

## Vysokovýkonová pulzní reaktivní magnetronová depozice vrstev oxidů a oxynitridů tantalum a zirkonia

Západočeská univerzita v Plzni

Doručeno: 02.10.2013

ZCU 031936/2013

listy:5 přílohy:

druh:



zcupec6f8ae

Autor disertace : Ing. Jiří Rezek

Oponent : doc. RNDr. Ing. Rudolf Novák, DrSc.

Disertační práce Ing. Jiřího Rezka „Vysokovýkonová pulzní reaktivní magnetronová depozice vrstev oxidů a oxynitridů tantalum a zirkonia“ je zaměřena na tematiku progresivní technologie vysokovýkonového pulzního magnetronového naprašování (HiPIMS). V práci jsou popsány postupy a výsledky řešení těchto úkolů : (1) vývoj optimalizovaného řídicího systému pulzního napouštění reaktivních plynů do výbojové komory, (2) stanovení zákonitostí procesu vytváření densifikovaných stechiometrických vrstev oxidů zirkonia a tantalum metodou HiPIMS, (3) studium vlivu směru napouštění kyslíku při realizaci metody HiPIMS na parametry procesu a vlastnosti vrstev oxidu zirkonia, (4) stanovení teplotní stability ternárního systému Zr-Ta-O a (5) studium depozice vrstev Ta-O-N s laditelným prvkovým složením. Práce má celkem 91 stránek a je rozdělena do šesti kapitol, seznamu použité literatury, seznamu autorových publikací a je uzavřena anotací.

Práce má obvyklé členění. Část seznamující se současným stavem problematiky lze rozdělit na část věnovanou depozičnímu procesu (hlavní problémy spojené s reaktivním magnetronovým naprašováním, metody řízení procesu reaktivní depozice, specifika metody HiPIMS pro reaktivní i nereaktivní naprašování) a část věnovanou oxidovým vrstvám (oxid zirkonia, oxid tantalum, systémy Zr-Ta-O a Ta-O-N, problematika jejich depozice i motivace zaměření práce na tyto typy vrstev). Po stručném vymezení cílů práce následuje kapitola popisující použité depoziční zařízení, řídicí systém, základní parametry depozičního procesu a metody charakterizace plazmatu i analýzu připravených vrstev. Část věnovaná výsledkům práce má čtyři části odpovídající stanoveným cílům. V první části z nich jsou podrobně uvedeny parametry připravených vrstev oxidů zirkonia a tantalum, ve druhé části je podrobně popsán vliv geometrie napouštění reaktivního plynu při depozicích  $ZrO_2$  na průběh charakteristických veličin depozičního procesu a další dvě části popisují výsledky dosažené na systémech Zr-Ta-O a Ta-O-N. Závěrečná část stručně shrnuje výsledky řešení stanovených úkolů práce.

K formální stránce práce mám tyto připomínky:

- zatímco v textu autor důsledně uvádí složené jednotky oddělené tečkou, nečiní tak v obrázcích (Obr. 27 – 31),
- popis k Obr. 25 neodpovídá časové stupnici v grafu ( ..téměř okamžitý nárůst tlaku..)
- pro snadnější orientaci čtenáře a čitelnost popisu bych doporučil některé obrázky prezentovat ve větším měřítku (Obr. 38, 42, 48 a 49).

Disertanta žádám, aby během obhajoby odpověděl na následující dotazy:

- Lze vyloučit, že při spektroskopii iontů dopadajících na substrát (str.40) nezpůsobí nahrazení substrátu sondou podstatné zkreslení výsledku?
- Jak lze vysvětlit podstatně pomalejší pokles napětí na magnetronu při toku reaktivního plynu na target než v případě opačného směru toku (str. 56, Obr. 35) ?

#### Závěry posudku:

- a) Současný vývoj PVD depozičních metod aplikovaných v průmyslových podmínkách je charakterizován úsilím o zvýšení produktivity a reprodukovatelnosti používaných technologií. S tím je spojena potřeba podrobného poznání fyzikálních procesů, rozvoj diagnostiky výbojů a metodiky vyhodnocování povlaků. Metoda HiPIMS patří mezi technologie, kterým je věnována přednostní pozornost. Téma práce lze proto označit jako aktuální a její výsledky jsou jednoznačným přínosem pro obor.
- b) Všechny části práce dokazují, že disertant pracoval neobyčejně pečlivě a s důkladnou znalostí problematiky. Metody použité jak k řízení depozičních procesů tak k analýze a hodnocení připravených vrstev jsou na úrovni současné špičkové metodiky experimentu a technologie. Práce bezesbytku splnila všechny vytčené cíle.
- c) Disertační práce Ing. Rezka přináší původní a významné výsledky. Autor se významnou měrou podílel na optimalizaci řídicího systému, jehož princip je předmětem přihlášky evropského patentu a který je předmětem licenční smlouvy s významnou zahraniční firmou. Práce prokázala možnost přípravy oxidových vrstev, jejichž optické i mechanické parametry se blíží parametrům objemových materiálů. Za velmi přínosný považuji důkaz rozhodujícího vlivu geometrie napouštění reaktivních plynů na průběh a výsledky reaktivních depozičních procesů. Nelze opominout ani výsledky týkající se vysokoteplotního chování oxidových vrstev a laditelného chemického složení oxynitridových vrstev tantalu.
- d) Formální stránka práce má vysokou úroveň. Výše uvedené výtky jsou zcela marginální, výskyt překlepů a chyb je minimální. Práce je napsána čtivým slohem dobrým odborným jazykem.
- e) Konstatuji, že část výsledků práce je obsažena ve dvou článcích publikovaných v impaktovaných časopisech, třetí článek byl podán k publikaci. Výsledky byly prezentovány i na řadě mezinárodních konferencí. Seznam všech publikací autora má 29 položek, z toho je osmkrát uveden jako první autor.

**Na základě uvedených skutečností konstatuji, že disertační práce Ing. Jiřího Rezka „Vysokovýkonová pulzní reaktivní magnetronová depozice vrstev oxidů a oxynitridů tantalu a zirkonia” splňuje všechny požadavky kladené na doktorské disertační práce a prokazuje předpoklady autora k samostatné tvořivé vědecké práci. Práci doporučuji k obhajobě.**

V Praze, dne 30. září 2013

  
Rudolf Novák  
ČVUT v Praze

## Posudek oponenta disertační práce

Název práce: Vysokovýkonová pulzní reaktivní magnetronová depozice vrstev oxidů a oxynitridů tantalu a zirkonia

Autor: Ing. Jiří Rezek

Disertační práce je věnována tématu nanejvýš aktuálnímu – vysokovýkonovému pulznímu magnetronovému naprašování (HiPIMS) pro moderní přípravu tenkých vrstev se zajímavými parametry a vlastnostmi. Práce má standardní členění. Úvodní rešeršní část je věnována problematice reaktivní magnetronové depozice a vysokovýkonovému pulznímu magnetronovému naprašování. Pozornost je věnována také možným způsobům řízení procesu reaktivní magnetronové depozice a samotným deponovaným materiálům na bázi oxidů a oxynitridů tantalu a zirkonia.

Následuje kapitola, v níž jsou pregnantně vymezeny cíle práce. V následující kapitole autor pečlivě, avšak s ohledem na podanou mezinárodní patentovou přihlášku, popisuje použité depoziční zařízení včetně řídicího systému a zvolené metody přípravy vrstev včetně metod jejich charakterizace.


V poslední části práce jsou popsány a zdokumentovány získané výsledky. S použitím vysoce výkonné pulzní magnetronové depozice byly připraveny vrstvy  $ZrO_2$ ,  $Ta_2O_5$ , vrstvy ternárního systému Zr-Ta-O a vrstvy oxinitridů tantalu. U všech vrstev byla prováděna analýza jejich složení, struktury a mechanických, optických příp. dalších vlastností. Byl studován vliv geometrie napouštění reaktivního plynu a byla nalezena optimální konfigurace s ohledem na možnost dosažení vysoké depoziční rychlosti.

Celá práce je zpracována přehledně a pečlivě a přináší řadu špičkových výsledků, které vyústily ve zmíněný mezinárodní patent na řídicí systém depoziční aparatury, řadu vystoupení (včetně 4 zvaných přednášek) na mezinárodních konferencích i publikace v impaktovaných časopisech. Cíle práce se autorovi podařilo beze zbytku naplnit. Podařilo se zvládnout metodiku přípravy stechiometrických vrstev při vysokých, dosud nedosažených depozičních rychlostech, podařilo se připravit ternární vrstvy Zr-Ta-O, jejichž teplotní stabilita přesahuje  $1000^\circ C$  a vrstvy si dokáží přitom udržet i vysokou tvrdost. U vrstev Ta-O-N se podařilo zřejmě poprvé na světě dosáhnout libovolného předem zvoleného prvkového složení. Poměr mezi dusíkem a kyslíkem ve vrstvě lze měnit velmi spojitě.

V práci jsem našel některé drobné nepřesnosti, které však nijak nesnižují význam předložené práce. Např. popis v textu vztahující se k obr.1 nekoresponduje s obrázkem a první obrázek nepatří magnetronu, jak je uvedeno, podobně text neodpovídá u obr. 6, obr. 38 na str. 59 se jeví méně přehledný, v seznamu literatury je neúplná citace knihy [12]. Na autora bych měl jednu otázku: na str. 17 je uvedeno k obr. 14, že ve fázi  $t_2$  se rychlost nárůstu koncentrace metastabilních atomů argonu zpomalí, ale na obrázku je zřetelný pokles. Může to autor vysvětlit?

Disertační práce přináší originální výsledky na světové úrovni, její přínos pro další rozvoj tohoto oboru je nesporný. Autor v práci prokázal svou vysokou vědeckou erudici, práce zcela splňuje požadavky kladené na disertační práci. Z těchto důvodů doporučuji předloženou práci k obhajobě.

V Ústí nad Labem 6. 11. 2013

  
Prof. RNDr. Stanislav Novák, CSc.  
Přírodovědecká fakulta UJEP