

OPONENTSKÝ POSUDEK DOKTORSKÉ DISERTACE

Autor : Ing. Tomáš Džugan – FEL, Západočeská univerzita v Plzni.
Název : Senzory par a plynů na bázi ftalocyaninů.
Oponent : Prof. Ing. Lubomír Hudec, DrSc – emeritní profesor VŠCHT v Praze.
Obor : Elektronika

Hlavní motiv této práce souvisí s rozvojem senzorů na bázi organických materiálů. Konkrétně pak jde o využití ftalocyaninu pro citlivou vrstvu vlhkostního senzoru. **Téma je aktuální.**

Cíle vycházejí ze specifikace na str.8 a jsou celkem tři. Z nich první do cílů nepatří, jde o nalezení vhodných organických materiálů pro elektronické aplikace a tak, jak je formulován, nepřináší nic nového. To musíte na začátku výzkumu vždy udělat. Druhý se týká experimentálního ověření vlastností vybraných materiálů. Je to náročná inženýrská práce, ale přínos jen tehdy, pokud použijete novou měřicí nebo vyhodnocovací metodu. Třetí cíl – návrh a realizace senzoru je disertabilní, pokud jde o originální typ součástky. V tom též vidím smysl této disertace..

Použitá metodika řešení je založena na postupu, který odpovídá cílům a charakteru oboru.

Formálně jde o text zpracovaný velmi dobrou češtinou, téměř bez překlepů a prohřešků proti pravopisu s očekávanou grafickou úpravou a dobrým zpracováním. Práce obsahuje 109 stran textu a 6 stran příloh a působí dost nevyváženě. Autor chtěl zřejmě uplatnit všechny poznatky, k nimž při studiu dospěl. Rešeršní část, představující současný stav problematiky (do str. 62) využívá celkem 83 položek seznamu použité literatury (str. 99 až 106). Radím sem i kap.5, která má ještě charakter přehledu a do experimentální části nepatří. Celkový dojem z kap.1 až 5 je, že jde o soubor doslova přejatých textů, propojených vlastními úvahami a dodatky, v nichž je však řada nepřesností, např.:

1. Seznam zkratk je neúplný.
2. Str.11, Tab.1 – chybné označení sloučenin. Fosgen je COCl_2 , ten jod je zřejmě překlep, oxid dusný je N_2O .
3. Str.15 dole - Monomer a vazba atomů pomocí chemických vazeb. – Každá sloučenina se skládá z atomů, které jsou k sobě vázány pomocí chemických vazeb.
4. Str.16 nahoře - ...Oligomer se ještě chová jako jednotlivé monomerní sloučeniny? Tomu nerozumím, jak je to správně – najděte si definici oligomeru.
5. Str.21 dole - Tím vznikne záporně nabitý anion. Pleonasmus, každý anion je záporně nabitý.
6. Str.33 dole – Atomy anorg. látek jsou na rozdíl od org. vázány iontovými nebo kovalentními vazbami... Kovalentní vazby jsou přece i v organických látkách (C – C).
7. Str. 55 dole – Prvním krokem je rozpuštění PCs ve vhodném rozpouštědle. Ale PCs jsou nerozpustné!
8. Str.72, Tab.8 – Použití různých jednotek odporu ve sloupcích 2 a 3 je matoucí. - V posledním by bylo lépe použít pro srovnání stejnou koncentraci analytů (kromě vody).
9. Str.49 a 88 – dole. Má být ... chybná povrchová centra ... a na str. 88 ... hodnoty impedance se zvětšily o jeden řád.

Věcně : Stěžejní díl disertace představují kapitoly 6 až 10. Kap..6 se týká elektrických parametrů čidla, kap.7 reakce aktivní vrstvy na relativní vlhkost, vliv par a plynů, kap.8 stability a stabilizace aktivní vrstvy, kap.9 reprodukovatelnosti jejích parametrů a kap 10 reprodukovatelnosti, optimalizací a výsledkům. Uchazeč dosáhl celkem příznivých výsledků s aktivní vrstvou niklového tetrasulfonovaného ftalocyaninu pro tři verze výsledného realizovaného senzoru pro průmyslové využití.

Výsledky zahrnují spektrum náročné inženýrské a výzkumné práce z různých oblastí elektroniky a měřicí techniky a **jsou přínosné pro obor a společenskou praxi** (kap..9,10 a Závěr, str. 91 až 98) a

nadto podpořeny třemi prototypy a funkčními vzory z let 2009 až 2011. Jedná se o aplikovaný výzkum. Výsledky disertace jsou rovněž dovedeny do stadia funkčního vzoru.

Problémem je nalézt vědecký přínos disertace. Uchazeč nerozvádí žádné úvahy o původnosti, které by vzešly např. z rozboru publikací jiných autorů, ze zkušeností odborníků dalších akademických pracovišť a z významné výrobní produkce špičkových výrobců součástek. Jen tak by mohl doložit originalitu svých závěrů.

K publikační činnosti : Příspěvky (21 položek) se objevují na odborných konferencích v tuzemsku i v zahraničí. Dva příspěvky byly uveřejněny v časopisu Jemná mechanika a optika. Jde o kvalitní prezentace, chybí mi alespoň jedna v renomovaném časopisu, kde by byla podrobena široké profesní kritice. K podílu na zmíněných prototypch a společných člancích se nejlépe může vyjádřit školitel (nejde o procenta, ale o věcný přínos).

Dotazy a připomínky k věcné stránce :

1. Co Vy sám považujete za originální vědecký přínos a proč.
2. Prosím o vyjádření školitele k podílu na funkčních vzorech a společných publikacích.
3. Str.64, Obr. 40 – Proč se elektrické chování citlivé vrstvy předem redukuje pouze na odpor R. Je to obecně přijatelný předpoklad? Obr. 45 a 46 to demonstrují jen pro NiPcS₄.
4. Str.65 – Jaký je důvod výskytu indukčnosti L_x v rovnici 6.3.
5. Str.65 dole až 66 – Pokud se elektrické chování sensorové struktury modeluje paralelním článkem RC, pak přece neplatí, že imaginární složka impedance závisí pouze na C.
6. Str.71 nahoře - Co jsou to „vzdušné páry.“
7. Str. 71 uprostřed – Při RH = 10 % jde o suchý vzduch?
8. Okomentujte podrobněji vlastnosti a parametry vašich zhotovených sensorů.
9. Jaké jsou nebo budou cenové relace zhotovených sensorů.
10. Škoda, že autor nepoužil i jinou metodu pro charakterizaci sensorů než impedance versus RH. Nabízí se třeba měření VA charakteristik struktur pro ověření ohmického charakteru kontaktů, či měření pohyblivosti a koncentrace nosičů náboje.

Z Á V Ě R :

Uvedené připomínky slouží ke zkvalitnění textu disertace. Jde o práci s praktickými výsledky. Vědecký přínos je třeba vyjasnit při obhajobě. Ing. Tomáš Džugan vcelku splnil cíle své práce, má potřebné znalosti svého i příbuzných oborů a je schopen samostatně pracovat na výzkumných projektech. Prohlašuji, že jeho práce splňuje s uvedenou výhradou požadavky zákona č. 111/98 Sb., §47, odst.4 o vysokých školách i čl. 52 odst. 8 Studijního a zkušebního řádu

Doporučuji práci k obhajobě.

V Praze dne 4. května 2012.



Posudek disertační práce

Předkladatel disertační práce: Ing. Tomáš Džugan

Název disertační práce:

Senzory par a plynů na bázi ftalocyaninů

Studijní obor: Elektronika

Školitel: doc. Ing. Aleš Hamáček, Ph.D.

Oponent: prof. RNDr. Stanislav Nešpůrek, DrSc.

Předložená disertační práce sestává z 115 stran textu. Zabývá se velice aktuální problematikou z oblasti senzorů, konkrétně vlhkostních senzorů založených na organických materiálech. Cílem práce bylo experimentálně ověřit vliv vlhkosti vzduchu, příp. jiných analytů, na elektrickou vodivost vybraných organických polovodičů, navrhnout a realizovat senzorový element a ověřit jeho dlouhodobou stabilitu. V úvodní části práce (6 stran) jsou shrnuty základní pojmy používané v senzorové technice a definovány parametry senzorů. V druhé části práce, která má 22 stran, jsou uvedeny některé nízkomolekulární a polymerní organické polovodiče, které by mohly být využity v senzorové technice. Jsou také diskutovány principy elektrické vodivosti. Tato část práce je zpracována sice stručně, ale systematicky. Musíme ocenit autorovu snahu vytvořit pro specialisty pracující v oblasti elektroniky a elektrotechniky přehled nových molekulárních polovodičů, které bude možné v budoucnosti využívat pro elektronické aplikace. Poznamenejme, že tato tématica je na Fakultě elektrotechnické v Plzni nová a Ing. Džugan musel vynaložit velké úsilí ke zvládnutí jak chemického názvosloví tak fyzikálně-chemické terminologie z oblasti transportu nosičů náboje v polymerech. Nelze se tedy divit, že v této části práce najdeme některé nepřesnosti, které ovšem nijak neolivňují přehlednost a logickou návaznost textu. Nebudu se k nim tedy vyjadřovat. Kapitola 4 se zabývá rozбором parametrů a vlastností senzorových substrátů, topologií elektrodových struktur a technologií jejich výroby. Dále jsou zmíněny některé fyzikální vlastnosti anorganických a organických látek. Na základě této studie je v kapitole 5 zdůvodněn výběr materiálů pro vlhkostní sensory studované v disertační práci. Jako substrát byla vhodně vybrána jemnozrnná keremika, typ použitých zlatých elektrod byl hřebenový. Jako metoda přípravy tenkých senzorových vrstev bylo vybráno rotační lití z roztoku. K experimentálním metodám zvoleným pro řešení cílů práce nemám podstatné připomínky.

Výsledky experimentální práce autora jsou shrnuty v částech C a D. Je trochu na škodu, že výsledky jsou presentovány a diskutovány stručně, zejména výsledky uvedené v příloze ve formě grafů. Je sice pravda, že grafy získané na základě experimentálních studií jsou na první pohled podobné, nicméně se často liší v podstatných detailech. Bylo by tedy dobré, kdyby v diskuzi Ing. Džugan shrnul senzorové vlastnosti jednotlivých studovaných materiálů. Z rozborů těchto výsledků totiž vyplynul výběr finálního materiálu, sodné soli sulfonovaného Ni-ftalocyaninu. Nehledě na stručnost textu, práce představuje velký přínos k problematice konstrukce vlhkostních senzorů založených na organické bázi, od výběru nových materiálů až po konstrukci detekčního elementu, což je dokumentováno v kapitole 10. Je ovšem možné, že stručnost textu je záměrná vzhledem k možnostem patentování získaných poznatků. V každém případě je možné některé detaily výsledků nalézt v 7 publikacích předkladatele, které jsou uvedeny na str. 107. V této souvislosti bych rád zmínil také řadu jiných aktivit Ing. Džugana, které jsou shrnuty ve sbornících konferencí, viz. str. 108 a 109. Na práci oceňuji skutečnost, že se Ing. Džugan snažil komplexně postihnout studovanou problematiku. Důkazem toho jsou měření provedená na celé

řadě různých typů materiálů. Získané výsledky prokazují, že cíle stanovené v disertační práci byly splněny.

Disertační práce je sepsána jasným a přehledným způsobem. Odborná úroveň práce je velmi dobrá, téma je aktuální a z inženýrského hlediska zajímavé. I když jde o problematiku novou a z hlediska materiálů perspektivní v oblasti molekulární elektroniky, zhostil se Ing. Džugan tématu tak, že práci bude možné použít jako vstupní studijní materiál pro mladší kolegy. Jeho orientace v řešené problematice je velice dobrá. Analýza a interpretace dosažených výsledků a formulace závěrů disertace jsou provedeny bez zjevných chyb. Logická struktura práce a její formální zpracování jsou na velmi dobré úrovni. Vzhledem k tomu, že disertační práce byla vypracována na pracovišti technického typu, předpokládá se určitá využitelnost výsledků v praxi. V tomto směru předčila práce očekávání – výsledky umožnily zkonstruovat plně funkční prototyp sensorového elementu nejen z hlediska výběru vhodných materiálů, ale podařilo se také zkonstruovat měřící jednotku v rozměrové limitě sensorových detektorů, což je poměrně nesnadný úkol.

K práci mám několik následujících dotazů a připomínek, které ovšem nikterak nesnižují její celkovou úroveň:

1. Shrňte sensorové vlastnosti studovaných substituovaných ftalocyaninů a diskutujte jejich vlastnosti zejména v oblasti nízkých a vysokých relativních vlhkostí.
2. Na několika místech práce se hovoří o tloušťce vrstvy. Jakou metodou byla tloušťka měřena?
3. Na str. 64 se uvádí měření impedance sensorového elementu pomocí čtyřvodičové metody. Na str. 65 je konstatováno, že pro měření byl využit střídavý můstek Motech MT 4090 LCR Meter. Můžete upřesnit způsob měření?
4. Obr. 42 uvádí zajímavou skutečnost migrace ftalocyaninu ve stejnosměrném elektrickém poli. Při jaké relativní vlhkosti bylo měření provedeno? Co může být příčinou tohoto chování?
5. Z obr. 43 vyplývá, že průběh diferenciální citlivosti senzoru při nízkých a vysokých relativních vlhkostech závisí na frekvenci detekce. Nedalo by se měření realizovat pomocí střídavého modulovaného napětí?
6. Jaký typ stabilizace aktivní vrstvy považujete za efektivnější? Stabilizaci pomocí organické matrice nebo stabilizaci pomocí krycí vrstvy? Jaké jsou výhody a nevýhody obou přístupů?

Závěr:

Předložená práce rozsahem i obsahem splňuje všechny požadavky kladené na doktorskou disertaci a doporučuji ji k obhajobě (dle zákona č. 111/1998 Sb. § 47). Po úspěšné obhajobě doporučuji udělit Ing. Tomáši Džuganovi titul Ph.D.

V Praze, dne 14. května 2012.



Prof. RNDr. Stanislav Nešpůrek, DrSc.
oponent

Posudek oponenta disertační práce
Název: Senzory par a plynů na bázi ftalocyaninů
Autor: Ing. Tomáš Džugan

Práce obsahuje 110 textových stran, 6 stran příloh, 73 obrázky, 9 tabulek. Seznam literatury má 83 položky, seznam všech publikací autora má 24 položek, k tématu práce se jich vztahuje 11.

V době, kdy se termíny jako "tištěná elektronika" a " chytré textilie" stále častěji objevují v novinářských článcích pojednávajících o perspektivách elektrotechniky, je téma předložené disertační práce výrazem dlouhodobě sledovaných trendů v elektronice na mateřské katedře disertanta. Několikaleté výzkumné a aplikační práce v oblasti chytrých textilií, kde dostupnost materiálů a technologicky nových senzorů jeví jako významný stavební kámen. Využití polymerních materiálů a tiskových technologií řeší požadavky na levné, ale kvalitní součástky. Předložená disertační práce jeden ze stavebních kamenů úspěšně nalézá a opracovává do tvaru použitelného v elektronickém systému chytrých textilií. Je tedy pro obor jednoznačným přínosem.

Disertační práce úzce navazuje na autorovu písemnou práci ke státní doktorské zkoušce. Charakter problémů si vyžádal rozšíření znalostí disertanta v oblasti vodivých organických materiálů. Měl tak dostatek podkladů k naplnění prvního ze stanovených cílů. Z palety možných materiálů vybral modifikované ftalocyaniny. Experimentálně potvrdil správnost výběru materiálu aktivní vrstvy budoucího senzoru vlhkosti. Naplnil tak druhý ze stanovených cílů. S ohledem na očekávané použití a předpokládanou výrobní technologii navrhl a realizoval vlhkostní čidlo a ověřil jeho funkčnost. Tím splnil i třetí stanovený cíl.

Disertant při experimentech a později při návrhu a realizaci vlhkostního senzoru vycházel z dostupné materiálůvé a technologické základny pracoviště. Pro jednorázové aplikace se zdá být keramická podložka se zlatými interdigitálními elektrodami ovrstvená jednotlivě odstředivým litím nákladná. Škoda, že nebyly ani naznačeny a diskutovány možnosti užití jiných podložek a technologií vytváření aktivních resp. ochranných vrstev, snad levnějších. Pozitivně je třeba hodnotit užití sekvence zrychleného namáhání zkoušených vzorků při zjišťování stability.

Za nový, disertabilní, přínos považuji výběr materiálu aktivní vrstvy senzoru – niklového ftalocyaninu, jeho experimentální potvrzení a využití v konstrukci vlhkostního senzoru.

Práce je systematicky sestavená, přehledná, po grafické stránce zdařilá. Vyskytují se ale prohřešky jazykové, stylistické i formální. Nesnižují sice celkovou úroveň práce, ale znesnadňují v detailech pochopení autorových myšlenek. Některé dále uvádím (pokud je text formulován jako otázka prosím při obhajobě o vysvětlení):

Str. 5 – V seznamu chybí vysvětlení značky Pc, která je v textu velmi často užívána v označování různých druhů ftalocyaninů.

Str. 23 – Již několik desítek let má měrná elektrická vodivost jediný správný název, kterým je *konduktivita*.

Str. 23 – Iniciálové zkratky (tj. zkratky z počátečních písmen víceslovných názvů psané velkými písmeny) se píšou jako značky a jsou v psané podobě v 1.p.j.č.(nesklonné). Např. PP a ne PPy.

Str. 27 – PPP má "vysoký izolační potenciál" . Co těmito slovy bylo míněno?

Str. 40 – Zápis hodnoty rezistivity ve tvaru 10^{7-8} ve výsledku znamená 10^{-1} , což autor patrně říci nechtěl. Interval je nutné zapsat jinak, i když ne tak úsporně.

Str. 59, 6.ř. zdola – Jak vysvětlíte tvrzení o různých závislostech hodnoty výstupní práce určitého materiálu a nastavení měřicího zařízení?

Str. 60 2. odst. – Z textu ani odkazovaného obrázku není zřejmý vyslovený požadavek na homogenitu a souměrnost. Co, jak a proč má být souměrné?

Str. 64 – Co je míněno redundantní tloušťkou vrstvy a jak by se její uvažování projevilo v náhradním obvodu sensorového elementu?

Str. 65 – Co je účelem přechodu z původně paralelní RC kombinace na ekvivalentní sériové složky?

Publikační aktivita disertanta je více než dobrá. V práci uvedený přehled svědčí o dlouhodobém zájmu o materiály a technologické procesy v elektronice. Je autorem či spoluautorem celkem 11 položek blízkých tématu práce. Většinou jde o referáty na mezinárodních konferencích.

Disertační práce pana Ing. Tomáše Džugana na téma Senzory par a plynů na bázi ftalocyaninů splňuje podmínky dle zákona č. 111/1998 Sb., § 47 a **doporučuji** ji k obhajobě.

V Praze dne 16. června 2012



doc. Ing. Jan Urbánek, CSc.