

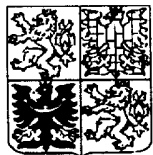
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

283 407

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **3925-90**

(22) Přihlášeno: **09. 08. 90**

(40) Zveřejněno: **19. 02. 92**
(Věstník č. 2/92)

(47) Uděleno: **12. 02. 98**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **15. 04. 98**
(Věstník č. 4/98)

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:

B 05 C 7/08

B 05 D 7/22

C 23 C 4/00

C 23 C 14/34

(73) Majitel patentu:

BÁRDOŠ Ladislav ing.CSc., Praha, CZ;

(72) Původce vynálezu:

Bárdoš Ladislav ing. CSc., Praha, CZ;

(74) Zástupce:

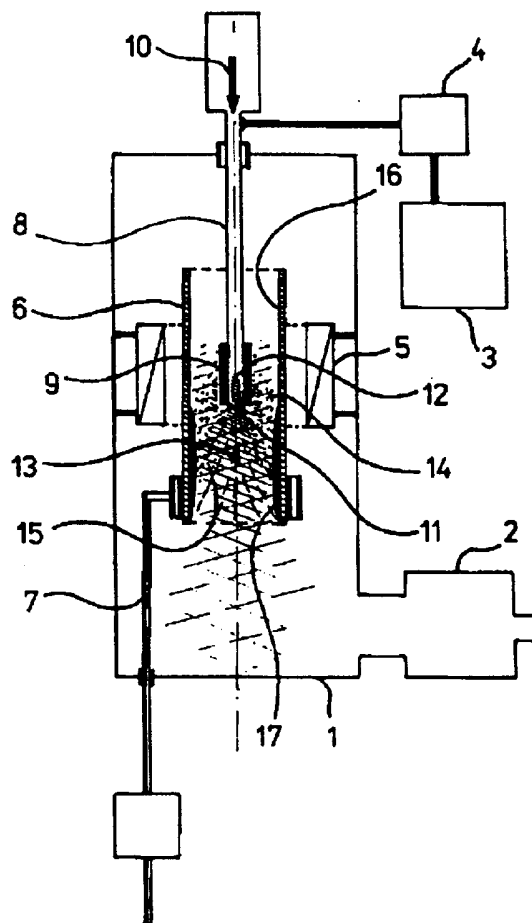
**Fyzikální ústav ČSAV, Na Slovance 2, Praha
8 - Libeň, 18040;**

(54) Název vynálezu:

**Způsob a zařízení pro vytváření povlaku
na vnitřních stěnách dutých substrátů,
zejména trubic**

(57) Anotace:

Do dutiny substrátu se zavádějí trubicovou vysokofrekvenční elektrodou, opatřenou tryskovou částí s tryskou, reaktivní plyny, jež se tryskou aktivují a ve vytvořeném plazmatu uvnitř dutiny substrátu reagují s rozprášenými a/nebo odpařenými částicemi materiálu zakončovací tryskové části elektrody. Zařízení je vytvořeno z vakuové komory (1) s čerpacím systémem (2), ze zdroje (3) vysokofrekvenčního výkonu a ze zásobníku plyné pracovní směsi (10). Dutý substrát (6) je ve vakuové komoře upevněn na držáku (7), zvenčí ovládaném při axiálním posuvném nebo rotačním pohybu souose s trubicovou vysokofrekvenční elektrodou (8), která je na jednom konci ústím spojena se zásobníkem plyné pracovní směsi (10) a zároveň připojena ke zdroji (3) vysokofrekvenční energie. Na opačném konci je opatřena zakončovací tryskovou částí (9) s tryskou (11) z materiálu, který se rozpráší a/nebo odpařuje. Zakončovací trysková část (9) je umístěna v ose dutiny substrátu (6). V této oblasti je vně substrátu k vakuové komoře upevněn osově symetrický systém (5) trvalých magnetů a/nebo elektromagnetů.



Způsob a zařízení pro vytváření povlaku na vnitřních stěnách dutých substrátů, zejména trubic

5 Oblast techniky

Vynález se týká způsobu a zařízení pro vytváření povlaku na vnitřním povrchu stěn dutých substrátů, zejména trubic, reaktivním rozprašováním a/nebo reaktivním odpařováním.

10

Dosavadní stav techniky

Možnosti vytvoření povlaku na vnitřních stěnách dlouhých dutých substrátů, například trubic, jsou v případě plazmoreaktivních metod omezeny materiálem těles i jejich vnitřními rozměry. Vytvoření chemicky aktivního plazmatu uvnitř dutin vyžaduje buď generování plazmatu z vnějšího povrchu tělesa, nebo uvnitř. V prvním případě je obvykle zapotřebí, aby stěna tělesa byla dielektrická, aby přes ni mohlo procházet generující elektromagnetické pole. Ve druhém případě je omezení dáno vnitřními rozměry předmětu vzhledem k rozměrům vlastního generujícího elementu. Aby bylo možno plazma v dutině vůbec vytvořit, musí být rovněž splněna fyzikální podmínka, aby Debyeova délka pro elektrony λ_{De} byla alespoň cca 10x menší nežli nejmenší rozměr dutiny L_{min} :

$$\lambda_{De} = 69 (T_e/N_e)^{1/2} \ll 10 L_{min}$$

kde T_e je elektronová teplota a N_e je jejich hustota v plazmatu. Tuto podmínku je možno pro malé rozměry L_{min} řádu 1 mm splnit zpravidla pouze pro vyšší tlaky plynu v dutině, řádu > 100 Pa. Obecně platí, že generace a udržení plazmatu v malých dutinách a úzkých trubicích, zejména kovových, je poměrně složitý problém.

Podle patentového spisu DOS 2 803 331 z r. 1978 je například chráněno zařízení, pracující se stejnosměrně generovaným výbojem v dutině elektrody, zavedené do tělesa, kde jednou elektrodou je stěna tělesa, druhou dutá elektroda a pracovní plyn se napouští dutou elektrodou přímo do dutiny tělesa. Zařízení je určeno pro iontovou nitridaci. Nevýhodou podobného uspořádání je, že jakýkoli nevodivý povlak na povrchu dutiny nebo elektrody, který by vznikl při plazmoreaktivním procesu, zamezí průchod stejnosměrného proudu a výboj zhasne.

35

Podle čs. vynálezu AO 246 982, přihláška SRN číslo DE 3620214 A1, je možno chemicky aktivní prostředí vytvořit v plazmatu pomocí trysky, přivádějící aktivovatelný reaktivní pracovní plyn nebo plynou směs. Vytvořené chemicky aktivní prostředí v ose trysky může být použito pro různé plazmochemické reakce, například pro tvorbu povlaku. Uvedený systém v případě dostatečně úzké elektrody s tryskou umožňuje povlakovat i vnitřní plochy dlouhých substrátů a trubic, ovšem pro některé typy povlaku se může z vlastní plyné pracovní směsi tvořit povlak i na vnitřních stěnách samotné trysky. Tento jev omezuje reprodukovatelnost procesu a neumožňuje dlouhý provoz trysky vlivem jejího zanesení.

45

Podstata vynálezu

Uvedené nedostatky buď zcela nebo do značné míry odstraňuje způsob a zařízení pro vytváření povlaku na vnitřních stěnách dutých substrátů, zejména trubic, reaktivním rozprašováním a/nebo reaktivním odpařováním při aktivaci reaktivních plynů pomocí trysky podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se reaktivní plyny přivádějí do dutiny substrátu axiálně zavedenou trubicovou vysokofrekvenční elektrodou se zakončovací tryskovou částí, zhotovenou z materiálu, jehož částice se rozprašují a/nebo odpařují. V trysce zakončovací tryskové části se reaktivní

50

plyny aktivují a ve vytvořeném plazmatu reagují s částicemi rozprášeného a/nebo odpařeného materiálu ze zakončovací tryskové části trubicové vysokofrekvenční elektrody. Produkt této reakce se ukládá ve formě povlaku na vnitřní stěně substrátu. Reaktivní rozprašování je možno urychlit axiálním magnetickým polem, vytvořeným v oblasti zakončovací tryskové části trubicové vysokofrekvenční elektrody.

Podstata zařízení pro provádění způsobu podle vynálezu, vytvořeného z vakuové komory, spojené s čerpacím systémem, a dále ze zdroje vysokofrekvenčního výkonu spolu s obvodem pro imedanční přizpůsobení a z trubicové vysokofrekvenční elektrody, spočívá v tom, že do vakuové komory je zavedena trubicová vysokofrekvenční elektroda, opatřená zakončovací tryskovou částí, zhotovenou z materiálu, jehož částice se rozprašují a/nebo odpařují.

Zakončovací trysková část je opatřena alespoň jednou tryskou a je umístěna uvnitř dutiny substrátu v její ose, přičemž substrát je upevněn v držáku. Opačný konec trubicové vysokofrekvenční elektrody je napojen na zásobník plynné pracovní směsi a přes obvod pro imedanční přizpůsobení je připojen ke zdroji vysokofrekvenčního výkonu. Držák substrátu je uložen ve stěně vakuové komory osově posuvně v celém rozsahu délky substrátu a je otočný v obou směrech kolem osy substrátu. V oblasti zakončovací tryskové části je k vakuové komoře upevněn osově symetrický systém trvalých magnetů nebo elektromagnetů.

Způsob a zařízení podle vynálezu umožňují vytvoření povlaku i v poměrně úzkých dutinách a trubicích o malé světlosti, tj. o rozměrech menších nežli 1 cm. Navíc je možné povlak vytvářet také na vnitřním povrchu stěn vodivých trubic, protože vznik tryskového výboje není vázán na přívod energie přes dielektrické stěny trubice, ale pouze použitím vlastní trubicové vysokofrekvenční elektrody, umožňující zapálení tryskového výboje. Další výhodou způsobu a zařízení podle vynálezu je možnost modifikací chemického složení vytvářeného povlaku, a to jak změnou materiálu tryskové zakončovací části, která se odpařuje a/nebo odprašuje, tak také složením přiváděné plynné pracovní směsi. Je možno například vytvářet různé deponované povlaky jako například povlak na bázi Ti-Al-N, kde titan je rozprášen a/nebo odpařen z tryskové zakončovací části a hliník je přiváděn ve formě par chloridu hlinitého společně s dusíkem nebo čpavkem. Způsob a zařízení dle vynálezu umožňují dosahovat poměrně vysoké rychlosti depozice povlaku, obvykle nad $1000 \text{ nm} \cdot \text{min}^{-1}$, jelikož umožňují depozici povlaku v bezprostřední blízkosti zdroje částic a zrychlení plazmochemických reakcí v důsledku aktivace reaktivních plynů v trysce.

Přehled obrázků na výkresech

Na výkrese je schematicky znázorněn příklad konkrétního provedení zařízení podle vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Ve vakuové komoře 1, připojené ve spodní části na čerpací systém 2, je na držáku 7 upevněn dutý substrát 6, například trubice. V horní stěně vakuové komory 1 je upevněna trubicová vysokofrekvenční elektroda 8, jejíž horní konec je napojen na zásobník plynné pracovní směsi 10 a přes obvod 4 pro imedanční přizpůsobení je připojen ke zdroji 3 vysokofrekvenčního výkonu. Spodní konec elektrody 8 je opatřen zakončovací tryskovou částí 9 s tryskou 11 a je umístěn uvnitř dutiny substrátu 6 a v její ose. V oblasti zakončovací tryskové části 9, vně substrátu, je ve vakuové komoře 1 umístěn osově symetrický systém 5 trvalých magnetů. Držák 7 je upevněn ve stěně vakuové komory 1 osově posuvně v celém rozsahu délky substrátu a otočně v obou směrech kolem osy substrátu 6.

Funkce zařízení je následující: plynná pracovní směs 10 se napouští ze zásobníku do vakuové komory 1 trubicovou vysokofrekvenční elektrodou 8. V trysce 11 se vytvoří výboj 12, kterým se

aktivuje reaktivní plyn 13 z plynné pracovní směsi 10 a dochází k odpařování a/nebo rozprašování částic materiálu zakončovací tryskové části 9 trubicové vysokofrekvenční elektrody 8. Výboj 12 je zároveň vyfoukáván přiváděnou plynnou pracovní směsí 10 vně trysky 11. Aktivovaný reaktivní plyn 13 reaguje a tvoří s částicemi odpařeného a/nebo rozprášeného materiálu zakončovací tryskové části 9 reaktivní směs 15 ve styku s vnitřním povrchem 16 substrátu 6. Povlak 17, vytvořený na vnitřním povrchu 16 substrátu 6, má složení, odpovídající složení reaktivní směsi 15. Vytvořeným magnetickým polem je dosaženo magnetronové uspořádání pro vysokofrekvenční rozprašování materiálu.

Příklad

Zakončovací trysková část 9 trubicové vysokofrekvenční elektrody 8 byla vyrobena z titanu. Plynnou pracovní směs tvořil dusík nebo čpavek. Po zavedení vysokofrekvenčního výkonu při kmitočtu 13,56 MHz ze zdroje 3 přes obvod 4 pro impedanční přizpůsobení na trubicovou vysokofrekvenční elektrodu 8 se v trysce 11 vytvořil výboj 12, v němž došlo k aktivaci dusíku. Zároveň došlo k odpařování částic titanu z povrchu zakončovací tryskové části 9. Aktivovaný dusík reagoval s částicemi titanu a vytvořil reaktivní směs 15, která ve styku s vnitřním povrchem 16 substrátu 6 vytvořila povlak nitridu titanu. Poměr nitridu k titanu byl ovlivnitelný vysokofrekvenčním výkonem, průtokem dusíku a geometrií trubicové vysokofrekvenční elektrody 8. Vytvoření povlaku po celé délce substrátu 6 bylo zajištěno rovnoměrným posuvným i rotačním pohybem držáku 7 substrátu 6.

Dutá tělesa, zejména trubice, povlakované způsobem a zařízením podle vynálezu, jsou použitelné v řadě průmyslových oborů, například ve strojírenství, elektrotechnice, hutnictví, energetice, v chemickém průmyslu apod.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob vytváření povlaku na vnitřních stěnách dutých substrátů, zejména trubic, reaktivním rozprašováním a/nebo reaktivním odpařováním při aktivaci reaktivních plynů pomocí trysky, **v y z n a ě n ý t í m**, že reaktivní plyny se přivádějí do dutiny substrátu axiálně zavedenou trubicovou vysokofrekvenční elektrodou se zakončovací tryskovou částí, zhotovenou z materiálu, jehož částice se rozprašují a/nebo odpařují, a obsahující alespoň jednu trysku, ve které se reaktivní plyny aktivují a ve vytvořeném plazmatu aktivované reaktivní plyny, vystupující z trysky, reagují s částicemi rozprášeného a/nebo odpařeného materiálu ze zakončovací tryskové části trubicové vysokofrekvenční elektrody, přičemž produkt této reakce se ukládá ve formě povlaku na vnitřní stěně dutého substrátu.

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že v oblasti zakončovací tryskové části se vytvoří axiální magnetické pole.

3. Zařízení k provádění způsobu podle nároku 1, sestávající z vakuové komory, spojené s čerpacím systémem, z trubicové vysokofrekvenční elektrody a ze zdroje vysokofrekvenčního výkonu spolu s obvodem pro impedanční přizpůsobení, **v y z n a ě n é t í m**, že do vakuové komory (1) je zavedena trubicová vysokofrekvenční elektroda (8), opatřená zakončovací tryskovou částí (9), zhotovenou z materiálu, jehož odpařené nebo rozprášené částice reagují s reaktivním plynem, a opatřenou alespoň jednou tryskou (11), umístěnou uvnitř dutiny substrátu (6) a v její ose, přičemž substrát je upevněn v držáku (7), a opačný konec trubicové

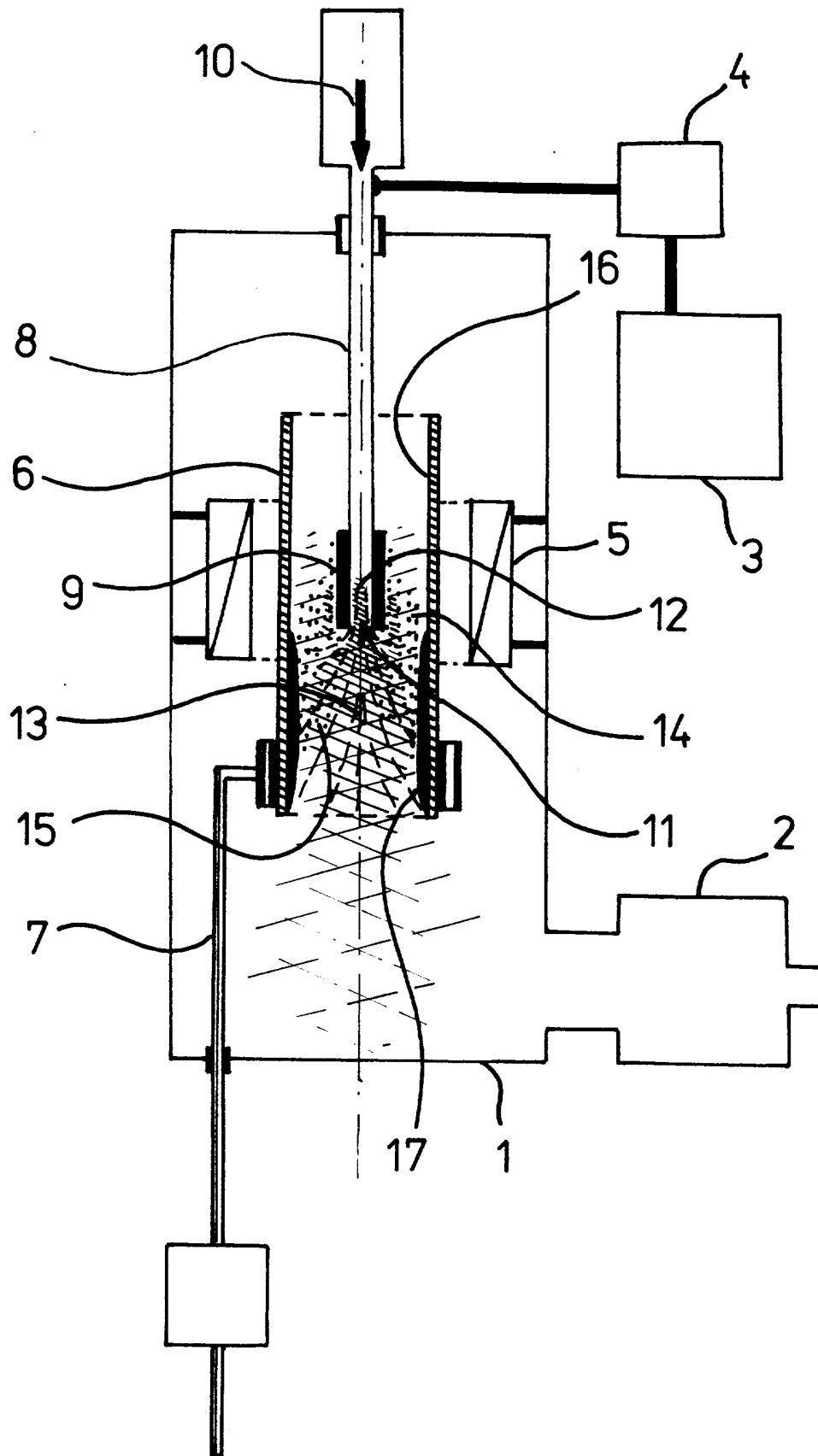
vysokofrekvenční elektrody (8) je napojen na zásobník plynné pracovní směsi (10) a přes obvod (4) pro impedanční přizpůsobení je připojen ke zdroji (3) vysokofrekvenčního výkonu.

5 4. Zařízení podle nároku 3, **v y z n a ě n é t í m**, že držák (7) substrátu (6) je upevněn ve stěně vakuové komory (1) osově posuvně v celém rozsahu délky substrátu a otočně v obou směrech kolem osy substrátu (6).

10 5. Zařízení podle nároků 3 a 4, **v y z n a ě n é t í m**, že v oblasti zakončovací tryskové části (9) je k vakuové komoře (1) upevněn osově symetrický systém (5) trvalých magnetů nebo elektromagnetů.

15

1 výkres



Konec dokumentu