

Posudek oponenta disertační práce

Název práce: Reaktivní magnetronová depozice nanokompozitních tenkých vrstev na bázi oxidů a oxynitridů
Autor: Ing. Michal Meissner

Předkládaná disertační práce se věnuje aktuálním tématům a problémům v oblasti reaktivního magnetronového naprašování tenkých nanokompozitních vrstev na bázi oxidů a oxynitridů. Pro přípravu vrstev je používán stejnosměrný příp. pulzní magnetron, jsou použity konfigurace s jedním nebo duálním magnetronem.

Práce má standardní členění, v první, rešeršní části se autor postupně věnuje TiO_2 a jeho vlastnostem včetně antibakteriálního působení a kompozitním materiálům na jeho bázi v kombinaci s kovem. Dále se zabývá problematikou vzniku oblouků a jejich eliminací při ss. reaktivním magnetronovém naprašování. Nakonec se věnuje přehledu různých používaných oxynitridových tenkých vrstev a jejich přípravě pomocí pulzního reaktivního naprašování a jejich mechanických vlastnostem. Uvedené tři okruhy problémů odrážejí tři témata, kterými se autor ve své práci zabývá a které se zákonitě promítají do všech kapitol práce.

Následuje kapitola, ve které jsou jasně vymezeny cíle disertační práce, opět ve všech třech okruzích. V další kapitole je uvedena metodika řešení včetně podrobného popisu požitého experimentálního zařízení pro přípravu jednotlivých typů nanokompozitních vrstev a zvolených postupů pro měření vybraných vlastností vrstev.

Pátá kapitola je pak věnována výsledkům práce včetně jejich diskuse. Byly připraveny zajímavé multifunkční nanokompozitní vrstvy TiO_2/Cu , které jsou hydrofilní a mají zároveň silný antibakteriální účinek. Autor se rovněž zabýval problematikou vzniku oblouků při ss. pulzním reaktivním naprašování a podařilo se mu najít souvislosti s přechodovými jevy během doby vypnutí pulzu. Z toho pak vyplývají podmínky, které je nutno dodržet, aby byly oblouky eliminovány. Při přípravě vrstev oxynitridu hliníku se podařilo systematickým výzkumem ukázat, že nanokrystalky nitridu nebo oxidu zabudované v amorfnní matici zlepšují mechanické vlastnosti vrstev.

Disertační práce o rozsahu 99 stran je sepsána v angličtině a je zpracována přehledně, dobře a logicky členěna, po stránce formální ani jazykové k ní nemám žádné výhrady. Přináší řadu nových a kvalitních výsledků, z nichž některé byly již publikovány formou 4 kvalitních publikací v impaktovaných časopisech. Autor rovněž prezentoval výsledky na mezinárodních konferencích, celkem 11 příspěvků, z nichž 8 prezentoval osobně. K práci mám pouze některé připomínky:

- označení poloměrů Φ_{Ti} a $\Phi_{\text{Ti fix}}$ v popisu obr. 4.1.3 není použito ani v obrázku (tam jsou číselné hodnoty), ani v textu, je tedy nadbytečné a matoucí
- v tab. 4.3.2 je U_{max} chybně nazváno jako maximální výbojový proud
- obr. 5.3.3 byl původně asi barevný, v uvedené černobíle verzi je méně přehledný
- u obr. 5.2.6 je chybný popis obrázku, použité frekvence nesouhlasí s údaji v textu
- na str. 81 je uvedeno, že vrstvy s $H/E^* > 0,1$ jsou odolné vůči praskání až do ohybového úhlu 180° , ale hned pro druhou vrstvu, která má $H/E^* = 0,101$ to není pravda.

Na autora mám dále tyto otázky:

- čím byly zakryty okraje vzorků při přípravě hliníkových vrstev jak je uvedeno na str. 36?
- V obr. 5.1.1 a 5.1.2 chybí vysvětlení veličin $T_{\lambda=550\text{nm}}$ a E_g .
- Může autor vysvětlit, proč má v obr. 4.2.2 a 5.2.1 se schématickým zapojením magnetronu zvolenou polaritu tak, že záporný pól je připojen k anodě magnetronu?
- V kap. 5.1 autor uvádí, že většina experimentů s nanokompozitním TiO_2/Cu je převzata z doktorské práce kolegy Ondoka, citace je řádně uvedena. Mohl by autor vymezen, co je/není


v této kapitole jeho dílem, zda experimenty s UV indukovanou hydrofilitou těchto vrstev jsou již dílem autora?

5) V kap. 5.2.6 se autor zabývá vlivem nastavené napěťové úrovně na pulzním zdroji Advanced Energy pro detekci oblouků a uvádí vysvětlení rozdílného efektu pozorovaného na vytvořené vrstvě při úrovni detekce – 50V a – 100V. Budou opravdu potenciálové poměry takové, jak autor uvádí? Mohl by to podrobněji vysvětlit? Nebude přítomnost makročásteček ve vrstvě souviset spíše s rozdílnou úrovní dosaženého proudu v oblouku?

6) Tab. 5.3.5 uvádí souhrnně mechanické vlastnosti vrstev Al–O–N, z nichž některé byly připraveny na skleněné podložce a některé na Mo. Může druh podložky ovlivnit měřené mechanické vlastnosti vrstev?

Diskuse získaných výsledků je někdy hodně stručná. Rovněž závěry sumarizované pouze v bodech nepovažuji za šťastné, uvítal bych podrobnější diskusi získaných výsledků včetně možnosti jejich dalšího využití. Přes uvedené drobné připomínky považuji disertační práci za velmi zdařilou, za práci, která přispívá jednoznačně k rozvoji poznání v oboru. Autor prokázal schopnost samostatné tvůrčí práce, práce obsahuje původní výsledky, disertační práci proto doporučuji k obhajobě.

V Ústí nad Labem 8.9.2015


Prof. RNDr. Stanislav Novák, CSc.
Katedra fyziky PřF UJEP
České mládeže 8
Ústí nad Labem

Západočeská univerzita v Plzni

Doručeno: 11.09.2015

ZCU 026607/2015

listy: 4

přílohy:

druh:



zcupese561ea

Oponentský posudek

doktorská disertace v oboru Fyzika plazmatu a fyzika tenkých vrstev

Ing. Michal Meissner

Reactive Magnetron Sputtering of Oxide Based and Oxynitride Nanocomposite thin films

Obor doktorského studia: Fyzika plazmatu a tenkých vrstev
Předložená disertace: ZČU v Plzni, Fakulta aplikovaných věd, Katedra fyziky
Školitel: prof. Ing. Jindřich Musil, DrSc. - ZČU v Plzni, FAV
Oponent: doc. RNDr. Josef Kasl, CSc. – VZÚ Plzeň

Předkládaná disertační práce je zaměřena do oblasti reaktivního magnetronového napařování tenkých nanokompozitních vrstev a zahrnuje tři oblasti doktorandovy činnosti. První je věnována DC reaktivnímu magnetronovému napařování nanokompozitních TiO_2 tenkých vrstev a jejich charakterizaci z hlediska požadovaných vlastností (dobré smáčivosti a antibakteriálního účinku). Druhá část je zaměřena na zamezení vzniku makročástic v povlaku v důsledku elektrických oblouků během DC pulzního reaktivního magnetronového napařování tenkých vrstev Al_2O_3 . Konečně třetí část se zabývá vlivem podmínek příprav dvoufázových nanokompozitních vrstev Al-O-N na jejich mechanické vlastnosti. Práce pokrývá široké spektrum činností od vývoje postupů magnetronového napařování, samotnou přípravu tenkých vrstev až po zkoušení různých vlastností těchto vrstev. Práce navazuje resp. je součástí dlouhodobých výzkumných aktivit vedených prof. Ing. Jindřichem Musilem, DrSc. na Katedře fyziky FAV. Zvolená témata lze hodnotit jako vysoce aktuální, a to nejen z hlediska možných praktických aplikací nově vyvíjených vrstev, ale i z hlediska hlubšího porozumění fyzikálním procesům probíhajícím během depozice a souvislosti vlastností vrstev s jejich prvkovým a fázovým složením a strukturou. Hodnocenou **práci považuji za vysoce aktuální a významnou pro oblast přípravy tenkých vrstev reaktivním magnetronovým napařováním.**

Práce má 99 stran a je formálně rozdělena do šesti kapitol. Po obecném úvodu následuje kapitola shrnující současný stav poznání v přípravě tenkých vrstev na bázi TiO_2 a Al-O-N, jejich vlastností a aplikacím a dále popisu příčin vzniku oblouků během napařování, důsledkům jejich výskytu a jejich zabránění. Ve třetí kapitole jsou jasně a konkrétně formulovány cíle disertační práce. Čtvrtá kapitola je věnována podrobnému popisu experimentálního vybavení a postupům pro stanovování vlastností vrstev. Ty zahrnují široké spektrum metod (měření tloušťek, mechanických vlastností, prvkového a fázového složení a struktury, povrchové morfologie, optických vlastností, smáčivosti, antibakteriálních účinků a odolnosti proti vzniku trhlin). Shrnutí obsažená ve druhé a čtvrté kapitole jsou přehledně a účelně zpracována a poskytují tak doktorandovi vhodné východisko pro vlastní experimentální práci a interpretaci výsledků. Doktorand prokázal, že je schopen se orientovat v literatuře, najít si a zpracovat zásadní informace, které potřebuje pro vlastní práci. Pátá kapitola shrnuje výsledky experimentu odděleně pro tři studované oblasti a zároveň obsahuje i jejich diskusi. Šestá kapitola je věnována závěrům učiněným na základě dosažených výsledků. Přehled použité literatury obsahuje celkem 106 citací převážně z poslední doby.

Cíle disertační práce jsou konkrétní a jsou stanoveny ve třetí kapitole. Hlavními cíli práce bylo:

- 1) nalézt podmínky depozice a složení pro nanokompozitní vrstvy TiO_2/C tak, aby vrstvy vykazovaly po vystavení UV záření dobré smáčivé i antibakteriální vlastnosti. Toho bylo dosaženo při obsahu 1,5 at. % Cu.
- 2) nalézt postup a parametry depozice, které by eliminovaly tvorbu oblouků při naprašování modelového systému Al_2O_3 . Byly připraveny vrstvy bez mikročástic při vhodné volbě doby vypnutí pulzu, délce pulzu a výkonové hustotě na terči, které jsou v práci považované za klíčovými parametry.
- 3) připravit vrstvy Al-O-N na různých substrátech a korelovat parametry depozice (zejména s ohledem na napouštění kyslíku) s (prvkovým a fázovým) složením vrstev a jejich mechanickými vlastnostmi a odolností proti vzniku trhlin. Při nižším a vysokém napouštění kyslíku byly připraveny nanokrystalické vrstvy v širokém rozsahu prvkového složení od AlN po Al_2O_3 obsahující vždy určitý podíl amorfni fáze Al-O-N, které vykazují zlepšené mechanické vlastnosti.

Pro dosažení těchto výsledků **doktorand zvolil vhodný postup** řešení založený na hluboké znalosti problematiky reaktivního magnetronového napařování, stavby vrstev a zkoušení jejich vlastností. Na dosažení výsledků vynaložil značné úsilí. Chtěl bych vyzvednout zejména široký záběr práce, její interdisciplinaritu a použití velkého množství různorodých metod měření a zkoušení vlastností vrstev. Metody byly aplikovány s přehledem a účelně. Získané výsledky byly plně využity pro správnou interpretaci vlastností vrstev resp. procesů reaktivního magnetronového napařování. Z dosažených výsledků a učiněných závěrů práce je patrné, že **stanovené cíle práce se podařilo beze zbytku naplnit. Práci považuji za originální a přínosnou ve studované oblasti s konkrétními výstupy**, které bude možné využít při dalším vývoji a při aplikacích.

Práce je logicky a přehledně zpracována a má dobrou grafickou úroveň. Je napsána v anglickém jazyce a obsahuje poměrně malé množství překlepů a nedostatků (např. užívání %, desetinná tečka u čísel v českém textu, chybí měřítko u všech obrázků ze světelné mikroskopie, poznámka 1 u tabulky 5.3.5 by bylo logičtější užít již u tabulky 5.3.4 ...). To jsou však jen drobnosti u jinak vzorné práci.

Doktorand prokázal, že je schopen pracovat s literaturou a získané poznatky aktivně uplatnit při výzkumné práci. Studovanou problematiku korelace vlastností tenkých nanokompozitních vrstev v závislosti na parametrech jejich přípravy zvládl jak při realizaci přípravy a stanovení vlastností vrstev, tak při vyhodnocení získaných výsledků a jejich interpretaci. To potvrzuje i výčet prací disertanta obsahující čtyři články v zahraničních časopisech a dvanáct příspěvků na mezinárodních konferencích. Jedná se vesměs o příspěvky v kvalitních časopisech resp. na konferencích a z tohoto pohledu považuji doktorandovu publikační aktivitu za velmi dobrou.

Disertační práci považuji za doklad toho, že doktorand prokázal dostatečné znalosti a schopnosti tvůrčím způsobem pracovat, interpretovat a prezentovat dosažené výsledky. **Disertační práci proto doporučuji k obhajobě.**

K práci nemám zásadní připomínky. Do případné diskuse mám následující témata:

- jaké je možné zobecnění výsledků získaných v druhé části práce pro přípravu dalších systémů?

- při přípravě Al-O-N vrstev byla i bez připouštění kyslíku nalezena amorfni fáze obsahující kyslík. Přičítá se to vlivu zbytkového kyslíku v atmosféře aparatury. Byl tento jev pozorován i u jiných systémů? Z hlediska mechanických vlastností vycházejí velmi podobně systémy s poměrem $\tau_{O_2}/T_{O_2} = 0,2$ (n AlN) a 0,5 až 1 (n Al₂O₃). Která varianta se jeví jako „perspektivnější“?
- počítá se s možností sledování nanostruktury povlaků metodou vysokorozlišovací transmisní elektronové mikroskopie (např. v Nové technologii – Výzkumné centrum, ZČU).



V Plzni dne 29. 7. 2015

