

UŽITNÝ VZOR

(11) Číslo dokumentu:

31 918

(13) Druh dokumentu: **U1**

(51) Int. Cl.:

C23C 14/42 (2006.01)
C23C 14/44 (2006.01)
C23C 14/22 (2006.01)
C23C 14/34 (2006.01)
C23C 14/04 (2006.01)
C23C 14/50 (2006.01)
C23C 14/54 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2018-34923**
(22) Přihlášeno: **02.05.2018**
(47) Zapsáno: **17.07.2018**

- (73) Majitel:
Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Praha 8, Libeň, CZ
- (72) Původce:
Mgr. Zdeněk Hubička, Ph.D., Praha 8, Libeň, CZ
Mgr. Martin Čada, Ph.D., Praha 8, Libeň, CZ
Ing. Petra Kšírová, Ph.D., Praha 8, Libeň, CZ
Ing. Miloslav Klinger, Praha 8, Libeň, CZ
- (74) Zástupce:
Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i./CITT, Karel Bauer,
Za Radnicí 835, 252 41 Dolní Břežany

- (54) Název užitého vzoru:
**Zařízení pro pulzní plazmatické
povlakování vnitřních povrchů dutých
dielektrických trubíc**

CZ 31918 U1

Zařízení pro pulzní plazmatické povlakování vnitřních povrchů dutých dielektrických trubic

5 Oblast techniky

Technické řešení spadá do oblasti generování nízkoteplotního plazmatu a přípravy tenkých vrstev plazmatickými nebo plazmo-chemickými metodami. Řešení se zejména týká zařízení pro pulzní plazmatické povlakování tenkých vrstev s vysokou adhezí a velkou hustotou do obtížně dostupných prostor strojních součástí a komponent, zejména pak na vnitřním povrchu úzkých dutých dielektrických trubic.

15 Dosavadní stav techniky

V současné době byla vytvořena celá řada zařízení pro plazmatické povlakování obtížně dostupných prostorů strojních součástí a komponent, zejména pak vnitřních povrchů dutých substrátů, konkrétně úzkých dutých trubic.

20 Základní známé zařízení vykonávající povlakování je prezentováno v nepatentovém dokumentu: *J.Meng, X.T Yang, J.H.Zhang, W.S.Yang, D.Z.Guo, Z.J.Hu, Y.G.Zhao, S.J.Hou, C.Luo, Research of TiZrV Pumping Coatings on the Inner Walls of Vacuum Chamber Physics Procedia 32 (2012) 865 – 868*, kde je využito klasického planárního cylindrického stejnosměrného magnetronu umístěného uvnitř trubice, která je povlakovaná tenkou vrstvou pomocí rozprašování magnetronové katody. Toto zařízení má omezení hlavně z hlediska minimálních rozměrů průměru povlakované trubice.

O něco dokonalejší zařízení pro povlakování vnitřku trubic je popsáno v patentovém spisu CZ 305631: *V. Rouček, J. Bulíř, J. Lančok, M. Novotný, Zařízení pro povlakování vnitřních dutin malého příčného průřezu a velkých podélných rozměrů metodou magnetronového naprašování*, kde je dosaženo zmenšení rozměru povlakované trubice. Zde je válcová rozprašovaná katoda umístěna do vnitřku trubice a zdroj magnetického pole pro magnetronový výboj je umístěn vně trubice. Tato konfigurace má limit v minimálním průměru drátové katody, a tak je limitován vnitřní průměr povlakované trubice a její dostatečné pevnosti při malých průměrech, což limituje její délku. Dále je problém u tohoto systému s existencí anody v případě excitace plazmatu v dielektrické povlakované trubici s drátovou katodou stejnosměrným výbojem nebo stejnosměrně pulzním výbojem.

40 Paralelní řešení, které dosahuje zvýšení energie rozprašovaných částic při povlakování vnitřních povrchů trubic, je popsáno v nepatentovém dokumentu: *T. Kraus, J. Keckes, J.K.N. Lindner, W. Ensinger and B. Stritzker, Coating The Inner Walls Of Tubes With TiN Films By Reactive Sputtering, AIP Conference Proceedings 680, 830 (2003)*. V tomto uspořádání bylo využito iontové odprašování kuželového terče umístěného přímo uvnitř povlakované trubice. Ionový svazek s vysokou kinetickou energií vstupuje do trubice jedním jejím otvorem z vnějšího iontového zdroje. Nevýhodou tohoto systému je malá depoziční rychlost. Jak bylo řečeno, použití stejnosměrného nebo vysokofrekvenčního výboje v duté katodě ve tvaru trysky zasunuté uvnitř povlakované trubice je možné s výhodou použít pro povlakování jejího vnitřního povrchu.

50 Stejnosměrný (DC) výboj v duté katodě jako zdroj rozprášených částic pro depozici vrstev je popsán například v patentovém dokumentu *US 3830721: D.M. Gruen at. Al. Hollow cathode sputtering device*. V této práci je rozprašována dutá katoda ve tvaru trysky pomocí stejnosměrného (DC) výboje v duté katodě. Uvedený vynález má však některé nevýhody, které spočívají například v řešení konstrukce anody, která je ve tvaru drátu umístěna uvnitř prostoru duté katody a limituje tak délku vlastní duté katody. Drátovou anodou, která musí mít pro daný výbojový proud definovaný minimální průměr je dále limitován nejmenší možný průměr duté

katody a její životnost v intenzivním DC výboji při rozprašování materiálu katody. Dokument dále neřeší povlakování dlouhých trubic na jejich vnitřním povrchu, kde by vrstva měla dobrou adhezi a vysokou hustotu.

- 5 Depozice tenkých vrstev oxidů pomocí hybridního systému s dutou katodou ve tvaru trysky, kde dutá katoda byla rozprašována pomocí DC pulzního generátoru, který byl paralelně spojený s RF generátorem, je popsán v nepatentovém dokumentu: Z. Hubička, Š. Kment, J. Olejníček, M. Čada, T. Kubart, M. Brunclíková, P. Kšířová, P. Adámek, Z. Remeš, *Deposition of hematite Fe₂O₃ thin film by DC pulsed magnetron and DC pulsed hollow cathode sputtering systém, Thin Solid Films 549 (2013) 184–191.*

Cílem předkládaného technického řešení je představit nové zařízení pro pulzní plazmatické povlakování vnitřního povrchu dutých dlouhých dielektrických trubic tenkou vrstvou s vysokou adhezí a hustotou.

15

Podstata technického řešení

- 20 Zařízení pro povlakování vnitřního povrchu dutých dlouhých dielektrických trubic tenkou vrstvou podle předkládaného technického řešení obsahuje stejnosměrný (DC) pulzní zdroj paralelně připojený k vysokofrekvenčnímu (RF) zdroji, který je elektricky spojen s elektrodou; přičemž povlakovaná trubice a elektroda jsou společně umístěné ve vakuové komoře, a přičemž podstata technického řešení spočívá v tom, že

- 25 - elektroda je na jejím konci opatřena dutou katodou; a

- povlakovaná trubice je upevněna v elektricky vodivém nosiči, který je v elektrickém kontaktu s RF generátorem, který je synchronizovaný s DC pulzní zdrojem pomocí generátoru řídicích pulzů.

30

Dlouhou trubicí je odborníkovi v oboru rozuměna trubice, jejíž délka je v porovnání s průměrem větší. Dlouhá trubice může mít např. délku 10 cm a průměr 1 cm, nebo délku 15 cm a průměr 0,5 cm, nebo délku 20 cm a průměr 9 mm, nebo délku 20 cm a průměr 2 cm, nebo jakoukoliv variantu, kterou odborník v oboru uzná za vhodnou.

35

- Na povlakovanou dielektrickou trubicí je kapacitní vazbou vodivého nosiče přivedeno synchronizované pulzně modulované vysokofrekvenční napětí U_{RFout} z pulzně modulovaného generátoru. Díky vzniklému zápornému předpětí v tomto okamžiku mezi povrchem povlakované trubice a plazmatem, vytvořeného dutou katodou, jsou urychleny ionty a ionizované depoziční částice z plazmatu směrem k vnitřnímu povrchu povlakované trubice, který umožní růst tenké vrstvy s vysokou adhezí na jejím vnitřním povrchu. Toto pulzně modulované vysokofrekvenční napětí je aplikováno na povlakovanou trubicí volitelnou dobu právě v době trvání pracovní aktivní části stejnosměrného (DC) pulzního výboje v duté katodě.

40

- 45 V jistém provedení může výše uvedené plazma představovat nízkoteplotní reaktivní plazma nebo plazma vhodné pro napařování, naprašování, implantaci, plazmové leptání, povrchovou modifikaci materiálů, s výhodou však reaktivní plazma, které může obsahovat reaktivní částice, excitované částice, prekurzorové částice, odprášené částice či radikály.

- 50 V jistém provedení je elektricky vodivý nosič tepelně i elektricky spojený se zátěží. Zátěž představuje výhodu v tom, že zajišťuje přenos elektrického signálu z vnější části reaktoru do jeho vnitřní části až k nosiči a povrchu povlakované dielektrické trubice. Zároveň také mechanicky nese dielektrickou povlakovanou trubicí.

- 55 V dalším provedení je elektricky vodivý nosič spojen s RF generátorem přes LC článek tvořený

induktorem a kapacitorem, výhodněji přes výše uvedenou zátěž. LC článek tvořený induktorem s výhodou stabilizuje vytvořené plazma, ještě výhodněji s pomocí stabilizačního měřicího odporu.

- 5 V dalším provedení je nosič v elektrickém kontaktu s RF generátorem přes vysokofrekvenční proudovou osciloskopickou sondu a/nebo napěťovou osciloskopickou sondu.

V dalším provedení je zátěž současně chladič. Chlazení pomáhá v udržení teploty povlakované trubice při interakci s depozičním plazmatem pod definovaným limitem.

- 10 V dalším provedení je chladič připojen k vlnovci, který je elektricky izolován od stěn vakuové komory.

- 15 V dalším provedení zařízení podle technického řešení dále obsahuje jednu nebo více dvojic osciloskopických sond připojených k digitálnímu osciloskopu a elektrodě a/nebo vodnímu chlazení.

- 20 V dalším provedení je elektroda paralelně připojena k DC pulznímu zdroji přes stabilizační a zároveň měřicí odpor R_c a dále přes LC článek tvořený induktorem L_c a kapacitorem C_c .

- 25 V dalším provedení obsahuje vakuová komora alespoň jeden další otvor pro vstup dalšího pracovního plynu, který neprochází dutou katodou. Toto řešení umožňuje přidat do komory další pracovní plyn, který ale nebude v kontaktu s vnitřním povrchem duté katody, kterou prochází pracovní plyn směrem do povlakované dielektrické trubice. Další pracovní plyn se pak ale může zúčastnit depozičního procesu.

V dalším provedení může být elektroda opatřena chladičem, výhodněji vodním.

30 Objasnění výkresů

Obr 1 představuje celkové schéma výhodného příkladu uskutečnění pulzního plazmového depozičního zařízení pro plazmové nanášení adhezivní vrstvy na vnitřní povrch dielektrické trubice libovolné délky.

- 35 Obr. 2 představuje příklady časových průběhů pulzních napětí a proudů a jejich vzájemné fáze na plazmovém zdroji s dutou katodou a dielektrickým substrátu ve dlouhém tvaru trubice.

- 40 Obrázky, které znázorňují schémata zařízení podle technického řešení, prokazují účinky jeho užívání, a následně popsané příklady konkrétních provedení zařízení v žádném případě neomezuji rozsah ochrany uvedený v nárocích, ale jen objasňují podstatu technického řešení.

45 Příklady uskutečnění technického řešení

- 45 V příkladech uskutečněných podle technického řešení je využito stabilního nízkoteplotního plazmatu, díky kterému byla nanášena tenká vrstva na vnitřní povrch povlakované trubice 24. Povlakovanou trubicí 24 tvořila dielektrická trubice 24 o vnitřním průměru 9 mm a délce 200 mm.

- 50 Příklad zařízení uskutečněného výše uvedeného technického řešení je zobrazen na obr. 1. Zařízení pro povlakování vnitřního povrchu dutých dlouhých dielektrických trubic 24 tenkou vrstvou pomocí nízkoteplotního plazmatu 11 je tvořeno kovovou vakuovou komorou 1, která je výhodně oddělena deskovým ventilem 2 a čerpaná vakuovou vývěvou 3. Ve vnitřním prostoru 101 vakuové komory 1 je umístěna elektroda 13, např. přes dielektrickou průchodku 5, přičemž
- 55

tato elektroda 13 je s výhodou vybavena vodním chlazením 6. Skrze elektrodu 13 se přivádí do vnitřního prostoru 101 vakuové komory 1 pracovní plyn 4. Elektroda 13 je elektricky spojena s vysokofrekvenčním zdrojem 15 výkonu RF přes oddělovací kapacitor C_m , a paralelně připojena k DC pulznímu zdroji 18, výhodně přes stabilizační a zároveň měřicí odpor R_c , na kterém je měřeno napětí U_c dvojicí napět'ových osciloskopických sond 16, a dále přes LC článek tvořený induktorem L_c a kapacitorem C_c , přičemž DC pulzní zdroj 18 je řízen z generátoru 17 řídicích pulzů. Na konci elektrody 13 je umístěna dutá katoda 14, jejíž vnitřní stěna je rozprašována DC pulzním výbojem. Výboj v duté katodě 14 se uzavírá v počáteční fázi pracovního pulzu přes povlakovanou dielektrickou trubici 24 tak, že rozprašované částice v plazmatu 7, resp. 11, dopadají na povrch vnitřní stěny povlakované trubice 24. Povlakovaná dielektrická trubice 24 je upevněna v elektricky vodivém nosiči 25, na kterém je přiveden pulz z RF generátoru 22, který je synchronizovaný s DC pulzním zdrojem 18 pomocí výše zmíněného generátoru 17 řídicích pulzů.

Výše uvedenou počáteční fází se rozumí doba, kdy je na vodivý nosič 25, obklopující dielektrickou trubici 24, přiveden kladný napět'ový puls z RF generátoru 22. V další pracovní fázi pracovního pulzu je povlakování zajištěno přes RF plazma 7, které je přítomno v povlakované trubici 24. Dutá katoda 14 může dále být společně s nosnou elektrodou 13 pokryta elektricky nevodivou trubicí 12 z důvodu elektrické izolace duté katody 14 a elektricky vodivého nosiče 25.

S výhodou je vodivý nosič 25 v tepelném i elektrickém kontaktu se zátěží 9, který ve výhodném provedení může sloužit i jako chladič 6, ještě výhodněji vodní, a který současně pracuje jako elektroda. Chladič 6 může být upevněn přes dielektrické průchodky 5 k pohyblivému vlnovci 10 umožňujícímu lineární pohyb 8. Vlnovec 10 je od stěn uzemněné vakuové komory 1 elektricky izolován.

S další výhodou mohou být dvojice osciloskopických sond 16 připojeny k digitálnímu osciloskopu 19. Na digitálním osciloskopu 19 je pak možné zobrazit nebo uložit v digitální formě časový průběh napětí U_c na duté katodě 14 a napětí U_{zs} na odporu R_c , a dále, pomocí průběhu napětí U_c a U_{zs} je možné vypočítat průběh elektrického proudu I_c dutou katodou 14 podle vztahu

$$(1) \quad I_c = \frac{U_{zs} - U_s}{R_s}$$

S další výhodou je RF generátor 22 propojen se zátěží 9, výhodně i s chladičem 6, přes LC filtr, tvořený kapacitorem C_{ps} a induktorem L_{s1} , a s oddělovacím kapacitorem C_s , na který je připojena vysokofrekvenční proudová osciloskopická sonda 23 a/nebo napět'ová osciloskopická sonda 16. Průběh elektrického proudu I_{RFS} a elektrického napětí U_{RFS} na elektricky vodivém nosiči 25 lze přechíst přímo na digitálním osciloskopu 19 pomocí sond 23 a 16.

S další výhodou slouží otvor 4' vakuové komory 1 jako vstup dalšího pracovního plynu. Další pracovní plyn neprochází přes dutou katodu 14, což přináší výhodu v možnosti přidat do komory další pracovní plyn, který ale nebude v kontaktu s vnitřním povrchem duté katody, kterou prochází pracovní plyn směrem do povlakované dielektrické trubice. Další pracovní plyn se pak ale může zúčastnit depozičního procesu.

Na obr. 2 jsou znázorněné příslušné časové průběhy proudů a napětí v obvodu na duté katodě 14 (první dva grafy shora) a vodivé povlakované trubice 25 (zbývající dva dolní grafy).

50 Průmyslová využitelnost

Zařízení podle technického řešení je možné využít pro průmyslové povlakování 3D objektů zejména vnitřních povrchů dielektrických trubic s těžko dostupným vnitřním povlakovaným povrchem.

NÁROKY NA OCHRANU

5

1. Zařízení pro povlakování vnitřního povrchu dutých dlouhých dielektrických trubíc (24) tenkou vrstvou, které obsahuje DC pulzní zdroj (18) paralelně připojený k RF zdroji (15), který je elektricky spojen s elektrodou (13); přičemž povlakovaná trubice (24) a elektroda (13) jsou společně umístěné ve vakuové komoře (1), **vyznačující se tím**, že

10

- elektroda (13) je na jejím konci opatřena dutou katodou (14); a

15

- povlakovaná trubice (24) je upevněna v elektricky vodivém nosiči (25), který je v elektrickém kontaktu s RF generátorem (22), který je spojený s DC pulzním zdrojem (18) pomocí generátoru řídicích pulzů (17).

2. Zařízení podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že elektricky vodivý nosič (25) je tepelně i elektricky spojený se zátěží (9).

20

3. Zařízení podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že elektricky vodivý nosič (25) je spojen s RF generátorem (22) přes přizpůsobovací LC filtr tvořený induktorem (L_s) a kapacitorem (C_{ps}) s oddělovacím kapacitorem (C_s), výhodně přes zátěž (9).

25

4. Zařízení podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že nosič (25) je v elektrickém kontaktu s RF generátorem (22) přes vysokofrekvenční proudovou osciloskopickou sondu (23) a/nebo napětovou osciloskopickou sondu (16).

30

5. Zařízení podle kteréhokoliv z nároků 2 až 4, **vyznačující se tím**, zátěž (9) je současně chladič (6).

6. Zařízení podle nároku 5, **vyznačující se tím**, chladič (6) je připojen k vlnovci (10), který je elektricky izolován od stěn vakuové komory (1).

35

7. Zařízení podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje jednu nebo více dvojic osciloskopických sond (16) připojených k digitálnímu osciloskopu (19) a elektrodě (13) a/nebo chladiči (6).

40

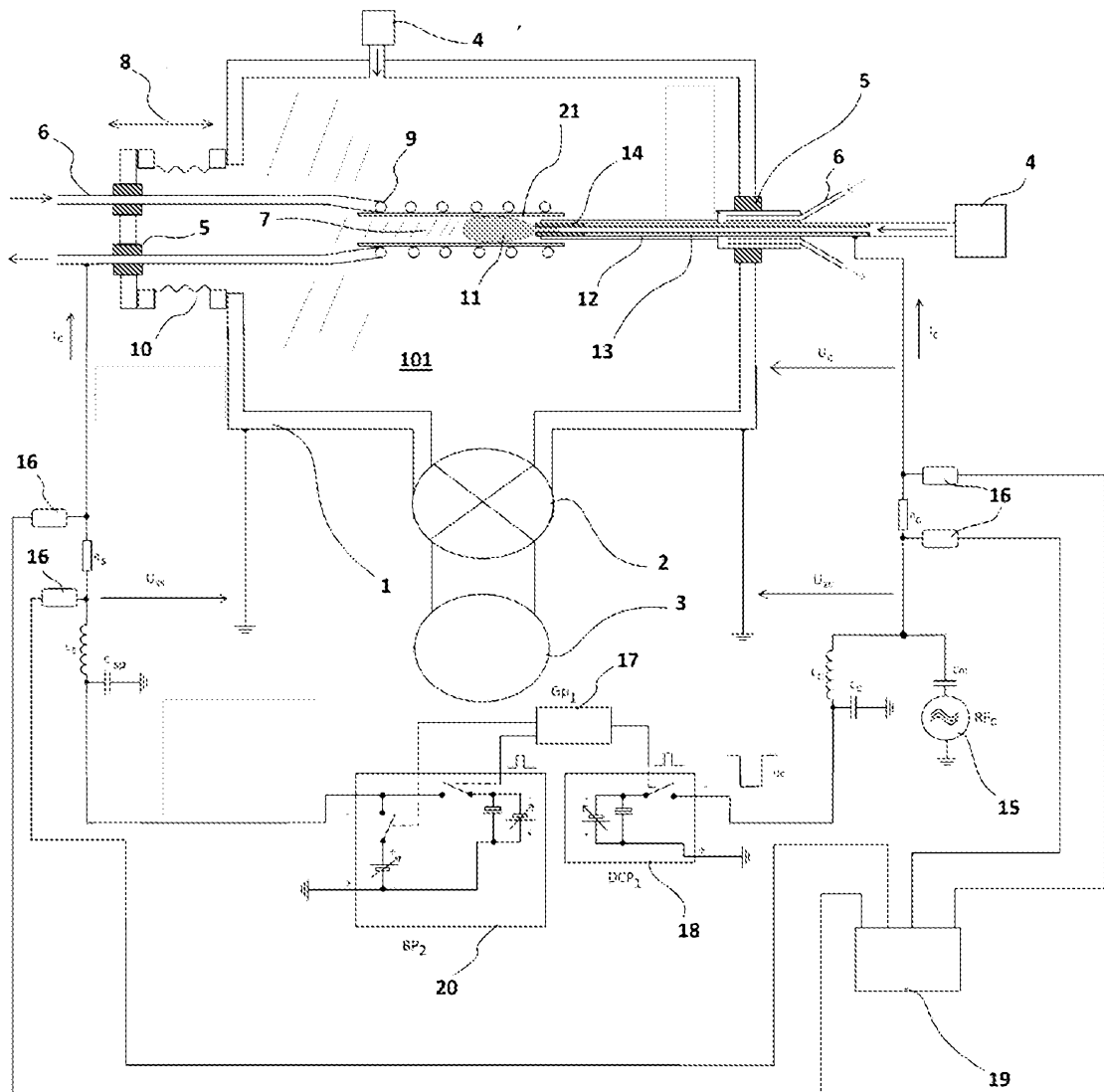
8. Zařízení podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že elektroda (13) je paralelně připojena k DC pulznímu zdroji (18) přes stabilizační a zároveň měřicí odpor (R_c) a dále přes LC článek tvořený induktorem (L_c) a kapacitorem (C_c).

45

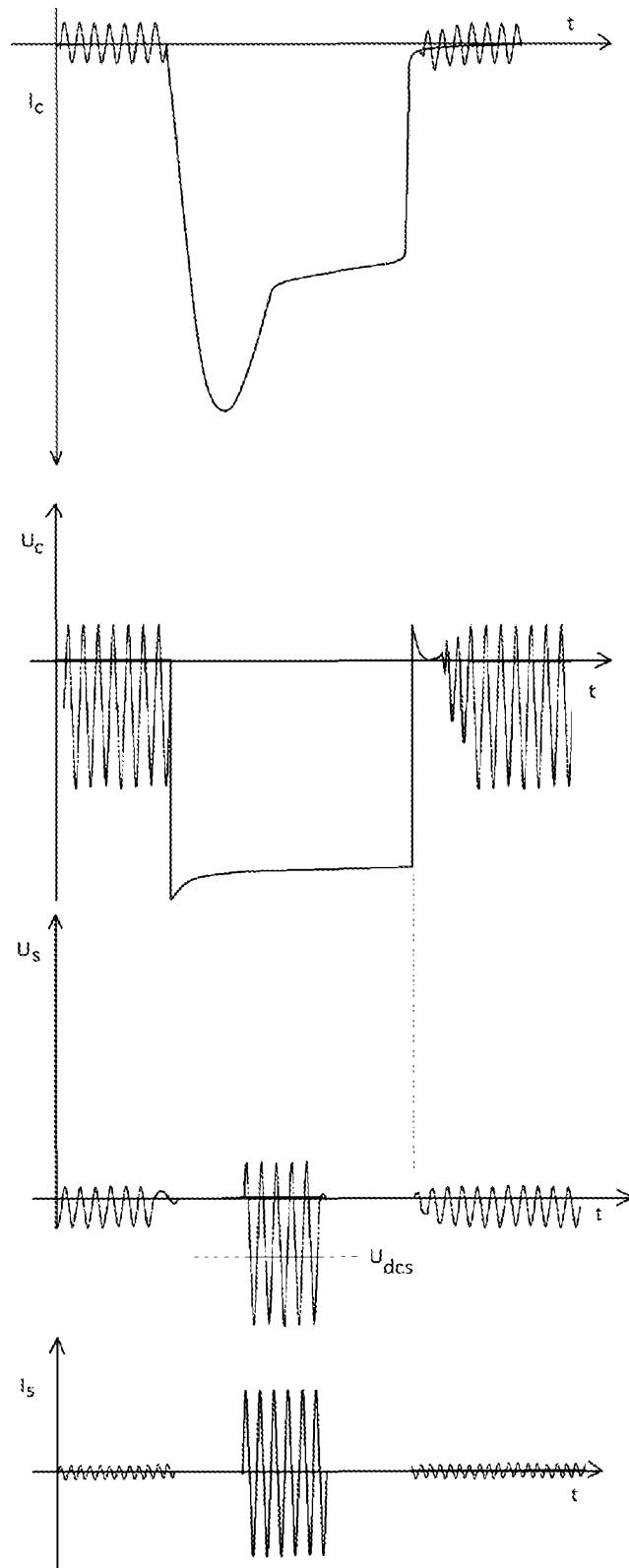
9. Zařízení podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že vakuová komora (1) dále obsahuje alespoň jeden další otvor (4') pro vstup dalšího pracovního plynu, který neprochází dutou katodou (14).

10. Zařízení podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že elektroda (13) je vybavena chladičem (6), výhodně vodním.

2 výkresy



Obr. 1



Obr. 2