

SALD 测定金属硅粉的粒径分布

SALD-003

摘要: 本文介绍了使用湿法激光粒度仪 SALD-7101 分析金属硅粉的粒径分布的方法。试验结果表明,该方法快速准确,重现性好,对控制有机硅生产原料的粒度工艺具有重要意义。

关键词: SALD-7101 湿法 激光粒度 金属硅 粗硅 硅粉 粒径分布 光伏

随着光伏产业的蓬勃发展,硅的适用价值得到更大的提高,将粗硅提炼出高纯度的单晶硅是等量黄金价格的数倍。硅是由石英制备而成, $\text{SiO}_2 + 2\text{C} \rightarrow \text{Si} + 2\text{CO}_2 \uparrow$,这样制得的硅是含少量杂质的粗硅,也叫金属硅,其中 Si 约占 98%,Fe、Al、Ca、Zn、Cu、Ni、Sn、Pb、Mn、Ti 等约占 2%,金属硅的外观是灰褐色而具有金属光泽、硬而脆的硅块。粗硅块经过加工粉碎,制成具有一定粒径分布的成品金属硅粉。适合的金属硅粉经过反应 $\text{Si} + 2\text{CH}_3\text{Cl} \rightarrow (\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$,制得有机硅,有机硅再经过还原反应制备单晶硅和多晶硅。而单晶硅和多晶硅的制备是正是光伏产业上游产业链核心的一环。

将硅块进行工业加工制成的成品硅粉,分级为粗粉、细粉、微细粉、超微细粉,可用于高温耐火材料、铁、铝合金、硅溶胶、有机硅等主要原料。适合粒径分布的

金属硅粉对有机硅生产具有非常重要的意义。适合的颗粒粒径分布可以促进有机硅主反应的进行,使反应时间缩短,能耗降低。岛津激光粒度仪 SALD-7101,通过侧面和后面检测器的添加,使用单一光源就可测定范围在 $0.01 \sim 300 \mu\text{m}$ 之间的粒径,对于金属硅粉微米级别的样品,利用湿法分析,都可以准确测定。

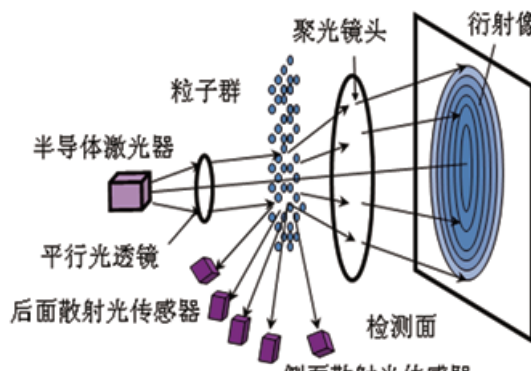


图1 检测单元结构示意图

材料和方法

1.1 仪器及试剂

1.2 分析条件

Shimadzu SALD-7101 激光粒度仪湿法附件

进样方式:湿法循环进样

Shimadzu 循环进样器(具备超声、搅拌功能)

超声时间:10 min

纯水:Millipore 超纯水

1.3 分析方法

粉体预混匀后,加入循环进样器。样品量根据探测器采集到的光强分布图确定,一般在总光强设定为 2000 时,纵坐标在 40% ~ 60% 之间时即为适量。

结果与讨论

本实验中采用纯水作为分散剂，在样品测定过程中，先扣除背景空白，取少量处理好的样品分几次缓慢进样，使其在水中分散充分，当纵坐标达到 40% ~ 60% 之间停止加样。超声处理样品保持 10 min，使样品在水中充分分散，待数据稳定，即可采集数据。测得数据如下图 2, 3 所示。

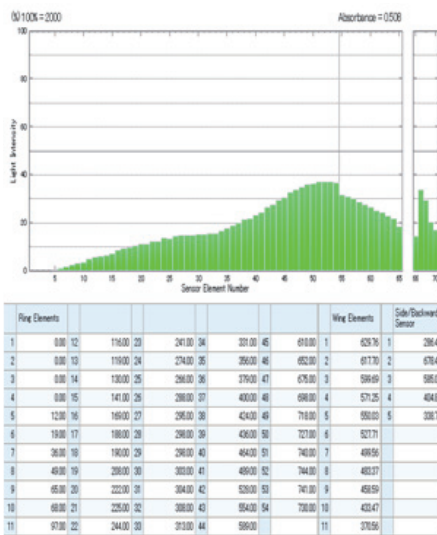


图 2 样品光强分布图

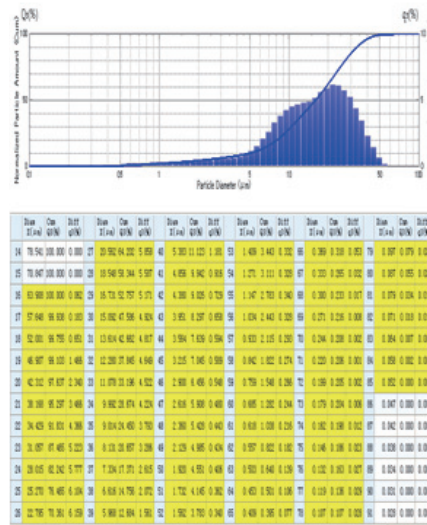


图 3 样品粒径范围图

仪器根据检测器的排列，测得光强分布，如图 2 所示。软件根据光强分布结果计算得到样品粒径范围结果，如图 3。使用上述方法重复六次测定样品结果如下：

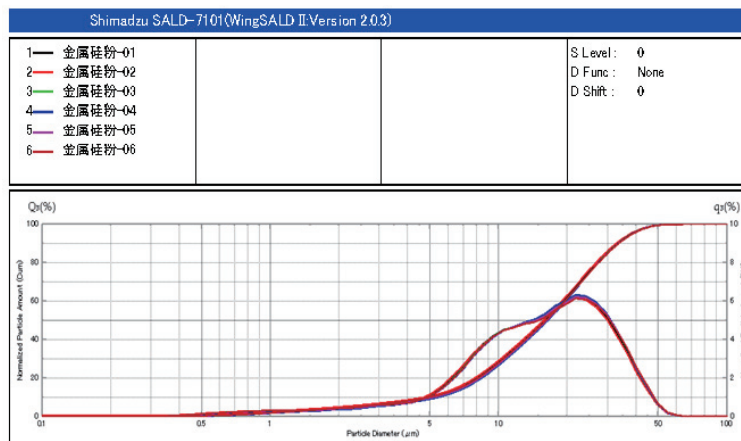


图 4 六次重复测量结果

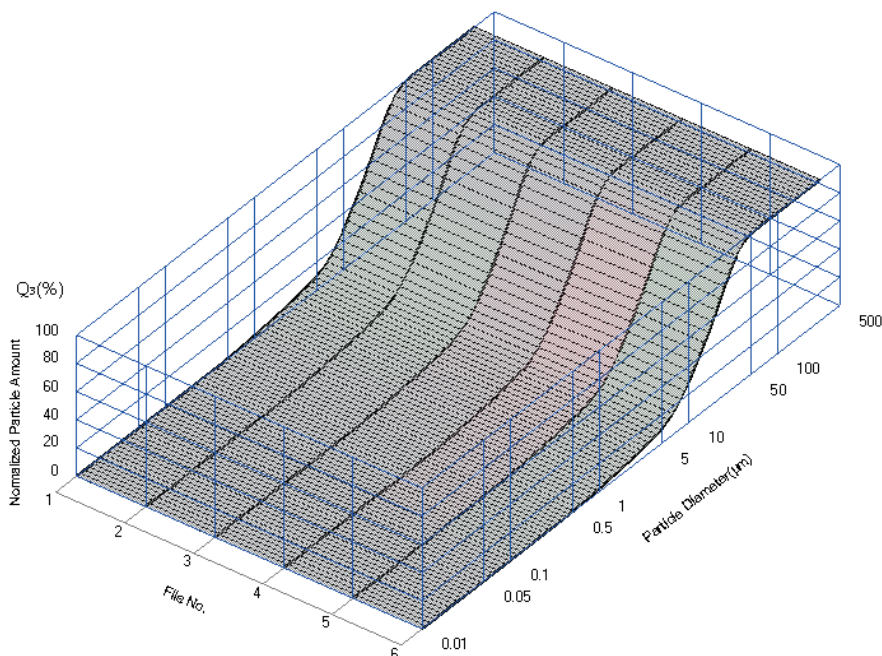


图 5 六次重复测量三维图谱结果

测得金属硅粉粒径数据如下：

表 1 金属硅粉粒径分布数据结果

次数	吸收度	中值粒径	10D	90D	50µm 以下 (%)
1	0.518	16.065	4.906	33.790	99.502
2	0.512	16.209	5.120	33.681	99.528
3	0.507	16.351	5.342	33.583	99.553
4	0.508	16.143	5.153	33.458	99.562
5	0.511	15.635	4.661	32.850	99.599
6	0.508	15.815	4.877	33.200	99.577
平均值	0.511	16.036	5.010	33.427	99.554

该硅粉样品的中值粒径平均值为 16.036 µm，根据上面公式计算六次重复标准偏差 SD 为 0.265 µm，由此计算得到相对标准偏差 RSD 为 1.65%，其中 80% 的颗粒粒径在 5.010 µm 到 33.427 µm 之间，50 µm 以下的颗粒占全部颗粒的 99.554%。

结论

本文介绍了使用湿法激光粒度仪 SALD-7101 分析金属硅粉的粒径分布的方法。试验结果表明，该方法快速准确，重现性好，对控制有机硅生产原料的粒度工艺具有重要意义。本方法适用于太阳能光伏产业的单晶硅及多晶硅生产工艺的检测及研发。