

Verfahren zur Herstellung von beschichteten Substraten sowie beschichtetes Substrat und dessen Verwendung

5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von beschichteten Substraten. Im Verfahren wird zunächst mindestens ein Bereich einer Oberfläche eines porösen Substrats mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen wird. Dann wird mindestens eine wässrige Suspension auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht, wobei die mindestens eine wässrige Suspension mindestens ein Refraktärmetallcarbid und Wasser enthält. Danach wird das Substrat einem Sinterprozess unterzogen. Die vorliegende Erfindung betrifft ferner ein beschichtetes Substrat, welches mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt oder herstellbar sein kann, sowie die Verwendung eines solchen beschichteten Substrats.

15 Refraktärmetallcarbide wie beispielsweise Tantalcarbid (TaC) zeichnen sich im Allgemeinen durch ihre hohe mechanische, chemische und thermische Be-

ständigkeit aus. Der Einsatz dieser Werkstoffe fokussiert sich v.a. auf Hochtemperaturanwendungen, z.B. in der Halbleiterkristallzüchtung, in denen stark korrosive und aggressive Spezies vorhanden sind und damit die Einsatzfähigkeit des bestehenden Bauteils (z.B. aus Graphit) eingeschränkt bzw. dessen Lebensdauer deutlich reduziert wird. Da es sich als schwierig gestaltet, mit Hilfe der aus der Literatur beschriebenen Prozesse zum Heißpressen ein bewährtes Volumenbauteil aus Refraktärmetallcarbiden kostengünstig und in komplexer Geometrie herzustellen, wird bevorzugt auf Beschichtungen zurückgegriffen. Die Herstellung von keramischen Schichten über das Heißpressen ist verfahrensbedingt nicht möglich. Beschichtungen werden beispielsweise über das CVD-Verfahren erzeugt. Dabei werden über die Gasphase dichte Schichten von wenigen Mikrometern auf ein Substrat abgeschieden. Ein Beispiel dazu wären TaC-Beschichtungen im Einlagenaufbau. Das kostenintensive Verfahren verwehrt allerdings, dass beschichtete Bauteile mit beliebigen Geometrien und Größen mit beliebiger Schichtdicke realisiert werden können. Um eine größere Flexibilität in diesen Bereichen zu gewährleisten, gibt es die Möglichkeit, die Schichten über ein nasskeramisches Verfahren (Tauchen, Pinseln oder Versprühen) auf das Substrat aufzutragen. Dies kann beispielsweise über eine Suspension auf Basis von organischen Lösungsmitteln erreicht werden (siehe z.B. US 2013/0061800 A1). Für die Erzeugung der gewünschten Schutzschichteigenschaften wird dem Auftragsprozess über eine Ausgangssuspension ein Sinterprozess nachgeschaltet.

Neben der Erzeugung einer mechanisch stabilen Beschichtung durch den abschließenden Sinterprozess (hohe Abrieb- und Haftfestigkeit) wird gleichzeitig ein hoher Verdichtungsgrad gefordert, um das Substrat optimal vor korrosiven Medien in der Hochtemperaturanwendung zu schützen. Zusätzlich zu der Forderung eines hohen Verdichtungsgrads wird ebenso verlangt, dass die Ausbildung von Rissen in der Beschichtung nach dem Sintervorgang auf ein Minimum reduziert ist, um schlussendlich die Schutzschichteigenschaften der Refraktärmetallcarbid-Beschichtung zu gewährleisten und das Grundsubstrat maximal vor korrosiven Medien in der Hochtemperaturanwendung zu schützen. Risse können während des Sinterprozesses z.B. beim Verdichtungs- bzw. Schrumpfungsvorgang oder auch beim Abkühlen entstehen. Die Schrumpfrisse können dadurch vermieden werden, dass die aufgetragenen Grün-

schichten einen gleichmäßigen bzw. homogen dicken Verlauf zeigen und somit eine gleichmäßige Verdichtung stattfinden kann. Bei Inhomogenitäten im Schichtverlauf (wie z.B. Depressionen) bilden sich leicht Schrumpfungsrissse, die sich im weiteren Verlauf des Sinterprozesses oder später auch unter Einsatzbedingungen vertikal bzw. lateral ausbreiten können. Die Rissbildung beim Abkühlen ist auf den Abbau von zu hohen thermischen Zugspannungen zurückzuführen, die durch den meist großen Unterschied im thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen der Refraktärmetallcarbid-Beschichtung und dem Grundsubstrat induziert werden.

Der Erhalt eines homogenen Schichtverlaufs wird bei der Suspensions-basierenden Beschichtung von porösen Substraten, wie z.B. CFC-Substraten, mit Refraktärmetallcarbid-Beschichtungen jedoch durch das starke Infiltrationsverhalten der porösen Substrate und die daraus resultierende Infiltration der Poren durch die Suspension erschwert und führt so zu einem inhomogenen Verlauf der Refraktärmetallcarbid-Beschichtungen.

Ausgehend hiervon war es die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur Herstellung von beschichteten Substraten anzugeben, mit dem Substrate mit einer möglichst homogen verlaufenden und möglichst rissfreien Refraktärmetallcarbid-Beschichtung erhalten werden können. Zudem war es die Aufgabe der vorliegenden Erfindung beschichtete Substrate bereitzustellen, die eine möglichst homogen verlaufende und möglichst rissfreie Refraktärmetallcarbid-Beschichtung aufweisen.

Diese Aufgabe wird bezüglich eines Verfahrens zur Herstellung von beschichteten Substraten mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1 und bezüglich eines beschichteten Substrats mit den Merkmalen des Patentanspruchs 11 gelöst. In Patentanspruch 15 werden Verwendungsmöglichkeiten des erfindungsgemäßen beschichteten Substrats angegeben. Die abhängigen Patentansprüche stellen vorteilhafte Weiterbildungen dar.

Erfindungsgemäß wird somit ein Verfahren zur Herstellung von beschichteten Substraten angegeben, bei welchem

- a) mindestens ein Bereich einer Oberfläche eines porösen Substrats mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen wird,

- b) mindestens eine wässrige Suspension auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht wird, wobei die mindestens eine wässrige Suspension mindestens ein Refraktärmetallcarbide und Wasser enthält, und
- 5 c) das Substrat nach Schritt b) einem Sinterprozess unterzogen wird.

In Schritt a) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird zunächst mindestens ein Bereich einer Oberfläche eines porösen Substrats mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen. Hierbei können ein Bereich (bzw. ein Teilbereich) der Oberfläche des porösen Substrats oder mehrere Bereiche (bzw. mehrere Teilbereiche) der Oberfläche des porösen Substrats oder die gesamte Oberfläche des porösen Substrats mit der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht versehen werden. Der mindestens eine Bereich der Oberfläche des porösen Substrats kann mit einer Oberflächenversiegelungsschicht oder mit mehreren Oberflächenversiegelungsschichten versehen werden.

10

15

Bei dem porösen Substrat kann es sich vorzugsweise um ein Kohlenstoff-Substrat, besonders bevorzugt um ein Graphit-Substrat, ganz besonders bevorzugt um ein iso-Graphit-Substrat, handeln. Unter iso-Graphit wird dabei Graphit verstanden, der nach dem Verfahren des isostatischen Pressens hergestellt wurde. Beispielsweise kann das poröse Substrat ein Tiegel, vorzugsweise ein Kohlenstoff-Tiegel, besonders bevorzugt ein Graphit-Tiegel, ganz besonders bevorzugt ein iso-Graphit-Tiegel, sein.

20

25

Vorzugsweise weisen die Poren des porösen Substrats eine mittlere Porengröße im Bereich von 0,5 µm bis 5 µm (vorzugsweise an der Oberfläche) auf. Die mittlere Porengröße (vorzugsweise an der Oberfläche) kann beispielsweise bestimmt werden mittels Quecksilberintrusion (DIN 66133:1993-06).

30

Vorzugsweise weisen die Poren des porösen Substrats einen mittleren Poreneingangsdurchmesser im Bereich von 0,1 µm bis 5 µm auf. Der mittlere Poreneingangsdurchmesser kann beispielsweise bestimmt werden mittels Quecksilberporosimetrie (DIN 15901-1:2019-03).

35

Vorzugsweise weist das poröse Substrat eine offene Porosität im Bereich von

5 % bis 20 % auf. Die offene Porosität kann beispielsweise bestimmt werden mittels Quecksilberintrusion (DIN 66133:1993-06).

5 In Schritt b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird mindestens eine wässrige Suspension auf der mindestens einen (in Schritt a) aufgetragenen) Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht. Die mindestens eine wässrige Suspension kann auf einem Teilbereich oder mehreren Teilbereichen der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht oder auf der gesamten mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht werden. Die mindestens eine wässrige Suspension kann schichtförmig auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht werden. Die so aufgetragene Schicht (bzw. die so aufgetragenen Schichten) der mindestens einen wässrigen Suspension kann (bzw. können) als Grünsicht (bzw. Grünsichten) bezeichnet werden. Vorzugsweise wird in Schritt b) mindestens eine Schicht der mindestens einen wässrigen Suspension auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht. Erfindungsgemäß enthält die mindestens eine wässrige Suspension mindestens ein Refraktärmetallcarbid und Wasser. Die mindestens eine wässrige Suspension kann auch aus mindestens einem Refraktärmetallcarbid und Wasser bestehen. Vorzugsweise handelt es sich bei dem mindestens einen Refraktärmetallcarbid um Tantalcarbid.

25 In Schritt c) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das Substrat nach Schritt b) einem Sinterprozess unterzogen. Durch den Sinterprozess kann mindestens eine das mindestens eine Refraktärmetallcarbid enthaltende Schutzschicht aus der mindestens einen (in Schritt b) aufgetragenen) wässrigen Suspension hergestellt werden. Mit anderen Worten kann die mindestens eine (in Schritt b) aufgetragene) wässrige Suspension durch den Sinterprozess in eine Schutzschicht umgewandelt werden, die das mindestens eine Refraktärmetallcarbid enthält.

30 Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht die Herstellung von Refraktärmetallcarbid-basierten Schichten auf Substraten, die als Hochtemperatur- und Verschleißschutzschichten bzw. Verschleißschutzschichtssysteme dienen können.

35 Beim erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich um ein nasskeramisches

Verfahren zur Herstellung von Refraktärmetallcarbidgebasierten Beschichtungen auf Substraten. Im Gegensatz zu über CVD- oder PVD-Verfahren hergestellten Schichten, zeigen die über nasskeramische Verfahren hergestellten Schichten eine isotrope Textur mit zufälliger Korngrößenorientierung, was zu einer verminderten Anfälligkeit für Rissbildung und zu einer Erhöhung des Diffusionswegs für substratschädigende Spezies führt. Aufgrund dessen weisen die erfindungsgemäß hergestellten beschichteten Substrate im Vergleich zu über CVD- oder PVD-Verfahren hergestellten beschichteten Substraten einen verbesserten Schutz gegenüber in Hochtemperaturanwendungen verwendeten aggressiven Substanzen auf. Zudem ist das erfindungsgemäße nasskeramische Verfahren kostengünstiger als CVD- oder PVD-Verfahren und bietet zudem mehr Flexibilität bei den Geometrien und Größen der herstellbaren beschichteten Bauteile sowie der Schichtdicken der aufgetragenen Beschichtungen bzw. Schichten.

Ferner basiert das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung beschichteter Substrate auf der Verwendung einer wässrigen Suspension. Gegenüber der Verwendung organischer Suspensionen hat die Verwendung wässriger Suspensionen diverse Vorteile. So sind wässrige Suspensionen im Gegensatz zu organischen Suspensionen kostengünstig, aus ökologischer und gesundheitlicher Sicht unbedenklich und bringen auch nicht das sicherheitstechnische Problem leicht entflammbarer Sprühnebel mit sich. Außerdem kann bei der Verwendung wässriger Suspensionen auf eine Pyrolyse zur Entfernung organischer Lösemittel verzichtet werden, die zu einem unerwünschten Eintrag von Fremdstoffen in die Beschichtung führen kann. Weiterhin ist bei der Verwendung wässriger Suspensionen im Gegensatz zur Verwendung der bekannten organischen Suspensionen ein kontrollierter Auftrag der Suspension möglich. So ist insbesondere beim Sprühauftrag der bekannten organischen Suspensionen kein kontrollierter Auftrag möglich, da die Suspensionseigenschaften während dieses Vorgangs durch Verdampfung des Lösemittels schwanken können, so dass über die Zeit keine homogenen Schichten erhalten werden können.

Aufgrund des Sinterprozesses handelt es sich bei der im erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenen Schutzschicht um eine mechanisch stabile Beschichtung mit hoher Abrieb- und Haftfestigkeit. Zudem wird durch den Sinterprozess ein

höherer Verdichtungsgrad gegenüber der Ausgangsdichte nach dem Auftragen (Gründichte) erzielt.

5 Die mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht stellt eine Zwischenschicht zwischen dem porösen Substrat und der mindestens einen Schutzschicht, die in Schritt c) erhalten werden kann, dar. Durch die mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht können die Poreneingänge (der Poren des porösen Substrats), die sich auf dem mindestens einen Bereich der Oberfläche des porösen Substrats befinden, im Wesentlichen vollständig oder zumindest
10 nahezu vollständig verschlossen werden. Auf diese Weise wird die Oberfläche des mindestens einen Bereichs quasi versiegelt (bzw. quasi nahezu versiegelt). Bei der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht kann es sich somit um mindestens eine (im Wesentlichen) geschlossene Oberflächenversiegelungsschicht handeln. Ob die Poreneingänge im Wesentlichen vollständig oder
15 zumindest nahezu vollständig verschlossen sind, kann durch Bestimmung der Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich ermittelt werden, wobei die Gasdurchlässigkeit z.B. mittels druckabhängiger Durchströmungsmessung nach DIN EN 993-4:1995-04 bestimmt werden kann. Beträgt die (z.B. mittels druckabhängiger Durchströmungsmessung nach DIN EN 993-4:1995-04) gemessene Gasdurchlässigkeit 0 m^2 , sind die Poreneingänge im Wesentlichen vollständig verschlossen. Der Begriff „im Wesentlichen“ bedeutet hierbei, dass eine minimale Durchlässigkeit der Poreneingänge vorhanden sein kann, die jedoch (z.B. mittels druckabhängiger Durchströmungsmessung nach DIN EN 993-4:1995-04) nicht messbar ist. Beträgt die (z.B. mittels druckabhängiger Durchströmungsmessung nach DIN EN 993-4:1995-04) gemessene Gasdurchlässigkeit nahezu 0 m^2 , sind die Poreneingänge nahezu vollständig verschlossen. Beispielsweise sind die Poreneingänge dann zumindest nahezu vollständig verschlossen, wenn die (z.B. mittels druckabhängiger Durchströmungsmessung nach DIN EN 993-4:1995-04) gemessene Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal $1\text{E-}16 \text{ m}^2$ beträgt oder die (z.B. mittels druckabhängiger Durchströmungsmessung nach DIN EN 993-4:1995-04) gemessene Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal 10 % der (z.B. mittels druckabhängiger Durchströmungsmessung nach DIN EN 993-4:1995-04) gemessenen Gasdurchlässigkeit

des porösen Substrats ohne Oberflächenversiegelungsschicht beträgt. Mit anderen Worten können die Poreneingänge, die sich auf dem mindestens einen Bereich der Oberfläche des porösen Substrats befinden, durch die Oberflächenversiegelungsschicht so (nahezu vollständig) verschlossen werden, dass die Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal $1\text{E-}16\text{ m}^2$ beträgt oder die Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal 10 % der Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats ohne Oberflächenversiegelungsschicht beträgt. Ganz besonders bevorzugt beträgt die Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal 0 m^2 .

Da die Poreneingänge (der Poren des porösen Substrats), die sich auf dem mindestens einen Bereich der Oberfläche des porösen Substrats befinden, vollständig oder zumindest nahezu vollständig durch die Oberflächenversiegelungsschicht verschlossen werden, kann die in Schritt b) aufgetragene mindestens eine wässrige Suspension nicht oder nur sehr geringfügig in die Poren des porösen Substrats gelangen. Dadurch, dass die mindestens eine wässrige Suspension nicht direkt auf dem porösen Substrat sondern stattdessen auf der Oberflächenversiegelungsschicht aufgetragen wird, kann somit verhindert oder zumindest im Wesentlichen verhindert werden, dass die mindestens eine wässrige Suspension beim Aufbringen in Schritt b) in die Poren des porösen Substrats gelangt.

Ohne Verwendung einer Oberflächenversiegelungsschicht würden beim Aufbringen der wässrigen Suspension auf das poröse Substrat erhebliche Mengen der wässrigen Suspension in die Poren des porösen Substrats gelangen, was zu Inhomogenitäten innerhalb der Schicht führen würde. Bei solchen Inhomogenitäten im Schichtverlauf (wie z.B. Depressionen) bilden sich leicht Schrumpfungsrisse, die sich im weiteren Verlauf des Sinterprozesses oder später auch unter Einsatzbedingungen vertikal bzw. lateral ausbreiten können. Die Rissbildung beim Abkühlen ist auf den Abbau von zu hohen thermischen Zugspannungen zurückzuführen, die durch den meist großen Unterschied im thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen der Refraktärmetallcarbid-Beschichtung und dem (z.B. Kohlenstoff-basierten) Grundsubstrat induziert

werden.

5 Durch die im erfindungsgemäßen Verfahren verwendete mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht kann nun eine sehr homogene (bzw. gleichmäßige) Beschichtung erhalten werden, da durch die mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht ein Eindringen der wässrigen Suspension in die Poren des porösen Substrats verhindert oder zumindest im Wesentlichen verhindert werden kann. Durch den sehr homogenen (bzw. gleichmäßigen) Verlauf der Schicht können Schrumpfungsrisse innerhalb der Schutzschicht vermieden werden. Dies ist auch deshalb der Fall, da durch den gleichmäßigen bzw. homogenen Schichtverlauf eine gleichmäßige Verdichtung stattfinden kann. Je weniger Schrumpfungsrisse in der erhaltenen Schutzschicht vorhanden sind, desto besser ist das Substrat durch die Schutzschicht (z.B. vor korrosiven Medien in Hochtemperaturanwendungen) geschützt. Durch die erfindungsgemäß eingesetzte Oberflächenversiegelungsschicht kann somit eine sehr homogene und nur geringfügig rissbehaftete (oder sogar rissfreie) Refraktärmetallcarbid-Schutzschicht erhalten werden, die das Substrat effektiv vor Fremdeinflüssen (wie z.B. vor korrosiven Medien in Hochtemperaturanwendungen) schützen kann.

20 Vorzugsweise ist der thermische Ausdehnungskoeffizient (CTE) der mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht an den thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und/oder an den thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht angepasst.

25 Eine solche Anpassung kann beispielsweise durch Auswahl eines Materials, das einerseits Hochtemperaturbeständig ist und gleichzeitig einen CTE aufweist, der zwischen der Schutzschicht und dem Substrat liegt, sowie Aufbringung der Anpassungsschichten über diverse Beschichtungsverfahren z.B. über die Gasphase oder über einen Sprüh-Sinter-Prozess, erfolgen. Dadurch, dass

30 der thermische Ausdehnungskoeffizient (CTE) der mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht an den thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und/oder an den thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht angepasst ist, können CTE-Unterschiede zwischen dem porösen Substrat und der mindestens einen Schutzschicht ausgeglichen werden und in der Folge die thermischen Spannungen bzw. die Ausprägung der thermisch induzierten Risse noch weiter minimiert werden. In

35

Abhängigkeit des CTE-Unterschieds zwischen der Schutzschicht und dem Substrat kann die Oberflächenversiegelungsschicht dahingehend genutzt werden, um einen großen CTE-Unterschied auszugleichen bzw. diesen zu minimieren – vor allem dann, wenn hohe thermisch induzierte Spannungen dafür sorgen, dass es zu starker Rissbildung oder sogar zur Delamination nach dem Sintern kommt und dadurch die Schutzschichteigenschaften nicht sichergestellt werden.

Vorzugsweise wird in Schritt b) mindestens eine Schicht der mindestens einen wässrigen Suspension auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht. Die mindestens eine Schicht wässrigen Suspension kann als mindestens eine Grünsicht bezeichnet werden. Die Grünsicht bzw. die Grünsichten können einen gleichmäßigen bzw. homogen dicken Verlauf zeigen.

Das mit dem erfindungsgemäßen Verfahren herstellbare beschichtete Substrat kann beispielsweise als Gallium-Verdampfer bzw. Teil eines Gallium-Verdampfers in einem zur Züchtung von Galliumnitrid-Halbleiterkristallen verwendbaren VPE-GaN-Reaktor eingesetzt werden, wobei das im erfindungsgemäßen Verfahren erhaltene Schichtsystem dann als Beschichtung des Gallium-Verdampfers fungiert.

Eine bevorzugte Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass

- das poröse Substrat ein Material enthält oder aus diesem besteht, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Graphit, bevorzugt iso-Graphit, kohlenfaserverstärktem Kohlenstoff (CFC), C/SiC-Faserverbundwerkstoffen, SiC/SiC-Faserverbundwerkstoffen, carbidischen Keramiken, nitridischen Keramiken, oxidischen Keramiken, und Mischungen hiervon, und/oder
- das mindestens eine Refraktärmetallcarbide ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Titancarbiden, Zirkoniumcarbiden, Hafniumcarbiden, Vanadiumcarbiden, Niobcarbiden, Tantalcarbiden, Chromcarbiden, Molybdäncarbiden, Wolframcarbiden, und Mischungen hiervon.

Ganz besonders bevorzugt handelt es sich beim dem mindestens einen Refraktärmetallcarbid um Tantalcarbid. Tantalcarbid ermöglicht eine besonders gute Schutzwirkung für das poröse Substrat.

- 5 Das poröse Substrat kann vorzugsweise ein Material enthalten oder aus diesem bestehen, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Graphit, bevorzugt iso-Graphit, carbidischen Keramiken, nitridischen Keramiken, oxidischen Keramiken, und Mischungen hiervon.
- 10 Das poröse Substrat kann vorzugsweise ein Material enthalten oder aus diesem bestehen, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Graphit, bevorzugt iso-Graphit, kohlenfaserverstärktem Kohlenstoff (CFC), C/SiC-Faserverbundwerkstoffen, SiC/SiC-Faserverbundwerkstoffen, und Mischungen hiervon.
- 15 Kohlenstoff-basierte Substrate und SiC-basierte Substrate zeigen beim Auftragen einer wässrigen Suspension ein erhöhtes Infiltrationsverhalten. In der Folge ist das erfindungsgemäße Verfahren besonders für solche Substrate geeignet.
- 20 Ganz besonders bevorzugt enthält das poröse Substrat Graphit, bevorzugt iso-Graphit, oder besteht daraus.
- 25 Gemäß einer weiteren bevorzugten Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens liegt das mindestens eine Refraktärmetallcarbid in der mindestens einen wässrigen Suspension partikulär vor, wobei die mittlere Partikelgröße (d50-Wert) der Partikel des mindestens einen Refraktärmetallcarbids im Bereich von 0,2 μm bis 2 μm , bevorzugt von 0,5 μm bis 1,5 μm , liegt. Die mittlere Partikelgröße (d50-Wert) der Partikel des mindestens einen Refraktärmetallcarbids kann beispielsweise bestimmt werden mittels Laserbeugung (DIN 13320:2020-01).
- 30
- 35 Eine weitere bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass die Poreneingänge, die sich auf dem mindestens einen Bereich der Oberfläche des porösen Substrats befinden, durch die Oberflächenversiegelungsschicht so dicht verschlossen werden, dass

- die Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal $1\text{E-}16\text{m}^2$, bevorzugt maximal $1\text{E-}17\text{m}^2$, besonders bevorzugt maximal $5\text{E-}17\text{m}^2$, ganz besonders bevorzugt 0 m^2 , beträgt, und/oder
- 5
- die Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal 10 %, bevorzugt maximal 1 %, besonders bevorzugt maximal 0,5 %, der Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats ohne Oberflächenversiegelungsschicht beträgt.
- 10
- Die Gasdurchlässigkeit kann z.B. mittels druckabhängiger Durchströmungsmessung nach DIN EN 993-4:1995-04 bestimmt werden.
- 15
- Gemäß einer weiteren bevorzugten Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens ist die mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus pyrolytischen Kohlenstoffschichten, Siliciumcarbid-schichten, Siliciumschichten, Zirkoniumboridschichten, Tantalnitridschichten, Siliciumnitridschichten, Wolframcarbid-schichten und Kombinationen hiervon.
- 20
- Eine weitere bevorzugte Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass das poröse Substrat in Schritt a) mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen wird, indem
- zumindest ein Teil der Oberfläche des porösen Substrats mit mindestens einem polymerisierbaren Harz imprägniert wird und das Harz anschließend carbonisiert wird, und/oder
- 25
- zumindest ein Teil der Oberfläche des porösen Substrats mit mindestens einem Polysilan imprägniert wird und das Polysilan anschließend pyrolysiert wird, und/oder
- 30
- die Poren des porösen Substrats mit Silicium infiltriert werden und optional das Silicium zumindest teilweise in Siliciumcarbid umgewandelt wird, und/oder
 - mindestens eine Schicht ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Schichten aus pyrolytischem Kohlenstoff, Siliciumcarbid-schichten, Silicium-nitridschichten, Wolframcarbid-schichten und Kombinationen hiervon mittels CVD auf dem porösen Substrat abgeschieden wird, und/oder

- 5
- eine Wolframcarbid enthaltenden Suspension auf zumindest einem Teil der Oberfläche des porösen Substrats aufgetragen und anschließend einem Sinterprozess unterzogen wird, und/oder
 - mindestens eine Schicht ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Siliciumschichten, Zirkoniumboridschichten, Tantalnitridschichten und Kombinationen hiervon mittels eines Sprühprozesses auf dem porösen Substrat abgeschieden wird.

10 Es gibt verschiedene bevorzugte Möglichkeiten das poröse Substrat in Schritt a) mit der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht zu versehen.

15 Beispielsweise kann das poröse Substrat in Schritt a) mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen werden, indem zumindest ein Teil der Oberfläche des porösen Substrats mit mindestens einem polymerisierbaren Harz imprägniert wird und das Harz anschließend carbonisiert wird. Hierbei ist es bevorzugt, dass

- 20
- das Imprägnieren mit dem mindestens einen polymerisierbaren Harz dadurch erfolgt, dass eine das mindestens eine polymerisierbare Harz enthaltende Lösung auf den zumindest einen Teil der Oberfläche einmal oder mehrmals aufgetragen wird, und/oder
 - das mindestens eine polymerisierbare Harz ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polyimiden, Polybenzimidazolen, Bismaleimiden, Polyarylketonen, Polyphenylensulfiden (in Lösung), und Mischungen hiervon, und/oder
 - 25 - das Carbonisieren durch eine Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 20 °C bis 400 °C erfolgt, und/oder
 - der thermische Ausdehnungskoeffizient des porösen Substrats kleiner ist als der thermische Ausdehnungskoeffizient der mindestens einen Schutzschicht, wobei der Unterschied zwischen dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht bevorzugt kleiner ist als $1 \text{ e}^{-6}/\text{K}$.
- 30

Gemäß einer weiteren bevorzugten Variante kann das poröse Substrat in

Schritt a) mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen werden, indem zumindest ein Teil der Oberfläche des porösen Substrats mit mindestens einem Polysilan imprägniert wird und das Polysilan anschließend pyrolysiert wird. Hierbei ist es bevorzugt, dass

- 5 - das Imprägnieren mit dem mindestens einen Polysilan dadurch erfolgt, dass eine das mindestens eine Polysilan enthaltende Lösung auf den zumindest einen Teil der Oberfläche einmal oder mehrmals aufgetragen wird, und/oder
- 10 - das mindestens eine Polysilan ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polycarbosilanen, Polysiloxanen, Polysilazanen, und Mischungen hiervon, und/oder
- 15 - die Pyrolyse durch eine Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 20 °C bis 1800 °C erfolgt, und/oder
- 15 - der thermische Ausdehnungskoeffizient des porösen Substrats kleiner ist als der thermische Ausdehnungskoeffizient der mindestens einen Schutzschicht, wobei der Unterschied zwischen dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht bevorzugt kleiner ist als $1 \text{ e}^{-6}/\text{K}$.

20

Gemäß einer weiteren bevorzugten Variante kann das poröse Substrat in Schritt a) mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen werden, indem die Poren des porösen Substrats mit Silicium infiltriert werden und das Silicium zumindest teilweise in Siliciumcarbid umgewandelt wird.

25

Hierbei ist es bevorzugt, dass

- 30 - das Infiltrieren mit Silicium und das zumindest teilweise Umwandeln des Siliciums in Siliciumcarbid dadurch erfolgt, dass eine Silicium enthaltende Suspension auf das poröse Substrat aufgetragen wird und die aufgetragene Suspension einem Sinterprozess bei einer Temperatur größer als 1420 °C unterzogen wird, wobei vorzugsweise der Infiltrationsprozess (d.h. das Infiltrieren mit Silicium) in den Sinterprozess (d.h. dem Sinterprozess bei einer Temperatur größer als 1420 °C) integriert ist, und/oder

- die erhaltene Oberflächenversiegelungsschicht eine Schichtdicke im Bereich von 5 μm bis 300 μm , vorzugsweise 5 μm bis 100 μm , aufweist, und/oder
- 5 - das nach einem teilweisen Umwandeln des Siliciums in Siliciumcarbid das nicht umgewandelte Silicium entfernt wird, vorzugsweise durch Schleifen und/oder Fräsen, und/oder
- 10 - der thermische Ausdehnungskoeffizient des porösen Substrats kleiner ist als der thermische Ausdehnungskoeffizient der mindestens einen Schutzschicht, wobei der Unterschied zwischen dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht größer ist als $2 \cdot 10^{-6}/\text{K}$.

15 Gemäß einer weiteren bevorzugten Variante kann das poröse Substrat in Schritt a) mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen werden, indem mindestens eine Schicht ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Schichten aus pyrolytischem Kohlenstoff, Siliciumcarbidschichten, Siliciumnitridschichten, Wolframcarbidschichten und Kombinationen hiervon mittels CVD auf dem porösen Substrat abgeschieden wird. Hierbei ist es bevorzugt, dass das Abscheiden mittels CVD auf dem porösen Substrat dadurch

20 erfolgt, dass reaktive Gasspezies (z.B. CH_3SiCl_3 , H_2 , etc. für die Herstellung von CVD-SiC) an die Oberfläche des porösen Substrats gelangen und bei thermischer aktivierter Zersetzung an der Oberfläche des porösen Substrats, vorzugsweise bei Temperaturen im Bereich von 800 °C bis 1400 °C, eine (an das poröse Substrat) chemisch bindende Oberflächenversiegelungsschicht ausgebildet wird.

25

30 Gemäß einer weiteren bevorzugten Variante kann das poröse Substrat in Schritt a) mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen werden, indem eine Wolframcarbid enthaltenden Suspension auf zumindest einem Teil der Oberfläche des porösen Substrats aufgetragen und anschließend einem Sinterprozess unterzogen wird. Hierbei ist es bevorzugt, dass

- der Sinterprozess bei einer Temperatur von mehr als 2000 °C durchgeführt wird, und/oder
- der thermische Ausdehnungskoeffizient des porösen Substrats kleiner ist

als der thermische Ausdehnungskoeffizient der mindestens einen Schutzschicht, wobei der Unterschied zwischen dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht kleiner ist als $2 \cdot 10^{-6}/K$.

5

Eine weitere bevorzugte Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass vor Schritt a) der Unterschied zwischen dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Refraktärmetallcarbid-Schicht bestimmt wird und anhand dieses Unterschieds eine passende Methode zum Versetzen des porösen Substrats mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht in Schritt a) gewählt wird.

10

Die Auswahl der Oberflächenversiegelungsschichten folgt nach dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten (CTE) des zu beschichteten Substrats bzw. des Unterschieds des CTEs zwischen dem Substrat und der Schutzschicht. Der Grund hierfür ist, dass die thermische Spannung auf die Schicht bei einem thermischen Sinterzyklus durch den CTE-Unterschied bestimmt wird (Therm. Spannung $\sim \Delta CTE \cdot \Delta T$). Es können dabei Risse entstehen. Das bedeutet, dass wenn der CTE-Unterschied $< 0,8 \cdot 10^{-6}/K$ ist, bleiben die Schichten rissfrei, wenn der CTE-Unterschied $< 2,5 \cdot 10^{-6}/K$ ist sind die Schichten nur geringfügig rissbehaftet.

15

20

Die Versiegelungsschicht wird in ihrer Zusammensetzung daher so ausgewählt, dass der CTE des versiegelten Substrats bestmöglich an den CTE der Schicht angepasst wird. Dies wird an folgenden Beispielen verdeutlicht:

25

- für $CTE(\text{Substrat}) > 5,8 \cdot 10^{-6}/K$: Versiegelung durch PyC, ZrB₂ oder TaB₂ und Mischungen daraus
- für $CTE(\text{Substrat}) > 4 \cdot 10^{-6}/K$: Versiegelung durch SiC-Schicht, ZrB₂, TaB₂ und Mischungen daraus
- für $CTE(\text{Substrat}) > 1,5 \cdot 10^{-5}/K$: Versiegelung durch Si-Schicht, SiC, ZrB₂, TaB₂ und Mischungen daraus

30

35

Gemäß einer weiteren bevorzugten Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens, ist der thermische Ausdehnungskoeffizient des porösen Substrats kleiner

5 als der thermische Ausdehnungskoeffizient der mindestens einen Schutzschicht, wobei der Unterschied zwischen dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht größer ist als $2 \cdot 10^{-6}/K$ oder kleiner ist als $1 \cdot 10^{-6}/K$.

Eine weitere bevorzugte Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass die mindestens eine wässrige Suspension

- 10 - 60 bis 90 Gew.-%, bevorzugt 70 bis 85 Gew.-%, des mindestens einen Refraktärmetallcarbids, bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Suspension, enthält, und/oder
- 15 - 0,01 bis 0,5 Gew.-% mindestens eines Dispergierungsmittel, bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Suspension, enthält, wobei das Dispergierungsmittel bevorzugt ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylalkoholen; Polyacrylsäuren; Polyvinylpyrrolidonen; Polyalkylenglycolethern; Basen, vorzugsweise Tetrabutylammoniumhydroxid, Tetramethylammoniumhydroxid, Polyethylenimin, anorganischen Basen, insbesondere NaOH, Ammoniumhydroxid; und Mischungen hiervon, besonders bevorzugt ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Ammoniumhydroxid, Polyalkylenglycolether und Mischungen hiervon, und/oder
- 20 - 0,01 bis 5 Gew.-% mindestens eines Bindemittels, bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Suspension, enthält, wobei das Bindemittel bevorzugt ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polyethylenglycol, Polyvinylbutyral, Polyurethanen, Chloropren-Kautschuk, Phenolharzen, Acrylharzen, Carboxymethylcellulosen, Alginsäure, Dextrinen, Natriumbiphenyl-2-yloxiden, Polyphenyloxid, und Mischungen hiervon, besonders bevorzugt ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylalkohol, Polyphenyloxid und Mischungen hiervon, und/oder
- 25 - durch Vermischen ihrer Komponenten mithilfe eines Dispergiergeräts hergestellt wird, wobei das Vermischen mithilfe des Dispergiergeräts vorzugsweise unter Verwendung von Mahlkörpern und/oder über einen Zeitraum von mindestens 12 Stunden erfolgt.
- 30

35 Durch Vermischen der Komponenten mithilfe eines Dispergiergeräts unter vorzugsweiser Verwendung von Mahlkörpern und/oder über einen Zeitraum

von mindestens 12 Stunden kann eine optimale Durchmischung der wässrigen Suspension erreicht werden, sodass Inhomogenitäten in der Verteilung und somit in der Verdichtung noch besser vermieden werden können. Beispielsweise können beim Vermischen mit dem Dispergiergerät Umdrehungsgeschwindigkeiten bis zu 1m/s verwendet werden.

Die mindestens ein wässrige Suspension kann mindestens ein Bindemittel ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Polyethylenglycol, Polyvinylbutyral, Polyurethanen, Chloropren-Kautschuk, Phenolharzen, Acrylharzen, Carboxymethylcellulosen, Alginsäure, Dextrinen, Natriumbiphenyl-2-yloxiden, Polyphenyloxid, und Mischungen hiervon, vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Natriumbiphenyl-2-yloxiden, Polyphenyloxid, und Mischungen hiervon enthalten, wobei das mindestens eine Bindemittel vorzugsweise zu einem Anteil von 0,05 bis 1 Gew.-% oder von 0,01 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Suspension, in der mindestens einen wässrigen Suspension enthalten sein kann.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsvariante kann die mindestens eine wässrige Suspension ein Sinteradditiv enthalten, welches vorzugsweise ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Silicium, Hafnium, Zirkonium, Vanadium, Tantalpentoxid (Ta_2O_5), Borcarbid (B_4C), Siliciumcarbid, Wolframcarbid, Vanadiumcarbid, Molybdäncarbid, Bornitrid, Tantalnitrid, Zirkoniumnitrid, Niobnitrid, Tantaldiborid, Wolframdiborid, Zirkoniumborid (bzw. Zirkoniumdiborid, ZrB_2), Refraktärmetallsiliciden sowie Mischungen hiervon, wobei das Sinteradditiv besonders bevorzugt ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Silicium, Zirkoniumborid, Refraktärmetallsiliciden sowie Mischungen hiervon. Die Refraktärmetallsilicide sind dabei vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Titansiliciden, Zirkoniumsiliciden, z.B. Zirkoniumdisilicid (ZrSi_2), Hafniumsiliciden, z.B. Hafniumdisilicid (HfSi_2), Vanadiumsiliciden, z.B. Vanadiumdisilicid (VSi_2), Niobsiliciden, z.B. Niobdisilicid (NbSi_2), Tantalsiliciden, z.B. Tantaldisilicid (TaSi_2), Chromsiliciden, Molybdänsiliciden, z.B. Molybdändisilicid (MoSi_2), Wolframsiliciden, z.B. Wolframdisilicid (WSi_2), und Mischungen hiervon.

Es hat sich gezeigt, dass diese Sinteradditive aufgrund ihrer Eigenschaften (z.B. Schmelzpunkte, Siedepunkte, etc.) zumindest den gleichen oder sogar einen

besseren Effekt auf den Verdichtungsgrad wie die im Stand der Technik als Sinteradditive verwendeten Übergangsmetalle (z.B. Cobalt, Nickel, Eisen, etc.) haben. Es kann somit durch deren Verwendung ein hoher Verdichtungsgrad der gesinterten Schicht erreicht werden, wodurch das Substrat sehr gut vor korrosiven Medien in Hochtemperaturanwendungen geschützt wird. Die genannten Sinteradditive zeichnen sich gegenüber den im Stand der Technik verwendeten Sinteradditiven, wie z.B. Cobalt, zunächst dadurch aus, dass sie sicherheitstechnisch und gesundheitlich unbedenklich sind. Zudem wird durch deren Verwendung und somit die Vermeidung von bestimmten Übergangsmetallen, wie z.B. Cobalt, Nickel, Eisen, als Sinteradditive verhindert, dass diese Übergangsmetalle als Verunreinigung in der Schicht erhalten bleiben, was bei einer Verwendung des beschichteten Substrats in Hochtemperaturanwendungen bei der Halbleiterkristallzüchtung schädlich für die dortige Züchtungsatmosphäre wäre.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt das Aufbringen der mindestens einen wässrigen Suspension in Schritt b) mittels Tauchen, Pinseln und/oder Sprühauftragung erfolgt. Besonders bevorzugt erfolgt das Aufbringen der mindestens einen wässrigen Suspension in Schritt b) mittels Sprühauftragung. Für die Herstellung von einer oder mehrerer dünner, schnelltrocknender Refraktärmetallcarbid-Schichten, vorzugsweise mit Schichtdicken im Bereich von 20 µm bis 80 µm, ist die Sprühauftragung die bevorzugte Wahl. Dabei kann durch eine schnelle Rotation des Bauteils durch den Sprühstrahl eine sehr dünne Suspensionsschicht auf der Oberfläche aufgebracht werden, die je nach Feststoffgehalt der Suspension schnell bis sehr schnell trocknen kann. Bevorzugt sind dabei Feststoffgehalte des Refraktärmetallcarbid-Pulvers größer gleich 70 Gew.-% von der Gesamtsuspension. Jede aufzutragende Einzellage sollte vorzugsweise ein vergleichbares Trocknungsverhalten zeigen. Grundsätzlich wird ein schnelltrocknendes Verhalten der aufgetragenen Suspensionsschichten bevorzugt, da Dichteunterschiede zwischen Refraktärmetallcarbid und Sinteradditiv zu einer Inhomogenität in der Verteilung der Partikel führen kann, wenn die Schichten zu lange trocknen.

Vorzugsweise kann in Schritt b) mindestens eine Schicht der wässrigen Suspension mit einer mittleren Schichtdicke mindestens 20 µm, bevorzugt von

20 µm bis 150 µm, besonders bevorzugt von 30 µm bis 100 µm, auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht werden.

- 5 Eine weitere bevorzugte Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass der Sinterprozess in Schritt c)
- bei einer Temperatur von 2100 °C bis 2500 °C, bevorzugt von 2200 °C bis 2400 °C, und/oder
 - mit einer Haltezeit von 1 h bis 15 h, bevorzugt von 2 h bis 10 h, und/oder
 - bei einem Druck von 0,1 bar bis 10 bar, bevorzugt 0,7 bar bis 5 bar, und/o-
10 der
 - unter Argon-Atmosphäre.

erfolgt.

- 15 Durch diese Ausgestaltungen des Sinterprozesses kann einerseits erreicht werden, dass die erhaltene Schutzschicht eine besonders hohe mechanische Stabilität mit einer besonders hohen Abrieb- und Haftfestigkeit aufweist. Zudem wird durch diese Ausgestaltungen des Sinterprozesses die Stabilität der Schmelzphase über den gesamten Sinterprozess erhöht.

- 20 Die vorliegende Erfindung betrifft ferner ein beschichtetes Substrat, umfassend ein poröses Substrat, mindestens eine auf mindestens einem Bereich der Oberfläche des porösen Substrats angeordnete Oberflächenversiegelungsschicht und mindestens eine auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht angeordnete Schutzschicht, welche mindestens ein Refraktärmetallcarbid enthält oder daraus besteht.
- 25

- Aufgrund der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht kann die mindestens eine Schutzschicht sehr homogen und nur geringfügig rissbehaftet (oder sogar rissfrei) erhalten werden, so dass die mindestens eine Schutzschicht das poröse Substrat besser vor Fremdeinflüssen (wie z.B. vor korrosiven Medien in Hochtemperaturanwendungen) schützen kann.
- 30

Durch die mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht können die Poreneingänge (der Poren des porösen Substrats), die sich auf dem mindestens

einen Bereich der Oberfläche des porösen Substrats befinden, vollständig oder zumindest nahezu vollständig verschlossen sein.

5 Es ist möglich, dass die auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht angeordnete Schutzschicht kein Hafniumcarbid und/oder kein Zirkoniumcarbid enthält.

10 Beispielsweise enthält die mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht Tantalcarbid und enthält kein weiteres Refraktärmetallcarbid. Die mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht kann aus Tantalcarbid bestehen.

Vorzugweise enthält die auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht angeordnete Schutzschicht kein Refraktärmetallborid.

15 Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen beschichteten Substrats zeichnet sich dadurch aus, dass die mindestens eine auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht angeordnete Schutzschicht eine mittlere Schichtdicke von mindestens 20 μm , bevorzugt von 20 μm bis 150 μm , besonders bevorzugt von 30 μm bis 100 μm , aufweist.

20 Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen beschichteten Substrats liegt die Standardabweichung der mittleren Schichtdicke der mindestens einen Schutzschicht unter 6 %, bevorzugt im Bereich von 0,5 % bis 6 %, besonders bevorzugt im Bereich von 1 % bis 6 %.

25 Die Standardabweichung der mittleren Schichtdicke ist ein Maß für die Homogenität (bzw. Gleichmäßigkeit) der Schichtdicke der Schicht. Je geringer die Standardabweichung der mittleren Schichtdicke der mindestens einen Schutzschicht ist, desto homogener (bzw. gleichmäßiger) ist auch die Schichtdicke der mindestens einen Schutzschicht.

30 Anhand von Querschliffen kann der optische Verlauf der mindestens einen Schutzschicht auf klassische Weise dargestellt und ausgewertet werden. Hierbei kann eine optische Betrachtung des Querschliffs und die qualitative Einordnung in ein homogenes oder inhomogenes Schichtsystem vorgenommen werden.

35

- Die mittlere Schichtdicke der mindestens einen Schutzschicht kann ebenfalls anhand von Querschliffen des beschichteten Substrats bestimmt werden. So wird die mittlere Schichtdicke bestimmt, in dem eine Vielzahl von Punktmessungen an dem Schichtquerschliff durchgeführt werden, woraus dann eine Standardabweichung berechnet werden kann, die zusätzlich eine quantitative Einschätzung über die Homogenität des Schichtverlaufs liefert.
- Beispielsweise ist die Quantifizierung der Homogenität über die Standardabweichung der Schichtdicke auf folgende Weise möglich:
- Herstellung eines Querschliffs von beschichtetem Substrat (d.h. Schicht + Substrat)
 - Messung der Distanz zwischen Grenzfläche und Schichtoberfläche (Schichtdicke) anhand von aufgenommenen Querschliffsbildern
 - Schichtdickenanalyse in einem Bereich mit maximaler Ausdehnung von z.B. 4 cm
 - Anzahl der Schichtdicken-Einzelmessungen beträgt mindestens 25 pro 1 cm Messbereich
 - Abstand der Schichtdicken-Einzelmessungen ist regelmäßig
 - Ermittlung der Standardabweichung über alle Schichtdicken-Einzelmessungen
 - Beispielsweise kann bei einer Standardabweichung von $\leq 6\%$ angenommen werden, dass eine homogene Schicht vorliegt.
- Ohne eine aufwändige Querschliffpräparation durchzuführen, kann anhand der Draufsicht schon eine schnelle, qualitative Aussage über die Homogenität der Schicht getroffen werden.
- Weiterhin ist es bevorzugt, dass die mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus pyrolytischen Kohlenstoffschichten, Siliciumcarbidschichten, Siliciumnitridschichten, Wolframcarbidschichten und Kombinationen hiervon.

Zudem ist es bevorzugt, dass

- 5 - das poröse Substrat ein Material enthält oder aus diesem besteht, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Graphit, bevorzugt iso-Graphit, kohlenfaserverstärktem Kohlenstoff (CFC), C/SiC-Faserverbundwerkstoffen, SiC/SiC-Faserverbundwerkstoffen, carbi-dischen Keramiken, nitridis-
10 chen Keramiken, oxidischen Keramiken, und Mischungen hiervon, und/oder
- 10 - das mindestens eine Refraktärmetallcarbide ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Titancarbid, Zirkoniumcarbide, Hafniumcarbide, Vanadiumcarbide, Niobcarbide, Tantalcarbide, Chromcarbide, Molybdän-
15 carbide, Wolframcarbide, und Mischungen hiervon.

Ganz besonders bevorzugt handelt es sich beim dem mindestens einen Refraktärmetallcarbide um Tantalcarbide.

- 15 Das poröse Substrat kann vorzugsweise ein Material enthalten oder aus diesem bestehen, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Graphit, bevorzugt iso-Graphit, carbidischen Keramiken, nitridischen Keramiken, oxidischen Keramiken, und Mischungen hiervon.
- 20 Das poröse Substrat kann vorzugsweise ein Material enthalten oder aus diesem bestehen, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Graphit, bevorzugt iso-Graphit, kohlenfaserverstärktem Kohlenstoff (CFC), C/SiC-Faserverbundwerkstoffen, SiC/SiC-Faserverbundwerkstoffen, und Mischungen hiervon.
- 25 Ganz besonders bevorzugt enthält das poröse Substrat Graphit, bevorzugt iso-Graphit, oder besteht daraus.
- 30 Bei dem porösen Substrat kann es sich vorzugsweise um ein Kohlenstoff-Substrat, besonders bevorzugt um ein Graphit-Substrat, ganz besonders bevorzugt um ein iso-Graphit-Substrat, handeln. Unter iso-Graphit wird dabei Graphit verstanden, der nach dem Verfahren des isostatischen Pressens hergestellt wurde. Beispielsweise kann das poröse Substrat ein Tiegel, vorzugsweise ein Kohlenstoff-Tiegel, besonders bevorzugt ein Graphit-Tiegel, ganz besonders
35 bevorzugt ein iso-Graphit-Tiegel, sein.

Vorzugsweise ist der thermische Ausdehnungskoeffizient (CTE) der mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht an den thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und/oder an den thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht angepasst. Auf diese
5 Weise können CTE-Unterschiede zwischen dem porösen Substrat und der mindestens einen Schutzschicht ausgeglichen werden und in Folge die thermischen Spannungen bzw. die Ausprägung der thermisch induzierten Risse noch weiter minimiert werden. In Abhängigkeit des CTE-Unterschieds zwischen der Schutzschicht und dem Substrat kann die Oberflächenversiegelungsschicht da-
10 hingehend genutzt werden, um einen großen CTE-Unterschied auszugleichen bzw. diesen zu minimieren – vor allem dann, wenn hohe thermisch induzierte Spannungen dafür sorgen, dass es zu starker Rissbildung oder sogar zur Delamination nach dem Sintern kommt und dadurch die Schutzschichteigenschaften nicht sichergestellt werden.

15 Zudem ist bevorzugt, dass der thermische Ausdehnungskoeffizient des porösen Substrats kleiner ist als der thermische Ausdehnungskoeffizient der mindestens einen Schutzschicht, wobei der Unterschied zwischen dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Substrats und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Schutzschicht größer ist als $2 \text{ e}^{-6}/\text{K}$
20 oder kleiner ist als $1 \text{ e}^{-6}/\text{K}$.

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen beschichteten Substrats ist dadurch gekennzeichnet, dass das beschichtete Substrat
25 mit dem erfindungsgemäßen Verfahren herstellbar oder hergestellt ist.

Ferner betrifft die vorliegende Erfindung auch die Verwendung des erfindungsgemäßen beschichteten Substrats in der Halbleiterkristallzüchtung, wobei es sich bei dem beschichteten Substrat vorzugsweise um einen beschichteten Tiegel handelt.
30

Die vorliegende Erfindung wird anhand der nachfolgenden Figuren und Beispiele näher erläutert, ohne die Erfindung auf die speziell dargestellten Parameter zu beschränken.
35

Ausführungsbeispiel 1

Die Oberfläche eines porösen Graphit-Substrats (mittlerer Porendurchmesser: 1,8 μm , Korngröße: 10 μm , R_a : 1,5 μm) wird mit einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen, indem die Poren des porösen Substrats mit Silicium infiltriert werden und das Silicium zumindest teilweise in Siliciumcarbid umgewandelt wird. Hierzu werden feine Silicium-Bruchstücke auf die Oberfläche des porösen Graphitsubstrats aufgebracht und anschließend einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 1500 °C für eine Dauer von 5 h in Vakuum-Atmosphäre unterzogen werden. Bei der auf diese erhaltenen Oberflächenversiegelungsschicht handelt es sich um eine Siliciumcarbidschicht.

Danach wird eine wässrige Suspension schichtförmig auf der erhaltenen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht, wobei die wässrige Suspension aus 80 Gew.-% TaC-Pulver, 0,1 Gew.-% Tetrabutylammoniumhydroxid, 1 Gew.-% Polyvinylalkohol und 18,9 Gew.-% Wasser besteht. Im Anschluss wird das mit der wässrigen Suspension versehene Substrat einem Sinterprozess unterzogen, welcher bei einer Temperatur von 2300 °C, mit einer Haltezeit von 10 h und bei einem Druck von 1 bar erfolgt.

Auf diese Weise wird ein beschichtetes Graphit-Substrat erhalten, das ein poröses Graphit-Substrat, eine auf dem porösen Graphit-Substrat angeordnete Siliciumcarbid-Oberflächenversiegelungsschicht und eine auf der Siliciumcarbid-Oberflächenversiegelungsschicht angeordnete TaC-Schutzschicht umfasst.

Zur Untersuchung des beschichteten Substrats wird ein Querschliff des beschichteten Substrats hergestellt. Ein Bild dieses Querschliffs ist in Fig. 1 dargestellt. Zudem zeigt Fig. 2 eine REM-Aufnahme des Querschliffs.

Anhand des Querschliffs werden die mittlere Schichtdicke der TaC-Schicht sowie die Standardabweichung der mittleren Schichtdicke bestimmt. Hierfür werden an mindestens 25 Messstellen pro 1 cm Messbereich der Schicht Schichtdicken-Einzelmessungen vorgenommen, indem die Distanz zwischen Grenzfläche und Schichtoberfläche (Schichtdicke) anhand von aufgenommenen Querschliffsbildern gemessen wird, wobei die Abstände zwischen den einzelnen Messstellen regelmäßig sind. Auf diese Weise wird für die mittlere

Schichtdicke der TaC-Schicht ein Wert von 64,8 μm bestimmt. Zudem wird eine Standardabweichung über alle Schichtdicken-Einzelmessungen von 3,3 μm (5,1 %) ermittelt.

- 5 Da die Standardabweichung nicht mehr als 6 % beträgt, handelt es sich bei der TaC-Schicht somit um eine homogene Schicht.

Ausführungsbeispiel 2

10

Die Oberfläche eines porösen Graphit-Substrats (mittlerer Porendurchmesser: 1,8 μm , Korngröße: 10 μm , R_a : 1,5 μm) wird mit einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen, indem die Poren des porösen Substrats mit Silicium infiltriert werden und das Silicium zumindest teilweise in Siliciumcarbid umgewandelt wird. Hierzu wird grobes Silicium-Pulver auf die Oberfläche des porösen Graphitsubstrats aufgebracht und anschließend einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 1500 °C für eine Dauer von 5 h in Vakuum-Atmosphäre unterzogen wird. Bei der auf diese erhaltenen Oberflächenversiegelungsschicht handelt es sich um eine Siliciumcarbidschicht.

15

20

Danach wird eine wässrige Suspension schichtförmig auf der erhaltenen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht, wobei die wässrige Suspension aus 80 Gew.-% TaC-Pulver, 0,1 Gew.-% Tetrabutylammoniumhydroxid, 1 Gew.-% Polyvinylalkohol und 18,9 Gew.-% Wasser besteht. Im Anschluss wird das mit der wässrigen Suspension versehene Substrat einem Sinterprozess unterzogen, welcher bei einer Temperatur von 2300 °C, mit einer Haltezeit von 10 h und bei einem Druck von 1 bar erfolgt.

25

30

Auf diese Weise wird ein beschichtetes Graphit-Substrat erhalten, das ein poröses Graphit-Substrat, eine auf dem porösen Graphit-Substrat angeordnete Siliciumcarbid-Oberflächenversiegelungsschicht und eine auf der Siliciumcarbid-Oberflächenversiegelungsschicht angeordnete TaC-Schutzschicht umfasst.

35

Zur Untersuchung des beschichteten Substrats wird ein Querschliff des beschichteten Substrats hergestellt. Ein Bild dieses Querschliffs ist in Fig. 3 dargestellt. Zudem zeigt Fig. 4 eine REM-Aufnahme des Querschliffs.

Anhand des Querschliffs werden die mittlere Schichtdicke der TaC-Schicht sowie die Standardabweichung der mittleren Schichtdicke bestimmt. Hierfür werden an mindestens 25 Messstellen pro 1 cm Messbereich der Schicht Schichtdicken-Einzelmessungen vorgenommen, indem die Distanz zwischen Grenzfläche und Schichtoberfläche (Schichtdicke) anhand von aufgenommenen Querschliffsbildern gemessen wird, wobei die Abstände zwischen den einzelnen Messstellen regelmäßig sind. Auf diese Weise wird für die mittlere Schichtdicke der TaC-Schicht ein Wert von 75,3 μm bestimmt. Zudem wird eine Standardabweichung über alle Schichtdicken-Einzelmessungen von 3,5 μm (4,7 %) ermittelt.

Da die Standardabweichung nicht mehr als 6 % beträgt, handelt es sich bei der TaC-Schicht somit um eine homogene Schicht.

Vergleichsbeispiel

Eine wässrige Suspension wird schichtförmig auf ein poröses Graphit-Substrat (mittlerer Porendurchmesser: 1,8 μm , Korngröße: 10 μm , R_a : 1,5 μm), welches keine Oberflächenversiegelungsschicht aufweist, aufgebracht, wobei die wässrige Suspension aus 80 Gew.-% TaC-Pulver, 0,1 Gew.-% Tetrabutylammoniumhydroxid, 1 Gew.-% Polyvinylalkohol und 18,9 Gew.-% Wasser besteht. Im Anschluss wird das mit der wässrigen Suspension versehene Substrat einem Sinterprozess unterzogen, welcher bei einer Temperatur von 2300 °C, mit einer Haltezeit von 10 h und bei einem Druck von 1 bar erfolgt.

Auf diese Weise wird ein beschichtetes Graphit-Substrat erhalten, das ein poröses Graphit-Substrat sowie eine auf dem porösen Graphit-Substrat angeordnete TaC-Schutzschicht aber keine zwischen Substrat und Schutzschicht angeordnete Oberflächenversiegelungsschicht umfasst.

Zur Untersuchung des beschichteten Substrats wird ein Querschliff des beschichteten Substrats hergestellt. Ein Bild dieses Querschliffs ist in Fig. 5 dargestellt.

5 Anhand des Querschliffs werden die mittlere Schichtdicke der TaC-Schicht sowie die Standardabweichung der mittleren Schichtdicke bestimmt. Hierfür werden an mindestens 25 Messstellen pro 1 cm Messbereich der Schicht Schichtdicken-Einzelmessungen vorgenommen, indem die Distanz zwischen Grenzfläche und Schichtoberfläche (Schichtdicke) anhand von aufgenommenen Querschliffsbildern gemessen wird, wobei die Abstände zwischen den einzelnen Messstellen regelmäßig sind. Auf diese Weise wird für die mittlere Schichtdicke der TaC-Schicht ein Wert von 44,7 μm bestimmt. Zudem wird
10 eine Standardabweichung über alle Schichtdicken-Einzelmessungen von 5,3 μm (11,8 %) ermittelt.

Da die Standardabweichung mehr als 6 % beträgt, handelt es sich bei der TaC-Schicht somit um eine inhomogene Schicht.

Patentansprüche

- 5
1. Verfahren zur Herstellung von beschichteten Substraten, bei welchem
- a) mindestens ein Bereich einer Oberfläche eines porösen Substrats mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen wird,
- 10 b) mindestens eine wässrige Suspension auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht aufgebracht wird, wobei die mindestens eine wässrige Suspension mindestens ein Refraktärmetallcarbide und Wasser enthält, und
- c) das Substrat nach Schritt b) einem Sinterprozess unterzogen wird.
- 15 2. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass
- das poröse Substrat ein Material enthält oder aus diesem besteht, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Graphit, bevorzugt iso-Graphit, kohlenfaserverstärktem Kohlenstoff (CFC),
- 20 C/SiC-Faserverbundwerkstoffen, SiC/SiC-Faserverbundwerkstoffen, carbidischen Keramiken, nitridischen Keramiken, oxidischen Keramiken, und Mischungen hiervon, und/oder
- das mindestens eine Refraktärmetallcarbide ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Titancarbid, Zirkoncarbid, Hafniumcarbid, Vanadiumcarbid, Niobcarbid, Tantalcarbid, Chromcarbid, Molybdän-carbid, Wolframcarbid, und Mischungen hiervon.
- 25
3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das mindestens eine Refraktärmetallcarbide in der mindestens einen wässrigen Suspension partikulär vorliegt, wobei die
- 30 mittlere Partikelgröße (d50-Wert) der Partikel des mindestens einen

Refraktärmetallcarbids im Bereich von 0,2 µm bis 2 µm, bevorzugt von 0,5 µm bis 1,5 µm, liegt.

- 5 4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Poreneingänge, die sich auf dem mindestens einen Bereich der Oberfläche des porösen Substrats befinden, durch die Oberflächenversiegelungsschicht so dicht verschlossen werden, dass
- 10 - die Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal $1\text{E-}16\text{m}^2$, bevorzugt maximal $1\text{E-}17\text{m}^2$, besonders bevorzugt maximal $5\text{E-}17\text{m}^2$, beträgt, und/oder
- 15 - die Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats in dem mit der Oberflächenversiegelungsschicht versehenen Bereich maximal 10 %, bevorzugt maximal 1 %, besonders bevorzugt maximal 0,5 %, der Gasdurchlässigkeit des porösen Substrats ohne Oberflächenversiegelungsschicht beträgt.
- 20 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die mindestens eine Oberflächenversiegelungsschicht ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus pyrolytischen Kohlenstoffschichten, Siliciumschichten, Zirkoniumboridschichten, Tantalnitridschichten, Siliciumcarbidschichten, Siliciumnitridschichten, Wolframcarbidschichten und Kombinationen hiervon.
- 25 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das poröse Substrat in Schritt a) mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht versehen wird, indem
- 30 - zumindest ein Teil der Oberfläche des porösen Substrats mit mindestens einem polymerisierbaren Harz imprägniert wird und das Harz anschließend carbonisiert wird, und/oder
- zumindest ein Teil der Oberfläche des porösen Substrats mit mindestens einem Polysilan imprägniert wird und das Polysilan anschließend pyrolysiert wird, und/oder

- die Poren des porösen Substrats mit Silicium infiltriert werden und das Silicium zumindest teilweise in Siliciumcarbid umgewandelt wird, und/oder
 - 5 - mindestens eine Schicht ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Schichten aus pyrolytischem Kohlenstoff, Siliciumcarbidschichten, Siliciumnitridschichten, Wolframcarbidschichten und Kombinationen hiervon mittels CVD auf dem porösen Substrat abgeschieden wird, und/oder
 - 10 - eine Wolframcarbid enthaltenden Suspension auf zumindest einem Teil der Oberfläche des porösen Substrats aufgetragen und anschließend einem Sinterprozess unterzogen wird, und/oder
 - 15 - mindestens eine Schicht ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Siliciumschichten, Zirkoniumboridschichten, Tantalnitridschichten und Kombinationen hiervon mittels eines Sprühprozesses auf dem porösen Substrat abgeschieden wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass vor Schritt a) der Unterschied zwischen dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des porösen Substrats und des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der mindestens einen Refraktärmetallcarbid-Schicht bestimmt wird und anhand dieses Unterschieds eine passende Methode zum Versehen des porösen Substrats mit mindestens einer Oberflächenversiegelungsschicht in Schritt a) gewählt wird.
- 20
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die mindestens eine wässrige Suspension
- 25
- 60 bis 90 Gew.-%, bevorzugt 70 bis 85 Gew.-%, des mindestens einen Refraktärmetallcarbids, bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Suspension, enthält, und/oder
 - 30 - 0,01 bis 0,5 Gew.-% mindestens eines Dispergierungsmittel, bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Suspension, enthält, wobei das Dispergierungsmittel vorzugsweise ausgewählt ist aus der

- Gruppe bestehend aus Polyvinylalkoholen; Polyacrylsäuren; Polyvinylpyrrolidon; Polyalkylenglycolethern; Basen, vorzugsweise Tetra-butylammoniumhydroxid, Tetramethylammoniumhydroxid, Polyethylenimin, anorganischen Basen, insbesondere NaOH, Ammoniumhydroxid; und Mischungen hiervon, besonders bevorzugt ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Ammoniumhydroxid, Polyalkylenglycolether und Mischungen hiervon, und/oder
- 0,01 bis 5 Gew.-% mindestens eines Bindemittels, bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Suspension, enthält, wobei das Bindemittel vorzugsweise ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polyethylenglycol, Polyvinylbutyral, Polyurethanen, Chloropren-Kautschuk, Phenolharzen, Acrylharzen, Carboxymethylcellulosen, Alginsäure, Dextrinen, Natriumbiphenyl-2-yloxiden, Polyphenyloxid, und Mischungen hiervon, wobei das Bindemittel besonders bevorzugt ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylalkohol, Polyphenyloxid und Mischungen hiervon, und/oder
 - durch Vermischen ihrer Komponenten mithilfe eines Dispergiergeräts hergestellt wird, wobei das Vermischen mithilfe des Dispergiergeräts vorzugsweise unter Verwendung von Mahlkörpern und/oder über einen Zeitraum von mindestens 12 Stunden erfolgt.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Aufbringen der mindestens einen wässrigen Suspension in Schritt b) mittels Tauchen, Pinseln und/oder Sprühauftragung, vorzugsweise mittels Sprühauftragung, erfolgt.
10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Sinterprozess in Schritt c)
- bei einer Temperatur von 2100 °C bis 2500 °C, bevorzugt von 2200 °C bis 2400 °C, und/oder
 - mit einer Haltezeit von 1 h bis 15 h, bevorzugt von 2 h bis 10 h, und/oder
 - bei einem Druck von 0,1 bar bis 10 bar, bevorzugt 0,7 bar bis 5 bar, und/oder

- unter Argon-Atmosphäre.

erfolgt.

- 5
11. Beschichtetes Substrat, umfassend ein poröses Substrat, mindestens eine auf mindestens einem Bereich der Oberfläche des porösen Substrats angeordnete Oberflächenversiegelungsschicht und mindestens eine auf der mindestens einen Oberflächenversiegelungsschicht angeordnete Schutzschicht, welche mindestens ein Refraktärmetallcarbid enthält.
- 10
12. Beschichtetes Substrat nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die mindestens eine Schutzschicht eine mittlere Schichtdicke von mindestens 20 μm , bevorzugt von 20 μm bis 150 μm , besonders bevorzugt von 30 μm bis 100 μm , aufweist.
- 15
13. Beschichtetes Substrat nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Standardabweichung der mittleren Schichtdicke der mindestens einen Schutzschicht unter 6 %, bevorzugt im Bereich von 0,5 % bis 6 %, besonders bevorzugt im Bereich von 1 % bis 6 %, liegt.
- 20
14. Beschichtetes Substrat nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass das beschichtete Substrat mit einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10 herstellbar oder hergestellt ist.
- 25
15. Verwendung eines beschichteten Substrats nach einem der Ansprüche 11 bis 14 in der Halbleiterkristallzüchtung, wobei es sich bei dem beschichteten Substrat vorzugsweise um einen beschichteten Tiegel handelt.