

Oponentský posudek na disertační práci

Ing. Martina Šaška

„Magnetronová depozice oxidových a nitridových vrstev s vysokou teplotní stabilitou“

Předkládaná disertační práce se zabývá velmi aktuálním tématem vývoje nových tenkovrstvých materiálů s možností aplikací v oxidační atmosféře za teplot vyšších než 1000 °C. V disertační práci byly metodou magnetronového naprašování deponovány tři skupiny tenkovrstvých materiálů (Al-Si-N, CuO_x a Al₂O₃) a byly studovány jejich vlastnosti. Výsledky uvedené v této disertační práci získal autor během svého působení na Katedře fyziky Fakulty aplikovaných věd Západočeské univerzity v Plzni.

Práce je členěna na celkem šest částí. V první úvodní části autor velmi výstižně a stručně charakterizoval hlavní cíle práce a problematiku, kterou se práce zabývá. Po této úvodní části autor v rešeršní části práce (2. kapitola) uvedl současný stav zkoumané problematiky pro výše uvedené tři skupiny materiálů (Al-Si-N, CuO_x a Al₂O₃) a zpracoval rešerši obecných vlastností tenkých vrstev těchto materiálů se zaměřením se na požadavky jako vysoká tvrdost, teplotní stabilita tvrdosti a vysoká oxidační odolnost. Tato část práce je napsána přehledně a výstižně a poskytuje čtenáři dostatečný přehled současného stavu poznání v oblasti, kterou se zabývá disertační práce. Zároveň z této části práce vyplývá i motivace pro stěžejní experimenty této práce. V další části (kapitola 3) autor přesně a průkazně specifikuje cíle práce.

Těžiště disertační práce je v dalších částech práce věnovaných popisu experimentů a vyhodnocení provedených experimentů (tj. v kapitolách 4 a 5). První z těchto experimentálních částí práce (4. kapitola) je věnována popisu experimentů a použitých depozičních systémů, metod přípravy vybraných nanokompozitních vrstev (reaktivní duální magnetronové naprašování, reaktivní DC magnetronové naprašování a reaktivní pulzní magnetronové naprašování) a popisu použitých metod charakterizace struktury a fázového složení připravených tenkých vrstev, včetně měření jejich mechanických vlastností. Náležitá pozornost je i věnována popisu termogravimetrických měření pro studium oxidační odolnosti. Další z uvedených kapitol (5. kapitola) se zabývá dosaženými výsledky a jejich diskusí. Autor uvedl a diskutoval výsledky získané při přípravě a analýzách vrstev Al-Si-N s nízkým (< 5 at.%) a vysokým (≈ 40 at.%) obsahem Si. V další části se autor zabýval vývojem struktury reaktivně naprašovaných vrstev CuO_x po žhání ve vzduchu do teploty 1300 °C. V závěru této kapitoly jsou popsány a diskutovány výsledky experimentů přípravy vrstev Al₂O₃ s důrazem na vývoj struktury vrstev v závislosti na parciálním tlaku kyslíku a tloušťce vrstev. Je také diskutován vývoj mechanických vlastností a kvality povrchu vrstev v závislosti na depozičním proudu. Autor provedl v této experimentální části práce také porovnání svých získaných výsledků s výsledky získanými za obdobných podmínek jinými autory na jiných pracovištích. Rozsahem experimentů a interpretací výsledků autor prokázal odbornou způsobilost a znalost zkoumané problematiky. Poslední 6. kapitola je věnována přehlednému shrnutí dosažených výsledků.

Lze konstatovat, že předložená disertační práce zcela splnila stanovené cíle. V práci uvedené výsledky mohou najít uplatnění v praktických aplikacích nových ochranných tvrdých povlaků nástrojů z rychlořezné oceli pro vysokorychlostní obrábění, kdy teplota povrchu nástroje přesahuje 1000 °C. Za stěžejní výsledky považují studium chování tenkých vrstev Al-Si-N za vysokých teplot a dále výsledky studia zabývajícího se možností snížit depoziční teplotu pro přípravu fáze α-Al₂O₃, což otevírá nové možnosti pro vývoj ochranných povlaků nástrojů deponovaných při teplotách pod 550 °C, čímž by se zabránilo degradaci vlastností nástrojů tepelně zpracovaných při teplotě cca 550 °C.

Práce je napsána výstižným a čtivým slohem, má celkem 138 stránek a je členěna do šesti kapitol. V závěru práce obsahuje českou a anglickou anotaci a seznam použité literatury obsahující celkem 109 odkazů. Disertační práce obsahuje i přehled publikační činnosti autora práce, ze kterého je patrné, že publikační činnost autora zahrnuje výsledky

publikované ve 3 mezinárodních recenzovaných časopisech a 4 výsledky prezentované na mezinárodních konferencích (2 formou posteru).

Práce je po stránce formální a grafické úpravy na velmi dobré úrovni a v tomto směru ji lze vytknout jen několik drobností. U několika málo obrázků (např. 5.1.6.2, nebo 5.1.7.2) byla pro popis os a parametrů grafů zvolena ne zcela dostatečná velikost písma, která zhoršuje čitelnost. Na str. 20 v 8. řádku shora autor uvádí, že „...došlo k prooxidaci celé vrstvy...“, domnívám se, že by bylo vhodnější použít formulaci „...došlo k zoxidování (případně prooxidování) celé vrstvy...“. Domnívám se, že práce by získala na přehlednosti, kdyby obsahovala i seznam všech použitých zkratk. Tak např. na str. 13 je uváděna na prvním řádku shora a v popisu obrázku 2.1.2.1 zkratka „TGA“, která je dále v textu několikrát zmíněna a zavedena a definována je až na str. 69.

Celkově lze tedy hodnotit předloženou disertační práci následovně:

- a) Práce je po stránce formální a grafické úpravy jako celek na velmi dobré úrovni.
- b) Hlavní výsledky, kterých autor v této práci dosáhl, jsou původní a podstatným způsobem rozšiřují poznání v oblasti materiálů s vysokou teplotní stabilitou.
- c) Autor provedl rozsáhlou řadu systematických měření, diskutoval a analyzoval zvolené metody a dosažené experimentální výsledky, které porovnával s doposud známými údaji z literatury.
- d) K věcnému vědeckému obsahu předkládané práce nemám připomínek a v dané práci jsem nenašel podstatné a závažné nedostatky.

Z hlediska doplnění dosažených výsledků mám k práci pouze následující dva dotazy:

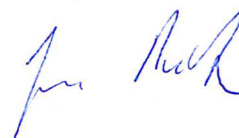
Jaké jsou možnosti praktické aplikace výsledků studia chování tenkých vrstev Al-Si-N za vysokých teplot?

Jaké výsledky lze očekávat při dalším výzkumu zabývajícím se možností snížit depoziční teplotu pro přípravu fáze α -Al₂O₃?

Autor předloženou disertační práci prokázal tvůrčí schopnost samostatné vědecké práce. Výše uvedené publikace a prezentace výsledků na konferencích dokazují i jeho schopnost prezentovat svou práci odpovídajícím způsobem.

Domnívám se proto, že předložená práce pana Ing. Martina Šaška „*Magnetronová depozice oxidových a nitridových vrstev s vysokou teplotní stabilitou*“ splňuje všechny požadavky, které jsou na disertační práci v oboru Fyzika plazmatu a tenkých vrstev kladeny, doporučuji disertační práci k obhajobě a po úspěšné obhajobě udělení akademického titulu Ph.D.

V Ústí nad Labem 17.12.2012



Doc. RNDr. Jaroslav Pavlík, CSc.
Katedra fyziky PŘF UJEP v Ústí nad Labem

OPONENTNÍ POSUDEK

disertační práce Ing. Martina Šaška
„MAGNETRONOVÁ DEPOZICE OXIDOVÝCH A NITRIDOVÝCH VRSTEV
S VYSOKOU TEPLOTNÍ STABILITOU“

vypracoval doc. RNDr. Pavol Šutta, Ph.D.
v Plzni, dne 26. listopadu 2012

Předmětem disertační práce Ing. Martina Šaška bylo vytváření oxidových a nitridových vrstev s vysokou teplotní stabilitou. Účelem práce bylo vytvořit materiály s dobrými mechanickými vlastnostmi, teplotní stabilitou a s vysokou oxidační odolností.

- a) Studiu nových tenkovrstvých materiálů s oxidační odolností při vysokých teplotách se v rámci materiálového výzkumu věnuje v celosvětovém měřítku značná pozornost. Využití takových tenkých vrstev v technické praxi je rozsáhlé, proto technologie jejich přípravy jakož i studium jejich vlastností má mimořádný význam.
- b) Cílem doktorské disertační práce bylo: Reaktivním magnetronovým naprašováním připravit série nanokompozitních tenkovrstvých vzorků třech systémů (Al-Si-N, CuO_x a Al_2O_3) ve směsi plynů N_2 -Ar a O_2 -Ar s různým tlakem N_2 , a O_2 , aby vznikly vrstvy s vysokou odolností vůči oxidaci, provést systematickou analýzu oxidačního chování vrstev do teploty 1300 °C ve vzduchu, prozkoumat vliv ohřevu v oxidačním prostředí do teplot 1300 °C na stabilitu prvkového složení vrstev, struktury a jejich mechanické a oxidační odolnosti. Výhodou magnetronového naprašování oproti chemickým metodám je zejména jeho jednoduchost, dostupnost a nízké depoziční teploty. Posouzení fyzikálních vlastností deponovaných vrstev bylo zaměřeno na měření tloušťky vrstev, prvkového a fázového složení, zbytkového napětí, tvrdosti, mikrostruktury, vysokoteplotní stability a oxidační odolnosti. Tyto vlastnosti byly dány do souvislosti s prvkovým složením vrstev, s parametry depozičního procesu a s parametry tepelného zpracování vrstev. Konstatují, že cíle práce byly vesměs splněny.
- c) Výsledky experimentů ukázaly, že na vlastnosti vrstev Al-Si-N má zásadní vliv obsah křemíku ve vrstvě a množství dusíku ve výbojové směsi. Na vlastnosti vrstev CuO_x má vliv zejména tlak kyslíku a způsob post-depozičního tepelného zpracování a na vlastnosti vrstev Al_2O_3 má hlavní vliv způsob depozice (použití duálního magnetronu) a jejich post-depoziční zpracování. Dosažené výsledky jsou originální a ve všech případech byly konfrontovány s výsledky konkurenčních materiálů jiných autorů.
- d) Práce má velmi dobrou grafickou úpravu a po jazykové stránce je rovněž na dobré úrovni. Nicméně, mám výhrady zejména ke zpracování difraktogramů. Grafy jsou malé a čtenář se v nich těžko orientuje. Rovněž jsem toho názoru, že z výsledků rentgenové difrakce se dalo vytěžit mnohem více informací, zejména kvantitativních. Kvantitativní analýza je zde naznačena pouze odhadem. V práci je také hodně komentářů, mnohé údaje se opakují a text je hojně prokládán

číselnými údaji všeho druhu, těžko se čte a těžko se v něm čtenář orientuje. V dalších pracích také doporučuji autorovi důsledněji používat soustavu SI (nepoužívat Å, ale nm). V práci se také vyskytují pojmy „dobrá, anebo nízká krystalinita“, nebo „výrazná preferenční orientace“, přičemž není uvedeno preferenční orientace čeho a vůči čemu. Při popisu rentgenové difrakce je uveden pojem „výbojka“ namísto „rentgenky“ a namísto rentgenového difraktometru je uveden rentgenový spektrometr. Výsledkem rentgenové difrakce není spektrum, nýbrž difraktogram.

- e) V seznamu svých publikací uvádí doktorand celkem 7 publikací, z nichž 4 byly prezentovány na významných mezinárodních konferencích většinou v zahraničí a 3 práce jsou prezentovány v renomovaných impaktovaných vědeckých časopisech (Jedna v *Plasma Processes and Polymers*, jedna v *Surface Coating Technology* a jedna v *Applied Surface Science*). Ve všech publikacích je doktorand spoluautorem. Množství publikací je postačující a jejich kvalita je na vysoké úrovni.
- f) Závěrem konstatuji, že **Ing. Martin Šašek**, autor disertační práce „**Magnetronová depozice oxidových a nitridových vrstev s vysokou teplotní stabilitou**“ prokázal způsobilost samostatně a úspěšně řešit vědecké problémy, ovládá vědecké metody a má teoretické vědomosti jakož i experimentální zručnosti na vysoké úrovni. Proto **doporučuji** tuto disertační práci předložit k obhajobě.

Při obhajobě disertační práce žádám doktoranda, aby vysvětlil:

1. Proč se při použití geometrie GIXRD na difraktogramech vyskytují difrakční čáry od monokrystalického Si substrátu, když tento substrát má orientaci krystalografických rovin (100) ve směru [100], který je kolmý na povrch substrátu?
2. Proč se v disertační práci změna hmotnosti Δm uvádí v mg/cm^2 ?

Doc. RNDr. Pavol ŠUTTA, PhD.

