



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103288357 A

(43) 申请公布日 2013. 09. 11

(21) 申请号 201310248418. X

C30B 29/06 (2006. 01)

(22) 申请日 2013. 06. 20

(71) 申请人 天津英利新能源有限公司

地址 301510 天津市滨海新区津汉公路
13888 号滨海高新区滨海科技园日新
道 188 号

(72) 发明人 张小建 刘华 王悦 杨杰
魏驰远

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限
公司 11227

代理人 赵青朵 李玉秋

(51) Int. Cl.

C03C 17/22 (2006. 01)

C30B 11/00 (2006. 01)

C30B 28/06 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

氮化硅溶液及其制备方法、多晶硅铸锭用坩
埚及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种氮化硅溶液及其制备方法。所述氮化硅溶液的制备方法,包括:将氮化硅粉末与去离子水混合,然后加入盐酸,搅拌后得到氮化硅溶液。本发明还提供了多晶硅铸锭用坩埚及其制备方法。所述多晶硅铸锭用坩埚的制备方法,包括:将坩埚本体进行加热,在加热后的坩埚本体内壁表面喷涂所述的氮化硅溶液,得到多晶硅铸锭用坩埚。盐酸使氮化硅溶液的 pH 减小,使 Zeta 电位接近于零,颗粒间静电排斥力减小,团聚作用增强,容易发生团聚,从而使氮化硅溶液与坩埚的结合强度增加,避免了涂层脱落带来的粘坩问题。

1. 一种氮化硅溶液的制备方法,包括:
将氮化硅粉末与去离子水混合,然后加入盐酸,搅拌后得到氮化硅溶液。
2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述氮化硅粉末经过研磨得到,所述氮化硅粉末的平均粒径为 $0.1 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 。
3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述氮化硅粉末与去离子水的质量比为 $1:(3 \sim 5)$ 。
4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述去离子水与所述盐酸的体积比为 $(55 \sim 65):1$,所述盐酸的浓度为 $2\text{wt}\%$ 。
5. 权利要求1~4任一项所制备的氮化硅溶液。
6. 一种多晶硅铸锭用坩埚的制备方法,包括:
将坩埚本体进行加热,在加热后的坩埚本体内壁表面喷涂权利要求5所述的氮化硅溶液,得到多晶硅铸锭用坩埚。
7. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,所述喷涂的温度为 $70^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 。
8. 一种多晶硅铸锭用坩埚,其特征在于,所述坩埚内壁表面喷涂有权利要求5所述的氮化硅溶液。

氮化硅溶液及其制备方法、多晶硅铸锭用坩埚及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及多晶硅铸锭生产技术领域,尤其涉及氮化硅溶液及其制备方法、多晶硅铸锭用坩埚及其制备方法。

背景技术

[0002] 多晶硅铸锭行业主要分为坩埚喷涂、坩埚装料与铸锭三个环节。铸锭的整个过程分为加热、熔化、生长、退化和冷却,在加热过程中块状硅料在经过加热后到达熔点形成液态硅,而坩埚的主要材质为二氧化硅,液态硅会与二氧化硅发生化学反应,引起粘坩造成脱模困难,严重的会引起坩埚破裂形成硅料泄露造成经济损失及安全事故。因此,需要在坩埚内壁喷涂一层氮化硅涂层,从而形成硅液和坩埚的隔断层,阻止硅液和坩埚发生反应,从而解决粘坩问题。

[0003] 坩埚喷涂作为多晶硅铸锭行业的第一个环节,是将氮化硅粉末和去离子水按照一定比例进行配置、搅拌,形成氮化硅溶液,将其均匀地喷洒到坩埚内壁上形成涂层,防止坩埚和硅料在高温状态下发生反应造成粘坩,引起裂纹。

[0004] 但是坩埚内壁光滑,在喷涂氮化硅过程中会引起涂层脱落,从而造成喷涂失败,即使喷涂成功在装料过程或铸锭过程中受温度及环境影响也会引起涂料脱落造成硅锭粘坩。因此,如何增强氮化硅和坩埚的结合强度成为重要的研究方向。

发明内容

[0005] 本发明解决的技术问题在于提供一种与坩埚结合强度较好的氮化硅溶液。

[0006] 有鉴于此,本发明提供了一种氮化硅溶液的制备方法,包括:

[0007] 将氮化硅粉末与去离子水混合,然后加入盐酸,搅拌后得到氮化硅溶液。

[0008] 优选的,所述氮化硅粉末经过研磨得到,所述氮化硅粉末的平均粒径为 $0.1 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 。

[0009] 优选的,所述氮化硅粉末与去离子水的质量比为 $1:(3 \sim 5)$ 。

[0010] 优选的,所述去离子水与所述盐酸的体积比为 $(55 \sim 65):1$,所述盐酸的浓度为 $2\text{wt}\%$ 。

[0011] 本发明还提供了上述方案所制备的氮化硅溶液。

[0012] 本发明还提供了一种多晶硅铸锭用坩埚的制备方法,包括:

[0013] 将坩埚本体进行加热,在加热后的坩埚本体内壁表面喷涂所述的氮化硅溶液,得到多晶硅铸锭用坩埚。

[0014] 优选的,所述喷涂的温度为 $70^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 。

[0015] 本发明还提供了一种多晶硅铸锭用坩埚,所述坩埚内壁表面喷涂有所述的氮化硅溶液。

[0016] 本发明提供了一种氮化硅溶液的制备方法,所述氮化硅溶液由氮化硅粉末与去离

子水混合,再加入盐酸得到。Zeta 电位是对颗粒之间相互排斥或吸引力强度的度量,分子或分散粒子越小,Zeta 电位越高体系越稳定,反之,Zeta 电位越低,越倾向于凝结或凝聚。固体的表面电荷由溶液中定势离子的浓度决定,去离子水的 pH 为中性,在调节溶液强度的时候不会对 Zeta 电位产生显著的影响,盐酸使溶液的 pH 减小,使 Zeta 电位接近于零,颗粒间静电排斥力减小,团聚作用增强,容易发生团聚,从而使氮化硅溶液与坩埚的结合强度增加,避免了涂层脱落带来的粘坩问题。

具体实施方式

[0017] 为了进一步理解本发明,下面结合实施例对本发明优选实施方案进行描述,但是应当理解,这些描述只是为进一步说明本发明的特征和优点,而不是对本发明权利要求的限制。

[0018] 本发明实施例公开了一种氮化硅溶液的制备方法,包括:

[0019] 将氮化硅粉末与去离子水混合,然后加入盐酸,搅拌后得到氮化硅溶液。

[0020] 按照本发明,本发明所述氮化硅粉末经过研磨得到。所述氮化硅粉末的平均粒径优选为 $0.1\mu\text{m} \sim 0.5\mu\text{m}$ 。所述氮化硅是一种重要的结构陶瓷材料,其是一种超硬物质,本身具有润滑性,并且耐磨损,高温时具有抗氧化性,并且还能抵抗冷热冲击,在空气中加热至 1000°C 以上,急剧冷却再急剧加热,也不会碎裂。为了使氮化硅粉末能够较好的溶解,本发明优选先将去离子水搅拌,再加入氮化硅粉末。所述氮化硅粉末与所述去离子水的质量比优选为 $1:(3 \sim 5)$,更优选为 $1:(3.5 \sim 5)$ 。

[0021] 将氮化硅粉末与去离子水搅拌均匀后,再加入盐酸。所述盐酸是氯化氢气体的水溶液,具有挥发性,有刺激性气味,在实验室及电子工业中应用广泛。由于盐酸作为提高氮化硅溶液粘度的添加物,其添加量极少,因此最后加入。所述去离子水与所述盐酸的体积比优选为 $(55 \sim 65):1$,所述盐酸的浓度优选为 2wt%。

[0022] 为了验证加入盐酸后氮化硅溶液的粘度变化,采用美国 BROOKFIELD 粘度计进行测试,室温环境为 21.6°C ,氮化硅溶液加入盐酸后粘度由 20us/cm 提高到了 29.7us/cm ,粘度明显增加。

[0023] 本发明还提供了一种氮化硅溶液,所述氮化硅溶液按照下述方法制备:将氮化硅粉末与去离子水混合,然后加入盐酸,搅拌后得到氮化硅溶液。

[0024] 所述氮化硅溶液中氮化硅与去离子水的质量比优选为 $1:(3 \sim 5)$,更优选为 $1:(3.5 \sim 5)$;所述去离子水与盐酸的体积比优选为 $(55 \sim 65):1$,所述盐酸的浓度优选为 2wt%。

[0025] 本发明还提供了一种多晶硅铸锭用坩埚的制备方法,包括:

[0026] 将坩埚本体进行加热,在加热后的坩埚本体内壁表面喷涂所述的氮化硅溶液,得到多晶硅铸锭用坩埚。

[0027] 坩埚是以石英砂为原料做成的陶瓷制产品,多为方形,具有良好的热导性和耐高温性,在高温使用过程中,热膨胀系数较小,是多晶硅铸造行业关键的生产原材料。本领域技术人员熟知的,为了防止在多晶硅铸锭生产过程中坩埚的破裂,需要在坩埚内壁表面喷涂一层氮化硅涂层。因此,本申请将上述制备的氮化硅溶液喷涂至坩埚内壁表面。在将本发明所述氮化硅溶液喷涂至坩埚本体内壁表面时,先将坩埚本体进行加热,坩埚本体温度

优选达到 70 ~ 80℃时,开始在坩埚本体内壁表面喷涂氮化硅溶液,最终得到多晶硅铸锭用坩埚,所述坩埚内壁喷涂有氮化硅涂层。为了保证氮化硅溶液更好的涂覆至氮化硅内壁表面,喷涂过程中的温度优选为 70℃~ 80℃。

[0028] 本发明还提供了一种多晶硅铸锭用坩埚,所述坩埚由本发明所述的氮化硅溶液喷涂至坩埚本体内壁表面得到。

[0029] Zeta 电位是对颗粒之间相互排斥或吸引力强度的度量,分子或分散粒子越小,Zeta 电位越高体系越稳定,反之,Zeta 电位越低,越倾向于凝结或凝聚。由于去离子水的 pH 为中性,在调节溶液强度的时候不会对 Zeta 电位产生影响;氮化硅溶液中含有盐酸,能够降低溶液的 pH,颗粒间静电排斥力减小,其团聚力增强,容易发生团聚,从而使氮化硅溶液与坩埚本体的粘结强度增强,避免的涂层脱落带来的粘坩问题。

[0030] 为了进一步理解本发明,下面结合实施例对本发明提供的氮化硅溶液及其制备方法、多晶硅铸锭用坩埚及其制备方法进行详细说明,本发明的保护范围不受以下实施例的限制。

[0031] 实施例中的原料均为市售产品。

[0032] 实施例 1

[0033] 在烧杯中量取 2550ml 去离子水,采用电动搅拌器搅拌去离子水,将 600g 氮化硅粉末进行研磨,然后放入已经研磨好的氮化硅粉末,搅拌 15min 后,放入浓度为 2wt% 的盐酸 40ml,搅拌 20min 后得到氮化硅溶液。

[0034] 采用美国 BROOKFIELD 粘度计进行测试,室温环境为 21.6℃,氮化硅溶液的粘度为 29.7us/cm。

[0035] 实施例 2

[0036] 在烧杯中量取 3000ml 去离子水,采用电动搅拌器搅拌去离子水,将 600g 氮化硅粉末进行研磨,然后放入研磨好的氮化硅粉末,搅拌 20min,放入浓度为 2wt% 的盐酸 50ml,搅拌 20min 后得到氮化硅溶液。

[0037] 采用美国 BROOKFIELD 粘度计进行测试,室温环境为 21.6℃,氮化硅溶液的粘度为 30us/cm。

[0038] 实施例 3

[0039] 在烧杯中量取 2550ml 去离子水,采用电动搅拌器搅拌去离子水,将 700g 氮化硅粉末进行研磨,然后放入研磨好的氮化硅粉末,搅拌 18min,放入浓度为 2wt% 的盐酸 45ml,搅拌 18min 后得到氮化硅粉末。

[0040] 采用美国 BROOKFIELD 粘度计进行测试,室温环境为 21.6℃,氮化硅溶液的粘度为 30.1us/cm。

[0041] 实施例 4

[0042] 将实施例 1 制备的氮化硅溶液放入喷枪中,将坩埚进行加热至 80℃时开始在坩埚内壁表面进行喷涂,直至喷涂完成,将喷涂好的坩埚放入烘箱在 1050℃烧结 2h,自然冷却后,得到多晶硅铸锭用坩埚。

[0043] 对比例 1

[0044] 在烧杯中量取 2550ml 去离子水,采用电动搅拌器搅拌去离子水,将 700g 氮化硅粉末进行研磨,然后放入研磨好的氮化硅粉末,搅拌 18min,得到氮化硅溶液。

[0045] 采用美国 BROOKFIELD 粘度计进行测试,室温环境为 21.6℃,氮化硅溶液的粘度为 20us/cm。

[0046] 以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想。应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以对本发明进行若干改进和修饰,这些改进和修饰也落入本发明权利要求的保护范围内。

[0047] 对所公开的实施例的上述说明,使本领域专业技术人员能够实现或使用本发明。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的,本文中所定义的一般原理可以在不脱离本发明的精神或范围的情况下,在其它实施例中实现。因此,本发明将不会被限制于本文所示的这些实施例,而是要符合与本文所公开的原理和新颖特点相一致的最宽的范围。