

《助推计划》高校转化项目登记表

日期 2013年3月26日

编号 CL1310HS

项目名称	高品质氮化硅粉生产技术	所属领域	<input type="checkbox"/> 先进重大装备 <input checked="" type="checkbox"/> 新材料 <input type="checkbox"/> 新能源 <input type="checkbox"/> 生物医药 <input type="checkbox"/> 电子信息制造 <input type="checkbox"/> 新能源汽车 <input type="checkbox"/> 海洋工程装备 <input type="checkbox"/> 软件和信息服务 <input type="checkbox"/> 民用航空制造 <input type="checkbox"/> 其它
院校名称	上海海事大学 (盖章)		
项目成熟度	<input type="checkbox"/> 已实现产业化, 产品供不应求 <input checked="" type="checkbox"/> 已实现小批量生产, 产品有市场需求 <input type="checkbox"/> 已通过中试鉴定 <input type="checkbox"/> 处在中试阶段		
技术水平	<input type="checkbox"/> 国际领先 <input checked="" type="checkbox"/> 国际先进 <input type="checkbox"/> 国内先进 <input type="checkbox"/> 一般水平		
推广范围	<input checked="" type="checkbox"/> 国际推广 <input type="checkbox"/> 国内推广 <input type="checkbox"/> 区域推广 <input type="checkbox"/> 特定地区推广		
知识产权状态	<input type="checkbox"/> 授权国外有效发明专利 <input type="checkbox"/> 授权国内有效发明专利 <input type="checkbox"/> 国内有效实用新型专利 <input checked="" type="checkbox"/> 其它知识产权		
项目获奖情况	浦东新区发明奖	各类基金 资助情况	无
是否具有以下资料	<input checked="" type="checkbox"/> 项目可行性报告 <input type="checkbox"/> 查新报告 <input type="checkbox"/> 鉴定证书 <input checked="" type="checkbox"/> 检测报告 <input type="checkbox"/> 认定证书 <input checked="" type="checkbox"/> 用户意见		
课题组简介:(概述研发优势和成功案例等。) <p>课题组长期从事陶瓷和粉末冶金的研制及成果的推广。在国家自然科学基金(59782009)、上海市科委创新行动计划(07dz1028)、上海市教委科研创新项目(11YZ128)和上海海事大学校基金(20090159)的资助下,完成了氮化硅、Sialon 和镁铝尖晶石等高温结构陶瓷,PMS-PZT 三元系、PMMN - PZT 和 PSMN-PZT 四元系及 KNN 基无铅压电陶瓷,铝硅系中间合金等的研制和表征,发表相关论文 40 余篇,其中 SCI 收录 20 篇,第一发明人申请国家发明专利 16 项,7 项已获授权。</p> <p>课题组重视与企业的产学研合作,已先后与上海新格有色金属有限公司、洛阳宇航重工机械有限公司、四川德诚金谷硅材料有限公司、上海柯瑞冶金炉料有限公司和重庆秦谋科技开发有限公司签订了项目技术开发合同,主要涉及陶瓷及合金产品的研发和成果推广,并申请多项国家发明专利。</p> <p>与上海新格有色金属有限公司合作,利用工业固体废弃物铝灰和煤矸石作为主要原材料采用电热法制备铝硅合金,该技术是从传统的氧化铝生产—电解铝生产—铝硅合金掺兑工艺脱胎而出的一种崭新的技术工艺,以该技术为支撑,新格集团在重庆立项建设 30 万吨铝硅合金的电热法生产基地,第一期 10 万吨生产线已于今年 4 月投产,接纳了 600 多名员工就业,年产值达到 17 亿元人民币,该项目全部建成后,年产值预计将超过 50 亿元人民币。</p> <p>与四川德诚金谷硅材料有限公司合作,利用多晶硅副产品四氯化硅合成纳米氮化硅粉,并联合申请了“纳米氮化硅粉的生产方法”的发明专利,已获授权,专利号:ZL 200910216671.0。从 2010 年 8 月开始在四川德诚金谷硅材料有限公司设在四川射洪县生产基地进行了小批量生产,建成年产约 9 吨水平的示范基地,产品销往上海泛联科技股份有限公司、上海中耐高温材料有限公司等企业,产品质量得到上述客户的认可。</p>			

项目简介：(项目背景、政策导向、应用领域和服务对象、项目进展情况、成熟程度以及项目预计产业化周期、项目鉴定或产品检测报告的结论性表述。如是生物医药项目，写明是否具有临床批文和药证等文件。)

随着绿色能源太阳能的大规模开发利用，光伏电池原料多晶硅的用途越来越广泛，用量也越来越大。在未来几年内的多晶硅产能和产量将成几何级增长的态势，我国将很快成为全球多晶硅生产大国。

然而，据改良西门子法的工艺技术路线，在大幅提高多晶硅产能的同时，必然导致副产品四氯化硅的消化成为行业发展的瓶颈。目前国内多晶硅工艺技术控制水平最好的企业，每吨多晶硅将产生 15t 左右的四氯化硅，控制水平差的甚至达到了 27t。多晶硅生产的副产品四氯化硅的安全和环保问题日益突出。如何安全处理四氯化硅已成为关系到多晶硅工业能否健康发展的关键问题。前些年国内的多晶硅总产量不大，四氯化硅的问题还不突出，而一旦国内多晶硅总产量超过万吨后，四氯化硅将成为制约多晶硅工业发展的瓶颈大，不解决四氯化硅的环保问题将严重限制多晶硅企业的发展。

本项目符合国家产业发展政策，项目的实施有利于解决上海周边地区（华东）多晶硅生产副产品四氯化硅，有利于满足国内氮化硅陶瓷市场以及企业自身发展的需要，并有利于带动关联产业的发展，推进循环经济发展，同时可以增加劳动力就业机会，带动本地区的经济增长，其社会效益显著。

产品应用领域为氮化硅轴承球和滚子，陶瓷结构件和多晶硅铸锭脱模剂（本项目产品目前达不到技术要求）。

服务对象为国内生产氮化硅陶瓷的各类企业。

项目已在四川射洪县建成了小批量生产基地，技术成熟。

项目产业化周期为 1 年。

产品检测报告表明，产品技术指标超过国内同类氮化硅粉。

技术特点：(项目的技术特征和优势，可与国内或国际现有技术进行比较。)

作为高温结构陶瓷重要成员之一的氮化硅陶瓷，较其它高温结构陶瓷如氧化物陶瓷、碳化物陶瓷等更具有优异的力学性能、热学性能及化学稳定性，被认为是高温结构陶瓷中最有应用潜力的材料。

Si₃N₄粉末的制备方法有很多，目前人们研究得最多的有下列四种（见表 2）：

表 2 Si₃N₄合成的几种方法

制备方法	反应式	特点
硅直接氮化	$3\text{Si}+2\text{N}_2=\text{Si}_3\text{N}_4$	成本低
SiO ₂ 还原+氮化	$3\text{SiO}_2+6\text{C}+2\text{N}_2=\text{Si}_3\text{N}_4+6\text{CO}$	杂质含量高
硅亚胺分解	$\text{SiCl}_4+6\text{NH}_3=\text{Si}(\text{NH})_2+4\text{NH}_4\text{Cl}; 3\text{Si}(\text{NH})_2=\text{Si}_3\text{N}_4+2\text{N}_2$	粉体质量高
气相合成	$3\text{SiCl}_4+16\text{NH}_3=\text{Si}_3\text{N}_4+12\text{NH}_4\text{Cl}$	粉体或薄膜

而目前国内外真正产业化的只有两种：（1）日本 UBE（也称宇部）公司的硅亚胺方法；（2）德国 Starck 的硅粉直接氮化法（国内厂商均采用该方法）。以下对这两种工艺进行全面分析、介绍。

（1）硅亚胺法生产氮化硅粉技术

SiCl₄在 0℃ 的干燥己烷中与过量液氨发生界面反应生成固态亚胺基硅(Si(NH₂))或胺基硅(Si(NH₂)₄)，亚胺基硅(Si(NH₂))或胺基硅(Si(NH₂)₄)在 1400~1600℃ 下热分解，可以直接制得很纯的 α-Si₃N₄粉末，该法反应速度较快，可在较短的时间内获得氮化硅粉体。目前，热分解法是除了传统的硅粉氮化法外，已经形成商业化生产能力的、规模最大的新方法，在许多 Si₃N₄粉末制备技术中，该法被认为是适合于高生产率制备高质量 Si₃N₄粉末的方法。

但该方法工艺复杂，生产过程控制困难，SiCl₄和液氨反应为放热反应，控制不好会出现爆炸等生产事故，以目前我国的综合工业实力（主要包括技术和装备），难以实现产业化。

（2）硅粉直接氮化技术

这是最早被采用的合成 Si_3N_4 粉末的方法，此方法成本比较低，可以大规模生产。具体操作是将纯度较高的硅粉磨细后，置于反应炉内通氮气或氨气，加热到 $1200 \sim 1350^\circ\text{C}$ 进行氮化反应就可得到 Si_3N_4 粉末，该法生产的 Si_3N_4 粉末通常为 α 、 β 两相混合的粉末。由于氮化时发生粘结使粉体结块，故产物必须经粉碎、研磨后才能成细粉。为此，产品粒度大、纯度低、粒形和粒度分布均较差。只能用于耐火材料的添加剂、要求较低的结构件，难以生产高品质氮化硅粉。

其它方法如碳热还原法生成的 Si_3N_4 粉易含碳及其它杂质；气相法（如最常见的等离子体法、双激光束法）产量过低，难以连续生产。为此，我们提出采用感应加热为热源，利用多晶硅副产品四氯化硅和液氨为主要原材料生产氮化硅粉的技术方法以解决气相法产量低的缺点，实现大规模生产。

本项目所开发的高品质纳米氮化硅粉，技术特点和优势主要在氮化硅粉合成效率、中频感应加热合成氮化硅粉和两步微波热处理控制氮化硅粉粒度、粒形和晶型方面。

将四氯化硅、液氨和硅烷气化，通入反应釜，改变硅烷、四氯化硅/液氨比。硅烷加入量和四氯化硅/液氨比的控制和优化成为制约合成效率的关键技术之一，所要达到的技术指标为：原料合成氮化硅效率达到 70%，四氯化硅/液氨比小于 1:1.5。

通过中频电源合成的纳米氮化硅粉所要达到的技术指标为：粒度小于 50nm， α - Si_3N_4 的含量大于 94.5%，Fe含量小于 0.001%，O含量小于 0.03%，Cl含量小于 1.0%。

两步微波烧结最终达到粒度分布窄、粒形圆润的非晶态或 α - Si_3N_4 粉。

市场前景：（市场规模、市场占有率、市场进入壁垒、市场竞争等状况。）

目前在氮化硅粉领域全球生产和研发发达的国家主要是日本、德国、美国、韩国等国家。日本一直是氮化硅陶瓷粉的生产大国，生产供应商主要集中在 UBE、Denka 等几家公司，其产品在世界市场的占有率达到了 70%以上。其中 UBE 公司是唯一采用硅亚胺方法生产的氮化硅粉的生产企业，产品品质出众，供不应求。

作为高温结构陶瓷重要成员之一的氮化硅陶瓷，较其它高温结构陶瓷如氧化物陶瓷、碳化物陶瓷等更具有优异的力学性能、热学性能及化学稳定性，被认为是高温结构陶瓷中最有应用潜力的材料。近年来国外市场发展较快，2006~2010 年五年间，年平均增长率达到 10.7%，市场容量达到 40 亿美元，相应的氮化硅粉需求量约为 8 千吨/年；；国内市场较小，市场容量量只有不到 7 亿人民币的，相应的氮化硅粉需求量约为 350 吨。但发展较快，2006~2010 年五年间，年平均增长率 14.9%。我国氮化硅陶瓷工业起点低、起步晚，但发展空间大。

脱模剂市场因为多晶硅行业迅速下滑，其市场容量国外约 100 吨，国内约 60 吨。

目前我国氮化硅粉需求来自两方面，一是内需，二是出口，出口数量占生产总量的 10%左右。较为低端的氮化硅粉的供需基本平衡，甚至有供过于求的趋势，而部分高端氮化硅粉处于供不应求状态。发展高品质氮化硅粉，符合市场的需求。

产品国外竞争者主要是日本 UBE、Denka、德国 Starck 等公司，以上国际知名公司技术和装备先进，几乎垄断国际市场，尤其是日本 UBE 公司采用硅亚胺方法生产氮化硅粉，该粉体活性高，品质优异。

国内竞争者主要是江苏安赛美新能源科技有限公司、北京清华紫光方大高技术陶瓷有限公司、上海京士威精细陶瓷有限公司等。其中安赛美从上海松江搬到江苏启动后，生产规模扩大八倍，年产氮化硅粉达到 100 吨，是目前国内最大的氮化硅粉生产企业。该企业采用硅粉直接氮化工艺，品质低，走的是低端路线。

本项目的产品主要竞争者主要是国外企业，因国内企业产品品质较低，从质量上对本项目的产品构不成威胁。

经济和社会性效益：

1. 该项目产业化最低投资金额，包括研发投资，生产资料投资，流动资金等；

项目最低投资 400 万，其中研发费用约 50 万，生产资料约 250 万，流动资金约 100 万。生产资料投资见下表：

序号	名称	规格	数量	预估价格（万元）
1	感应加热设备（含中频电源）	80KW	1 台	35
2	不锈钢反应釜（含混合器、冷凝器和石墨内衬）	1m ³	1 台	40
3	不锈钢缓冲器	1m ²	1 台	25
4	收尘设备		2 套	35
5	真空氮化炉		1 台	30
6	中频炉	60KW		40
7	周边设施（循环水等）			45
合计				250

2.对环保和能源要求，土地或厂房面积要求，所需职工人数；

生产过程在封闭系统内进行，无污染和废弃物排放。

需要 10KW 的电力保证。

厂房面积 500m²，净高 5m。

需要职工人数 10 人。

3.根据最低投资，预期投产后三年内能达到的年产值、年销售值、年利润；

产能达到 25 吨，产值约 1125 万元，销售额达到 1000 万元，年利润约 350 万元。

4.投资回收期限（年）。

1.5 年（包括建设周期 1 年）。

合作要求：1.合作方式、对合作方及合作价格的要求。

技术转让费 50 万元。