来源:经济日报

"氮化硅的原材料是这种灰黑色的硅粉,合成后的氮化硅能做成这样的纯白色,说明杂质极低,没有一流的技术做不到这一点。"近日,在位于青岛市即墨区的青岛瓷兴新材料有限公司,副总经理贾再辉指着展厅里一黑一白的两瓶展示样品对记者说。

氮化硅是一种新型结构陶瓷材料,具有高强度、低密度、耐高温、耐腐蚀、自润滑等特性,被称为"结构陶瓷之王"。我国过去只能生产低端氮化硅粉体,高端氮化硅粉体被日本、德国等国家的少数企业垄断,价格昂贵。瓷兴通过研发打破了垄断,合成出了高性能氮化硅粉体,并出口多个发达国家市场,成长为行业翘楚。

选择技术最难的路

"我们早在2010年便开始做氮化硅研究了。"青岛瓷兴新材料有限公司董事长崔巍在清华大学读博士时,在其博士后合作导师、中国科学院院士成会明的支持下,开始研究氮化硅新材料。"当时高端氮化硅完全被国外企业垄断,国内没有一家企业能做出来,而电动车、高铁、飞机、风电等领域,对高端氮化硅粉体的需求越来越大。国家从'七五'计划开始,一直把高性能氮化硅粉体制备技术列为重点攻关计划,我们便以清华大学先进陶瓷与精细工艺国家重点实验室为基础,组建了研发团队,下决心要攻克这一难关。"

氮化硅粉体有三种代表性的生产方法:一是热分解法,属大化工工艺,产品纯度高、粒度细,但工艺复杂;二是硅粉氮化法,技术难度低,反应好控制,但能耗高、成本高;三是燃烧合成法,产品纯度高、设备简单、能耗低、生产效率高,但技术难度极高,不易控制。"第一种方法投资很大,创业阶段做不了。第二种方法能耗高,未来没有前景。我们综合考虑,选择了技术难度最高的第三条路。"崔巍说。

当时,燃烧合成法在国际上没有大规模生产先例,国内也只有一家企业在做,而且只能生产低端氮化硅粉体。"燃烧合成法简单说,就是把原材料和辅料配方,放到反应釜中引燃,让其在自然燃烧中合成氮化硅,这种方法2小时至4小时就能出一炉,温度和压力在釜内变化极快,必须通过实时调整,让反应釜的温度和压力波动很小,才能合成高品质的氮化硅,控制难度很大。"崔巍告诉记者,α相必须超过92%,氧含量控制在0.8%以内,才算达到高端氮化硅标准,他们用了5年时间,才在5升的小反应釜中实验成功,初步掌握了控制工艺、参数和多种配方。

实验室研发成功后,项目团队决定将该项目的中试和产业化基地选在青岛市即墨区。2018年1月,由成会明担任首席科学家,崔巍及其团队共同经营的青岛瓷兴新材料有限公司落户即墨区。

实验室研发成功只算项目迈出了一小步,能否顺利闯过中试这个成果转化的"死亡谷",才是迈向成功的一大步。"公司成立后的首要任务,就是把中试做出来。中试阶段我们的反应釜从5升增大到40升,这是一个数量级的大跨越,空间大了,原料多了,温度和压力变化规律相比实验室阶段完全不同了,最初几个月,我们一直控制不好,曾经一度对这个方法能否达到高端水准产生了怀疑。"青岛瓷兴新材料有限公司总工程师邹艺峰告诉记者,关键时刻研发团队扎实的基础研究给予了大家信心,认为从理论上是能够实现的。"我们一方面用两分法不断寻找温度和压力控制最佳平衡点,另一方面不断修改配方,最多一天能做7个配方。功夫不负有心人,最终中试获得成功,α相达到了93%。"邹艺峰说。

品质达到世界一流

中试成功后,前行的产业化之路面临的挑战并未减少。"在行业内,燃烧合成法的设备做到40升就算最大了,国内已经实现产业化的企业,只是把40升的设备进行复制来增加产量,但这种方式成本很高,没有竞争力。"贾再辉说。

于是,瓷兴又给自己的生产工艺加码:设计制造更大的设备,并且要在一步步增大的设备中做出高端氮化硅,实现有竞争力的产业化。"我们一开始小步前行,按照40升反应金的设计要求,与设备厂家合作,逐渐把反应金增大到60升又增大到150升。因为增加幅度不算大,虽然实验过程有波澜,但总算比较顺利地试验成功。"邹艺峰说。

但是,150升的设备陡增至2000升时,瓷兴遇到了前所未有的难题:无法引燃。"那段时间是我们最崩溃的时候,我们不断调整配方,调整温度和压力控制参数,一天要做4炉实验,而且是两个炉子同步做,一炉实验就得400公斤原料,推进去燃烧一点点,拉出来就全废了,每天仅浪费的原材料就有20万元,这真是在'烧钱'啊,烧的每个人都'心颤'。"贾再辉说。

投资方的支持与团队的决心,给实验人员吃了定心丸。他们在反应釜旁边架起一张床,24小时轮班看着炉子,寻找点不着火的原因,摸索温度、压力和配方在大型设备中科学搭配的规律。逐渐各种难题被他们——解开。崔巍告诉记者,历时4个半月,耗费4000多万元后,他们终于摸索出了一整套在大型设备中生产的规律,成功生产出了高端氮化硅产品。

产品研发成功了,但设备改造仍需进行。过去的设备都是手动控制,但反应釜在生产过程中,温度和压力必须实时调节,有时几秒钟就得微调一次。手动调节费时费力不说,精准度也不高,要生产出更高品质的氮化硅粉体,就要实现精准控制。瓷兴团队在设备改造上下了很大功夫,根据实验得到的工艺和参数,第一步先把手动设备改造成半自动化,后来又逐步改造成全自动化。"现在已实现了生产全程电脑

智能化调节,依靠精准控制,我们已能生产出尖端氮化硅粉体,品质跻身世界一流水准。"崔巍说。

如今,瓷兴已经设计出了第三代产业化设备——4000升氮化硅反应釜。在瓷兴的生产车间,记者看到两台崭新的生产设备已经安装完毕,调试后就将进入正式生产。

勇攀高峰再迈步

让瓷兴没有想到的是,他们的高端氮化硅粉体生产出来后,最先采购的竟然是德国和日本企业。2020年1月,德国一家精密陶瓷公司主动找到瓷兴,采购了部分产品做测试,测试成功后开始大批量采购。同年,日本一家世界500强氮化硅基板企业,也主动找到瓷兴采购产品做测试,测试成功后开始批量采购,目前采购数量正在逐步增多。

贾再辉向记者介绍:"日本和德国企业是世界高端氮化硅粉体的垄断者,他们到中国企业采购氮化硅粉体这是第一次,既出乎我们意料,也佐证了我们产品的先进性。目前,瓷兴的产品已出口到德国、日本、美国、瑞典等多个国家和地区。"

瓷兴产品的问世,让国外高端氮化硅粉体在中国市场上的价格大幅下降。"过去国内没有企业能做出电路基板的氮化硅粉体,日本企业卖到中国的高端氮化硅粉体价格很高,达到每吨120万元,现在瓷兴成为唯一一家能做这种基板氮化硅粉体的国内企业,倒逼日本企业把高端氮化硅粉体价格下调了近40%。"贾再辉说。

瓷兴产品品质与成本上的竞争力,改变了国内的行业格局。众多的国内企业开始使用瓷兴的氮化硅粉体,瓷兴在国内的客户一年多时间就迅速增长到300多家。中材高新氮化物陶瓷有限公司在2020年初小批量测试瓷兴的产品后,便开始大批量采购瓷兴的产品,采购部经理姜自飞告诉记者,他们采购瓷兴的氮化硅粉体主要用来做结构件,现在瓷兴已经成为他们的重要供应商。

"瓷兴虽然在α相和杂质含量方面达到了世界一流水准,但在粒度大小上与世界最尖端的技术还有差距,这是制备方式的天然缺陷。"崔巍对记者说,"瓷兴的使命是做中国高端陶瓷新材料的引领者,虽然超小粒度只是少数超高端领域的必选项,但瓷兴仍然要向这个方向努力,目标是掌握全部氮化硅粉体的制备方式,站上世界氮化硅技术的最顶端。"(经济日报记者 刘成)

3/3