

Oponentský posudek doktorské disertační práce

Magnetron sputtering of films with enhanced mechanical and tribological properties

Autor: Ing. Daniel Javdošňák

Školící pracoviště: Katedra fyziky Fakulty aplikovaných věd Západočeské univerzity v Plzni

Školitel: prof. Ing. Jindřich Musil, DrSc.

Oponent: RNDr. Zdeněk Weiss, CSc.

Tato disertační práce se zabývá pěti různými tenkovrstvými systémy: vrstvami Al-Si, Al-Si-N, β -(Ti, W), W a WN_x , jejich přípravou magnetronovým naprašováním a zjišťováním fyzikálních vlastností a chemického složení připravených vrstev. V kontextu současné fyziky a jejích aplikací je toto téma aktuální, zajímavé a důležité. Pro každý jednotlivý typ zkoumaných vrstev je v kapitole II stanoven konkrétní cíl, ke kterému práce směřovala. Úvodní kapitola (kap. I) obsahuje shrnutí současných znalostí o zkoumaných vrstvách (§ I.-1.) a vyčerpávající přehled relevantní literatury (§§ I.-2. to I.-7). V kapitole III je uveden popis experimentální aparatury pro přípravu vrstev a podmínky při depozici (§ III.-1). Rovněž jsou zde popsány všechny metody použité pro měření a analýzy připravených vrstev (§ III.-2). Kapitola IV obsahuje dosažené výsledky, dosažené vlastnosti vrstev, jevy pozorované při jejich depozici a podrobnou diskusi těchto procesů včetně souvislostí s výslednými parametry připravených vrstev. Všechny popsané práce byly provedeny ve spolupráci s ostatními členy katedry a na stránce 31 této disertace jsou podrobně rozepsány jednotlivé činnosti, které provedl sám autor.

Poznámky a otázky ke kapitolám III a IV:

Prvkové složení vrstev, str. 29, § 2.3: Tento odstavec se mi zdá poněkud stručný, zmíněné téma by si zasloužilo krátký komentář k použité metodice, zejména pokud jde o interpretaci naměřených spekter. Autor zde uvádí odhady experimentálních chyb, ale není jasné, jaké chyby má na mysli (náhodné/systematické, absolutní/relativní apod.) a jak se dospělo ke zmíněným odhadům těchto chyb.

Vrstvy Al-Si, str. 33: Zde se uvádí, že vrstvy obsahují až 4 % (at.) kyslíku, a na základě termodynamické úvahy se dovozuje, že by ve vrstvě mohlo docházet ke vzniku oxidu Al_2O_3 . Existuje k tomu ještě nějaká jiná indikace, než jsou výsledky analýz EDX/WDX? Pokud ne, jaký je asi detekční limit při analýze kyslíku v těchto vrstvách? Mohl by autor v tomto smyslu okomentovat také analýzu kyslíku ve vrstvách WN_x (str. 70, Tabulka 1)?

Vrstvy Al-Si-N, str. 46: Obsah dusíku ve vrstvách je dostatečně vysoký na to, aby byla možná jeho spolehlivá analýza. Jak se interpretují pozorovaná spektra WDX? Jde o relativní analýzu opřenu o kalibraci pomocí referenčních vzorků nitridů se známou stechiometrií? Nebo jde o nějaký algoritmus založený na simulaci spekter na základě fundamentálních zákonitostí vzniku rtg. záření?

Vrstvy β -(Ti,W), str. 64 a dále: Docházelo při žhání vrstev (Ti,W) při 600°C k difúzi mezi vrstvou a křemíkovou podložkou resp. k tvorbě silicidů titanu nebo wolframu na rozhraní? Existuje nějaký odhad, při jakých teplotách začíná k takovým jevům docházet?

Vrstvy WN_x , tabulka 1, str. 70: Zdá se, že existuje (negativní) korelace mezi veličinou $x=[N]/[W]$ a koncentrací kyslíku v těchto vrstvách (s vyloučením vrstev čistého wolframu). Je to pouze náhodná koincidence nebo jde o indikaci nějakého skutečného procesu probíhajícího při depozici?

Odolnost vrstev WN_x vůči oxidaci: Tato část disertace mě zvláště zaujala. Pokud by bylo cílem popsat důkladně kinetiku oxidace WN_x (což nebylo), vhodným nástrojem by byla analýza hloubkových profilů kyslíku, dusíku a wolframu v sérii vzorků vrstev podrobených různým podmínkám žhání. Tím by se dalo objasnit např. zda, resp. do jaké míry se mění poměr W/N když na povrchu nitridu roste vrstva oxidu WO_3 , a také co se děje s kyslíkem původně přítomným ve vrstvách.

Formální záležitosti: Způsob prezentace použitý v této disertaci splňuje vysoké nároky kladené na moderní vědeckou práci, text je jasný, úvahy a závěry jsou dostatečně podloženy experimentálními daty, která jsou prezentována ve formě grafů, schémat a tabulek. Struktura disertace, sestávající z obecné úvodní části (kapitoly I-III) a sekcí shrnujících výsledky, zvláště pro každý typ zkoumaných vrstev, dobře odráží její obsah. Práce je psána anglicky a jazykově je na dobré úrovni, naprosto vyhovující danému účelu. Všiml jsem si některých drobných jazykových prohrěšků a překlepů, které ovšem nezhoršují srozumitelnost textu. Např. v první větě předmluvy: "The work ... has been carried out ...". Nebo věta na stránce s poděkováním, 7. řádka zdola: "I am very thankful to all stuff ..." (záměna stuff-staff). Překlep na str. 26, 4. řádka zdola: Al-Si-N, atd.

V číslování jednotlivých kapitol chybí nejvyšší úroveň, což není úplně obvyklé.

Je pozoruhodné, jak širokým rozsahem materiálů (vrstev), jejich vlastností a metod jejich charakterizace se tato disertace zabývá. Je jasně patrné, že autor osvědčil svoji schopnost pracovat v dobře sešlém týmu a odvést přitom práci, která vedla k důležitým původním výsledkům. Jeho vlastní příspěvek byl přitom podstatný. To je patrné i z toho, že je spoluautorem tří článků popisujících výsledky této disertace, publikovaných v impaktovaných mezinárodních vědeckých časopisech, přičemž u jednoho z těchto článků vystupuje jako první autor. Kromě toho prezentoval své výsledky ve třech přednáškách a na šesti posterech na mezinárodních konferencích věnovaných dané problematice.

Celkově hodnotím tuto disertaci jako vynikající a doporučuji ji k obhajobě.

Zdeněk Weiss

3. prosince 2019

Magnetron sputtering of films with enhanced mechanical and tribological properties

Autor disertace : Ing. **Daniel Javdošňák**

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

Západočeská univerzita v Plzni

Doručeno: 29.11.2019

ZCU 028151/2019

listy: 4

pdflohy:

druh:



zcupes12292e3

Disertační práce Mgr. Daniela Javdošňáka „Magnetron sputtering of films with enhanced mechanical and tribological properties“ řeší problematiku ochranných a otěruvzdorných tenkých vrstev na bázi Al-Si, dále W, TiW a WN_x . V práci jsou popsány postupy a výsledky řešení těchto úkolů : (1) vliv obsahu Si na vybrané mechanické vlastnosti slitinových vrstev Al-Si, (2) vliv mikrostruktury keramických tenkých vrstev Al-Si-N na jejich odolnost proti otěru, (3) vliv depozičních parametrů naprašovaných tenkých vrstev W na jejich tvrdost, (4) vliv depozičních parametrů tenkých vrstev β -Ti(W) na jejich teplotní stabilitu a (5) vliv depozičních parametrů tenkých vrstev WN_x na jejich tribologické vlastnosti a odolnost proti oxidaci. Práce má celkem 101 stránek a je rozdělena do pěti kapitol, appendixu, seznamu použité literatury, seznamu autorových publikací a je uzavřena abstrakty. Jde o čistě experimentální práci obsahující velký počet údajů a dat o ochranných a otěruvzdorných vrstvách včetně vysokého počtu citací (233 položek) zahrnujících relevantní publikované práce za více jak dvacet let.

Kapitola I je rozdělena na dvě části: v první je objasněna motivace práce a dále definuje hlavní parametry charakterizující mechanické vlastnosti vrstev a vztahy mezi nimi. Ve druhé části jsou přehledně uvedeny zásady pro návrhy ochranných vrstev na bázi Al-Si, dále W, Ti-W a WN_x spolu s určením konkrétních cílů experimentů s těmito vrstvami. V kapitole lze nalézt velké množství převzatých experimentálních dat včetně uvedení jejich zdrojů.

V kapitole II jsou konkrétně a jasně určeny cíle práce.

Kapitola III je také rozdělena na dvě části, z nichž první je věnována podrobnému popisu depozičních zařízení, přípravě substrátů a výčtu depozičních parametrů při naprašování jednotlivých typů vrstev. Druhá část se zabývá experimentálními metodami měření vybraných parametrů deponovaných vrstev.

Těžištěm práce je Kapitola IV. V úvodu autor popisuje vlastní podíl na depozici vrstev a podíl na interpretaci některých výsledků měření. Následuje pět částí, ve kterých jsou souhrnně popsány depoziční parametry a především chemické, strukturální a mechanické vlastnosti naměřené u jednotlivých výše uvedených typů vrstev. Kapitola je charakteristická přesným popisem experimentů, velkým množstvím naměřených dat, snahou o jejich interpretaci a stručným shrnutím dosažených výsledků.

Výsledky práce jsou shrnuty v Kapitole V.

V práci jsem nenalezl žádnou věcnou chybu. Hodnotu této bezesporu kvalitní práce poněkud snižuje často zbytečné zvětšování jejího rozsahu jednak rozvláčeností používaných formulací, jednak, a to především, častým opakováním faktů buď obecně známých nebo přímo nesouvisejících s tématem. V takto vysoce odborné práci je např. zbytečné opakovat definici E^* (např. str. 8, 13, 20, 29). Je zbytečné ke grafům připojovat vysvětlující text (např. text za Fig. 6, str. 74 nebo text za Fig. 4, str. 50). Vytýkám i uvádění některých kvantitativních údajů na několik desetinných míst, když je zřejmé již ze základního odhadu nejistoty, že výsledek nemůže mít uvedenou přesnost (např. hodnoty entalpie na str. 46 a 70).

- a) Význam disertace pro obor: Práce obsahuje výsledky experimentů provedených disertantem a zaměřených na mechanické parametry těchto tenkých vrstev: (i) Nanostrukturní vrstvy Al-Si jednak s nízkým obsahem Si a nízkou hodnotou tvrdosti, jednak s vysokým obsahem Si a zvýšenou tvrdostí a dále vrstvy Al-Si s příměsí O. (ii) Vliv mikrostruktury vrstev Al-Si-N na tvrdost a odolnost proti opotřebení. (iii) Zvýšení tvrdosti tenkých vrstev W cestou naprašování při nízké energii a vysoké hustotě pulzních výbojů včetně zlepšení adheze. (iv) Vliv rychlosti žíhání po depozici vrstev β - (Ti,W) na jejich teplotní stabilitu a vliv makroprnutí na odolnost proti praskání. (v) Tribologické vlastnosti a odolnost proti oxidaci vrstev W a WN_x při teplotách do 500 °C. Tyto bohaté experimentální výsledky autor doplnil dalšími údaji z literatury a práce tak představuje kompletní souhrn aktuálních znalostí o mechanických vlastnostech těchto vrstev v závislosti na depozičních podmínkách, složení a makro- a mikrostrukturu. Současně poskytuje údaje potřebné pro praktické uplatnění těchto vrstev při využití jejich mimořádných tribologických a oteruvzdorných a dalších ochranných vlastností.
- b) Disertant vycházel z výsledků dosažených v minulých letech v oboru tvrdých a oteruvzdorných vrstev na jeho pracovišti. Pro experimentální práce využil špičkové vybavení laboratoří jak v oboru magnetronové depozice, tak v oboru diagnostiky vrstev. Použité vyspělé metody řešení jsou na vysoké úrovni a odpovídají aktuálnímu stavu experimentálních technik ve světě. Disertační práce bezesbýtku splnila všechny vytčené cíle.
- c) Disertační práce Ing. Javdošňáka přináší původní a významné výsledky, jejich výčet jsem uvedl v odstavci a). Za důležité považuji, že důsledně uvádí závislosti naměřených vlastností na depozičních podmínkách. Přínosem je i podrobný popis technologie leptání Si a ocelových substrátů s cílem optimalizovat adhezi vrstev W (str. 53 a další), kterou lze bezpochyby aplikovat i pro jiná složení vrstev. V úvodu ke Kap. IV jasně a konkrétně vymezuje vlastní podíl na depozičních vrstev, na měření a interpretaci výsledků měření jejich mechanických parametrů.
- d) Práce je napsaná výbornou angličtinou, prakticky bez jazykových chyb. Uspořádání práce je logické, systematické a přehledné. Jedinou výtku mám ke zbytečnému zvětšování rozsahu práce, jak jsem uvedl výše. Zvláště bych chtěl hodnotit přehlednost a vypovídací schopnost grafů vyjadřujících složité závislosti (např. Fig. 7.1, str. 20, nebo Fig. 6, str. 74).
- e) Disertant je spoluautorem tří článků v impaktovaných časopisech, z toho jednou je uveden na prvním místě. Třikrát prezentoval orální příspěvky na mezinárodních konferencích, vždy jako první autor. Je spoluautorem šesti posterových prezentací na mezinárodních konferencích, z toho pětkrát jako první autor. Vzhledem ke skutečnosti, že všechny publikace byly realizovány na vysoce odborné mezinárodní úrovni, konstatuji, že publikační aktivita disertanta je nadprůměrná a kvalitní.

Na základě uvedených skutečností konstatuji, že disertační práce Ing. Daniela Javdošňáka „Magnetron sputtering of films with enhanced mechanical and tribological properties“ splňuje všechny požadavky kladené na doktorské disertační práce a prokazuje předpoklady autora k samostatné tvořivé vědecké práci. Práci doporučuji k obhajobě.

V Praze, dne 26. listopadu 2019

Rudolf Novák