

## **Multikomponentní nanokompozitní vrstvy připravené pulzním magnetronovým naprašováním**

Autor disertace : **Michal Procházka**

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

Disertační práce pana Michala Procházky „Multikomponentní nanokompozitní vrstvy připravené pulzním magnetronovým naprašováním“ je převážně experimentální prací řešící problematiku depozice a měření parametrů čtyř typů vrstev popsanych dále. Práce je členěna do sedmi kapitol a výčtu vlastních publikací autora.

Úvod práce zavádí do oblasti depozic, zejména magnetronového naprašování. Současný stav problematiky je popsán v Kap. 2 členěné do čtyř podkapitol, které se postupně věnují povlakům odolným proti erozi, povlakům typu TCO, termochromickým vrstvám na bázi VO<sub>2</sub> a vrstvám oxidů a nitrooxidů molybdenu. V podkapitole věnované povlakům odolným proti korozi jsou popsány mechanismy eroze a možnosti ochrany proti erozi pomocí povlaků. Povlaky TCO jsou popsány z hlediska složení, mechanismů elektrické vodivosti a optických vlastností, hlavní pozornost je věnována povlakům IGZO. V případě povlaků VO<sub>2</sub> jsou podrobně studovány jejich struktury, vlastnosti jednotlivých fází i oxidů vanadu blízcích se stechiometrickým složením k VO<sub>2</sub>. V poslední podkapitole jsou stručně popsány některé parametry a vlastnosti oxidů a nitrooxidů Mo. Kapitola dokazuje, že autor se důkladně věnoval studiu problematiky, prostudoval neobvykle vysoký počet publikací a seznámil se s aktuálním stavem poznání v oboru.

V Kap. 3 jsou jasně, konkrétně a srozumitelně definovány cíle práce.

Kap. 4 je věnována popisu jednotlivých metod pulzního magnetronového naprašování včetně aktuální metody DMSO, uvedeny jsou základní výbojové charakteristiky a nároky na napájecí zdroje. Dále jsou podrobně popsány použité depoziční aparatury a experimentální zařízení, přístroje a postupy uplatněné při měření parametrů připravených vrstev. V textu jsou vyznačena ta měření, která nerealizoval autor práce.

Kap. 5, která je jádrem disertace, je věnována dosaženým výsledkům především v oblasti depozic. Je rozdělena na podkapitoly podobně jako Kap. 2 podle složení a účelu přípravy vrstev. V každé podkapitole jsou podrobně popsány postupy a parametry depozičních procesů, je komentován průběh napětí a proudu na terči a substrátu. Hlavní užité a cílové vlastnosti vrstev, jako elektrické, mechanické a optické, jsou vysvětlovány v návaznosti na parametry depozičních procesů. Obsah této kapitoly dokládá, že disertant velmi dobře ovládá laboratorní techniku magnetronové depozice, experimenty prováděl pečlivě a řádně dokumentoval získané výsledky. Interpretace těchto výsledků je založena na výborných znalostech fyzikální a materiálové problematiky spojené s řešenými úkoly práce.

Závěry práce jsou stručně, přehledně a srozumitelně shrnuty v Kap. 6, která je rovněž rozdělena podle stanovených cílů práce.

Disertanta žádám, aby v průběhu obhajoby odpověděl na otázku: Na str.63 se zmiňujete, že při metodě HiPIMS se podstatná část terčovách iontů ztrácí na stěnách komory. Jaký mechanismus odpovídá za tento jev a je mu možné zabránit?

Závěry posudku:

- a) Disertační práce prezentuje výsledky studia čtyř typů multikomponentních nanostrukturovaných vrstev deponovaných pomocí pulzního magnetronového naprašování. Typy materiálů byly popsány výše a sledované vlastnosti a parametry vrstev jsou vztaženy k depozičním podmínkám při jejich přípravě. Volba materiálů směřuje ke konkrétním aplikacím: vrstvy odolné proti erozi, vrstvy IGZO s vysokou transparentností a nízkou rezistivitou, vrstvy VO<sub>2</sub> vykazující požadované vysoké rozdíly mezi transparentností v infračervené oblasti spektra pod a nad přechodovou teplotou, vrstvy MO<sub>x</sub> a MO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> s říditelnými elektrickými, optickými a mechanickými vlastnostmi pomocí malých změn parciálních tlaků kyslíku a dusíku během depozice. Vzhledem k širokým aplikačním možnostem studovaných materiálů ve vědě i v průmyslu je jejich podrobný výzkum potřebný a proto je téma práce aktuální a její výsledky jsou jednoznačným přínosem pro obor.
- b) Návrh všech čtyř depozičních procesů je založen na hlubokých znalostech problematiky pulzního magnetronového naprašování, použité postupy odpovídají současnému stavu poznání v oboru. Popis experimentů prokazuje, že disertant pracoval neobyčejně pečlivě a objem vykonané experimentální práce je mimořádný. Metody použité k analýze a hodnocení připravených vrstev jsou na úrovni současné špičkové metodiky experimentu a technologie. Práce bezesbýtku splnila všechny vytčené cíle.
- c) Disertační práce pana Procházky přináší původní a významné výsledky. Konkrétní přínos práce disertanta jasně vyplývá z textu disertace. Měření realizovaná spolupracovníky jsou v textu označena. Pro všechny studované materiály práce přináší podrobné postupy depozičních procesů, které budou užitečným východiskem pro adaptaci a optimalizaci těchto technologií pro budoucí průmyslové aplikace. Nelze ani opomenout rozsáhlou rešeršní část práce přinášející aktuální informace v oboru.
- d) Formální stránka práce má vysokou úroveň, všechny grafy včetně těch složitějších jsou dobře čitelné a informativní. Práce je napsána čtivým slohem dobrým odborným jazykem. Pouze občas ruší gramatické chyby (shoda předmětu s přísudkem), velikost přítlačné síly (str. 39) by měla být v jednotkách síly.
- e) Seznam vlastních publikací disertanta má 19 položek. Tři položky jsou články v impaktovaných časopisech, z toho jednou je disertant uveden jako první autor. Příspěvky na konferencích (ústní prezentace, postery) zahrnují dva na domácí konferencích a čtrnáct na zahraničních konferencích, z toho je disertant osmkrát uveden jako první autor. Požadavek na publikaci výsledků disertace je jednoznačně splněn.

Na základě uvedených skutečností konstatuji, že disertační práce pana Michala Procházky „Multikomponentní nanokompozitní vrstvy připravené pulzním magnetronovým naprašováním“ splňuje všechny požadavky kladené na doktorské disertační práce a prokazuje předpoklady autora k samostatné tvořivé vědecké práci. Práci doporučuji k obhajobě.

V Praze, dne 15. září 2020

Rudolf Novák

## Oponentský posudek doktorské disertační práce

### Multikomponentní nanokompozitní vrstvy připravené pulzním magnetronovým naprašováním

---

Autor:	Ing. Michal Procházka
Školící pracoviště:	Katedra fyziky Fakulty aplikovaných věd Západočeské univerzity v Plzni
Školitel:	prof. RNDr. Jaroslav Vlček, CSc.
Oponent:	RNDr. Zdeněk Weiss, CSc.

Tématem práce je příprava a charakterizace čtyř typů tenkých vrstev: povlaky Zr(Hf)-B-(Si-)C s vysokou erozní odolností, vrstvy In-Ga-Zn-O s laditelnými elektrickými a optickými vlastnostmi, termochromické vrstvy VO<sub>2</sub> a multifunkční vrstvy MoO<sub>x</sub> a MoO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>. Jde o velmi rozdílné materiály, každý má specifické určení v technické praxi a tomu odpovídají i sledované fyzikálně chemické charakteristiky vrstev, rovněž velmi rozdílné. Autor navazuje na předchozí práce prováděné na zmíněných tenkovrstvých systémech nebo na materiálech jim podobných na KFY FAV ZČU v předchozích letech a doplňuje je o nově získané poznatky. Vzhledem k rozsáhlosti řešené problematiky a různorodosti fyzikálních procesů a vlastností, které bylo třeba brát v potaz, se mi zdají cíle disertace, deklarované v kapitole 3, velmi ambiciózní. Z předložené disertace jsem vyrozuměl, že těžištěm práce autora byla vlastní příprava zmíněných vrstev na už existujících aparaturách, ve spolupráci s ostatními členy týmu, kteří zajišťovali analýzy připravených vzorků (Dr. Haviar: SEM-EDX, Dr. Čerstvý: XRD + XRF + indentační testy, doc. Houška: optické vlastnosti, Dr. Kozák: elektrické vlastnosti, Dr. Veltruská na MFF UK: XPS).

Společným motivem všech čtyř dílčích cílů disertace (kapitola 3, str. 24) bylo studium a optimalizace přípravy těchto tenkých vrstev metodou pulzního reaktivního magnetronového naprašování. U bodů (II, III, IV) je to uvedeno explicitně, u bodu (I) šlo o návrh struktury multivrstvého povlaku se zadanými vlastnostmi, tj. tento cíl byl formulován více inženýrsky. Z kontextu vyplývá, že i tohoto cíle bylo dosaženo. Mám několik poznámek a otázek zejména k problematice vrstev Zr(Hf)-B-(Si-)C, a vrstev Mo-O.

#### Vrstvy Zr(Hf)-B-(Si-)C:

- str. 33, řádky 8-12: Prosím o vysvětlení – skutečně se při depozici těchto vrstev používal dusík? V disertaci není zmínka o vrstvách tohoto typu s obsahem dusíku.
- kap. 5.1.1 – 5.1.3: Nejsem si jistý, pokud jde o použití pojmu „implantace“. Při energiích kolem 1 keV se obvykle předpokládá spíše rozprašování a odraz než implantace. Spektrum na obr. 5.3 dokazuje přítomnost zirkonia, ale nikoli nutně jeho implantaci do substrátu. Nejde spíše o tvorbu velmi tenké povrchové vrstvičky Zr(B?,C?), která pak funguje jako mezivrstva pod tím povlakem? Kdyby šlo o implantaci, neměl by se rovněž při fázi čištění do substrátu implantovat argon? Jde o stejné předpětí. Pokud ano, je vidět po fázi čištění ve spektru XRF nebo EDX/WDX nějaký pík argonu? Existuje nějaká literatura o implantaci iontů s těmito energiemi do povrchu pevné látky?
- Uvažuje se o praktickém použití těchto vrstev na skutečné lopatky turbín? Pokud ne, co tomu brání?

### Vrstvy Mo-O:

Jedním z podstatných sledovaných parametrů těchto vrstev je jejich stechiometrie. Z disertace jsem vyrozuměl, že obsah kyslíku ve vrstvách byl určován pomocí fotoelektronové spektroskopie (XPS). Toto měření je netriviální, představoval bych si poněkud podrobnější informaci o této metodě v teoretické části, než jaká je v posledním odstavci kapitoly 5.4.3. na str. 79, aby si čtenář mohl nějakým logickým řetězcem úvah uvést prezentované výsledky do kontextu se způsobem, jakým jich bylo dosaženo. V textu o vrstvách Mo-O v kapitole 5 se mi zdá poněkud nešťastné míchat označení skutečně existujících fází ( $\text{Mo}_8\text{O}_{23}$ ,  $\text{Mo}_9\text{O}_{26}$ ) se stejně vypadajícím označením popisujícím pouhou experimentálně určenou stechiometrií těchto vrstev ( $\text{Mo}_{26}\text{O}_{74}$ ,  $\text{Mo}_{28}\text{O}_{72}$ ). Z textu nemusí být na první pohled patrný rozdíl. Fitování spekter Mo-O na obr. 5.24 není dostatečně vysvětleno: např. není jasné, proč jsou vazebné energie odpovídající stejným vazebným stavům molybdenu u různých spekter navzájem posunuty a jak se toto posunutí promítá do procedury fitování – jestli jsou dublety odpovídající různým valenčním stavům posunuty stejně, s jakou přesností, apod. Bylo by rovněž vhodné okomentovat, jak se určuje stechiometrie vrstev Mo-O touto metodou (poměr velikosti píků Mo, O?), jaká je typická neurčitost této analýzy a na čem závisí. Z diskuse a z prezentovaných závěrů plyne, že tato neurčitost se předpokládá  $\approx 2\%$  relativně, aby bylo možné spolehlivě rozlišit 72 a 74% kyslíku. To je na jakoukoli metodu analýzy tenkých vrstev velmi přísný požadavek. Že však jde o vrstvy zřetelně odlišné, je vidět z grafů na obr. 5.27. To je velmi zajímavé. Nabízí se otázka, jestli by se nenašel nějaký jiný fundamentální parametr než stechiometrie, který by tyto odlišnosti vysvětlil.

Práce obsahuje 158 odkazů a z textu vyplývá, že se autor dobře seznámil s literaturou o zkoumaných povlácích. U odkazů [25] a [90] by bylo dobré uvést vydavatele resp. identifikátor doi. Velká šíře diskutované problematiky může způsobit, že čtenář, který se dobře vyzná pouze v některé z diskutovaných disciplín, nemusí nutně rozumět všemu, co se týká jiných partí, o kterých má jenom povšechný přehled. V této souvislosti by bylo dobře doplnit odkazy u některých méně obvyklých pojmů, které nejsou vysvětleny v teoretické části. Namátkou třeba 'Taucova křivka' nebo 'Cody-Lorentzův oscilátor', str. 80.

Práce je psána srozumitelně a dobrou češtinou, až na několik pravopisných překlepů (i/y ve shodě podmětu s přísudkem).

Výsledky uvedené v této disertaci autor publikoval jako příspěvky na konferencích a také ve třech článcích v impaktovaných mezinárodních vědeckých časopisech, z nichž jeden už vyšel a dva byly předloženy k publikaci. U jednoho z nich figuruje Ing. Procházka jako první autor.

Je pozoruhodné, jak širokým rozsahem materiálů (vrstev), jejich vlastností a metod jejich charakterizace se tato disertace zabývá. Autor osvědčil svoji schopnost pracovat v dobře sešnaném týmu a odvést přitom práci, která vedla k důležitým původním výsledkům. Vytyčené cíle disertace jsou zajímavé a důležité a jejich dosažení bylo přesvědčivě dokumentováno.

Práce splňuje kritéria běžně kladená na doktorskou disertaci a doporučuji ji k obhajobě.

V Praze dne 3. září 2020

↳ RNDr. Zdeněk Weiss, CSc.