

# PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

## 307 842

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

*C23C 14/44* (2006.01)  
*H05H 1/24* (2006.01)  
*C23C 14/34* (2006.01)  
*C23C 14/56* (2006.01)  
*B05C 7/08* (2006.01)

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2018-206**  
(22) Přihlášeno: **02.05.2018**  
(40) Zveřejněno: **12.06.2019**  
**(Věstník č. 24/2019)**  
(47) Uděleno: **03.05.2019**  
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **12.06.2019**  
**(Věstník č. 24/2019)**

(56) Relevantní dokumenty:

CN 101365289 A.; JP 2008144249 A.; US 5580429 A.; CN 101582367 A.

(73) Majitel patentu:  
Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Praha 8, Libeň, CZ

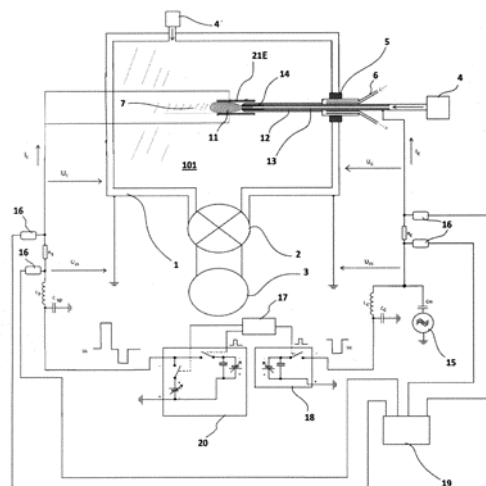
(72) Původce:  
Mgr. Zdeněk Hubička, Ph.D., Praha 8, Libeň, CZ  
Mgr. Martin Čada, Ph.D., Praha 8, Libeň, CZ  
Ing. Petra Kšířová, Ph.D., Praha 8, Libeň, CZ  
Ing. Miloslav Klinger, Praha 8, Libeň, CZ

(74) Zástupce:  
Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i./CITT, Karel Bauer,  
Za Radnicí 835, 252 41 Dolní Břežany

(54) Název vynálezu:  
**Způsob generování nízkoteplotního plazmatu, způsob povlakování vnitřního povrchu dutých elektricky vodivých nebo feromagnetických trubic a zařízení pro provádění těchto způsobů**

(57) Anotace:  
Předkládaný vynález spočívá v jednotící myšlence synchronizace kladného napětového pulzu ( $U+$ ) přivedeného na elektricky vodivou nebo feromagnetickou trubici (21) a budícího záporného napětového pulzu ( $U_c$ ) na duté katodě (14) vyvolaného na pozadí vysokofrekvenčního kapacitního výboje. V jistém provedení je předmětem vynálezu způsob generování nízkoteplotního plazmatu (11) ve vakuové komoře (1) obsahující dutou katodu (14) a elektrodu (21E), přičemž způsob obsahuje krok zapálení pulzního stejnosměrného výboje (11) v duté katodě (14) na pozadí vysokofrekvenčního kapacitního výboje, kde podstata vynálezu spočívá v tom, že se na elektrodu (21E) přivede kladný napětový pulz ( $U+$ ) před zapálením řečeného pulzního stejnosměrného výboje, přičemž řečený kladný napětový pulz ( $U+$ ) se alespoň částečně překrývá se záporným napětovým pulzem ( $U_c$ ) na duté katodě (14). V jiném provedení je předmětem vynálezu způsob povlakování vnitřních stěn dutých trubic (21), který využívá výše uvedený způsob generování nízkoteplotního plazmatu. V dalším provedení je předmětem vynálezu zařízení pro generování nízkoteplotního plazmatu (11),

které obsahuje dutou katodu (14) umístěnou ve vakuové komoře (1), zdroj (18) vysokofrekvenčního plazmatu, zdroj (18) pulzního stejnosměrného výboje a bipolární pulzní zdroj (20). V dalším provedení je předmětem vynálezu zařízení uzpůsobené pro povlakování vnitřních stran dutých trubic (21), které obsahuje zařízení pro generování nízkoteplotního plazmatu.



## Způsob generování nízkoteplotního plazmatu, způsob povlakování vnitřního povrchu dutých elektricky vodivých nebo feromagnetických trubíc a zařízení pro provádění těchto způsobů

5

### Oblast techniky

Vynález spadá do oblasti generování nízkoteplotního plazmatu a přípravy tenkých vrstev plazmatickými nebo plazmo-chemickými metodami. Vynález se týká zejména způsobu nanášení tenkých vrstev s vysokou adhezí a velkou hustotou do obtížně dostupných prostor elektricky vodivých nebo feromagnetických strojních součástí a komponent, zejména pak na vnitřní povrch úzkých dutých kovových trubíc.

### Dosavadní stav techniky

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

20

Základní známá metoda je prezentována 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 tenkovou vrstvou pomocí rozprašování magnetronové katody. Tato metoda má omezení hlavně z hlediska minimálních rozměrů průměru povlakované trubice.

25

O něco dokonalejší metoda povlakování vnitřku trubíc je popsána 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 tom, že není možné povlakovat trubice z feromagnetického materiálu.

35

Tento problém je překonán a je popsán v patentovém dokumentu CZ 283407: *L. Bardoš, Způsob a zařízení pro vytváření povlaku na vnitřních stěnách dutých substrátů, zejména trubíc*. V tomto systému je umístěna radiofrekvenční tryska do povlakované trubice, kde je uvnitř trysky generován vysokofrekvenční výboj v duté katodě. Pomocí tohoto výboje se rozpráší částice materiálu, které po depozici na substrát pokrývají vnitřní uzemněnou stěnu povlakované trubice. Jednou z nevýhod tohoto uspořádání je nízká energie rozprášených částic tvořící tenkou vrstvu a jejich nízký stupeň ionizace, což zhoršuje adhezi a hustotu deponované vrstvy.

40

Jiný způsob, jak zvýšit energii rozprašovaných částic při povlakování vnitřních povrchů trubíc je popsán 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

Stejnoseměrný 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*

55

5 *device*. V této práci je rozprašována dutá katoda ve tvaru trysky pomocí stejnosměrného 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

10 minimální průměr, je dále limitován nejmenší možný průměr duté katody a její životnost v intenzivním stejnosměrném výboji při rozprašování materiálu katody. Dokument dále neřeší povlakování dlouhých trubic na jejich vnitřní povrch, kde by vrstva měla dobrou adhezi a vysokou hustotu.

15 Vysokofrekvenční výboj v duté katodě je popsán v patentovém dokumentu *US 4637853: B. Bumble, J. Cuomo, J. Logan, S. Rossnagel, HOLLOW CATHODE ENHANCED PLASMA FOR HIGHRATE REACTIVE ON ETCHING AND DEPOSITON*. V této práci je vysokofrekvenční výboj v duté katodě použit pro rychlou reaktivní depozici tenkých vrstev a iontové reaktivní plazmové leptání elektricky nevodivých materiálů. Uvedený vynález má však nevýhody, které

20 spočívají v tom, že z hlediska konstrukce duté katody není možné popsaný systém použít k povlakování vnitřních prostor dlouhých tenkých trubic tenkou vrstvou s dobrou adhezi a vysokou hustotou.

25 Stejnosměrný pulzně buzený výboj v duté katodě aplikovaný pro proces reaktivního naprašování tenkých vrstev je popsán v přihlášce vynálezu *US 2007/0256926: A.E. Delahoy, S Guo, HOLLOW CATHODE SPUTTERING APPARATUS AND RELATED METHOD*. Uvedený vynález má však nevýhody, které spočívají v tom, že z hlediska konstrukce duté katody a příslušné anody pro intenzivní rozprašovací DC výboj, není možné popsaný systém použít k povlakování vnitřních prostor dlouhých tenkých feromagnetických trubic, kde bude vytvořena

30 vrstva s vysokou hustotou a dobrou adhezí na jejím vnitřním povrchu.

Depoziční systém s vysokofrekvenčním výbojem v duté katodě, kde dutá katoda je ve tvaru trysky a vysokofrekvenční výboj je pulzně modulován a zařízení je použito pro reaktivní depozici perovskitových tenkých vrstev je popsáno v dokumentu užitého vzoru *CZ 17135: Z. Hubička, J. Olejníček, P. Virostko, M. Čada, L. Jastrabík, O. Churpita, G. Suchanec, A. Dejneka, M. Hrabovský, Systém pro realizaci perovskitových tenkých vrstev*.

35 Depozice tenkých vrstev oxidů pomocí hybridního systému s dutou katodou ve tvaru trysky, kde dutá katoda byla rozprašována pomocí stejnosměrného pulzního generátoru, který byl paralelně spojený s vysokofrekvenčním 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 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin film by DC pulsed magnetron and DC pulsed hollow cathode sputtering systém, Thin Solid Films 549 (2013) 184 až 191*.

40 Cílem předkládaného vynálezu je představit nový a efektivnější způsob generování nízkoteplotního plazmatu v duté katodě, způsob pulzního plazmatického povlakování elektricky vodivých nebo feromagnetických trubic tenkou vrstvou, zařízení pro generování nízkoteplotního plazmatu a zařízení určené pro plazmatické vytváření tenkých vrstev s vysokou adhezí a hustotou na vnitřním povrchu úzkých dlouhých elektricky vodivých nebo feromagnetických trubic.

45

#### Podstata vynálezu

50 Stanoveného cíle je dosaženo pomocí jednotící myšlenky, která spočívá v alespoň částečném překrytí, synchronizaci, kladného napětového pulzu přivedeného na elektricky vodivou nebo feromagnetickou trubici, jehož vnitřní povrch tvoří ve výhodném provedení substrát, a budícího záporného napětového pulzu na duté katodě vyvolaného na pozadí vysokofrekvenčního kapacitního výboje. V případě zařízení spočívá jednotící myšlenka v technických prostředcích, které zajišťují tuto synchronizaci napětových pulzů. Tyto prostředky představují v jistém

55 provedení bipolární zdroj synchronizovaný se stejnosměrným pulzním zdrojem pomocí

generátoru řídicích pulzů.

5 V prvním provedení vynálezu je uveden způsob generování nízkoteplotního plazmatu ve vakuové komoře obsahující dutou katodu a elektrodu, přičemž způsob obsahuje krok zapálení pulzního stejnosměrného výboje v duté katodě na pozadí vysokofrekvenčního kapacitního výboje, kde podstata vynálezu spočívá v tom, že se na elektrodu přivede kladný napět'ový pulz před zapálením řečeného pulzního stejnosměrného výboje v duté katodě, přičemž řečený kladný napět'ový pulz se alespoň částečně překrývá se záporným napět'ovým pulzem na duté katodě.

10 Během doby výše uvedeného překryvu pulzů se vytvoří velký rozdíl potenciálů mezi dutou katodou a elektrodou, která v jistém provedení může představovat povlakovanou trubici. Tento rozdíl potenciálů umožní rychlé a spolehlivé zapálení intenzivního výboje mezi dutou katodou a elektrodou na tuto krátkou dobu a vytvoří tak přechodně plazma s vysokou hustotou a vysokou ionizací depozičních částic, aniž by výboj přešel do oblouku. Existence tohoto hustého plazmatu  
15 usnadní po ukončení tohoto kladného pulzu generaci stabilního režimu výboje mezi dutou katodou a vysokofrekvenčním plazmatem.

Způsobem podle prvního provedení vynálezu se dosahuje nového a vyššího účinku, který spočívá ve stabilní opakovatelné generaci pulzního plazmatu s vysokou koncentrací elektronů a iontů s vysokou ionizací depozičních částic, které přispívají k následnému řízení iontového bombardování.  
20

Ve výhodném provedení výše uvedeného způsobu se po ukončení kladného napět'ového pulzu dále přivede na elektrodu záporný napět'ový pulz.  
25

Výhodné účinky spočívají v tom, že záporný pulz na elektrodě v tomto okamžiku urychluje ionty a depoziční ionty směrem v povrchu povlakovaného povrchu a energie uvolněná z kinetické energie těchto iontů po dopadu na povrch se využije lokálně pro krystalizaci deponovaného materiálu a zvýšení jeho hustoty tedy vytvoření neporézní pevné fáze s dobrou adhezí k povrchu.  
30 Ionizované depoziční částice se díky této kinetické energii při dopadu lépe zabudují do povrchu elektrody tak, že se vytvoří specifické rozhraní u povrchu, které právě zajistí dobrou adhezi deponovaného materiálu.

V jistém provedení může nízkoteplotní plazma představovat reaktivní plazma nebo plazma vhodné pro napařování, napařování, implantaci, plazmové leptání, povrchovou modifikaci materiálů, s výhodou však reaktivní plazma, které obsahuje reaktivní částice, excitované částice, prekursorové částice, odprášené částice či radikály je generováno ve výboji v duté katodě.  
35

V druhém provedení vynálezu je uveden způsob povlakování vnitřního povrchu dutých elektricky vodivých nebo feromagnetických trubic tenkou vrstvou pomocí nízkoteplotního plazmatu generovaného prostřednictvím výboje v duté katodě umístěné na konci elektrody ve vakuové komoře, přičemž způsob podle tohoto provedení obsahuje krok zapálení pulzního stejnosměrného výboje v duté katodě na pozadí vysokofrekvenčního kapacitního výboje, kde podstata vynálezu spočívá v tom, že se na povlakovanou trubici přivede kladný napět'ový pulz před zapálením řečeného pulzního stejnosměrného výboje v duté katodě, přičemž řečený kladný  
45 napět'ový pulz na povlakované trubici se alespoň částečně překrývá se záporným napět'ovým pulzem na duté katodě.

Způsobem podle druhého provedení vynálezu se dosahuje nového a vyššího účinku, který spočívá v růstu tenké vrstvy s vysokou adhezí, vysokou hustotou a bez existence makročásteček na vnitřním povrchu povlakované trubice. Tohoto efektu je dosaženo díky synchronizovanému pulznímu buzení výboje a plazmatu v duté katodě, zejména uvnitř povlakované elektricky vodivé nebo feromagnetické duté povlakované trubice, díky které je dosaženo stabilní opakovatelné generace pulzního plazmatu s vysokou koncentrací elektronů a iontů s vysokou ionizací  
55 depozičních částic a také následného řízeného iontového bombardování vnitřního povrchu

povlakované trubice ionty a ionizovanými depozičními částicemi.

Výboj v duté katodě, který je stejnosměrný pulzní a je zapálen na pozadí vysokofrekvenčního kapacitního výboje, je současně přítomen v celé vakuové komoře, zejména pak uvnitř povlakované trubice. Pro tento výboj pracuje jako katoda trubice ve tvaru odprašované trysky a jako anoda primárně pracuje vodivá vysokofrekvenční plazma přítomné uvnitř povlakované trubice. Stejnosměrný pulzní výboj se tak uzavírá z katody přes toto vysokofrekvenční plazma a dále přes uzeměnou stěnu komory zpět směrem ke kladnému pólu stejnosměrného pulzního zdroje.

Výhodně se po ukončení kladného napěťového přivede na povlakovanou trubici záporný napěťový pulz, výhodněji z bipolárního zdroje.

Po určité době po ukončení kladného pulzu na povlakované duté elektricky vodivé trubice je na ní přiveden záporný pulz, výhodně z bipolárního zdroje, který umožní definované urychlení kladných iontů a ionizovaných kladných depozičních částic směrem k vnitřnímu povrchu povlakované trubice, kde roste tenká vrstva z těchto částic s vysokou adhezí a hustotou bez makroskopických částic.

Ve třetím provedení představuje vynález zařízení pro generování nízkoteplotního plazmatu obsahující stejnosměrný pulzní zdroj paralelně připojený k vysokofrekvenčnímu zdroji; elektrodu a dutou katodu umístěné ve vakuové komoře, kde podstata vynálezu spočívá v tom, že zařízení dále obsahuje bipolární zdroj synchronizovaný se stejnosměrným pulzním zdrojem pomocí generátoru řídicích pulzů, přičemž elektroda je připojena k bipolárnímu zdroji a dutá katoda k vysokofrekvenčnímu zdroji a stejnosměrnému pulznímu zdroji.

Ve čtvrtém provedení představuje vynález zařízení vhodné pro povlakování vnitřního povrchu dutých elektricky vodivých nebo feromagnetických trubic tenkou vrstvou pomocí nízkoteplotního plazmatu, které obsahuje stejnosměrný pulzní zdroj paralelně připojený k vysokofrekvenčnímu zdroji; elektrodu a povlakovanou trubici společně umístěné ve vakuové komoře, kde podstata vynálezu spočívá v tom, že zařízení dále obsahuje bipolární zdroj synchronizovaný se stejnosměrným pulzním zdrojem pomocí generátoru řídicích pulzů; a tím, že elektroda je na jejím konci opatřena dutou katodou, přičemž jsou dutá katoda a povlakovaná trubice elektricky izolovány, výhodně je elektroda pokryta dielektrickou trubicí a přičemž je povlakovaná trubice připojena k bipolárnímu zdroji a dutá katoda k vysokofrekvenčnímu zdroji a stejnosměrnému pulznímu zdroji.

#### Objasnění výkresů

Konkrétní příklady provedení způsobů a zařízení podle vynálezu jsou schematicky znázorněny na připojených výkresech, kde představuje:

Obr. 1 příklad časových průběhů pulzních napětí a proudů a jejich vzájemné fáze na plazmovém zdroji s dutou katodou a elektrodě.

Obr. 2 schéma příkladu zařízení pro generování pulzního nízkoteplotního plazmatu.

Obr. 3 výhodné uskutečnění příkladu časových průběhů pulzních napětí a proudů a jejich vzájemné fáze na plazmovém zdroji s dutou katodou a elektricky vodivém substrátu ve tvaru dlouhé trubice.

Obr. 4 schéma výhodného uskutečnění zařízení vhodného pro pulzní plazmové nanášení adhezivní vrstvy na vnitřní povrch elektricky vodivé nebo feromagnetické trubice libovolné délky.

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

5

### Příklady uskutečnění vynálezu

Generováním nízkoteplotního plazmatu: způsob a zařízení

10

V příkladu uskutečněném podle prvního provedení vynálezu je generováno nízkoteplotní plazma 11, ve vakuové komoře 1. Vakuová komora 1 v sobě obsahuje dutou katodu 14 a elektrodu 21E. Časová souslednost přiložených napětí, ve formě kladného elektrodového napětového pulzu  $U_{E+}$  a záporného katodového napětového pulzu  $U_{C-}$ , a procházejících proudů skrze elektrodu 21E a dutou katodu 14 je zobrazena na obr. 1.

15

V prvním kroku způsobu generování nízkoteplotního plazmatu 11, se přiloží na dutou katodu 14 vysokofrekvenční kapacitní napětí  $RF$ , které je generováno vysokofrekvenčním zdrojem 16. V druhém kroku se na elektrodu 21E přivede kladný elektrodový napětový pulz  $U_{E+}$  z bipolárního zdroje 20 napětí. Po jisté době  $\tau$ , ale současně v době, kdy je na elektrodě 21E stále přítomný kladný elektrodový napětový pulz  $U_{E+}$ , se na dutou katodu 14 přivede záporný katodový napětový pulz  $U_{C-}$  s pomocí stejnosměrného zdroje 18, který vytvoří nízkoteplotní plazma 11.

20

Během doby překryvu pulzů se vytvoří rozdíl potenciálů mezi dutou katodou 14 a elektrodou 21E. V rámci experimentu bylo dosaženo rozdílu potenciálů 1 kV, přičemž 400 V byl rozdíl mezi kladným elektrodovým napětovým pulzem a uzemněním a 600 V mezi záporným katodovým napětovým pulzem  $U_{C-}$  a uzemněním. Rozdíl potenciálů umožnil rychlé (v řádu jednotek  $\mu s$ ) a spolehlivé zapálení výboje s vysokým stupněm ionizace mezi dutou katodou 14 a povlakovanou trubicí 21 na tuto krátkou dobu (10 až 50  $\mu s$ ) a vytvořil tak přechodně plazma s vysokou hustotou iontů a elektronů ( $10^{11}$  až  $10^{12}$   $cm^{-3}$ ) a vysokou ionizací (30 až 60 %) depozičních částic aniž by výboj přešel do oblouku.

25

30

S výhodou se na elektrodu 21E přivede po ukončení kladného elektrodového napětového pulzu  $U_{E+}$  dále záporný elektrodový napětový pulz  $U_{E-}$ , který přispívá k bombardování povrchu elektrody urychlenými kladnými ionty. (Výhodné provedení je do jisté míry zobrazeno na obr. 3, kde kladný elektrodový napětový pulz  $U_{E+}$  je roven kladnému napětovému pulzu  $U_+$  na povlakované trubicí 21, po kterém následuje záporný napětový pulz  $U_-$  na povlakované trubicí 21).

35

40

Příklad zařízení uskutečněného podle třetího provedení vynálezu je zobrazen na obr. 2. Zařízení pro generování nízkoteplotního plazmatu 11 je tvořeno kovovou vakuovou komorou 1, která je výhodně oddělena deskovým ventilem 2 a čerpaná vakuovou vývěvou 3. Ve vnitřním prostoru vakuové komory 101 je umístěna elektroda 13 přes dielektrickou průchodku 5, kdy tato elektroda 13 je s výhodou vybavena vodním chlazením 6. Do elektrody 13 se přivádí pracovní plyn 4. Elektroda 13 je elektricky spojena s vysokofrekvenčním zdrojem 15 výkonu, výhodně přes oddělovací kapacitor  $C_m$ , a paralelně připojena k stejnosměrnému pulznímu zdroji 18, výhodně přes stabilizační a zároveň měřicí odpor  $R_c$ , na kterém je měřeno napětí záporného katodového napětového pulzu  $U_{C-}$  dvojicí napětových osciloskopických sond 16, a dále přes LC článek tvořený induktorem  $L_c$  a kapacitorem  $C_c$  k stejnosměrnému pulznímu zdroji 18, který je řízen pulzy z generátoru 17 řídicích pulzů. V dalším výhodném provedení je dvojice osciloskopických sond 16 připojena k digitálnímu osciloskopu 19. Na digitálním osciloskopu 19 je pak možné zobrazit nebo uložit v digitální formě časový průběh napětí záporného katodového napětového pulzu  $U_{C-}$  na duté katodě 14 vztážené k uzemněným stěnám vakuové komory 1 a dále časový průběh uzemněného katodového napětí  $U_{zc}$ , pomocí něhož je možné vypočítat průběh elektrického proudu  $I_c$  dutou katodou 14 podle vztahu

50

55

$$I_c = \frac{U_{zc} - U_{c-}}{R_c} .$$

(I)

5 Na konci elektrody 13 je připojena dutá katoda 14, jejíž vnitřní stěna je rozprašována stejnosměrným pulzním výbojem 11. Výboj v duté katodě 14 se uzavírá v počáteční fázi pracovního pulzu přes elektrodu 21E.

Počáteční fázi se rozumí doba, kdy je na povlakovanou elektricky vodivou trubici 21 přiveden kladný napěťový puls U<sub>+</sub> z bipolárního pulzního zdroje 20. V další pracovní fázi pracovního pulzu je povlakování zajištěno přes vysokofrekvenční plazma 7, které je přítomno v elektrodě 21E.

15 Povlakování elektricky vodivých a/nebo feromagnetických trubíc pomocí nízkoteplotního plazmatu: způsob a zařízení

Na obr. 3 jsou znázorněné časové průběhy proudů a napětí v obvodu duté katody 14 a vodivé povlakované trubice 21. Příklad uskutečnění zařízení podle čtvrtého provedení vynálezu je zobrazen na obr. 4.

20 V příkladu uskutečněném podle druhého provedení vynálezu je využito stabilního plazmatu 11 vytvořeného podle způsobu popsaného v příkladu uskutečnění výše. Elektroda 21E je v tomto příkladu tvořena elektricky vodivou trubicí 21 o vnitřním průměru 9 mm a délce 200 mm. V jiném provedení lze způsob použít i pro feromagnetické trubice.

25 V prvním kroku způsobu generování nízkoteplotního plazmatu 7, resp. 11, se přiloží na dutou katodu 14 vysokofrekvenční kapacitní napětí RF, které je generováno vysokofrekvenčním zdrojem 16. V druhém kroku se na povlakovanou trubici 21 přivádí kladný napěťový pulz U<sub>+</sub> z bipolárního zdroje 20 napětí. Po jisté době T, ale současně v době, kdy je na povlakované trubici 21 stále přítomný kladný napěťový pulz U<sub>+</sub>, se na dutou katodu 14 přivede záporný katodový napěťový pulz U<sub>c-</sub> s pomocí stejnosměrného zdroje 18, který vytvoří nízkoteplotní plazma 11.

S výhodou se na povlakovanou trubici 21 přivede po ukončení kladného napěťového pulzu U<sub>+</sub> dále záporný napěťový pulz U<sub>-</sub>.

35 S další výhodou se povlakovaná trubice 21 chladí s pomocí vodního chlazení 6.

S výhodou se vytvořené plazma 7, resp. 11, stabilizuje pomocí stabilizačního měřicího odpor R<sub>c</sub> a dále přes LC článek tvořený induktorem L<sub>c</sub> a kapacitorem C<sub>c</sub>.

40 S další výhodou se do vnitřní části 101 komory 1 přivádí další pracovní plyn, který se nepřivádí přes dutou katodu 14. Výhoda spočívá v tom, že další pracovní plyn tak nekontaminuje vnitřní povrch duté katody 14 díky proudícímu plynu vnitřním objemem duté katody 14.

45 S další výhodou se dutá katoda 14 chladí.

Příklad zařízení uskutečněného podle čtvrtého provedení vynálezu je zobrazen na obr. 4. Zařízení vhodné pro povlakování vnitřního povrchu dutých elektricky vodivých nebo feromagnetických trubíc 21 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, kdy 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 přes oddělovací kapacitor C<sub>m</sub>, a

paralelně připojena k stejnosměrnému 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 člunek tvořený induktorem  $L_c$  a kapacitorem  $C_c$ , přičemž stejnosměrný pulzní zdroj 18 je řízen z generátoru 17 řídicích pulzů. Na konci elektrody 13 je připojena dutá katoda 14, jejíž vnitřní stěna je rozprašována stejnosměrným pulzním výbojem 11. Výboj v duté katodě 14 se uzavírá v počáteční fázi pracovního pulzu přes povlakovanou elektricky vodivou nebo feromagnetickou trubici 21 tak, že rozprašované částice v plazmatu 11 dopadají na povrch vnitřní stěny povlakované trubice 21. Počáteční fází se rozumí doba, kdy je na povlakovanou elektricky vodivou trubici 21 přiveden kladný napět'ový puls  $U_+$  z bipolárního pulzního zdroje 20. V další pracovní fázi pracovního pulzu je povlakování zajištěno přes vysokofrekvenční plazma 7, které je přítomno v povlakované trubici 21. Dutá katoda 14 je společně s nosnou elektrodou 13 pokryta elektricky nevodivou trubicí 12 z důvodu elektrické izolace duté katody 14 a povlakované vodivé trubice 21.

S výhodou je povlakovaná trubice 21 je v tepelném i elektrickém kontaktu s kovovým trubkovým chlazením 9, výhodněji vodním, pracující jako elektroda, které je přes dielektrické průchodky 5 upevněno k pohyblivému vlnovci 10 vybaveného lineárním pohybem 8. Vlnovec 10 je od stěn uzemněné vakuové komory 1 elektricky izolován.

S další výhodou jsou 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 záporného katodového napět'ového pulzu  $U_c$  na duté katodě 14 vztažené k uzemněným stěnám vakuové komory 1, a dále, pomocí průběhu uzemněného katodového napětí  $U_{zs}$ , je možné vypočítat průběh elektrického proudu  $I_c$  dutou katodou 14 podle vztahu

$$I_c = \frac{U_{zc} - U_{c-}}{R_c} \quad (I)$$

S další výhodou je zdroj 20 bipolárního pulzu propojen s chladičem 9 přes LC filtr tvořený kapacitorem  $C_p$  a induktorem  $L_s$  a dále přes měřicí odpor  $R_p$ , na který jsou připojeny osciloskopické napět'ové sondy 16. Průběh elektrického proudu  $I_s$  na povlakované trubici 21 a lze dostat ze změřeného průběhu substrátového napětí  $U_s$  a uzemněného substrátového napětí  $U_{zs}$  podle vztahu:

$$I_s = \frac{U_{zs} - U_s}{R_s} \quad (II)$$

S další výhodou slouží otvor 4 vakuové komory 1 jako vstup dalšího pracovního plynu.

#### Průmyslová využitelnost

Způsoby a zařízení podle vynálezu je možné využít pro průmyslové povlakování 3D objektů, zejména vnitřních povrchů elektricky vodivých trubic s těžko dostupným vnitřním povlakovaným povrchem. Novým způsobem a zařízením podle vynálezu je možné povlakovat i vnitřní povrchy feromagnetických trubic.

#### **PATENTOVÉ NÁROKY**

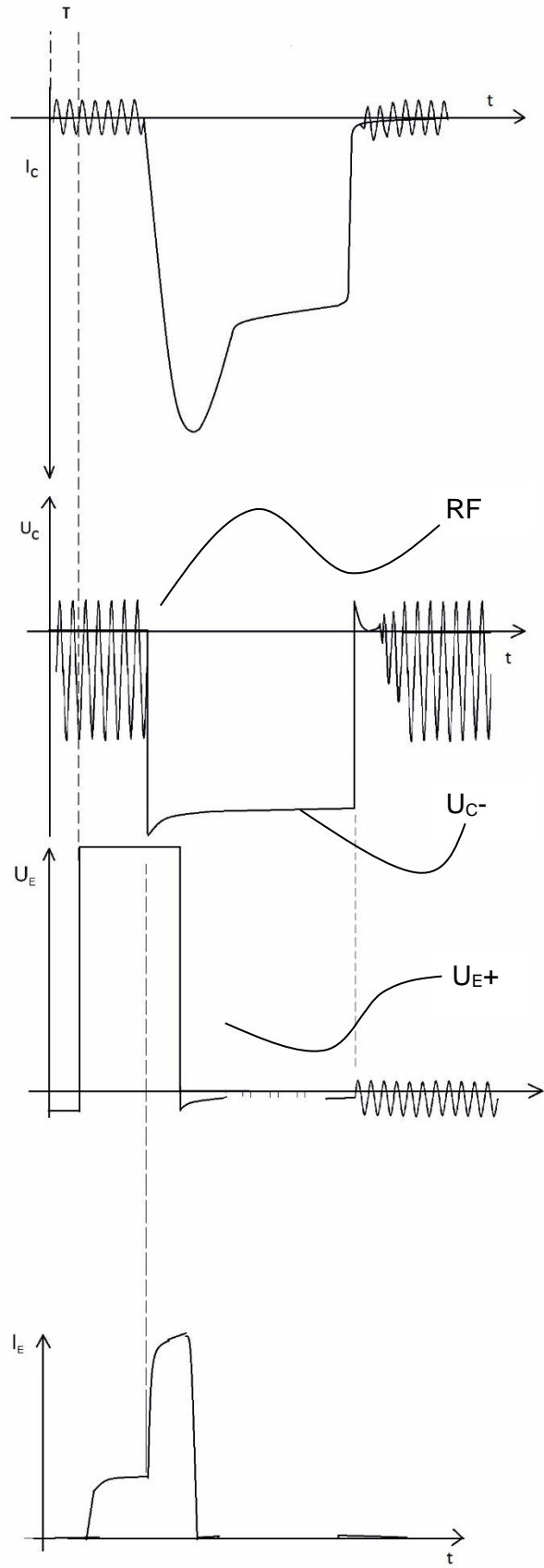
1. Způsob generování nízkoteplotního plazmatu (11) ve vakuové komoře (1) obsahující dutou katodu (14) a elektrodu (21E), přičemž způsob obsahuje krok zapálení pulzního stejnosměrného



- výboje v duté katodě (14) na pozadí vysokofrekvenčního kapacitního výboje, **vyznačující se tím**, že se na elektrodu (21E) přivede kladný elektrodový napěťový pulz ( $U_{E+}$ ) před zapálením řečeného pulzního stejnosměrného výboje, přičemž řečený kladný elektrodový napěťový pulz ( $U_{E+}$ ) se alespoň částečně překrývá se záporným katodovým napěťovým pulzem ( $U_{C-}$ ) na duté katodě (14).
- 5
2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že po ukončení kladného elektrodového napěťového pulzu ( $U_{E+}$ ) se dále na elektrodu (21E) přivede záporný elektrodový napěťový pulz ( $U_{E-}$ ).
- 10
3. Způsob povlakování vnitřního povrchu dutých elektricky vodivých nebo feromagnetických trubic (21) tenkou vrstvou pomocí nízkoteplotního plazmatu (11) generovaného prostřednictvím výboje v duté katodě (14) umístěné na konci elektrody (13), přičemž způsob obsahuje krok zapálení pulzního stejnosměrného výboje v duté katodě (14) na pozadí vysokofrekvenčního kapacitního výboje, **vyznačující se tím**, že se na povlakovanou trubici (21) přivede kladný napěťový pulz ( $U_{+}$ ) před zapálením řečeného pulzního stejnosměrného výboje v duté katodě (14), přičemž řečený kladný napěťový pulz ( $U_{+}$ ) na povlakované trubici se alespoň částečně překrývá se záporným katodovým napěťovým pulzem ( $U_{C-}$ ) na duté katodě (14).
- 15
4. Způsob povlakování podle nároku 3, **vyznačující se tím**, že po ukončení kladného napěťového pulzu ( $U_{+}$ ) se dále na povlakovanou trubici (21) přivede záporný napěťový pulz ( $U_{-}$ ).
- 20
5. Způsob podle nároku 3 nebo 4, **vyznačující se tím**, že se povlakovaná trubice (21) chladí.
- 25
6. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 3 až 5, **vyznačující se tím**, že se vytvořené plazma (11) stabilizuje pomocí stabilizačního měřicího odpor ( $R_c$ ) a dále přes LC článek tvořený induktorem ( $L_c$ ) a kapacitorem ( $C_c$ ).
- 30
7. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 3 až 6, **vyznačující se tím**, že se do komory (1) přivádí další pracovní plyn, který se nepřivádí přes dutou katodu (14).
- 35
8. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 3 až 7, **vyznačující se tím**, že dutá katoda (14) se chladí.
- 40
9. Zařízení pro generování nízkoteplotního plazmatu obsahující stejnosměrný pulzní zdroj (18) paralelně připojený k vysokofrekvenčnímu zdroji (15), elektrodu (21E) a dutou katodu (14) umístěné ve vakuové komoře (1), **vyznačující se tím**, že zařízení dále obsahuje bipolární zdroj (20) synchronizovaný se stejnosměrným pulzním zdrojem (18) pomocí generátoru (17) řídicích pulzů, přičemž elektroda (21E) je připojena k bipolárnímu zdroji (20) a dutá katoda (14) k vysokofrekvenčnímu zdroji (15) a stejnosměrnému pulznímu zdroji (18).
- 45
10. Zařízení pro pulzní povlakování vnitřního povrchu dutých elektricky vodivých nebo feromagnetických trubic (21) tenkou vrstvou pomocí nízkoteplotního plazmatu (11), které obsahuje stejnosměrný pulzní zdroj (18) paralelně připojený k vysokofrekvenčnímu zdroji (15), elektrodu (13) a povlakovanou trubici (21) společně umístěné ve vakuové komoře (1), **vyznačující se tím**, že zařízení dále obsahuje bipolární zdroj (20) synchronizovaný se stejnosměrným pulzním zdrojem (18) pomocí generátoru (17) řídicích pulzů; a tím, že elektroda (13) je na jejím konci opatřena dutou katodou (14), přičemž jsou dutá katoda (14) a povlakovaná trubice (21) elektricky izolovány, výhodně je elektroda (13) pokryta dielektrickou trubicí (12) a přičemž je povlakovaná trubice (21) připojena k bipolárnímu zdroji (20) a dutá katoda (14) k vysokofrekvenčnímu zdroji (15) a stejnosměrnému pulznímu zdroji (18).
- 50

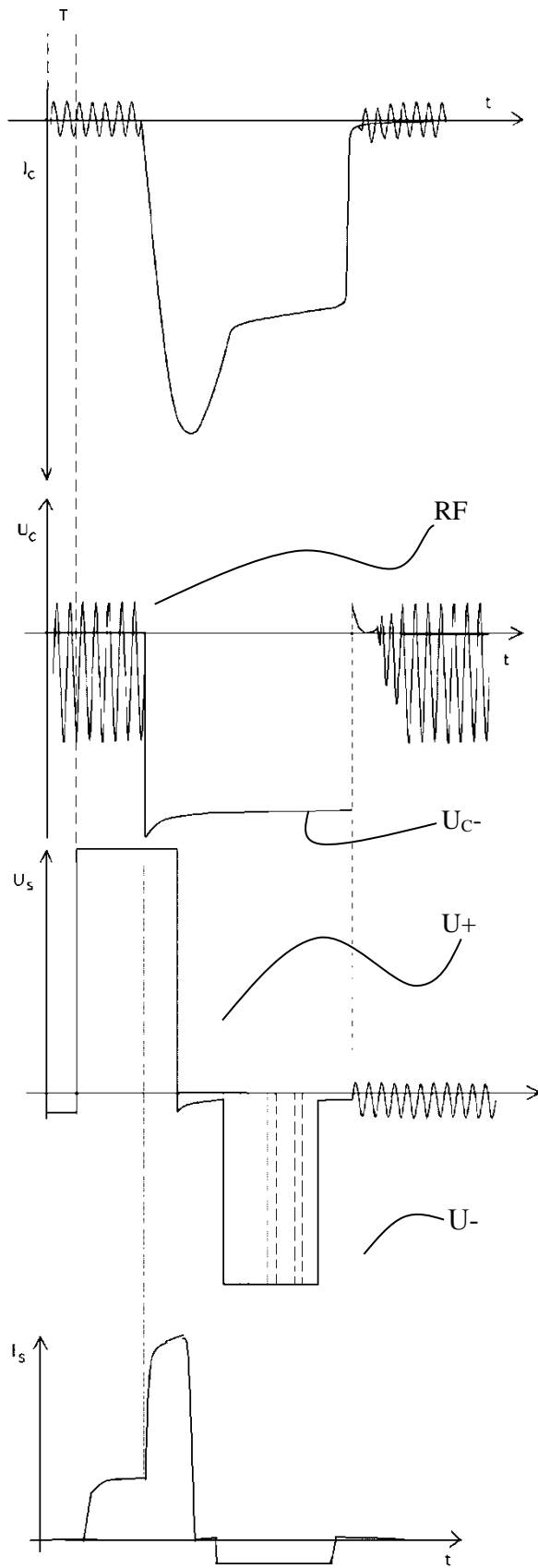
11. Zařízení podle nároku 10, **vyznačující se tím**, že povlakovaná trubice (21) je uchycena k chlazení (6), výhodně vodnímu chlazení.
12. Zařízení podle nároku 11, **vyznačující se tím**, že vodní chlazení (6) je připojeno k vlnovci (10), který je elektricky izolován od stěn vakuové komory (1).
13. Zařízení podle nároků 11 nebo 12, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje jednu nebo více dvojic osciloskopických sond (16) připojených k digitálnímu osciloskopu (19) a elektrodě (13) a/nebo vodnímu chlazení (6).
14. Zařízení podle kteréhokoliv z nároků 10 až 13, **vyznačující se tím**, že elektroda (13) je paralelně připojena k stejnosměrnému pulznímu zdroji (18) přes stabilizační a zároveň měřicí odpor ( $R_c$ ) a dále přes LC článek tvořený induktorem ( $L_c$ ) a kapacitorem ( $C_c$ ).
15. Zařízení podle kteréhokoliv z nároků 11 až 14, **vyznačující se tím**, že vodní chlazení (6) je spojeno přes měřicí odpor ( $R_s$ ), dolnofrekvenční propustí tvořenou indukčností ( $L_s$ ) a kapacitorem ( $C_{sp}$ ) s bipolárním pulzním zdrojem (20).
16. Zařízení podle kteréhokoliv z nároků 10 až 15, **vyznačující se tím**, že vakuová komora dále obsahuje alespoň jeden další otvor (4') pro vstup pracovního plynu.
17. Zařízení podle kteréhokoliv z nároků 10 až 16, **vyznačující se tím**, že elektroda (13) je opatřena vodním chlazením (6).

4 výkresy

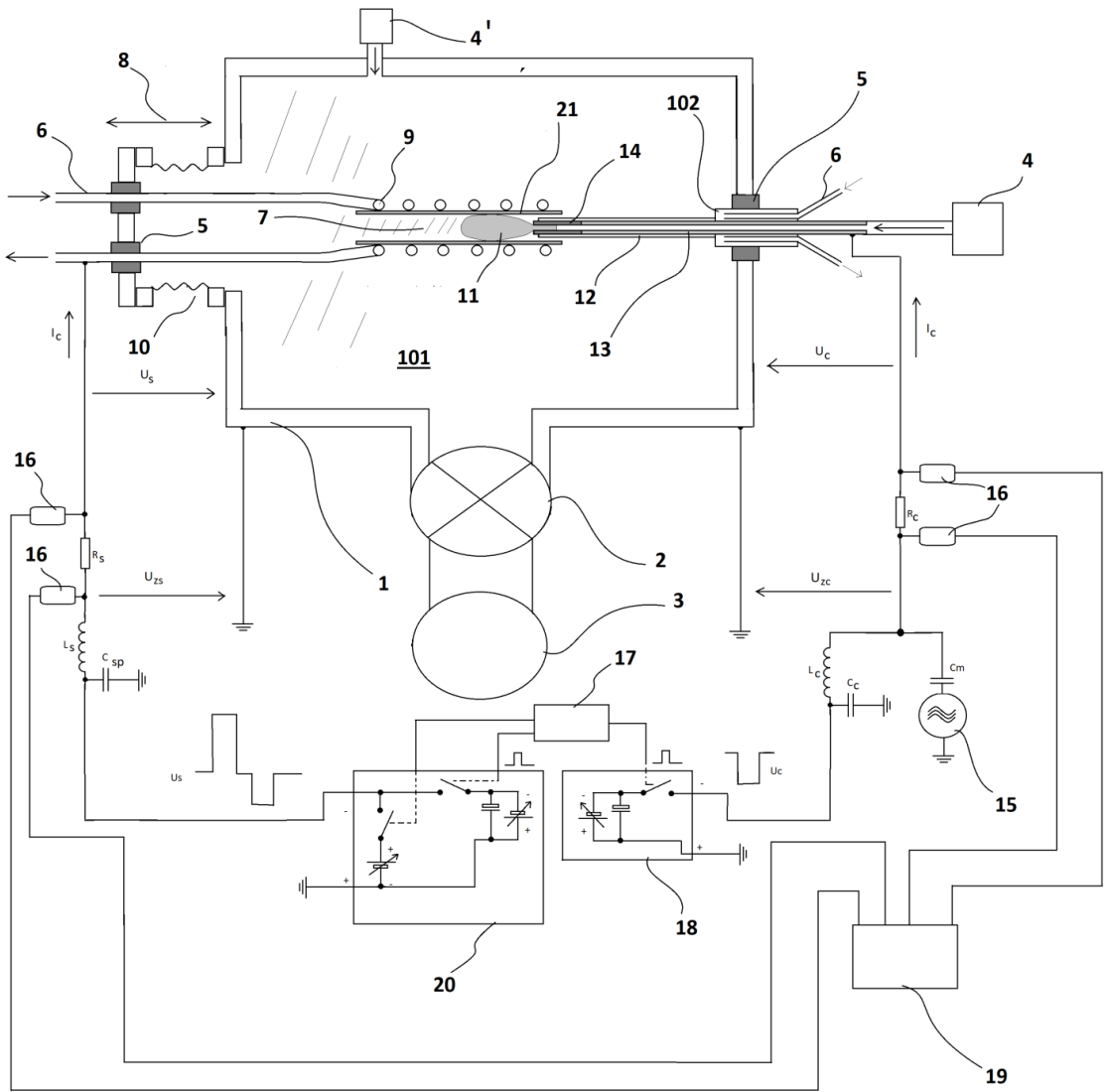


Obr. 1





Obr. 3



Obr. 4