

**Oponentní posudek dizertační práce Ing. Václava Šatavy
„Reaktivní magnetronová depozice vybraných oxidových vrstev a jejich
vlastnosti“**

Po přehledu současného stavu problematiky jsou v práci uvedeny její tři hlavní cíle, které spočívají v určení procesních parametrů pro přípravu vrstev Al-Ti-O a Si-Zr-O a ve vyšetření jejich vlastností a v případě transparentních vrstev Si-Zr-O je uvedeným cílem příprava těchto vrstev požadovanou rychlosťí současným rozprašováním a odpařováním magnetronového terče.

V závislosti na procesních parametrech byly vyšetřovány zejména následující vlastnosti připravených vrstev: prvkové složení, struktura, tvrdost, oxidační odolnost a teplotní stabilita. Pro vyšetřování uvedených vlastností byly zvoleny adekvátní metody. Byla dosažena řada původních výsledků, které dokládají splnění v práci uvedených cílů a které byly publikovány ve významných časopisech a na mezinárodních konferencích.

Je překvapivé, že mezi hlavními cíli uvedenými v práci není vyšetření ochranných vlastností připravených vrstev, přestože se dizertant problematikou ochrany substrátů proti vysokoteplotní oxidaci v práci zabývá. Vyšetření ochranných vlastností vrstev by mělo být prioritním hlavním cílem, hlavním cílem pro aplikaci vrstev. I dizertant v práci uvádí potřebu zvyšovat životnost součástí vystavovaných stále se zvyšujícím teplotám a ochranné vlastnosti vrstev vyšetřuje zejména v kap. V-2.8 a V-2.9. Hlavní výsledek tohoto vyšetřování je dokumentován obrázkem V-20, na kterém jsou znázorněny závislosti hmotnostních přírůstků na teplotě. Chybí zde jakékoli příslušné časové údaje nebo údaje o rychlosti nárůstu teploty. Pro posouzení míry ochrany součásti vystavené vysoké teplotě určitou vrstvou jsou příslušné časové údaje, z kterých vyplývají údaje o rychlosti koroze součásti, a tedy údaje o prognóze její životnosti, rozhodující. Pro vyšetřování ochranných vlastností připravených vrstev tedy měla být zvolena metoda izotermického žíhání při zvolených teplotách (např. 1200 °C, 1300 °C a 1400 °C), a to po dobu minimálně desítek hodin, aby bylo možné získat alespoň tendenci kinetiky oxidace a přibližnou hodnotu příslušné kinetické konstanty. Ta měla být výsledkem vyšetřování míry ochrany substrátu proti oxidaci připravenými vrstvami. Na základě znalosti příslušné kinetické konstanty je pak možné provádět prognózy životnosti součásti z daného materiálu a s danou vrstvou v daných podmínkách. V práci vyšetřovaná vrstva Si-Zr-O je zřejmě difuzní bariérou omezující rychlosť oxidace substrátu a kinetika oxidace bude tedy řízena parabolickým zákonem s kinetickou konstantou, jejíž určení mělo být jedním z hlavních cílů práce. V práci byl kladen hlavní důraz na vyšetřování oxidace vrstev, nikoli na to, co by mělo být podstatné – vyšetřování jejich ochranných vlastností. Podstechiometrická vrstva Si-Zr-O může oxidovat ke stechiometrickému poměru a přitom její ochranná funkce setrvává. Nebo vrstva nitridu křemíku může plnit ochrannou funkci při nižších teplotách, při vyšších teplotách nitrid zoxiduje na oxid křemíku, který dál pokračuje v potlačení oxidace substrátu.

Dále je potřeba si uvědomit, že rychlosť oxidace substrátu závisí i na tloušťce ochranné vrstvy. Ta určuje koncentrační gradient difundujících složek, a tedy velikost toků kyslíkových aniontů a kovových kationtů vrstvou. To si dizertant zřejmě neuvědomil při zpracování kap. V-2.9, ve které srovnává ochranné vlastnosti vrstev Si-Zr-O s ochrannými vlastnostmi vrstev Al-Ti-O. Dospěl k závěru, že vrstva Si-Zr-O v daném teplotním rozsahu chrání substrát proti oxidaci, zatímco vrstva Al-Ti-O nikoli. Uvedené dizertantovo srovnání nemá prakticky smysl,

neboť se řádově liší tloušťky porovnávaných vrstev. Tloušťka vrstvy Si-Zr-O byla 7000 nm, zatímco tloušťka vrstvy Al-Ti-O byla pouze 745 nm.

Ke kap. VI Závěry poznamenávám, že 5. závěr, uvádějící, že připravená vrstva Si-Zr-O žilhána v proudícím vzduchu až do teploty 1400 °C dobře chrání pokrytý substrát proti oxidaci, považuji (ve spojitosti s tím, co jsem uvedl výše) za nepodložený, protože nebyla provedena příslušná izotermická měření.

K oxidační odolnosti vrstvy Si-Zr-O mám následující otázku: Jak dizertant vysvětlí, že podle údajů, které uvádí v kap. V-2.8, vrstva Si-Zr-O na křemíkovém substrátu neoxiduje do přibližně 1300 °C, zatímco na safirovém substrátu začíná oxidovat již přibližně od 1250 °C?

K rešeršní části práce mám dvě poznámky: je chybně uveden vztah II-31 a není definovaná zkratka uvedená v závorce v 7. řádku na straně 11.

Formální a grafické provedení práce je na standardní úrovni.

Přes uvedené poznámky konstatuji, že práce obsahuje řadu cenných původních výsledků a je přínosem pro další rozvoj oboru. Proto ji doporučuji k obhajobě.

V Praze 19. 10. 2011


prof. Ing. František Černý, DrSc.
Ústav fyziky FS ČVUT v Praze

Oponentský posudek disertační práce

Autor: Ing. Václav Šatava, Západočeská univerzita v Plzni

Název: Reaktivní magnetronová vybraných oxidových vrstev a jejich vlastnosti

Oponent: Ing. Jaroslav Sobota CSc., Ústav přístrojové techniky AVČR Brno

Předložená práce se zabývá zajímavou a aplikačně vysoce aktuální tematikou – povlaky bázi Al-Ti-O a Si-Zr-O s vysokou oxidační odolností při teplotách nad 1000 °C. Tyto materiály jsou atraktivní ve vysokoteplotních aplikacích i při cyklickém namáhání. Al-Ti-O a Si-Zr-O povlaky byly deponovány magnetronovým reaktivním naprašováním. Bylo prokázáno, že kompozitní vrstva nc ZrO₂/a-SiO₂ je teplotně stabilní při cyklování až do teploty 1400 stupňů C. Byly nalezeny depoziční parametry pro přípravu povlaků s co možná nejvyšší depoziční rychlostí kombinací procesů reaktivního naprašování a napařování z nataveného terče. Tímto kombinovaným depozičním procesem je možné připravit transparentní amorfní vrstvy SiO₂ depoziční rychlostí převyšující 800 nm/ min.

Konkrétní připomínky:

(strana řádek shora resp. strana řádek shora příp. číslo odstavce, obrázku, tabulky)

Str.12₂ „Kelvinech - velké písmeno

Obr II-6 záměna magnetron s uzavřeným a zrcadlovým magnetickým polem

Str. 32⁵ „takto dokonalý povrch se téměř vyskytuje“ má být zřejmě nevyskytuje

Str.47₃ „a zirkoniového kroužku“ správně mezikruží

Str. 48² správně mezikruží

Str.48₄₋₅ jaký je rozdíl mezi podložkami „křemíkový monokrystal“ a“ křemíková destička“

Str. 52¹³ indentační metoda – přesněji nanoindentační

Str. 55 lambda ~ 10² -5nm přepis

Str. 79 obr. V-14 symbol kyslíku místo O je kroužek

Str.88 obr.V-21 z obrázku nejde rozlišit, o kterou z vrstev jde

Str.89 obr.V-24 obrázek není srozumitelný, bylo by vhodné použít na rozlišení barev

Předcházející připomínky poukazují na nedopatření, resp. nedokonalosti, které nemají pro disertační práci rozhodující význam. Ponechám na disertantovi, zda se hodlá k některým z nich v průběhu obhajoby vyjádřit. Následující připomínky jsou však významnější a bude je nezbytné při oponentním řízení vyjasnit:

Str. 53 vzorec IV-4 je pro jaký typ indentoru (Berkovič, Vickers?)

Str. 79₂₋₅ odstavec 2.3 nerozumím textu pokles energie dopadajících iontů s klesající depoziční rychlostí, která je dána poklesem koeficientu rozprášování

Závěr:

I přes uvedené výhrady, je moje odpověď na zásadní otázky, která klade oponentovi příslušná vyhláška komise pro vědecké hodnosti, vesměs kladná.

Konstatuji tedy, že zvolené téma je aktuální, cíle disertační práce byly splněny adekvátními metodami zpracování, disertace přinesla hodnotné výsledky s původními prvky a že význam řešení podobných úloh pro další rozvoj vědy i pro společenskou praxi je nesporný. Disertant prokázal svůj osobní přínos k prezentované práci v přiloženém seznamu publikací na řadě mezinárodních konferencí a impaktovaných časopisech. Předložená práce a přinesla bezesporu nové poznatky. Dále konstatuji, že disertant prokázal svoji způsobilost k tvořivé práci, ovládá vědecké metody práce, má dostatečné teoretické znalosti.

Doporučuji proto disertační práci Ing. Václava Šatlavy k obhajobě.

V Brně dne 12.9.2011.....

Ing. Jaroslav Sobotá CSc.