



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21), (22) Заявка: **2008117093/05, 06.10.2006**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.10.2006(30) Конвенционный приоритет:
06.10.2005 EP 05447224.6(43) Дата публикации заявки: **20.11.2009**(45) Опубликовано: **20.10.2010 Бюл. № 29**(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **US 6165425 A, 26.12.2000. RU 2036983 C1,
09.06.1995. WO 2004053207 A1, 24.06.2004. US
4741925 A, 03.05.1988.**(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: **06.05.2008**(86) Заявка РСТ:
EP 2006/009671 (06.10.2006)(87) Публикация РСТ:
WO 2007/039310 (12.04.2007)Адрес для переписки:
**119034, Москва, Пречистенский пер., 14, стр.
1, 4-й этаж, "Гоулингз Интернэшнл Инк.",
пат.пов. Ю.В.Дементьевой, рег.№ 560**

(72) Автор(ы):

РАНКУЛЬ Жилбер (FR)

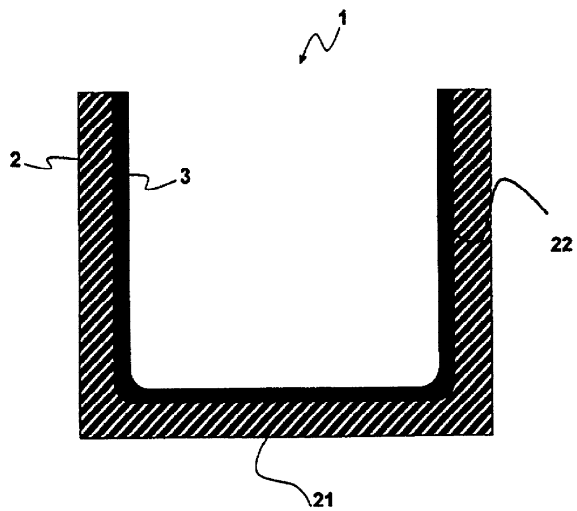
(73) Патентообладатель(и):

ВЕЗУВИУС КРУСИБЛ КОМПАНИ (US)**(54) ТИГЕЛЬ ДЛЯ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ КРЕМНИЯ И СПОСОБ ЕГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ**

(57) Реферат:

Изобретение имеет отношение к созданию тигля для кристаллизации кремния и к приготовлению и нанесению покрытий для выемки из тиглей, которые используют для обработки расплавленных материалов, застывающих в тиглях и затем извлекаемых из них в виде слитков, а более конкретно, к покрытиям для выемки из тиглей, которые используют для кристаллизации поликристаллического кремния. Тигель 1 для кристаллизации кремния содержит

основание 2, имеющее нижнюю поверхность 21 и боковые стенки 22, образующие внутренний объем и защитное покрытие 3, которое содержит от 80 до 95 вес.% нитрида кремния и от 5 до 20 вес.% низкотемпературного минерального связующего материала при полном содержании кислорода в диапазоне от 5 до 15% по весу. Данное защитное покрытие может быть быстро и рентабельно нанесено, является более прочным и имеет улучшенное сцепление со стенками тигля. 2 н. и 11 з.п. ф-лы, 1 ил., 2 табл.





FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C30B 11/00 (2006.01)*C30B 15/10* (2006.01)*C30B 29/06* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2008117093/05, 06.10.2006**(24) Effective date for property rights:
06.10.2006(30) Priority:
06.10.2005 EP 05447224.6(43) Application published: **20.11.2009**(45) Date of publication: **20.10.2010 Bull. 29**(85) Commencement of national phase: **06.05.2008**(86) PCT application:
EP 2006/009671 (06.10.2006)(87) PCT publication:
WO 2007/039310 (12.04.2007)

Mail address:
**119034, Moskva, Prechistenskij per., 14, str. 1,
4-j ehtazh, "Goulingz Internehsnl Ink.",
pat.pov. Ju.V.Dement'evoy, reg.№ 560**

(72) Inventor(s):
RANKUL' Zhilber (FR)(73) Proprietor(s):
VEZUVIUS KRUSIBL KOMPANI (US)**(54) CRUCIBLE FOR CRYSTALLISATION OF SILICON AND PROCEDURE FOR ITS FABRICATION**

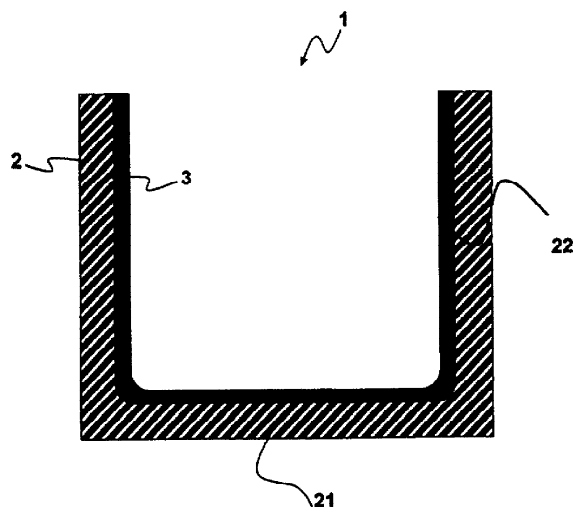
(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: crucible 1 for crystallisation of silicon consists of base 2 with lower surface 21 and side walls 22, forming internal volume, and of protecting coating 3 containing from 80 to 95 wt % of silicon nitride and from 5 to 20 % of low temperature mineral binding material at complete contents of oxygen within range from 5 to 15 % in weight.

EFFECT: protective coating can be applied fast and efficiently, is more durable and possesses improved cohesion with crucible walls.

13 cl, 2 tbl, 1 dwg



Настоящее изобретение имеет отношение к созданию тигля для кристаллизации кремния и к приготовлению и нанесению защитного покрытия для тиглей, используемых для обработки расплавленных материалов, которые застывают в тигле и затем извлекаются из него в виде слитка, а более конкретно, защитного покрытия для тиглей, используемых для застывания (кристаллизации) поликристаллического кремния.

Тигли (например, изготовленные из плавленного кварца, карбида кремния, кварца, нитрида кремния, реакционно связанного нитрида кремния или графита) типично используют для застывания поликристаллического кремния. Диоксид кремния (кремнезем) выбирают преимущественно по причине его высокой чистоты и легкой доступности. Однако возникают проблемы при использовании диоксида кремния для изготовления тигля для производства кремния с использованием данного способа.

Кремний в его расплавленном состоянии вступает в реакцию с диоксидом кремния тигля, который находится в контакте с ним. Расплавленный кремний вступает в реакцию с диоксидом кремния с образованием оксида кремния и кислорода. Кислород будет загрязнять кремний. Оксид кремния является летучим и вступает в реакцию с компонентами из графита внутри печи. Оксид кремния вступает в реакцию с графитом с образованием карбида кремния и оксида углерода. Оксид углерода затем вступает в реакцию с расплавленным кремнием, образуя дополнительный летучий оксид кремния, карбид кремния, карбиды и оксиды следов металлов или добавок и углерод. Углерод будет загрязнять кремний. Кремний также может вступать в реакцию с различными включениями, содержащимися в тигле (железо, бор, алюминий и др.) и/или содержащимися в нитридном покрытии.

Реакция между диоксидом кремния и кремнием ускоряет сцепление кремния с тиглем. Это сцепление совместно с разницей коэффициентов теплового расширения двух материалов создает напряжения в кремниевом слитке, вызывая его растрескивание при охлаждении. Уже известно, что защитное покрытие, нанесенное внутри тигля в области контакта со слитком, может предотвращать реакцию между кремнием и диоксидом кремния, которая ведет к загрязнению и растрескиванию слитка. Чтобы быть эффективным, покрытие должно быть достаточно толстым, чтобы предотвращать реакцию кремния с диоксидом кремния тигля, и не должно неблагоприятно загрязнять кремний само по себе или за счет содержащихся в нем загрязняющих примесей.

Уже описаны различные материалы и технологии, при помощи которых пытаются решить проблему реакции и сцепления тигля, находящегося в контакте с расплавленным материалом.

Уже известно использование покрытий из нитрида кремния для предотвращения химической реакции между расплавленным кремнием и диоксидом кремния, из которого изготовлен тигель. В патенте США № 4,741,925 описано покрытие из нитрида кремния для тиглей, нанесенное за счет химического осаждения из паровой (газовой) фазы при 1250°C, в то время как в публикации WO-A1-2004/053207 описано покрытие из нитрида кремния, нанесенное за счет плазменного напыления. В патенте США № 4,218,418 описана технология образования слоя стекла внутри тигля из диоксида кремния за счет быстрого нагревания, чтобы предотвращать растрескивание кремния во время обработки расплава,

В известных публикациях содержатся специальные ссылки на порошковые средства выемки из формы, которые наносят на тигли при направленной кристаллизации кремния. Кроме того, в известных публикациях имеются ссылки на использование

химического осаждения из паровой (газовой) фазы, испарение растворителя, высокотемпературную огневую обработку, а также на использование дорогих и специфических связующих материалов и растворителей. Также имеются ссылки на использование перемешивания, напыления или нанесения кистью суспензий

порошковых покрытий.

Известно, что покрытия из нитрида кремния предотвращают химическую реакцию между расплавленным кремнием и диоксидом кремния, из которого изготовлен тигель.

Однако покрытие из нитрида кремния само по себе может создавать проблемы.

Толщина покрытия из нитрида кремния, необходимая для предотвращения реакции кремния с диоксидом кремния, из которого изготовлен тигель, является достаточно большой (около 300 мкм), что делает операцию нанесения покрытия дорогой и длительной. Более того, это покрытие из нитрида кремния является механически слабым и может отслаиваться или шелушиться во время или даже ранее использования. Поэтому рекомендуется наносить это покрытие в самый последний момент перед использованием, то есть на оборудовании конечного пользователя, что возлагает на него задачу нанесения этого толстого покрытия.

Известные технологии создания стабильного нитридного покрытия на керамическом тигле включают в себя (1) окисление нитридного покрытия при высокой температуре в диапазоне от 700°C до 1450°C в управляемом цикле выгорания и (2) введение спекающих (или сцепляющих) добавок в нитридную композицию. Добавками могут быть металлические или оксидные добавки, такие как Al_2O_3 , SiO_2 , AlN , Al , Si , плавленый кварц или мелкий кремнезем, а также другие добавки.

Покрытие из нитрида кремния, содержащее плавленый кварц, описано в находящейся на одновременном рассмотрении заявке на патент EP 04447105. Окисление нитрида кремния в оксид кремния увеличивает количество кислорода в покрытии и ведет к созданию указанной здесь выше проблемы. Кроме того, уровень окисления и результирующее количество кислорода не так просто контролировать.

Необходимость поддержания низкого содержания кислорода в покрытии тигля подчеркивается в большинстве публикаций производителей кремния, где описывается химическое и физическое взаимодействие во время нанесения фотовольтаического и полупроводящего покрытий. Использование покрытия из нитрида кремния с низким содержанием кислорода рекомендуется для производства кремниевых пластин высокого качества. Использование порошка нитрида кремния высокой чистоты с низким содержанием кислорода описано, в частности, в патенте США № 6,165,425. В этом патенте описано покрытие из нитрида кремния, которое имеет очень низкое содержание кислорода, в диапазоне от 0.3% до 5% по весу. Это покрытие может иметь активаторы сцепления, такие как поливиниловый спирт, причем его сушат на воздухе при температуре преимущественно в диапазоне от 500°C до 700°C. При таких низких температурах сушки не происходит окисление нитрида кремния, не образуется SiO_2 на границах зерен и сохраняется полная эффективность нитрида кремния. Однако при этом остаются некоторые проблемы. Так как нет окисления покрытия, то покрытие остается порошкообразным и легко повреждается, когда жидкий кремний загружают в тигель.

В связи с изложенным, желательно создать тигель, который не имеет указанных выше проблем и имеет более прочное покрытие, которое не отслаивается и не шелушится, имеет улучшенную износостойкость, может быть быстро и рентабельно нанесено, предотвращает химическую реакцию между расплавленным кремнием и тиглем и удовлетворяет дополнительные требования относительно содержания

кислорода.

Было обнаружено, что указанные проблемы могут быть решены за счет использования тигля для кристаллизации кремния, который содержит а) основание, имеющее нижнюю поверхность и боковые стенки, образующие внутренний объем; б) защитное покрытие на базе нитрида кремния, нанесенное на поверхность боковых стенок, обращенную к внутреннему объему, причем указанное покрытие содержит от 80 до 95 вес.% нитрида кремния и от 5 до 20 вес.% низкотемпературного минерального связующего материала, при полном содержании кислорода в диапазоне от 5 до 15% по весу. Преимущественно, низкотемпературный минеральный связующий материал представляет собой связующий материал на базе диоксида кремния. Также может быть использован порошок оксинитрида кремния, а преимущественно комбинация порошков нитрида кремния и оксинитрида кремния. Порошок оксинитрида кремния (в такой комбинации) обычно составляет от 5 до 20 вес.%. Порошком оксинитрида кремния может быть рецикловый оксинитрид или активированный водой оксинитрид. Одним из существенных преимуществ настоящего изобретения является то, что содержание кислорода в порошке нитрида кремния больше не является критическим и может быть использован порошок с некоторым содержанием кислорода, такой как, например, рецикловый порошок. Кристаллографической фазой порошка нитрида кремния может быть α - или β -фаза.

Под низкотемпературным связующим материалом понимают связующий материал, который образует связь при температуре ниже той, которая требуется для окисления нитрида кремния. Преимущественно, связь образуется при температуре ниже чем 800°C, а предпочтительнее, ниже чем 500°C.

Под минеральным связующим материалом понимают связующий материал, который содержит минеральную основу, остатки которой всегда дают минеральную форму плюс углерод или нет. В отличие от этого, указанные органические связующие материалы, такие как СМС (карбоксиметилцеллюлоза), клей, поверхностно-активное вещества, дают остатки, которые представляют собой только углерод. Высокая химическая активность связующего материала частично создается за счет минеральной основы.

Гранулометрия порошка нитрида кремния или оксинитрида кремния обычно является субмикронной, с размерами частиц ≤ 1 мкм. Однако может быть использована смесь нитридных порошков, которая имеет частицы различных размеров, а в частности, содержит более крупные частицы или зерна с размерами от 2 до 50 мкм, а преимущественно от 2 до 5 мкм. Смесь выбирают так, чтобы улучшить одну или несколько характеристик. Смесь может улучшать стабильность суспензии и/или дополнительно улучшать сцепление покрытия с тиглем. В том случае, когда другое покрытие имеется под и/или над нитридным покрытием в соответствии с настоящим изобретением, смесь также может улучшать сцепление между различными покрытиями. Могут быть использованы и другие покрытия, например, покрытие на базе диоксида кремния, описанное в публикации WO 2005/106084 и в заявке на патент РСТ/ЕР 2006/006347. Количество более крупных частиц обычно составляет от 20 и 50% от веса субмикронных частиц. Порошок из более крупных частиц нитрида кремния является более дешевым, так что использование такого порошка также снижает стоимость покрытия.

В зависимости от вида применения, защитное покрытие имеет толщину от 50 мкм до 500 мкм, а преимущественно от 200 до 500 мкм. Для исключения любого возможного загрязнения, важно, чтобы защитное покрытие имело очень высокую

чистоту и сверхнизкое содержание углерода.

Предлагаемая здесь новая технология основана на использовании ограниченных и контролируемых количеств кислорода в покрытии. Кислород вводят вместе с низкотемпературным минеральным связующим материалом (золь гель, металлоорганика, наночастицы, микрохлопья, не смешивающиеся растворы, микроэмульсии, оксиды). Создается связующая фаза с очень низкой температурой во всем объеме покрытия, которая повышает износостойкость защитного покрытия, однако при сохранении желательных свойств нитрида кремния. При этом в значительной степени снижается риск отслаивания и шелушения покрытия.

Добавки и их количества выбирают так, чтобы получить полное содержание кислорода в диапазоне от 5 до 15 вес.%, а преимущественно от 8 до 12 вес.%. Полное содержание кислорода ниже чем 5% не позволяет создать достаточно прочную связующую фазу, что приводит к снижению механического сопротивления покрытия. Когда содержание кислорода является слишком высоким, возникают проблемы загрязнения, описанные здесь выше.

Температура нагревания для создания связи ниже, чем температура, которая требуется для окисления нитрида кремния. Используют температуру нагревания для создания связи ниже чем 800°C, а преимущественно ниже чем 500°C. За счет этого можно полностью контролировать количество кислорода путем добавления заданного количества низкотемпературного минерального связующего материала. Отсутствует дополнительная реакция окисления, которая может изменить содержание кислорода.

Кислород в дисперсии связки отличается от кислорода, полученного за счет окисления нитрида кремния. Слабое сцепление между системой связки и нитридным порошком позволяет сохранять полную эффективность нитрида в виде не смачивающего вещества. Химическая связь создается вокруг зерен и зерна нитрида кремния не окисляются в SiO_2 , на их периферии. Этот эффект усиливается за счет низкотемпературного уплотнения, необходимого для связи, созданной за счет химической фиксации вместо типичной термической реакции окисления. Покрытие в соответствии с настоящим изобретением позволяет повысить механическое сопротивление покрытия за счет хорошо контролируемой системы связки, однако при сохранении полной эффективности зерен нитрида кремния.

Так как отсутствует проблема отслаивания или шелушения покрытия в соответствии с настоящим изобретением, оно может быть нанесено ранее поступления к конечному пользователю.

Другой задачей настоящего изобретения является создание композиции для нанесения покрытия на тигель для кристаллизации кремния, содержащей от 80 до 95 вес.% нитрида кремния и от 5 до 20 вес.% низкотемпературного минерального связующего материала, при полном содержании кислорода свыше 5% по весу. Композиция может быть нанесена при помощи различных методик. В соответствии с предпочтительным способом композицию перемешивают с жидкой фазой для образования суспензии, наносимой на тигель.

Еще одной задачей настоящего изобретения является создание способа изготовления тигля, имеющего защитное покрытие в соответствии с настоящим изобретением; этот способ включает в себя следующие операции:

- а) использование основания, которое имеет нижнюю поверхность и боковые стенки, образующие внутренний объем; и
- б) нанесение защитного покрытия, которое содержит от 80 до 95 вес.% нитрида

кремния и от 5 до 20 вес.% низкотемпературного минерального связующего материала, при полном содержании кислорода в диапазоне свыше 5% по весу, на поверхность боковых стенок, обращенную к внутреннему объему.

Обычно, поверхностный слой наносят в воде или в растворителе за счет напыления или нанесения кистью, а преимущественно за счет напыления в системе на базе воды, которая содержит достаточное количество воды, чтобы образовать суспензию всей композиции.

В соответствии с предпочтительным вариантом способа в соответствии с настоящим изобретением, за операцией нанесения покрытия следует операция с) нагревания тигля с нанесенным покрытием, проводимая при температуре и в течение времени, которые позволяют выгорать главным образом всем органическим соединениям, присутствующим в покрытии, и создавать связь. В соответствии с предпочтительным вариантом температура нагрева остается ниже температуры окисления нитрида кремния. За счет этого держат под контролем содержание кислорода в покрытии. Температура окисления нитрида кремния может варьировать в зависимости от состава (композиции) покрытия, однако обычно она составляет около 800°C. Нагрев тигля с нанесенным покрытием можно также производить у потребителя. Можно также производить предварительный нагрев до отгрузки потребителю и окончательный или дополнительный нагрев у потребителя.

Указанные ранее и другие характеристики изобретения будут более ясны из последующего детального описания, данного в качестве примера, не имеющего ограничительного характера и приведенного со ссылкой на сопроводительный чертеж.

На чертеже показано поперечное сечение тигля в соответствии с настоящим изобретением.

Показанный на чертеже тигель 1 содержит основание 2, имеющее нижнюю поверхность 21 и боковые стенки 22, которые образуют внутренний объем для кристаллизации кремния. Тигель содержит защитный слой 3, который содержит от 80 до 95 вес.% нитрида кремния, от 5 до 20 вес.% низкотемпературного минерального связующего материала, при полном содержании кислорода свыше 5% по весу на поверхности боковых стенок 22, обращенной к внутреннему объему.

Далее настоящее изобретение будет пояснено при помощи примеров в соответствии с настоящим изобретением и сравнительных примеров. Процесс нанесения покрытия на основание может быть различным. Композиция (состав покрытия) зависит от выбранной методики нанесения покрытия.

Первый предпочтительный способ включает в себя следующие операции:

- перемешивание порошков нитрида кремния и металлоорганического соединения на базе кремния, преимущественно выбранного из группы, в которую входят силоксан, тетраэтилортосиликат, тетраатоксисилан, полидиметилсилан или их комбинация (металлоорганические соединения известны сами по себе и имеются на рынке);

- напыление покрытия на тигель с использованием химически активной жидкости, выбранной из группы, в которую входят хлорид аммония, аммиак, азотный раствор или любая другая подходящая для этого способа химически активная жидкость;

- нагревание тигля с нанесенным покрытием при температуре ниже 500°C для стабилизации покрытия.

Второй предпочтительный способ (раствор связующего материала) включает в себя следующие операции:

- перемешивание порошков нитрида кремния со связующим материалом на базе

диоксида кремния, преимущественно выбранным из группы, в которую входят силиконовое масло, силоксан, хлорсилан или их комбинация;

- напыление покрытия на тигель с использованием химически активной жидкости, выбранной из группы, в которую входят кислоты (соляная кислота, азотная кислота, кремниевая кислота, тетрахлорид кремния или любая другая подходящая для этого способа кислота) для нейтрализации базового гидролиза аминометаллоорганических соединений;

- нагревание тигля с нанесенным покрытием при температуре ниже 500°C для удаления жидкостей реакции.

В соответствии с другим вариантом операцию напыления покрытия производят с использованием реакции на базе паров аммиака или растворов для систем гидролиза кислоты.

Третий предпочтительный способ включает в себя следующие операции:

- перемешивание порошков нитрида кремния с субмикронными частицами ($<10^{-6}$) и/или с наночастицами диоксида кремния, которые могут образовывать суспензию, а преимущественно с коллоидным кремнеземом;

- осаждение приготовленной смеси на поверхность тигля за счет термической реакции, паровой реакции, или даже прямой химической реакции, с использованием соответствующего химиката для нейтрализации, чтобы образовать кислое основание, спирт или pH реакцию;

- нагревание тигля с нанесенным покрытием при температуре ниже 500°C, преимущественно ранее его использования.

Примеры композиций покрытия для указанных трех способов приведены в таблице 1.

Таблица 1 - композиция защитного покрытия							
	Способ 1			Способ 2		Способ 3	
Вес. %	1a	1b	1c	2a	2b	3a	3b
Нитрид кремния	95	85	85	95	85	95	85
Оксинитрид кремния			10				
Силиконовое масло				5	10		
TEOS	5	15	5				
Коллоидный кремнезем					5	5	10
PVA/PEG							5
Кремниевая кислота				Y			
Этанол - вода		Y			Y		
Вода	Y		Y			Y	

В таблице 1: PVA - поливиниловый спирт; PEG - полиэтиленгликоль; TEOS - тетраэтилортосиликат.

Предпочтительными композициями являются композиции на базе коллоидного кремнезема, так как с ними легко и безопасно обращаться. Композицию выбирают в зависимости от использованного способа, чтобы получить заданное содержание кислорода и требуемую износостойкость.

В приведенной далее таблице 2, сцепление различных покрытий с поверхностью тигля было определено в соответствии с методикой ASTM D4541 с использованием установки POSITEST PULL-OFF ADHESION TESTER (фирма DEFELSKO Corp.). Эта установка позволяет оценивать сцепление покрытия за счет определения самой большой силы отрыва, которую покрытие выдерживает до его отделения от поверхности, то есть силы, которая требуется для отрыва заданного диаметра покрытия от его основы с использованием гидравлического давления. Эта сила

выражена в единицах измерения давления (кПа).

Примеры тиглей и их характеристики приведены в таблице 2.

5

Таблица 2			
Пример	Защитное покрытие	Тигель	Сцепление поверхностного покрытия
1	1b	кремнезем	Хорошее
2	1b	кварц	Отличное
3	3a	кремнезем	Хорошее
4	3b	RBSN	Отличное
6*	C1	кварц	Плохое
7*	C2	кварц	Плохое

10

6 и 7 - сравнительные примеры

15

RBSN - "реакционно связанный нитрид кремния", применение которого для тигля известно.

20

6 и 7 - сравнительные примеры, которые соответствуют примерам 1 и 2, приведенным в патенте США № 6,165,425. C1 содержит порошок нитрида кремния с содержанием кислорода 1.3% и не содержит низкотемпературный минеральный связующий материал. C2 содержит порошок нитрида кремния с содержанием

25

кислорода 6% и не содержит низкотемпературный минеральный связующий материал. Что касается примера 6, то повреждение покрытия было отмечено при загрузке металлического кремния в тигель. Что касается примера 7, то были отмечены существенные потери материала, что объясняется в патенте США № 6,165,425.

Формула изобретения

30

1. Тигель (1) для кристаллизации кремния, который содержит

а) основание (2), имеющее нижнюю поверхность (21) и боковые стенки (22),

образующие внутренний объем;

б) защитное покрытие (3) на базе нитрида кремния, обращенное к внутреннему объему,

35

отличающийся тем, что указанное защитное покрытие (3) содержит от 80 до 95 вес.% нитрида кремния, от 5 до 20 вес.% низкотемпературного минерального связующего материала при полном содержании кислорода в диапазоне от 5 до 15% по весу.

2. Тигель по п.1, отличающийся тем, что полное содержание кислорода находится в диапазоне от 8 до 12% по весу.

40

3. Тигель по п.1, отличающийся тем, что защитное покрытие из нитрида кремния (3) имеет толщину от 50 до 500 мкм, преимущественно от 200 до 500 мкм.

4. Тигель по п.1, отличающийся тем, что защитное покрытие из нитрида кремния содержит частицы размером ≤ 1 мкм.

45

5. Тигель по п.4, отличающийся тем, что защитное покрытие из нитрида кремния также содержит более крупные частицы.

6. Тигель по п.5, отличающийся тем, что крупные частицы имеют размеры от 2 до 50 мкм, преимущественно от 2 до 5 мкм.

50

7. Тигель по п.4, отличающийся тем, что количество крупных частиц составляет от 20 до 50% по весу.

8. Тигель по одному из пп.1-7, отличающийся тем, что низкотемпературный минеральный связующий материал содержит металлоорганическое соединение на базе кремния, преимущественно выбранное из группы, в которую входят силоксан,

тетраэтилортосиликат, тетраатоксисилан, полидиметилсилан или их комбинация.

9. Тигель по одному из пп.1-7, отличающийся тем, что низкотемпературный минеральный связующий материал содержит связующий материал на базе диоксида кремния, преимущественно выбранный из группы, в которую входят силикон, 5
силоксан, хлорсилан или их комбинация.

10. Тигель по одному из пп.1-7, отличающийся тем, что низкотемпературный минеральный связующий материал содержит субмикронные частицы и/или наночастицы диоксида кремния, позволяющие образовать суспензию, 10
преимущественно, коллоидный раствор диоксида кремния.

11. Способ изготовления тигля (1) для кристаллизации кремния, который включает в себя следующие операции:

а) использование основания (2), которое имеет нижнюю поверхность (21) и боковые 15
стенки (22), образующие внутренний объем; и

б) нанесение защитного покрытия (3), которое содержит от 80 до 95 вес.% нитрида кремния и от 5 до 20 вес.% низкотемпературного минерального связующего материала при полном содержании кислорода в диапазоне свыше 5% по весу, на 20
поверхность боковых стенок (22), обращенную к внутреннему объему.

12. Способ по п.11, отличающийся тем, что он включает в себя дополнительную операцию с) нагревания тигля с нанесенным покрытием при температуре ниже 25
температуры окисления нитрида кремния.

13. Способ по п.11 или 12, отличающийся тем, что операцию б) проводят путем напыления. 25