也可以直接在气体分布器8.2上设有若干开口朝下的孔,将一大股气流分散成若干小气流,增大气液接触面积,同时以便于进入塔本体8的混合气先与塔底部的渣浆以“鼓泡”的状态充分接触,对工艺气体进行初步洗涤和降温,即可洗涤更多的硅粉、金属氯化物等杂质,使得进入塔本体8中塔盘8.4间的杂质减少,堵塞塔盘8.4的几率变小。同时,金属氯化物与氯硅烷在不流动或流速过慢时,容易出现结垢,由于下部的气相中夹杂的杂质更多,堵塞的概率更大,因此将下部塔盘8.4上筛孔8.5的孔径设计成大于上部塔盘8.4上筛孔8.5的孔径。减小堵塞的概率。

[0044] 采用本实施例中的塔本体8结构的大洗涤塔5、小洗涤塔6,只运行1个三氯氢硅合成炉,小洗涤塔6的运行周期为140天(即第140天时第一次出现堵塞);只运行2个三氯氢硅合成炉,小洗涤塔6的运行周期为180天(即第180天时第一次出现堵塞);同时运行3个三氯氢硅合成炉,大洗涤塔6的运行周期为190天;同时运行4个三氯氢硅合成炉,大洗涤塔6的运行周期为210天。且发现洗涤塔的上部塔盘的弓形区最先出现较多结垢,最终处理后得到的产品液中金属杂质含量可控制在1500ppbw及以下。

[0045] 实施例5

本实施例与实施例1-4相比,区别在于,塔本体8内部的所述塔盘8.4分为多级孔径的塔盘8.4,根据设计的洗涤塔的规格,可以设计成多级孔径的塔盘8.4,同一级别的塔盘8.4的孔径相等,设置在下部级别的塔盘8.4上的孔径大于上部级别的塔盘8.4上的筛孔8.5的孔径。

[0046] 实施例6

本实施例与实施例1-5相比,区别在于,参考图5,所述塔本体8内顶部的塔盘8.4上方设有填料层8.7。

[0047] 实施例7

本实施例与实施例1-6相比,区别在于,参考图5-6,所述塔盘8.4的出口堰为倾斜板8.8,倾斜板8.8的尾部连接有竖板8.9。

[0048] 优选的,所述倾斜板8.8与塔盘8.4的夹角为 θ ,夹角为 θ 在 $90^{\circ} < \theta \leq 150^{\circ}$ 范围内洗涤效果较佳。

[0049] 实施例8

本实施例与实施例1-7相比,区别在于,所述塔盘8.4的弓形区设有导向孔8.10和/或导向板8.11,可有效避免弓形区出现堵塞。

[0050] 参考图7,塔盘8.4的弓形区设有导向孔8.10和导向板8.11。

[0051] 在实际应用中,塔盘8.4的两侧易出现流体通过“空白”的地方,即流体从两侧走的量非常少,容易形成“流动死区”从而也易出现结垢情况,本实施例中,在塔盘8.4的流道两侧设有导流板,将流体往两侧进行引流,使得塔盘8.4上各个位置的流体都流动起来,避免形成“流动死区”,解决易结垢的问题。

[0052] 将本实施例中的塔本体8结构的大洗涤塔5、小洗涤塔6进行试验,该试验塔与实施

例4中的试验的洗涤塔相比,区别仅在于本方案的大洗涤塔5、小洗涤塔6的塔盘8.4的弓形区设有导向孔8.10和导向板8.11。当只运行1个三氯氢硅合成炉,小洗涤塔6的运行周期为180天(即180天时第一次出现堵塞);只运行2个三氯氢硅合成炉,小洗涤塔6的运行周期为220天(即第220天时第一次出现堵塞);同时运行3个三氯氢硅合成炉,大洗涤塔6的运行周期为230天;同时运行4个三氯氢硅合成炉,大洗涤塔6的运行周期为260天。且发现洗涤塔的上部塔盘的各部位的结垢较均匀,最终处理后得到的产品液中金属杂质含量也可控制在1000ppbw及以下。

[0053] 实施例9

本实施例提供一种较佳实施方式的洗涤塔结构,与实施例4-8相比,区别在于,参考附图6、7、8,包括塔本体8,

所述塔本体8为内部中空的筒体,塔本体8的下部设有进气口8.1,进气口8.1处连接有向塔本体8内部伸入的气体分布器8.2,气体分布器8.2上设有若干开口朝下的短节8.3,塔本体8内的中上部设有若干塔盘8.4,塔盘8.4上分布有筛孔8.5,下部所述塔盘8.4上筛孔8.5的孔径大于上部塔盘8.4上筛孔8.5的孔径,所述气体分布器8.2的上方设有破泡器8.6。

[0054] 本实施例中,所述塔本体8内部的所述塔盘8.4分为五级孔径的塔盘8.4,如图8中,从下至上包括12层塔盘8.4,最下面两层塔盘8.4开设20~25mm的筛孔8.5为宜,从下往上数3~4层塔盘8.4开设18mm的筛孔8.5,5~6层塔盘8.4开设16mm的筛孔8.5,7~12层塔盘8.4均开设12mm的筛孔8.5,所述塔本体8内顶部的塔盘8.4上方设有填料层8.7,进一步降低产品的金属氯化物含量。

[0055] 所述塔盘8.4的出口堰为倾斜板8.8,倾斜板8.8的尾部连接有竖板8.9。所述倾斜板8.8与塔盘8.4的夹角为 120° ,所述塔盘8.4的弓形区设有导向孔8.10和导向板8.11,导向孔8.10和导向板8.11与液体流动的方向一致,让由穿过筛孔8.5的气体推动液体流动,降低弓形区堵塞的可能性。

[0056] 实施例10

本实施例是基于前述一种高低负荷适用的三氯氢硅合成气洗涤方法,设计的与其配套的控制系统。以本公司某条三氯氢硅合成生产为例,进一步说明本方案。本高低负荷适用的三氯氢硅合成气的洗涤控制系统,包括DCS9,以及并联的高处理量的大洗涤塔5和低处理量的小洗涤塔6,所述大洗涤塔5和小洗涤塔6共同连接有4个三氯氢硅合成炉1。

[0057] 参考图9,所述小洗涤塔6连接有出料管线I10、喷淋液进管I11、进气管线I12、排渣管线I13和蒸汽进管I14,所述进气管线I12上设有切断阀I15,所述蒸汽进管I14上设有调节阀I17,小洗涤塔6中部设有压力传感器II18,调节阀I17分别与压力传感器II16、压力传感器II18控制连接;所述喷淋液进管I11上设有调节阀II19和流量计I20,调节阀II19与流量计I20控制连接;

所述大洗涤塔5连接有出料管线II21、喷淋液进管II22、进气管线II23、排渣管线II24和蒸汽进管II25,所述进气管线II23上设有切断阀II26,所述蒸汽进管II25上设有调节阀III28,大洗涤塔5中部设有压力传感器III27,调节阀III28分别与压力传感器III27控制连接;所述喷淋液进管II22上设有调节阀IV30和流量计II31,调节阀IV30与流量计II31控制连接。

[0058] 进一步,所述小洗涤塔6的出料管线I10上设有切断阀III32,小洗涤塔6的排渣管线I13上设置有切断阀IV33;大洗涤塔5的出料管线II21上设有切断阀V34,大洗涤塔5的排渣管线II24上设置有切断阀VI35。

[0059] 本实施例中,所述大洗涤塔5和小洗涤塔6选用如实施例9中较优结构的抗堵型洗涤塔,结构参考图6-8,包括塔本体8,塔本体8为内部中空的筒体,塔本体8的下部设有进气口8.1,进气口8.1处连接有向塔本体8内部伸入的气体分布器8.2,气体分布器8.2上设有若干开口朝下的短节8.3,塔本体8内的中上部设有若干塔盘8.4,塔盘8.4上分布有筛孔8.5,下部所述塔盘8.4上筛孔8.5的孔径大于上部塔盘8.4上筛孔8.5的孔径,所述气体分布器8.2的上方设有破泡器8.6。塔本体8内部的所述塔盘8.4分为多级孔径的塔盘8.4,所述塔本体8内顶部的塔盘8.4上方设有填料层8.7,所述塔盘8.4的出口堰为倾斜板8.8,所述倾斜板8.8与塔盘8.4的夹角为 120° 。本实施例中的塔盘8.4的弓形区设有导向孔8.10和导向板8.11。

[0060] 进一步地,高低负荷适用的三氯氢硅合成气的洗涤控制系统的控制方法,包括下述步骤:

全部所述三氯氢硅合成塔中的合成气通过合成气总管29分别连接大洗涤塔5和小洗涤塔6,合成气总管29上设有压力传感器I16,

a. 通过设置在合成气总管29上的压力传感器I16和小洗涤塔6中部的压力传感器II18分别采集小洗涤塔6的进口压力信号和塔中部压力信号,并将压力信号上传至DCS9,DCS9将收到的信号进行处理,根据进口压力与塔中部压力的差值并确定小洗涤塔6中的实时液位,再将实时液位与预设液位值进行比较;

当实时液位等于预设液位值时,不开启蒸汽进管I14上调节阀I17;

当实时液位低于预设液位值时,不开启蒸汽进管I14上调节阀I17,同时DCS9向流量计I20发出一个增大流量的信号,并控制调整与流量计I20控制连接的调节阀II19的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS9,再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;同时流量计I20将流量信号上传至DCS9,DCS9控制调节与流量计I20控制连接的调节阀II19的开度,当流量计I20上传的流量信号达到流量计I20设计值的120%负荷时,切换至大洗涤塔5;

当实时液位高于预设液位值时,DCS9向调节阀I17发出一个增加蒸汽压力的信号,并控制调整调节阀I17的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS9,再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;

b. 通过设置在合成气总管29上的压力传感器I16和大洗涤塔5中部的压力传感器III27分别采集大洗涤塔5的进口压力信号和塔中部压力信号,并将压力信号上传至DCS9,DCS9将收到的信号进行处理并判断大洗涤塔5中的实时液位,再将实时液位与预设液位值进行比较;

当实时液位等于预设液位值时,不开启蒸汽进管II25上调节阀III28;

当实时液位低于预设液位值时,不开启蒸汽进管II25上调节阀III28,同时DCS9向流量计II31发出一个增大流量的信号,并控制调整与流量计II31控制连接的调节阀IV30的开度,调整控制后的压力信号再返回至DCS9,再次进行比较,直至时液位等于预设液位值;同时流量计II31将流量信号上传至DCS9,DCS9控制调节与流量计II31控制连接的调节

阀II19的开度；

当实时液位高于预设液位值时，DCS9向调节阀III28发出一个增加蒸汽压力的信号，并控制调整调节阀III28的开度，调整控制后的压力信号再返回至DCS9，再次进行比较，直至时液位等于预设液位值，若蒸汽进管II25上的调节阀全开，大洗涤塔5内液位仍过高，切换至小洗涤塔6来洗涤合成气。

[0061] 其中，小洗涤塔6切换至大洗涤塔5的方法为：

I. 通过喷淋液进管II22对大洗涤塔5进行补液；

II. 再打开与大洗涤塔5连接的进气管线I12上的切断阀II26，再打开与大洗涤塔5连接的出料管线II21上的切断阀V34；

III. 再关闭与小洗涤塔6连接的喷淋液进管I11上的调节阀II19，停止向小洗涤塔6补液；

IV. 再关闭与小洗涤塔6连接的进气管线I12上的切断阀I15，后关闭与小洗涤塔6连接的出料管线I10上的切断阀III32，并定时开启排渣管线II24上的切断阀VI35进行排渣，

大洗涤塔5切换至小洗涤塔6的方法与前述方法类似。

[0062] 对比例1

本对比例为本公司之前采用的洗涤单元，即与实施例9中相同结构的1个大洗涤塔连接相同的4台三氯氢硅合成炉，参考图10，其他设备同实施例9。

[0063] 对比例2

本对比例与对比例1的区别在于，采用优化前的大洗涤塔，大洗涤塔的规格与对比例1相同，即设备气体处理量相同。

[0064] 本对比例中的大洗涤塔与实施例9相比，区别在于，塔本体内设置有气体入管，塔本体内的中上部设有若干塔盘，塔盘上均匀分布有大小相同的孔直径为12mm的筛孔，且未在塔盘的弓形区设有导向孔、导向板，且塔盘的出口堰为竖直板。

[0065] 试验

1、分别在实施例2、3、10，对比例1-2的排渣管线上位置选取监测点，并检测该监测点处流体的金属杂质含量，或在后端连接的渣浆缓冲罐取样检测其金属杂质含量，同时检测产品罐中的金属杂质含量，并分别考察各实施例中分别运行1、2、3、4个三氯氢硅合成塔时，各个监测点的金属杂质含量变化。

[0066] 另外，考察各实施例中处理含有氯硅烷、氢气、硅粉、金属氯化物及高沸物的高温三氯氢硅合成气，洗涤塔运行的周期(即第一次出现洗涤塔堵塞的时间)，结果见表1。

[0067] 表1

	三氯氢硅合成炉运行 数量(个)	渣浆缓冲罐内金 属杂质含量 (ppbw)	产品罐内金属杂 质含量(ppbw)	洗涤塔运行周 期(天)
实施例2	1	80000	5000	80
	2	220000	1000	150
	3	100000	4000	90
	4	230000	800	200
实施例3	1	210000	1100	120
	2	220000	1000	150
	3	224000	900	180
	4	230000	800	200
实施例9	1	270000	8	长期运行
	2	280000	5	长期运行
	3	265000	9	长期运行
	4	300000	4	长期运行
对比例1	1	240000	100	320
	2	250000	60	400
	3	265000	9	长期运行
	4	300000	4	长期运行
对比例2	1	50000	10000	30
	2	70000	8000	60
	3	100000	4000	90
	4	230000	800	200

根据前述实施例以及表1可知,实施例2是方案是在原有方案的基础上只增设了1个原来结构的小洗涤塔6,沿用原有设备,可以将产品液中的杂质含量从10000ppbw降低至5000ppbw,对设备的投入成本相对较小,但设备的连续运行周期相对较短,与原有系统工艺相比,仅在较少数量(1~2个)三氯氢硅合成塔运行时,明显提高设备运行周期。

[0068] 实施例3是在实施例2系统基础上,进一步优化,在大洗涤塔5、小洗涤塔6上设有通蒸汽的夹套36,可进一步改善洗涤塔实际运行负荷与设计运行负荷不匹配的问题,进一步控制产品液中的杂质含量在1000ppbw上下,并明显提高洗涤塔的连续运行周期,不管是运行几个三氯氢硅合成塔,连续运行周期均可达到120天以上。

[0069] 实施例9是在实施例3的基础上,采用的较佳结构的洗涤塔,优化后的洗涤塔在进气口8.1、塔盘8.4上均做了优化,同时增设了填料层8.7和破泡器8.6,显著提高洗涤效果,产品液中的杂质含量可降低至10ppbw及以下,但更改的部件较多,且使用了填料层8.7,设备投入资本相对较大。另外,在塔盘8.4上设有导向孔8.10和导向板8.11,可较好地改善塔盘8.4弓形区容易结垢的问题,显著延长设备连续运行周期。

[0070] 由对比例1、2可看出,用优化后的洗涤塔替换原来的洗涤塔,在不增设小洗涤塔6的情况下,也可以明显降低产品液中的杂质含量,且明显延长设备连续运行周期。但优化后的洗涤塔维护成本相对原洗涤塔为维护成本也明显增大,当只运行1~2台三氯氢硅合成塔时,洗涤塔连续运行时间只能320~400天,因材料、零部件更换或清洗等原因导致的投入成本也相对较高。

[0071] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例,并非对本发明做任何形式上的限制,凡是依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化,均落入本发明的保护范围之内。

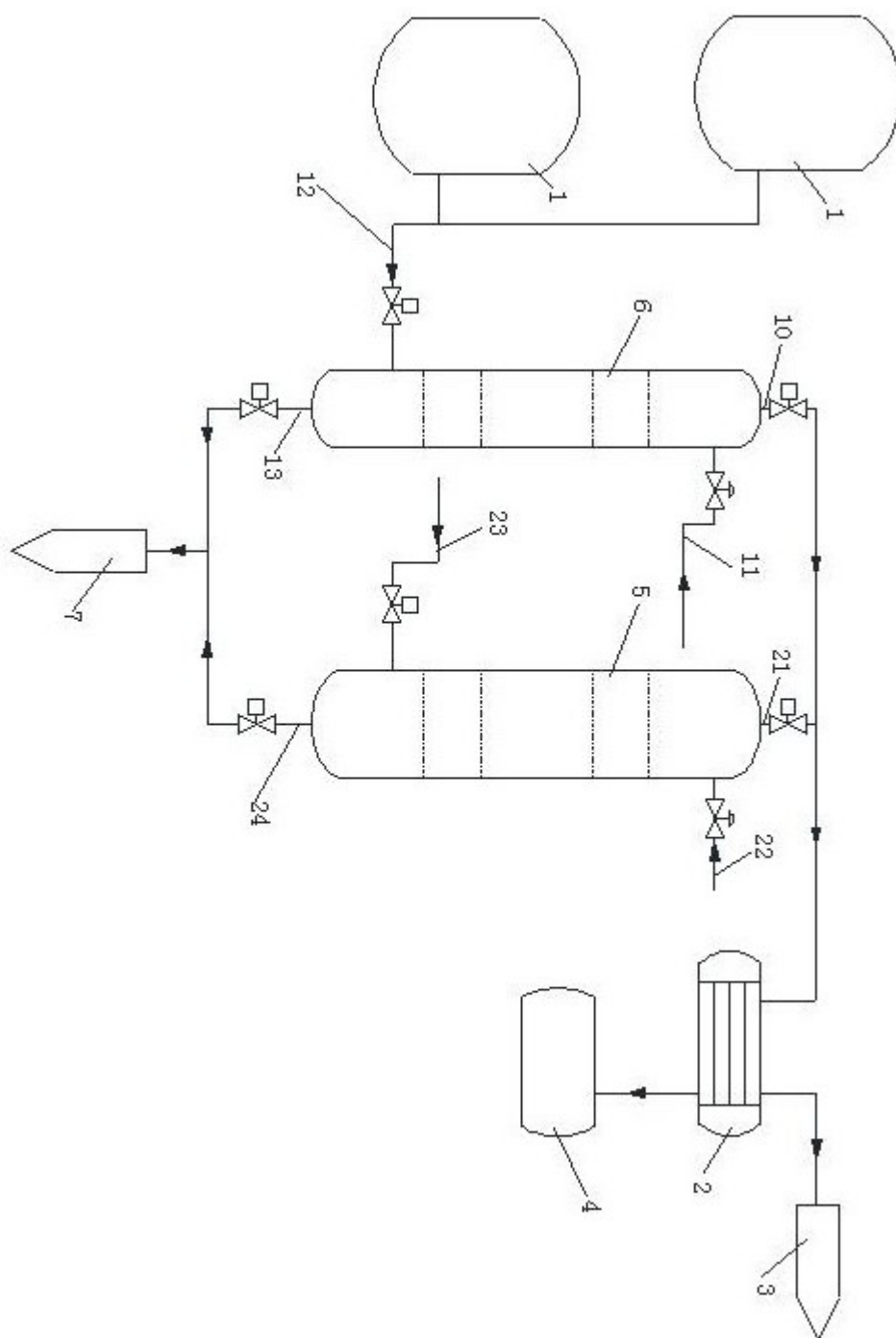


图1

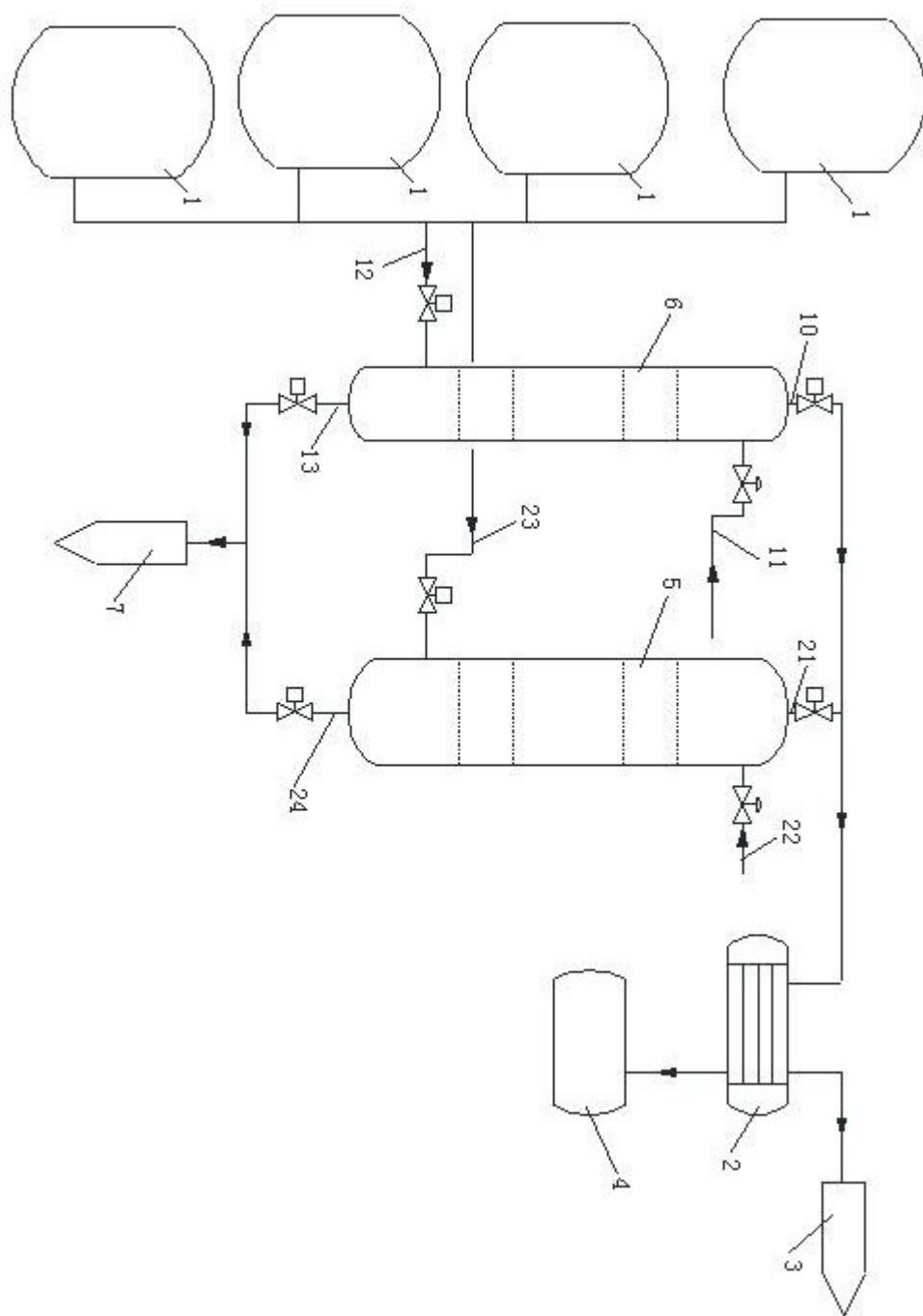


图2

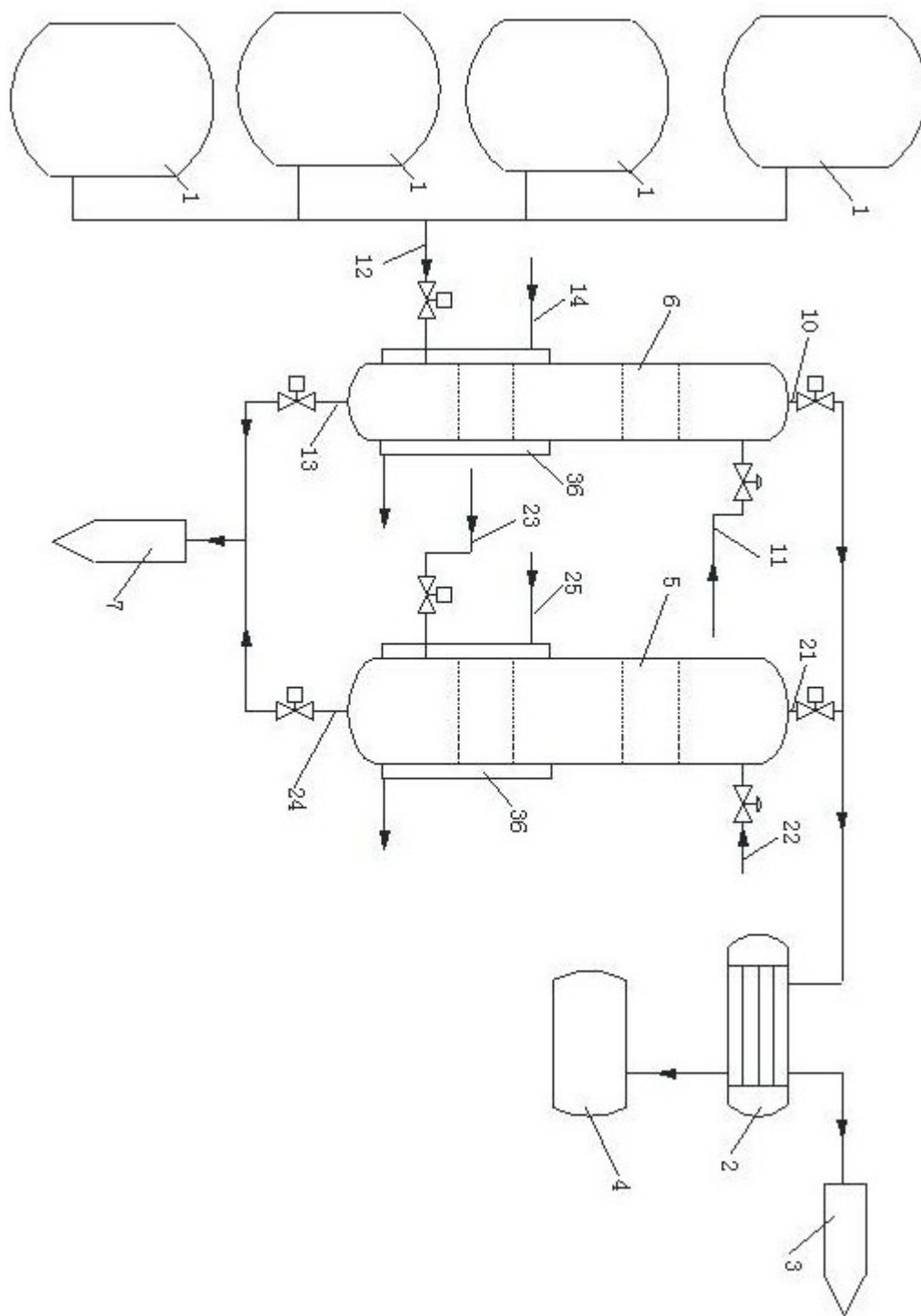


图3

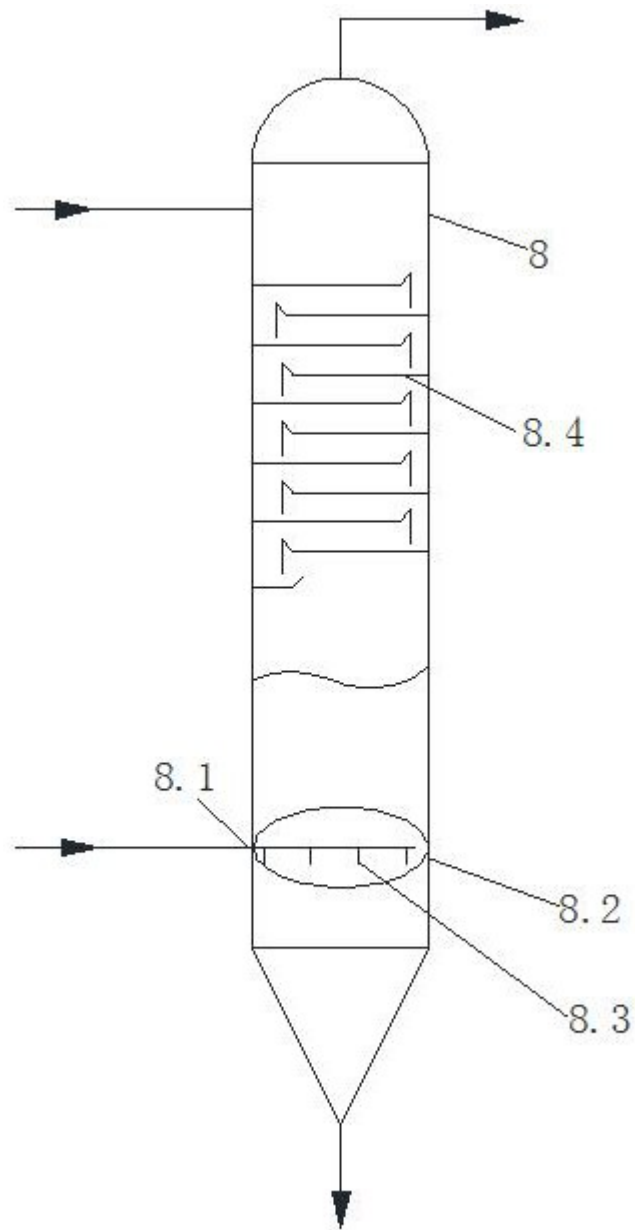


图4

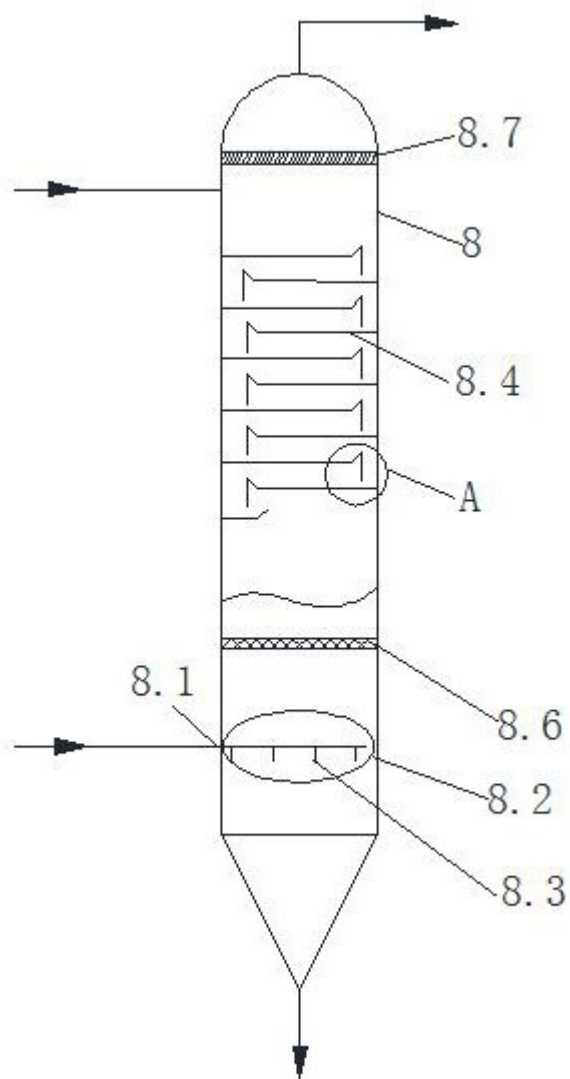


图5

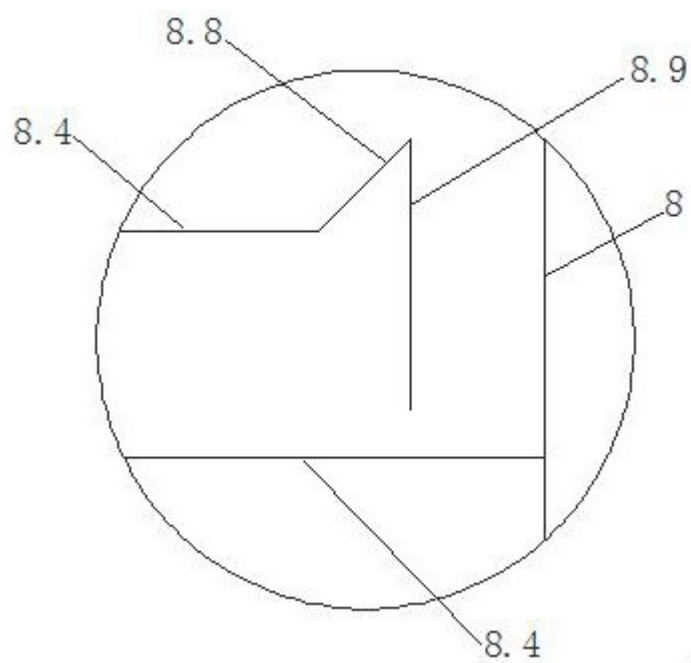


图6

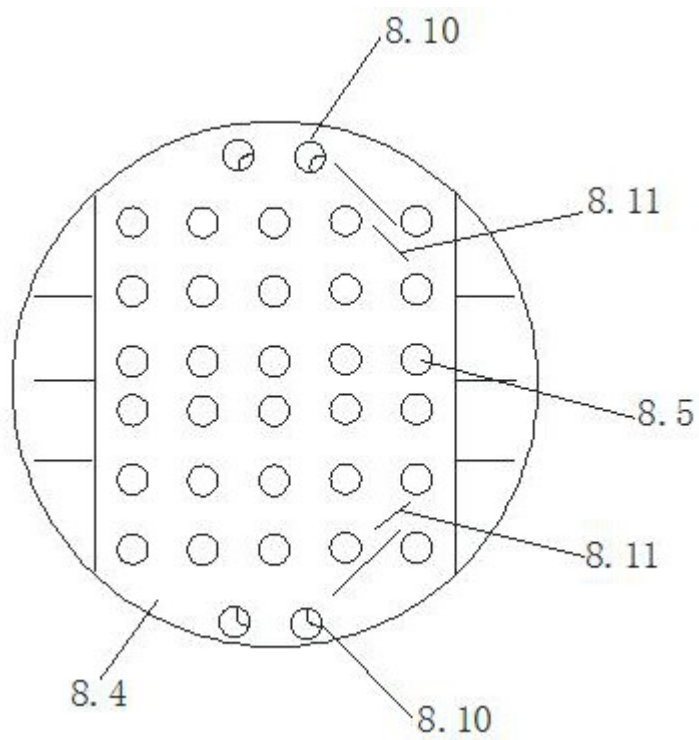


图7

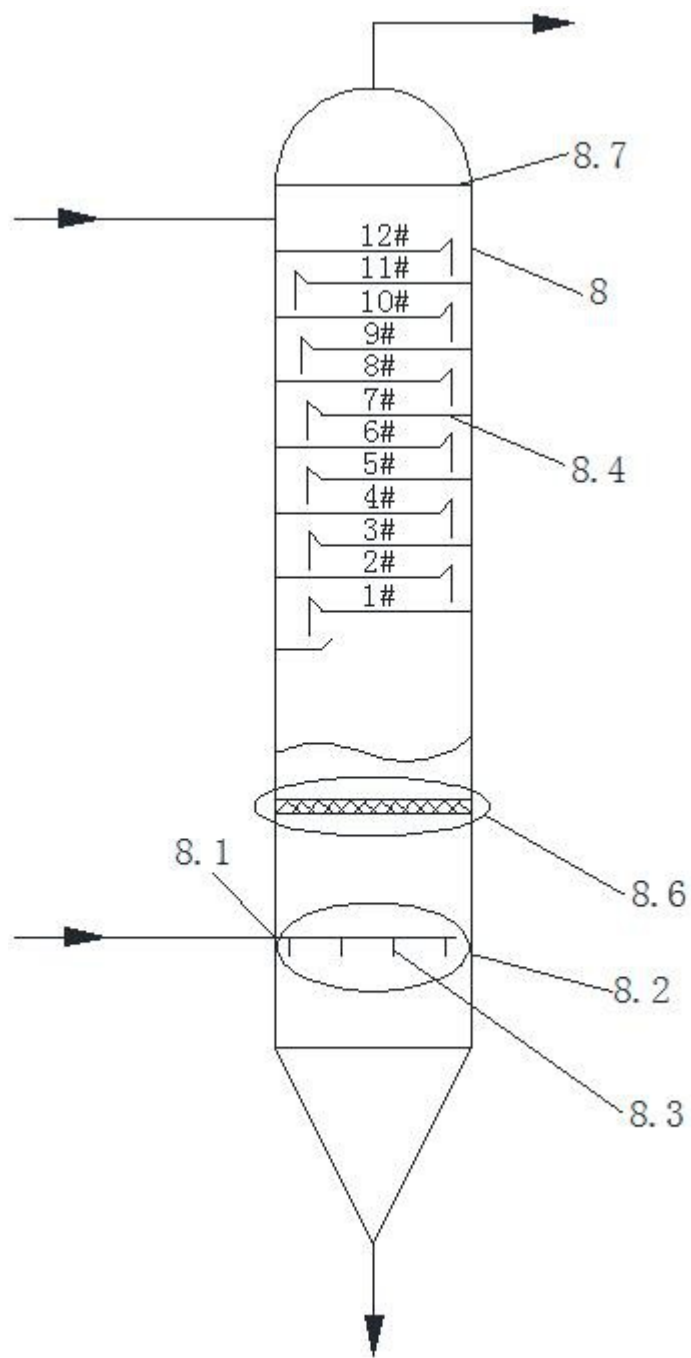


图8

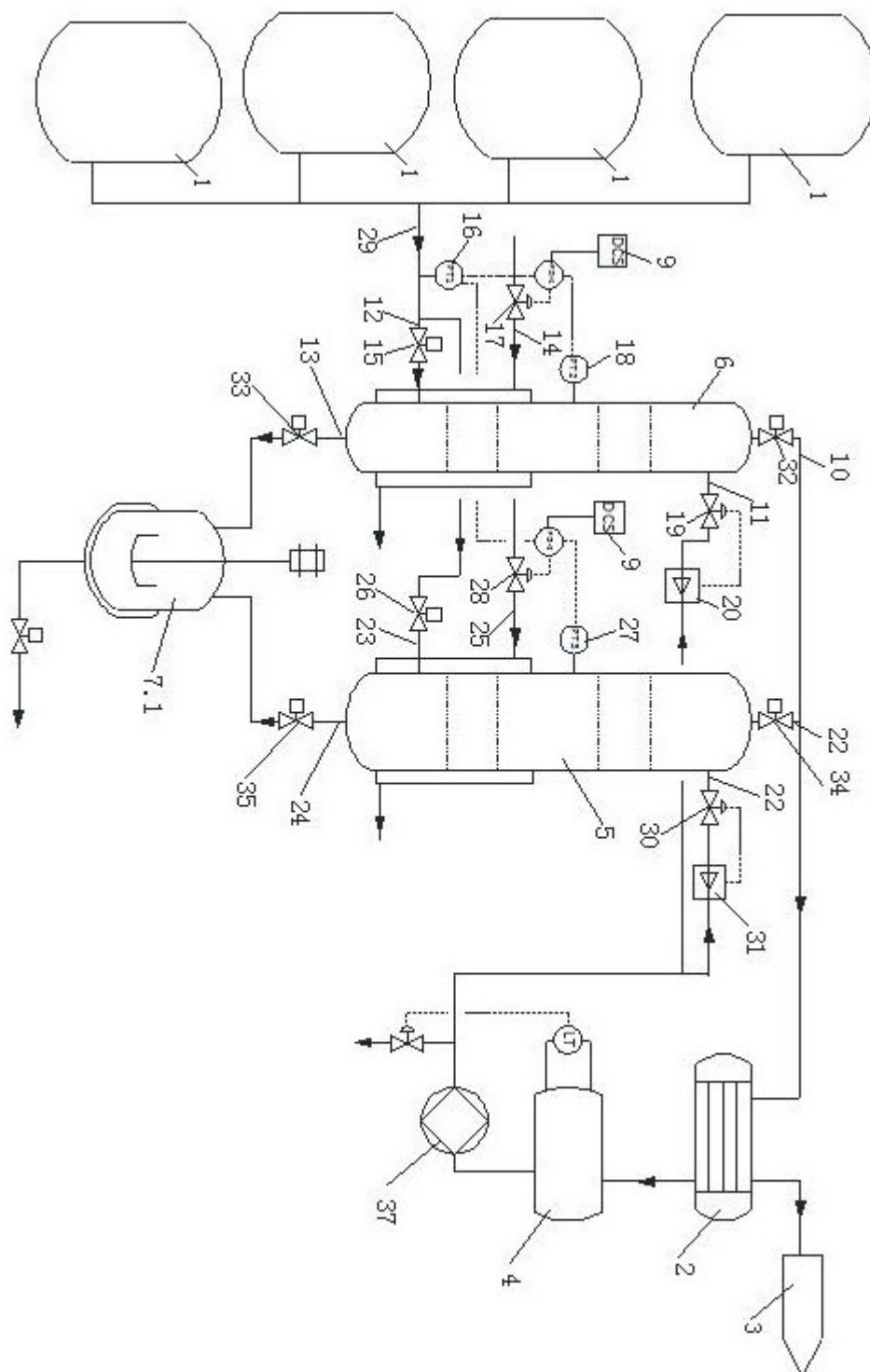


图9

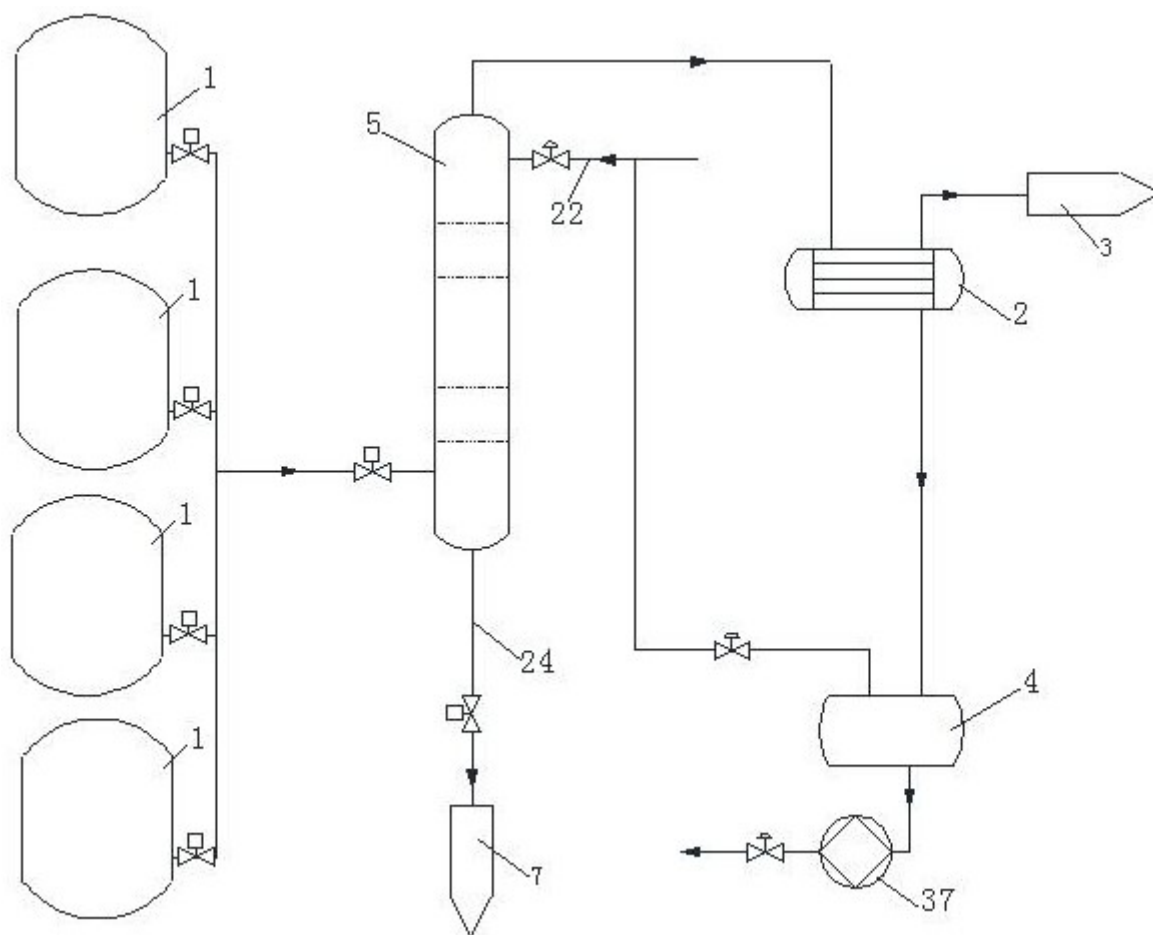


图10