

doi:10.16112/j.cnki.53-1223/n.202607170002

引用格式:张少博,陈正杰,张永航,等.还原铁粉对工业硅炉底料碳化硅物相转变机理研究[J].昆明理工大学学报(自然科学版),2026,51(1):1-13.

Citation:ZHANG Shaobo, CHEN Zhengjie, ZHANG Yonghang, et al. Phase Transformation Mechanism of Silicon Carbide in Industrial Silicon Furnace Bottom Material by Reduced Iron Powder[J]. Journal of Kunming University of Science and Technology (Natural Science), 2026, 51(1): 1-13.

## 还原铁粉对工业硅炉底料碳化硅物相转变机理研究

张少博<sup>1,2</sup>, 陈正杰<sup>1,2,3\*</sup>, 张永航<sup>1,2</sup>, 胡议友<sup>1,2</sup>, 罗 喷<sup>1,2</sup>, 马文会<sup>1,2,3,4</sup>

(1. 昆明理工大学 冶金与能源工程学院, 云南 昆明 650093;

2. 昆明理工大学 云南省复杂有色金属资源清洁利用国家重点实验室, 云南 昆明 650093;

3. 昆明理工大学 真空冶金国家工程实验室, 云南 昆明 650093; 4. 云南大学 材料与能源学院, 云南 昆明 650093)

**摘要:** 在工业硅冶炼过程中矿热炉内会产生大量的炉底料,为了解决炉底料引起的炉底上涨、设备损坏等问题,采用加铁粉的方法以去除炉底料中的碳化硅。结果表明:通过加入铁粉焙烧,可以使SiC转变成Fe<sub>3</sub>Si。加铁焙烧的最佳条件:还原铁粉添加量为3g,熔炼温度为1400℃,焙烧时间为60min。当温度高于1400℃时,焙烧产物会生成线状的SiC,并且随温度的升高越来越多。添加剂中的Fe最终以Fe<sub>3</sub>Si的形式存在于所得产物中,并且在产品的表面可清晰地检测到规则的球形。同时从微观表征中发现:随着加铁量增大,产物中会检测到单质碳,这是因为铁将碳化硅中的碳元素还原成了单质碳。综合分析表明,该实验结果可为解决炉底料引起的问题提供思路,对其后续增值利用提供技术支持。

**关键词:** 工业硅炉; 炉底料; 碳化硅; 还原铁粉

**中图分类号:** TQ127.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-855X(2026)01-0001-13

### Phase Transformation Mechanism of Silicon Carbide in Industrial Silicon Furnace Bottom Material by Reduced Iron Powder

ZHANG Shaobo<sup>1,2</sup>, CHEN Zhengjie<sup>1,2,3\*</sup>, ZHANG Yonghang<sup>1,2</sup>,  
HU Yiyu<sup>1,2</sup>, LUO Pen<sup>1,2</sup>, MA Wenhui<sup>1,2,3,4</sup>

(1. Faculty of Metallurgical and Energy Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China;

2. State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization in Yunnan Province, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China; 3. National Engineering Laboratory for Vacuum

Metallurgy, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China;

4. School of Materials and Energy, Yunnan University, Kunming 650093, China)

**Abstract:** In the industrial silicon smelting process, a large amount of hearth material is generated in the submerged arc furnace. To address the problems of hearth rise and equipment damage caused by the hearth material, iron powder is added to remove silicon carbide from the hearth material. The results showed that SiC could be trans-

收稿日期:2025-07-17. 基金项目:国家自然科学基金地区科学项目(52464036).

作者简介:张少博(1993-),男,硕士研究生. 主要研究方向:硅冶金与硅材料. E-mail: zhangshaobo091@163.com

通信作者:陈正杰(1989-),男,博士,教授,博士生导师. 主要研究方向:硅低碳冶炼新技术,石墨资源综合回收制备新能源电池负极材料,废汽车尾气催化剂中贵金属大数据,液态金属废弃资源综合回收镓铟有价金属等.

E-mail: czjkmust@126.com

formed into  $\text{Fe}_3\text{Si}$  by calcination with reduced iron powder addition. The optimal conditions for calcination with iron powder were as follows: the addition amount of reduced iron powder was 3 g, the calcination temperature was 1 400  $^\circ\text{C}$ , and the calcination time was 60 minutes. When the temperature exceeded 1 400  $^\circ\text{C}$ , it was found that linear SiC was generated in the calcined product, and the amount of which increased with the rise of temperature. The Fe in the additive ultimately existed in the form of  $\text{Fe}_3\text{Si}$  in the obtained product and was clearly detected on the product surface as regular spherical particles. Meanwhile, microscopic characterization showed that as the amount of iron added increased, elemental carbon was detected in the product, because iron reduced the carbon element in silicon carbide to elemental carbon. Comprehensive analysis showed that the experimental results provide ideas for solving the furnace bottom material problem and technical support for its subsequent value-added utilization.

**Keywords:** industrial silicon furnace; furnace bottom materials; silicon carbide; reduced iron powder

## 0 引言

低碳转型计划是经济发展的驱动力,是经济可持续发展的关键<sup>[1-5]</sup>.随着新能源、新材料产业的快速发展,工业硅的产能和产量也迅速增加<sup>[6]</sup>.硅是制造半导体材料、太阳能电池、高纯硅合金的主要材料,广泛应用于建筑、化工、电子电气、汽车和航空航天工业等领域<sup>[7-12]</sup>.

根据杂质含量的不同,工业硅可分为冶金级和化学级.冶金级硅(MG-Si)作为生产太阳能级多晶硅和有机硅单体的关键原材料,对杂质含量要求严格<sup>[13-14]</sup>.工业硅的冶炼工艺对产品质量起着决定性的作用,其生产原料主要是硅石和碳质还原剂,在矿热炉内对其进行熔炼,通过碳热还原反应将  $\text{SiO}_2$  还原得到粗硅熔体<sup>[15]</sup>,再将粗硅熔体进行炉外精炼,得到纯度较高的工业硅产品.对炉内反应的过程进行深入分析,有利于降低成本、提高产品使用效率.对于大容量冶炼电炉,装备及相关重要参数原始设计依据高木炭生产工艺,电炉使用物料结构发生变化后,相关参数的配置与当前冶炼工艺不匹配,导致生产有功功率发挥不足、炉况稳定性差.虽有少数企业对炉膛参数进行了局部优化调整,但整体效果不明显.炉况恶化时,炉壁易形成死料区,大量杂质富集于炉壁;炉况正常后,死料区熔化,杂质大量进入硅熔体,对产品质量造成较大影响<sup>[16-18]</sup>.

目前对工业硅矿热炉冶炼、炉底硅再利用已有了一些研究.董艳奇<sup>[19]</sup>探究了碱金属盐或氧化物对炉底上涨的抑制作用及  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  处理炉底上涨的可行性;肖清安等<sup>[20]</sup>从理论上分析了矿热炉冶炼碱土金属合金过程中炉底逐步上涨的主要原因,并提出了控制和处理炉底上涨的有效措施;Liu等<sup>[21]</sup>通过硅石-木炭扩散偶实验系统揭示了碳化硅的形成机理,对降低生产成本,提高 MG-Si 产品的产率具有重要意义;Ortega等<sup>[22]</sup>指出大多数学者认可的碳还原  $\text{SiO}_2$  生成 SiC 的反应机理是由气态 SiO 充作中间产物完成反应的;Li等<sup>[23]</sup>研究了由石英和碳组成的颗粒在 1 898 ~ 1 948 K 的温度下的碳热还原过程;Wang等<sup>[24]</sup>发现  $\text{CaO-SiO}_2$  渣对 SiC 具有良好的润湿性,故选用其吸附液态硅中的 SiC 颗粒.

当前的研究主要集中在矿热炉炉内反应的反应机理和模拟计算,对炉底料的实验研究较少.本文使用还原铁粉观察工业硅炉底料的物相转变,通过实验结果验证还原铁粉处理炉底上涨的可行性.

## 1 实验材料和方法

### 1.1 实验材料和表征

本研究使用的炉底料来自中国云南省保山市的一家工厂.实验所用还原铁粉(铁含量大于 99%,阿拉丁,中国)及其他化学试剂均为分析纯.

使用 Agilent 5800 VDV ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱仪对样品的元素组成进行定性和定量分析.使用 X 射线光电子能谱(X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)(Thermo Fisher ESCALAB Xi+, Thermo Fisher Scientific, 美国)技术分析铁焙烧前后样品的化学状态.此外,采用 X 射线衍射分析(X-ray Diffraction Analysis, XRD)(D/Max2200PCX, Rigaku, 日本)分析添加铁粉焙烧前后产物的物相变化.使用场发射扫描电子显微镜(FEI QUANTA 200)检查样品的微观形貌和元素分布,还进行了扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)、波长色散 X 射线谱仪(Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy,

WDS)和能量色散 X 射线光谱(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy,EDS)分析.

## 1.2 实验方法

本研究采用的具体实验方法如下:首先,将炉底料用振动磨进行研磨粉碎,筛分至  $74.162\ \mu\text{m}$  以下,并放入干燥箱中以便进一步使用;然后,如图 1 铁焙烧实验的工艺流程图所示,将炉底料和还原铁粉在玛瑙研钵中混合均匀,在电阻炉中进行高温焙烧最终得到焙烧产物.实验过程中,氩气流速(纯度 99.99%)设置为  $150\ \text{mL}/\text{min}$ ,温度范围为  $1300\sim 1550\ ^\circ\text{C}$ ,加热速率为  $10\ ^\circ\text{C}/\text{min}$ ,还原铁粉与炉底料的质量比为  $30\%\sim 100\%$ ,保持时间为  $0.5\sim 2.5\ \text{h}$ .焙烧后,煅烧品在炉内冷却至室温后取出,得到煅烧品.



图 1 铁焙烧实验工艺流程图

Fig. 1 Process diagram of iron roasting experiment

## 2 结果与讨论

### 2.1 原料化学成分及物相组成分析

#### 2.1.1 化学成分分析

采用电感耦合等离子体发射光谱仪测量炉底料中微量元素(Fe、Al、Ca)的含量.为了提高检测结果的准确性,结合碳硫分析仪和氧氮分析仪对炉底料中碳元素和氧元素进行分析.由表 1 结果可知,硅渣中主要含有 Si、C、O、Al、Fe、Ca 等元素,其中硅元素的质量百分含量约为 45.55%,碳元素的质量百分含量约为 3.84%,氧元素的质量百分含量约为 35.4%.可见炉底料中硅及氧元素含量较高.

表 1 炉底料元素成分

Tab. 1 Element composition of furnace bottom material

元素	Si	C	O	Al	Fe	Ca	其他
含量/%	45.55	3.84	35.4	0.18	0.11	0.19	14.73

#### 2.1.2 XRD 物相分析

通过 XRD 测试鉴定了炉底料的化学成分,根据图 2 所示的 XRD 光谱可以观察到,在  $21.907^\circ$ 、 $28.389^\circ$ 、 $31.389^\circ$ 、 $36.050^\circ$ 、 $36.372^\circ$ 、 $42.640^\circ$ 、 $44.783^\circ$ 、 $47.033^\circ$ 、 $48.533^\circ$ 、 $54.051^\circ$ 、 $56.998^\circ$ 、 $62.141^\circ$ 、 $65.034^\circ$  的  $2\theta$  值处检测到  $\text{SiO}_2$  的特征峰,在  $21.907^\circ$  处观察到最强峰.  $\text{SiC}$  的特征峰出现在  $35.622^\circ$ 、 $41.408^\circ$ 、 $71.784^\circ$ 、 $75.481^\circ$ ,最强峰在  $35.622^\circ$ .以上结果表明,炉底料中的主要相为  $\text{SiO}_2$  和  $\text{SiC}$ ,其中  $\text{SiO}_2$  为主相.

#### 2.1.3 XPS 物相分析

为了进一步确认炉底料的详细组成,进行了 XPS 分析.结果表明,炉底料的主要元素是 C、Si 和 O,同时含有少量的 Fe 和 Al,存在 5 个峰( $\text{C}1\text{s}$ 、 $\text{Si}2\text{p}$ 、 $\text{O}1\text{s}$ 、 $\text{Al}2\text{p}$  和  $\text{Fe}2\text{p}$ ). $\text{C}1\text{s}$ 、 $\text{O}1\text{s}$ 、 $\text{Si}2\text{p}$ 、 $\text{Al}2\text{p}$  和  $\text{Fe}2\text{p}$  分裂峰的拟合结果如图 3 所示,证实物质含有两种形态的硅:碳化硅和二氧化硅.

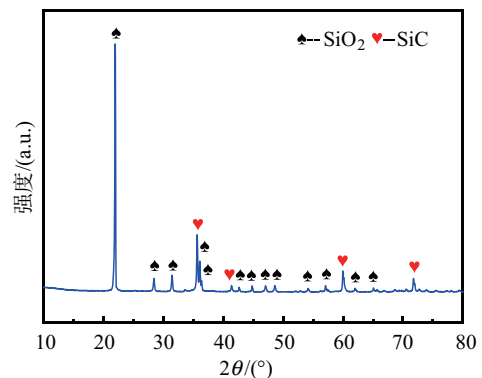


图 2 炉底料的 XRD 检测结果

Fig. 2 XRD test results of furnace bottom material

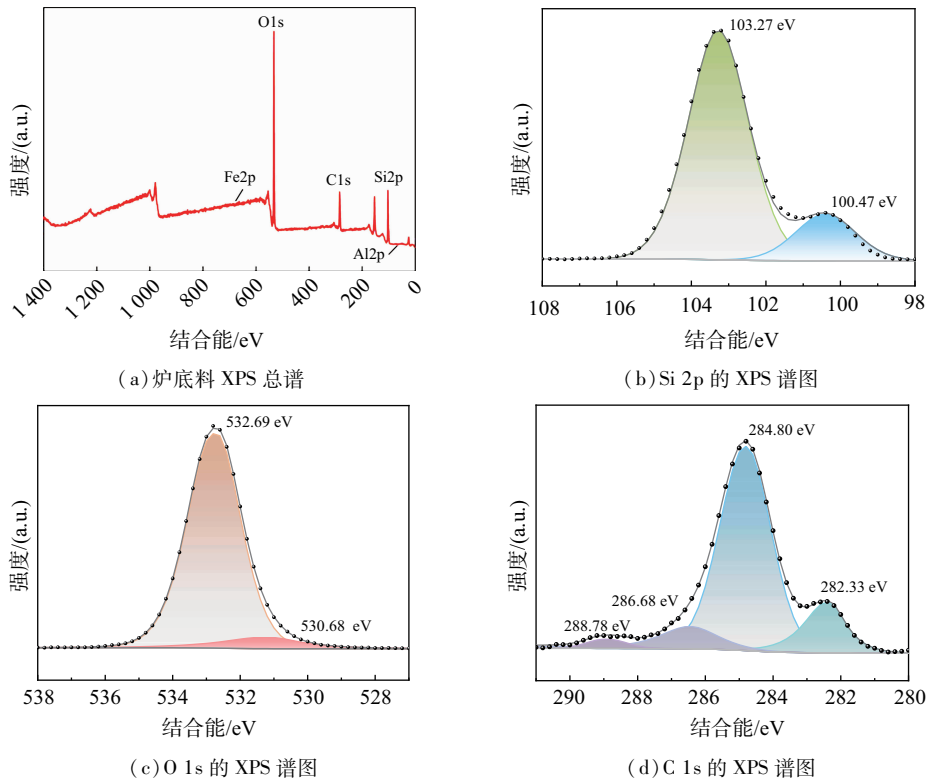


图 3 XPS 谱图

Fig. 3 XPS spectrum

#### 2.1.4 炉底料微观结构

采用 SEM-EDS 对炉底料的微观形貌、存在的物相及杂质的赋存状态进行分析. 通过对样品 1 进行 WDS 面扫, 获得了如图 4 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、O、Fe、Ca、Al 5 种元素组成, 可以看出浅灰色的是 Fe 相, 深灰色是 Si-O 相. 为了获得更加具体的组元分布特征, 对图中点 1~点 4 进行 EDS 点扫分析, 结果如表 2 所示. 由原子比计算可知, 点 1~点 3 符合 FeSi 相的组成特征, 点 4 符合 SiO<sub>2</sub> 相的组成特征.

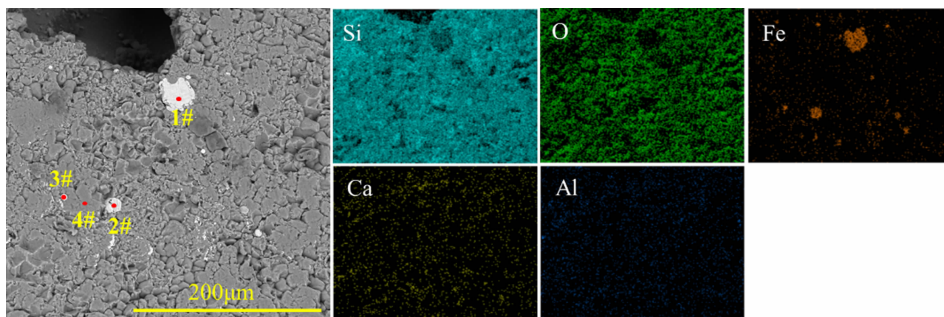


图 4 炉底料样品 1 的微观形貌及元素面扫图

Fig. 4 Micromorphology and element surface scanning map of furnace bottom material sample 1 Percent

表 2 图 4 对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

Tab. 2 Elements of EDS analysis corresponding to Fig. 4 (Atomic Percent)

点	C	O	Si	Fe	物相
1	8.1		37.1	54.8	FeSi
2	9.5	12.6	38.9	39.0	FeSi
3	7.2		39.0	53.8	FeSi
4	4.9	61.1	34.0		SiO <sub>2</sub>

通过对样品 2 进行 WDS 面扫,获得了如图 5 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、O、Fe、Ca、C 组成,可以看出浅灰色的是 Fe 相,深灰色是 Si-O 相,样品中还含有少量的 Ca 和 C 元素. 为了获得更加具体的组元分布特征,对图中点 5~点 8 进行 EDS 点扫分析,结果如表 3 所示. 由原子比计算可知,点 5、点 6、点 8 符合 FeSi 相的组成特征,点 7 符合 SiO<sub>2</sub> 相的组成特征.

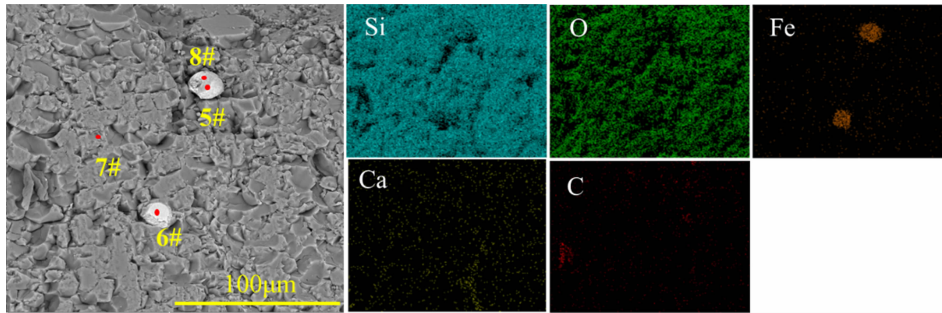


图 5 炉底料样品 2 的微观形貌及元素面扫图

Fig. 5 Micromorphology and element surface scanning map of furnace bottom material sample 2

表 3 图 5 对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

Tab. 3 Elements of EDS analysis corresponding to Fig. 5(Atomic Percent)

点	C	O	Si	Fe	物相	%
5	17.2		41.8	41.0	FeSi	
6	7.5		47.1	45.4	FeSi	
7		71.9	28.1		SiO <sub>2</sub>	
8	12.1		42.8	45.1	FeSi	

通过对样品 3 进行 WDS 面扫,获得了如图 6 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、O、Fe、C 组成,可以看出浅灰色的是 Fe 相,深灰色是 Si-O 相,样品中还含有少量的 C 元素. 为了获得更加具体的组元分布特征,对图中点 9~点 11 进行 EDS 点扫分析,结果如表 4 所示. 由原子比计算可知,点 9、点 10 符合 FeSi 相的组成特征,点 11 符合 SiO<sub>2</sub> 相的组成特征.

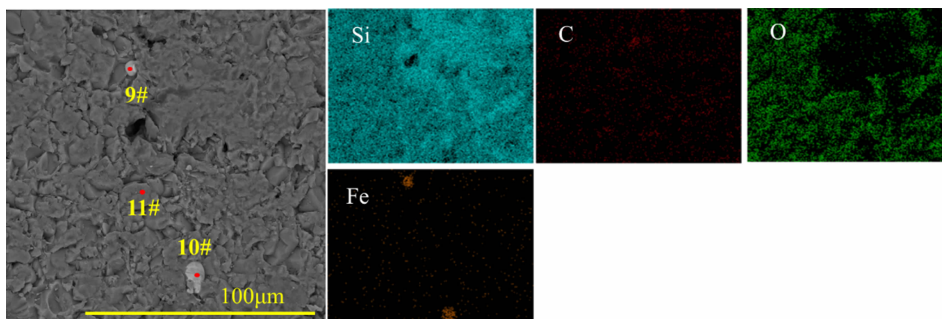


图 6 炉底料样品 3 的微观形貌及元素面扫图

Fig. 6 Micromorphology and element surface scanning map of furnace bottom material sample 3

表 4 图 6 对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

Tab. 4 Elements of EDS analysis corresponding to Fig. 6(Atomic Percent)

点	C	O	Si	Fe	物相	%
9	38.2		33.0	28.8	FeSi	
10	32.3	12.0	28.8	26.9	FeSi	
11		59.5	22.3	18.2	SiO <sub>2</sub>	

由原料化学成分及物相组成分析可知,炉底料中主要存在  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiC}$  及硅铁合金.

## 2.2 加铁焙烧实验结果

### 2.2.1 焙烧温度和不同铁含量对产物的影响

为了确定反应最佳的铁粉用量、熔炼温度和焙烧时间,设计了一系列实验,并通过 XRD 和 SEM 分析对产物进行了研究.图 7 是在不同焙烧温度下将炉底料与添加不同含量的纯铁粉(1.5 g、2 g、2.5 g、3 g)焙烧 1 h 后获得的产品的 XRD 分析.可以看到,原料中只有  $\text{SiO}_2$  和  $\text{SiC}$  的衍射峰.加入铁粉的焙烧产物中检测到了新的  $\text{Fe}_3\text{Si}$  的衍射峰,表明铁粉和  $\text{SiC}$  发生反应生成了  $\text{Fe}_3\text{Si}$ .随着加铁量的增加,可以发现  $\text{SiO}_2$  和  $\text{SiC}$  的衍射峰不断减弱.在 1 300 °C 和 1 350 °C 温度下,产物的 XRD 图谱基本相同;当温度升高到 1 400 °C,  $\text{Fe}_3\text{Si}$  的衍射峰变强;温度继续升高到 1 450 °C 和 1 500 °C,  $\text{Fe}_3\text{Si}$  的衍射峰开始变弱,可知最佳焙烧温度为 1 400 °C.

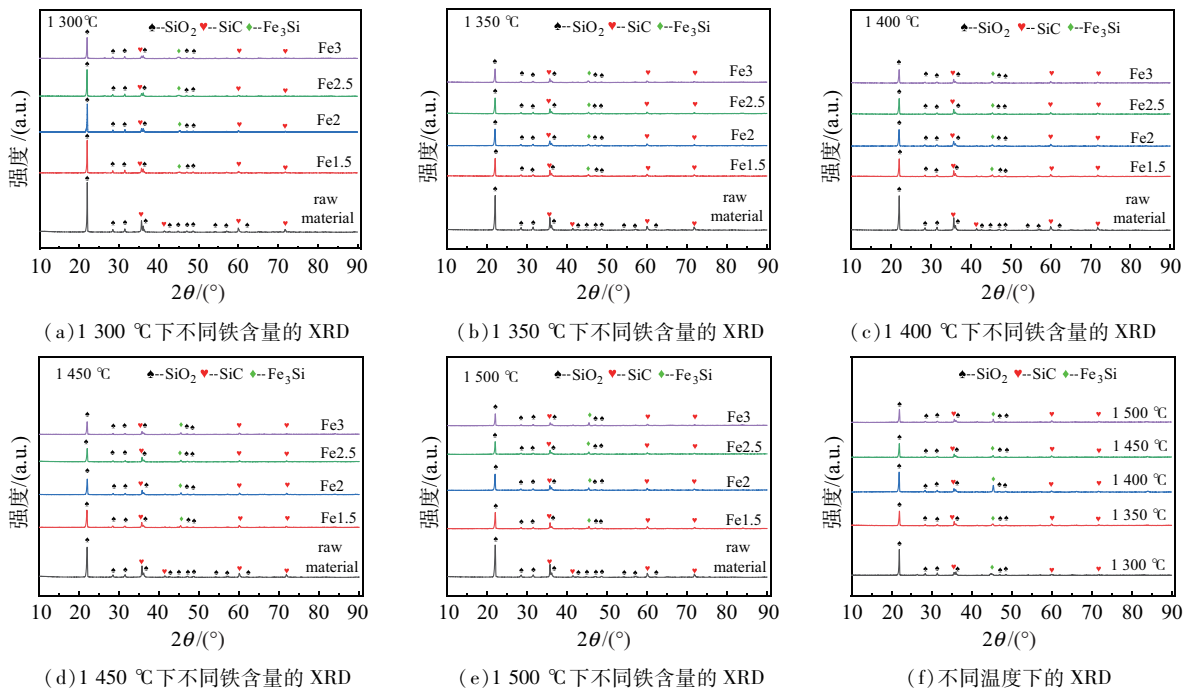


图 7 不同 Fe 含量和不同熔炼温度下产物的 XRD 分析

Fig. 7 XRD analysis of products with different Fe contents and different melting temperatures

### 2.2.2 焙烧时间对产物的影响

由不同焙烧时间下产物的 XRD 分析(图 8)可以看出,随着焙烧时间从 30 min 增加到 150 min,  $\text{SiO}_2$  的衍射峰越来越弱,焙烧时间为 60 min 时,  $\text{Fe}_3\text{Si}$  的衍射峰最强.根据以上分析,确定了加铁焙烧的最佳条件:还原铁粉添加量为 3 g,熔炼温度为 1 400 °C,焙烧时间为 60 min.

图 9 给出了不同温度下加铁焙烧获得的产物的 SEM 图像.随着温度从 1 400 °C 升高到 1 500 °C,形貌和物相变得更加复杂,可以发现图中存在很多规则的球状结构和线状结构.在图 9 (d)和图 9(h)中,1 500 °C 和 1 450 °C 的产物中的棒状纳米线比 1 400 °C 时得多,根据相应的 EDS 分析可知,其主要成分为  $\text{SiC}$ ,

并含有少量  $\text{SiO}_2$ .出现纳米线的原因是:随着焙烧温度的升高,铁粉和碳化硅反应生成单质碳,而二氧化硅会和单质碳反应生成碳化硅,所以会出现线状的碳化硅,且温度越高,生成的线状碳化硅越多.因为实验的目的是去除碳化硅,生成碳化硅是本实验不愿看到的结果.根据图 7 的 XRD 分析,随着温度的升高,Fe 去除碳化硅的效果变差,从微观表征中得知该现象是因为随着温度的升高焙烧产物会生成线状的碳化硅.从 EDS 分析

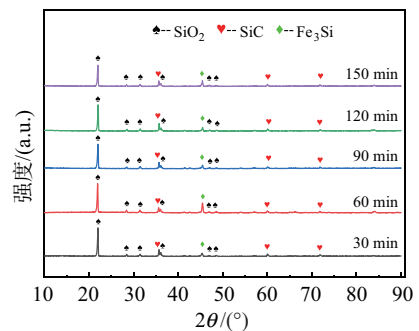


图 8 不同焙烧时间下产物的 XRD 分析  
Fig. 8 XRD analysis of products at different calcination times

可以看出,添加剂中的 Fe 最终以  $Fe_3Si$  的形式存在于所得产物中, $Fe_3Si$  以规则的单一球形清晰地被检测到,并且大部分分布在产品的表面。

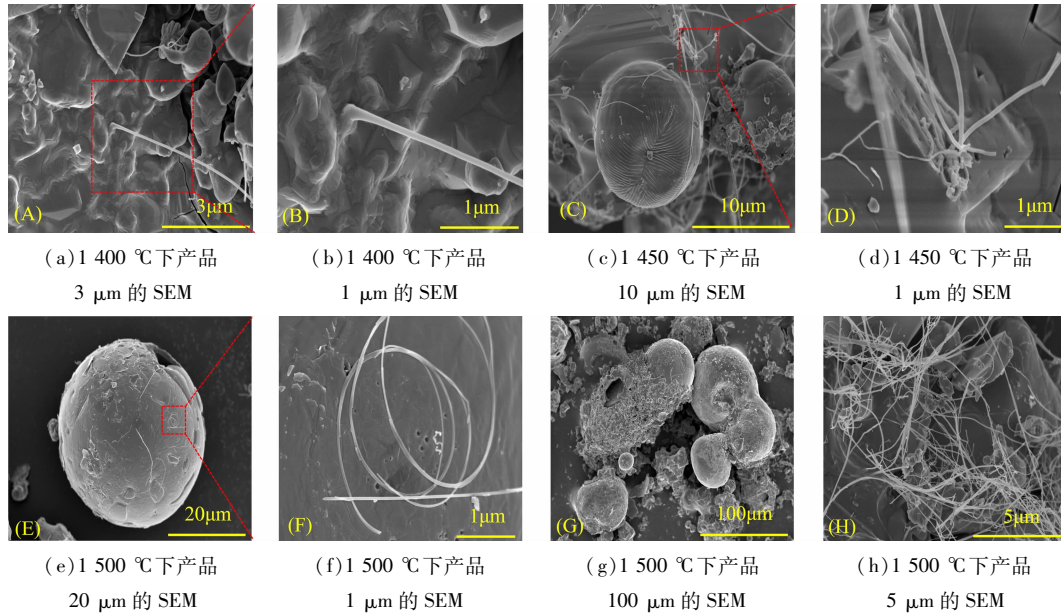


图 9 不同温度下获得的产品的 SEM 图像

Fig. 9 The SEM images of products obtained at different temperatures

对三个不同焙烧温度的样品进行面扫分析和点扫分析. 通过对 1400 °C 样品进行 WDS 面扫, 获得了如图 10 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、C、O、Fe 四种元素组成, 可以看出样品中含有非常规则的球状结构. 为了获得更加具体的组元分布特征, 对图 10 中点 1~点 3 进行 EDS 点扫分析, 结果如表 5 所示. 由原子比计算可知, 点 1~点 3 符合  $Fe_3Si$  和 C 相的组成特征.

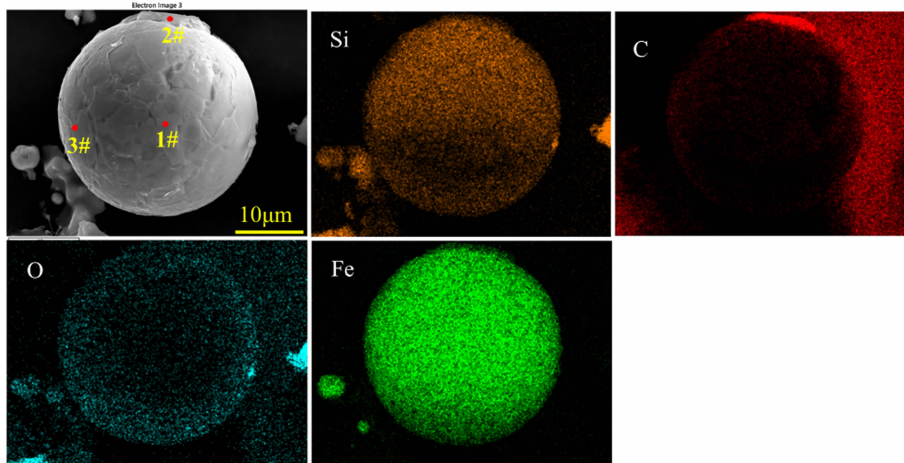


图 10 1400 °C 下的微观形貌和元素表面图

Fig. 10 Micromorphology and elemental surface map at 1400 °C

表 5 1~3 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

点	C	O	Si	Fe	物相	%
1	67.46	4.09	6.75	21.70	$C, Fe_3Si$	
2	94.32	3.58	0.76	1.34	$C, Fe_3Si$	
3	70.94	17.35	3.48	8.23	$C, Fe_3Si$	

通过对 1 450 °C 样品进行 WDS 面扫,获得了如图 11 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、C、O、Fe 四种元素组成,可以看出在样品基体上含有球状结构和线状结构. 为了获得更加具体的组元分布特征,在图中样品线状结构上对点 4 和点 5 进行 EDS 点扫分析,结果如表 6 所示. 由原子比计算可知,点 4、点 5 符合 SiC 相的组成特征.

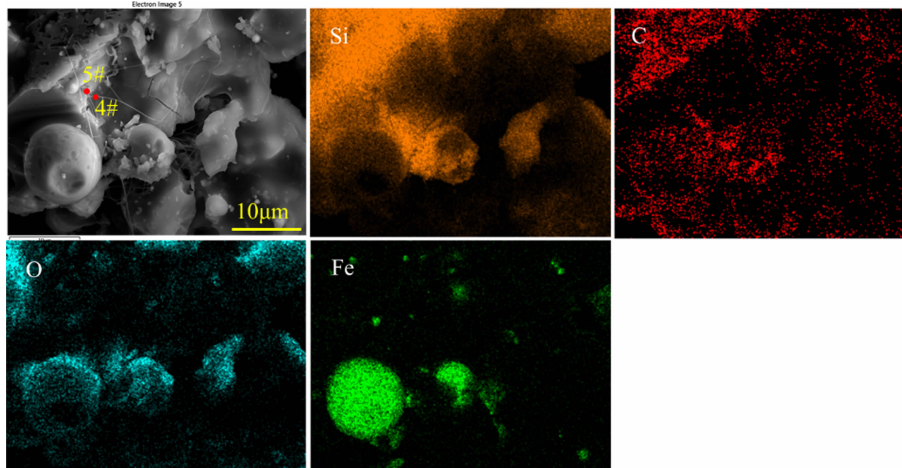


图 11 1 450 °C 时的微观形貌和元素表面图

Fig. 11 Micromorphology and elemental surface map at 1 450 °C

表 6 4、5 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

Tab. 6 Components of EDS analysis corresponding to feature points 4 and 5 (Atomic Percent)

点	C	O	Si	Fe	物相	%
4	41.16	12.51	45.47	0.85	SiC	
5	38.02	20.25	41.04	0.68	SiC	

通过对 1 500 °C 样品进行 WDS 面扫,获得了如图 12 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、C、O、Fe 四种元素组成,可以看出在样品基体上含有比之前样品更多的线状结构. 为了获得更加具体的组元分布特征,在图中样品线状结构和块状结构上对点 6 ~ 点 10 进行 EDS 点扫分析,结果如表 7 所示. 由原子比计算可知,点 6 ~ 点 10 符合 SiC 相的组成特征.

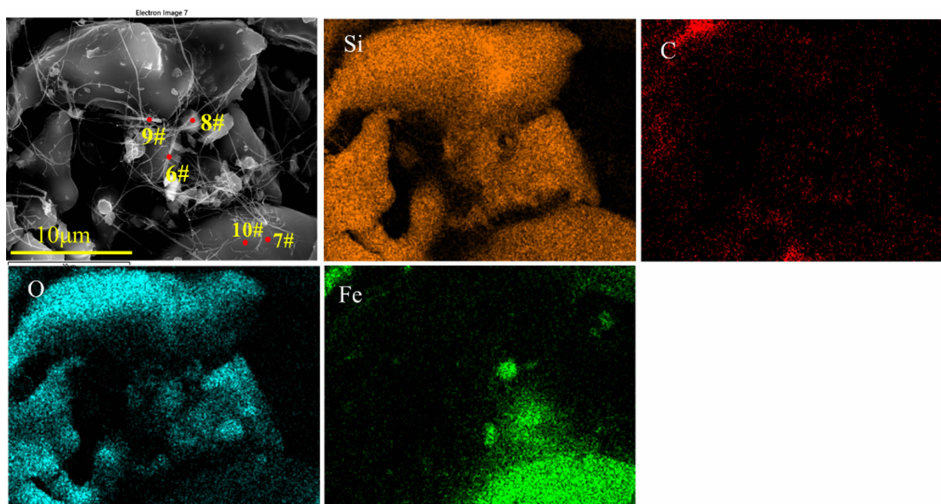


图 12 1 500 °C 时的微观形貌和元素表面图

Fig. 12 Micromorphology and elemental surface map at 1 500 °C

表 7 6~10 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

点	C	O	Si	Fe	物相
6	23.83	54.13	20.61	1.43	SiC
7	28.03	18.92	31.03	22.02	SiC
8	30.96	33.62	16.69	18.73	SiC
9	37.06	44.23	17.57	1.14	SiC
10	26.14	17.68	32.60	23.58	SiC

### 2.3 DSC 分析

对掺有一定量铁粉的炉底料在氩气气氛下 25~1400 °C 温度范围内进行了差示扫描量热仪(Differential Scanning Calorimetry, DSC)分析,结果如图 13 所示.可以看出,在 1298 °C 和 1353 °C 有两个明显的吸热峰.

### 2.4 微观表征分析(加铁量增加后物相的变化)不同加铁量的焙烧产物

对六个不同铁粉含量的样品进行面扫分析和点扫分析.通过对铁含量为 1.5 g 的样品 1 进行 WDS 面扫,获得了如图 14 所示的物相赋存状态.样品主要由 Si、C、O、Fe 四种元素组成,可以看到样品中含有大块的块状结构和一些颗粒结构.为了获得更加具体的组元分布特征,对图中点 1~点 3 进行 EDS 点扫分析,结果如表 8 所示.由原子比计算可知,点 1~点 3 符合 SiC 相的组成特征.

通过对铁含量为 1.5 g 的样品 2 进行 WDS 面扫,获得了如图 15 所示的物相赋存状态.样品主要由 Si、O、Fe、C 组成,可以看出样品中含有规则的球状结构.为了获得更加具体的组元分布特征,对图中点 4~点 5 进行 EDS 点扫分析,结果如表 9 所示.由原子比计算可知,点 4、点 5 符合 C、Fe<sub>3</sub>Si 相的组成特征.

通过对铁含量为 2.0 g 的样品 3 进行 WDS 面扫,获得了如图 16 所示的物相赋存状态.样品主要由 Si、O、Fe、C 组成,可以看出样品为球状结构,并且结构外部还有包覆.为了获得更加具体的组元分布特征,对图中点 6~点 8 进行 EDS 点扫分析,结果如表 10 所示.由原子比计算可知,点 6 符合 C、Fe<sub>3</sub>Si 相的组成特征,点 7 符合 Fe<sub>3</sub>C 相的组成特征,点 8、点 9 符合 C 相的组成特征.

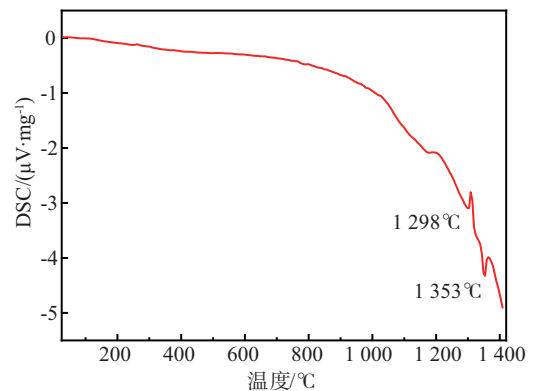


图 13 对铁和炉底料混合进行了 DSC 分析  
Fig. 13 DSC analysis of the mixture of Fe and furnace bottom material

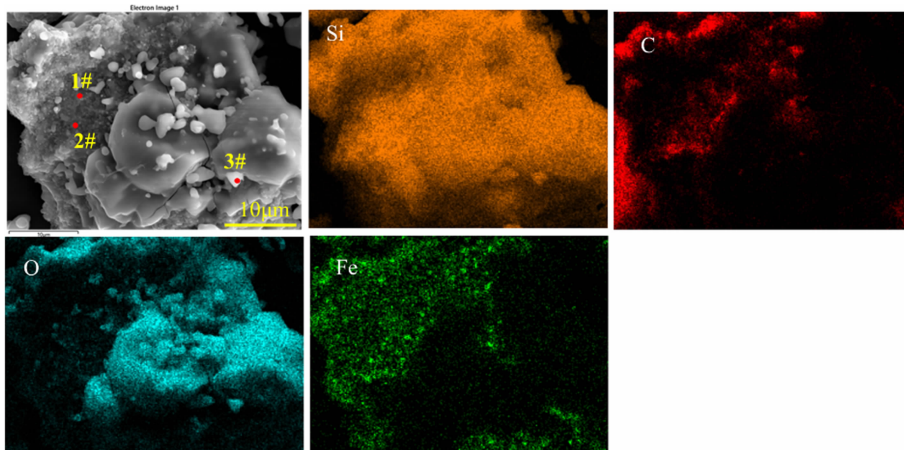


图 14 铁含量为 1.5 g 的样品 1 的微观形貌及元素分布图

Fig. 14 Micromorphology and element plane map of sample 1 with 1.5 g Fe content

表 8 1~3 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

Tab. 8 Components of EDS analysis corresponding to feature points 1 to 3 (Atomic Percent)

点	C	O	Si	Fe	物相	%
1	57.47	19.61	20.97	1.95	SiC	
2	64.84	17.17	17.48	0.51	SiC	
3	19.82	64.55	15.59	0.04	SiC	

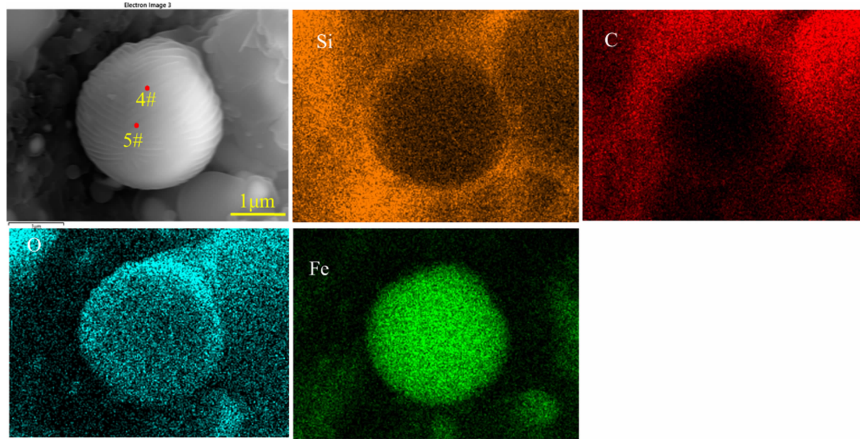


图 15 铁含量为 1.5 g 的样品 2 的微观形貌及元素分布图

Fig. 15 Micromorphology and element plane map of sample 2 with 1.5 g Fe content

表 9 4,5 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

Tab. 9 Components of EDS analysis corresponding to feature points 4 and 5 (Atomic Percent)

点	C	O	Si	Fe	物相	%
4	48.24	24.56	7.01	20.19	C, Fe <sub>3</sub> Si	
5	47.15	24.48	6.85	21.52	C, Fe <sub>3</sub> Si	

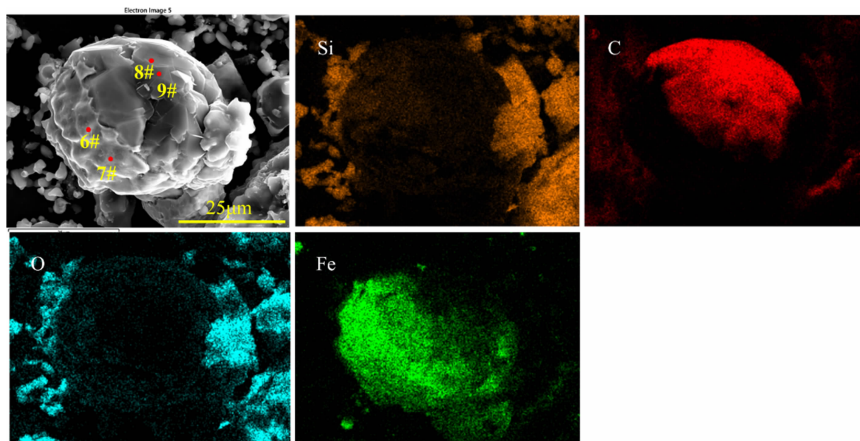


图 16 铁含量为 2.0 g 的样品 3 的微观形貌及元素分布图

Fig. 16 Micromorphology and element plane map of sample 3 with 2.0 g Fe content

表 10 6~9 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

Tab. 10 Components of EDS analysis corresponding to feature points 6 to 9 (Atomic Percent)

点	C	O	Si	Fe	物相	%
6	19.56	14.97	17.13	48.34	C, Fe <sub>3</sub> Si	
7	25.66	5.19	2.10	67.05	Fe <sub>3</sub> C	
8	97.22	2.27	0.32	0.19	C	
9	97.75	1.57	0.31	0.37	C	

通过对铁含量为 2.5 g 的样品 4 进行 WDS 面扫,获得了如图 17 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、O、Fe、C 组成,可以看出样品为球状结构,并且结构外部还有包覆. 为了获得更加具体的组元分布特征,对图中点 10~点 14 进行 EDS 点扫分析,结果如表 11 所示. 由原子比计算可知,点 10、点 11 符合 SiC 相的组成特征,点 12~点 14 符合 C 相的组成特征.

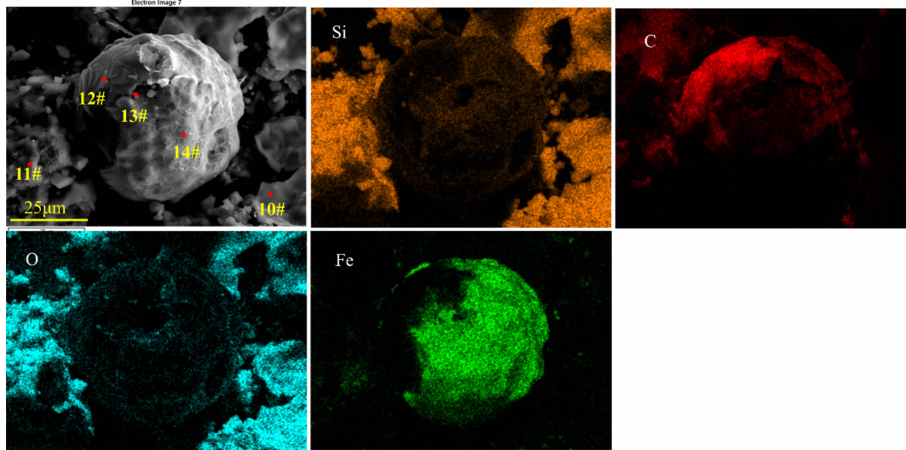


图 17 铁含量为 2.5 g 的样品 4 的微观形貌及元素分布图

Fig. 17 Micromorphology and element plane map of sample 4 with 2.5 g Fe content

表 11 10~14 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

Tab. 11 Components of EDS analysis corresponding to feature points 10 to 14 (Atomic Percent)

点	C	O	Si	Fe	物相
10	33.48	56.16	10.24	0.12	SiC
11	11.17	68.24	20.52	0.07	SiC
12	90.56	8.94	0.45	0.05	C
13	88.27	5.12	4.20	2.41	C
14	73.47	2.67	2.33	21.53	C

通过对铁含量为 3.0 g 的样品 5 进行 WDS 面扫,获得了如图 18 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、O、Fe、C 组成,可以看出样品是块状结构. 为了获得更加具体的组元分布特征,对图中点 15~点 18 进行 EDS 点扫分析,结果如表 12 所示. 由原子比计算可知,点 15、点 17 符合 C 相的组成特征,点 16、点 18 符合 SiC 相的组成特征.

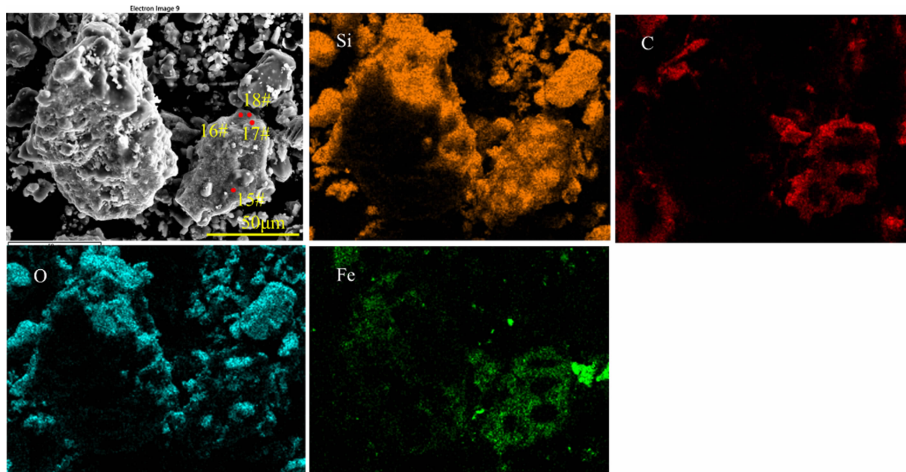


图 18 铁含量为 3.0 g 的样品 5 的微观形貌及元素分布图

Fig. 18 Micromorphology and element plane map of sample 5 with 3.0 g Fe content

表 12 15 ~ 18 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

点	C	O	Si	Fe	物相
15	87.44	7.22	3.94	1.40	C
16	58.74	15.62	16.21	9.43	SiC
17	88.26	8.39	2.54	0.81	C
18	54.02	20.99	14.66	10.33	SiC

通过对铁含量为 3.0 g 的样品 6 进行 WDS 面扫,获得了如图 19 所示的物相赋存状态. 样品主要由 Si、O、Fe、C 组成,可以看出样品是块状结构, Si、Fe、C 的面扫区域高度重合,形状为三角形. 为了获得更加具体的组元分布特征,对图中点 19 ~ 点 23 进行 EDS 点扫分析,结果如表 13 所示. 由原子比计算可知,点 19、点 23 符合 C 相的组成特征,点 20 ~ 点 22 符合 SiC 相的组成特征.

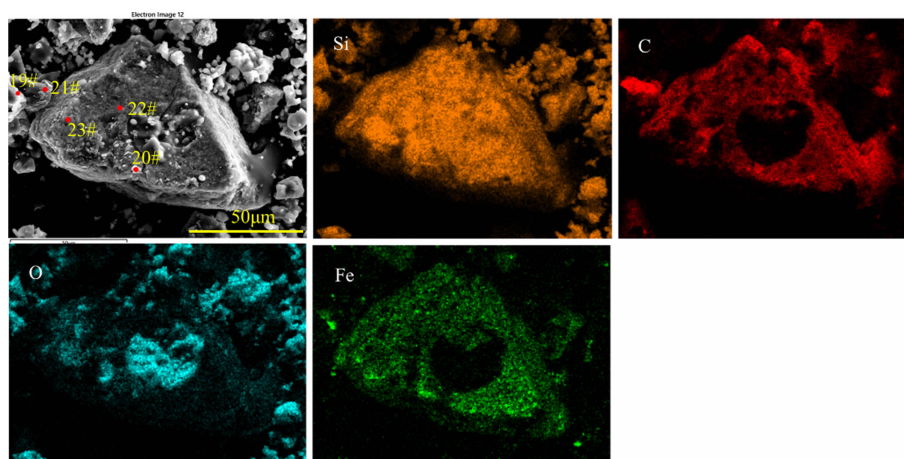


图 19 铁含量为 3.0 g 的样品 6 的微观形貌及元素分布图

Fig. 19 Micromorphology and element plane map of sample 6 with 3.0 g Fe content

表 13 19 ~ 23 特征点对应的 EDS 分析的元素组成(原子百分比)

点	C	O	Si	Fe	物相
19	46.82	45.85	7.23	0.10	SiC
20	65.40	28.56	4.57	1.47	C
21	95.53	4.03	0.39	0.05	C
22	76.53	17.53	5.66	0.28	C
23	43.24	38.62	17.02	1.13	SiC

### 3 结论

通过对不同焙烧温度、不同焙烧时间以及不同铁含量样品进行系统实验分析,得出以下结论:

1) 加入还原铁粉进行焙烧反应,可以使 SiC 反应生成  $\text{Fe}_3\text{Si}$ , 确定了加铁焙烧的最佳条件: 还原铁粉添加量为 3 g, 熔炼温度为 1 400  $^{\circ}\text{C}$ , 焙烧时间为 60 min.

2) 由微观表征可以得出, 当温度高于 1 400  $^{\circ}\text{C}$  时, 焙烧产物会生成线状结构的 SiC, 并且随着温度的升高, 线状结构越来越多.

3) 添加剂中的铁最终生成  $\text{Fe}_3\text{Si}$  物相存在于所得产物中, 在产品表面以规则的球形清晰地检测到  $\text{Fe}_3\text{Si}$ .

4) 随着铁添加量的增加, 产品中检测到元素碳, 这是因为铁粉将碳化硅中的碳元素还原成了单质碳.

## 参考文献:

- [1] NEWELL P J, GEELS F W, SOVACOO B K. Navigating tensions between rapid and just low – carbon transitions[J]. *Environmental Research Letters*, 2022, 17(4):041006.
- [2] LUO C Y, HU Y, FU C. Low – carbon transition or low – carbon trap—An instrumental variable regression analysis based on carbon decoupling and energy equity[J]. *International Journal of Green Energy*, 2025, 22(3):503 – 521.
- [3] LU Q, FANG H X, HOU J C. The impact of energy supply side on the diffusion of low – carbon transformation on energy demand side under low – carbon policies in China[J]. *Energy*, 2024, 307:132817.
- [4] WANG J, RICKMAN D S, YU Y H. Dynamics between global value chain participation, CO<sub>2</sub> emissions, and economic growth: Evidence from a panel vector autoregression model[J]. *Energy Economics*, 2022, 109:105965.
- [5] CHANG W Y, WANG S P, SONG X Y, et al. Economic effects of command – and – control abatement policies under China’s 2030 carbon emission goal[J]. *Journal of Environmental Management*, 2022, 312:114925.
- [6] ALAYI R, SEVBITOVA, EL HADJ ASSAD M, et al. Investigation of energy and economic parameters of photovoltaic cells in terms of different tracking technologies[J]. *International Journal of Low – Carbon Technologies*, 2021, 17:160 – 168.
- [7] LEI Y, MA W H, WU J J, et al. Impurity phases and their removal in Si purification with Al – Si alloy using transition metals as additives[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, 734:250 – 257.
- [8] PENNELLI G, DIMAGGIO E, MASCI A. Silicon nanowires: A breakthrough for thermoelectric applications[J]. *Materials*, 2021, 14(18):5305.
- [9] SUN H Y, QIAO Q F, GUAN Q Z, et al. Silicon photonic phase shifters and their applications: A review[J]. *Micromachines*, 2022, 13(9):1509.
- [10] LI Y Q, ZHANG L F. Application of Si – based solvents to the purification of metallurgical grade – silicon[J]. *Separation & Purification Reviews*, 2021, 50(2):115 – 138.
- [11] PERDIKAKIS W, SCOTT M J, YOST K J, et al. Comparison of Si and SiC EMI and efficiency in a two – level aerospace motor drive application[J]. *IEEE Transactions on Transportation Electrification*, 2020, 6(4):1401 – 1411.
- [12] WEI K X, MA W H, YANG B, et al. Study on volatilization rate of silicon in multicrystalline silicon preparation from metallurgical grade silicon[J]. *Vacuum*, 2011, 85(7):749 – 754.
- [13] DENG X C, ZHOU L, WEI K X, et al. Effect of Fe and Al on phosphorus distribution characteristics during solidification of Si – Fe – Al alloy melt[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2023, 934:168011.
- [14] XI F S, LI S Y, MA W H, et al. A review of hydrometallurgy techniques for the removal of impurities from metallurgical – grade silicon[J]. *Hydrometallurgy*, 2021, 201:105553.
- [15] KNIGAWKA P A, GANCZEWSKI G J. Environmental assessment of hard coal char as a carbon reductant for silicon alloys production[J]. *The International Journal of Life Cycle Assessment*, 2023, 28(12):1640 – 1657.
- [16] SCHINDLER F, FELLA, MÜLLE R R, et al. Towards the efficiency limits of multicrystalline silicon solar cells[J]. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2018, 185:198 – 204.
- [17] BERTHOD C, KRISTENSEN S T, STRANDBERG R, et al. Temperature sensitivity of multicrystalline silicon solar cells[J]. *IEEE Journal of Photovoltaics*, 2019, 9(4):957 – 964.
- [18] SARTI D, EINHAUS R. Silicon feedstock for the multi – crystalline photovoltaic industry[J]. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2002, 72(1/2/3/4):27 – 40.
- [19] 董艳奇. 工业硅冶炼炉的多场耦合模拟和硅冶炼反应过程的研究[D]. 昆明:昆明理工大学, 2016.
- [20] 肖清安, 肖雷. 矿热炉冶炼碱土金属合金炉底上涨原因及控制处理措施的分析[J]. *铁合金*, 2003, 34(5):1 – 5.  
XIAO Q A, XIAO L. Analysis on cause of furnace bottom build – up in smelting alkali earth metal alloys with electric smelting furnace and the handling measures[J]. *Ferro – alloys*, 2003, 34(5):1 – 5.
- [21] LIU D L, DENG X C, TAI J S, et al. Formation mechanism of SiC in the diffusion couple interface during the MG – Si production process[J]. *Silicon*, 2022, 14(17):11371 – 11380.
- [22] ORTEGA A, ALCALÁ M D, REAL C. Carbothermal synthesis of silicon nitride(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>): Kinetics and diffusion mechanism[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2008, 195(1/2/3):224 – 231.
- [23] LI F, TANGSTAD M, RINGDALEN E. Carbothermal reduction of quartz and carbon pellets at elevated temperatures[J]. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2018, 49(3):1078 – 1088.
- [24] WANG D, WANG Z K, WANG Z, et al. Silicon recovery from silicon sawing waste by removal of SiC impurity via CaO – SiO<sub>2</sub> – Na<sub>2</sub>O slag absorption[J]. *Separation and Purification Technology*, 2020, 231:115902.

(编辑:陈菊)