

Prof. Ing. Petr LOUDA, CSc.
TU v Liberci, Fakulta strojní
Katedra materiálu
Studentská 2
473 18 Liberec 1

OPONENTNÍ POSUDEK

na disertační práci pro obor - Fyzika plazmatu a tenkých vrstev
na Fakultě aplikovaných věd Západočeské univerzity v Plzni

Autor práce : Ing. Radomír Čerstvý

Název práce:

Prvkové složení a struktura tenkovrstvých materiálů a jejich korelace s materiálovými vlastnostmi

Školitel – prof. RNDr. Jaroslav Vlček, CSc.
Katedra fyziky FAV ZČU Plzeň

Tento posudek byl zpracován na základě pověření děkanky fakulty aplikovaných věd
doc. Dr. Ing. Vlasty Radové ze dne 12.11.2019.

Posudek má 4 strany textu a byl vyhotoven ve 2 exemplářích.

V Liberci 30.11.2019

1. ÚVOD:

Předložená disertační práce s názvem „**Prvkové složení a struktura tenkovrstvých materiálů a jejich korelace s materiálovými vlastnostmi**“ Ing. Radomíra Čerstvého je rozdělena do čtyř kapitol. Práce má celkem 121 stran textu.

Téma disertace odpovídá oboru Fyzika plazmatu a tenkých vrstev a je vhodně zvolené.

2. TÉMA PRÁCE:

Hodnocená disertační práce se zabývá problematikou tenkých vrstev. Zabývá se korelací mezi depozičními parametry, prvkovým složením, strukturou a vlastnostmi vrstev. Byly připraveny vrstvy Al-Si-N, Al-Ti-O, Si-Zr-O, Si-B-C-N, Al-Cu-O, Zr-Al-O, Al-O-N, nc-TiC/a-C, Mo-C, TiO₂ a Al₂O₃. Pro tenkovrstvé materiály vytvořené různými metodami magnetronové depozice byla sledována analýza prvkového složení pomocí RTG fluorescence a vnitřní stavby pomocí RTG difrakce. Téma práce koresponduje s předchozími 12 vědeckými články autora. Na tyto publikace vydané v mezinárodních impaktovaných časopisech se autor odkazuje.

3. PŘÍNOSY PRÁCE:

Úvod práce je napsán stručně, přehledně a srozumitelně. Autor zde podrobně popisuje smysl experimentu a celé práce.

Prvních cca 20 stran z celkem 120 poskytuje velmi pečlivě, přehledně a podrobně zpracovanou charakteristiku hodnocení nanovrstev pomocí rentgenového záření. Seznam použitých odkazů je přesvědčivý a z přehledu je zřejmé, že se jedná převážně o validitní zdroje.

Cíle práce uvedené v kapitole 2 považuji za průkazné a disertabilní.

Za hlavní přínos práce považuji kapitolu 3, kde autor seznamuje s 12 vědeckými články, které publikoval v mezinárodních impaktovaných časopisech v letech 2008 – 2012. V těchto oponentovaných člancích autor předkládá základní charakteristikou použitých depozičních systémů a analytických metod, které jsou v experimentech využívány.

Značnou část práce v člancích věnuje doktorand analýze vztahu mezi depozičními parametry, strukturou depovaných vrstev a výslednými vlastnostmi povlakovaného systému. Vzhledem k tomu, že soubor publikací autora byl již oponentován recenzenty, nebudu jejich obsah dále analyzovat, pouze se omezím na konstatování, že řešená problematika koresponduje s tématem disertační práce, jeho cíly i oborem disertace – Fyzika plazmatu a tenkých vrstev.

Rozsah experimentů i teoretický rozbor chování povlakovaného systému svědčí o autorově odborné způsobilosti a znalostech v oblasti vnitřní stavby pevné fáze a fyzice plazmatu.

Aktuálnost řešené problematiky, vzhledem k nesporné průmyslové aplikovatelnosti tenkých vrstev bude jistě dále vzrůstat. Autor vykazuje ve své práci výraznou vědeckou erudici.

4. HODNOCENÍ PRÁCE:

Kapitoly jsou uspořádány návazně a přehledně, což svědčí o autorových didaktických schopnostech splňujících požadavky vědního oboru, práce je napsána na odpovídající jazykové úrovni.

Nespokojenost naopak musím vyjádřit k –

Časové neaktuálnosti uvedených článků z minulé dekády (2008-2012).

Na straně 112 prosím o vysvětlení, proč jsou amorfní vrstvy a-(Al-Si-N) tvrdší než krystalické c-(Al-Si-N)?

Na straně 112 prosím o vysvětlení, proč jsou amorfní vrstvy a-(Al-Si-N) oxidačně odolnější a tepelně stabilnější, než krystalické c-(Al-Si-N)?

Dále prosím blíže vysvětlit na str. 115 dopad struktury a prvkového složení na tribologické vlastnosti tenké vrstvy?

Jaká je příčina nárůstu součinitele tření a otěru s růstem Mo (str.116)?

Strana 119 vysvětlete prosím fotokatalytický efekt vrstev TiO₂ a dále jak souvisí tento efekt se strukturou, tloušťkou vrstvy a fázovým složením?

Přes výše uvedené výtky jsem přesvědčen, že zpracování práce je zdařilé a podle mého názoru se jedná o nadstandardní vědeckou práci v řešené problematice.

5. OTÁZKY A PŘIPOMÍNKY:

1) *Jak byly stanoveny hodnoty součinitele tření na str. 115 a 116?*

2) *Jak můžeme prakticky využít tlakové pnutí v tenkých vrstvách?*

3) *Jakým způsobem hodlá autor aplikovat výsledky své disertační práce do své další vědecké práce?*

4) *Kterou část práce si autor nejvíce cení a proč, v čem vidí svůj vědecký přínos?*

5) *Proč autor nepublikoval v posledních 8 letech?*

6. CELKOVÉ HODNOCENÍ A ZÁVĚR:

Autor se v předložené disertační práci zabývá aktuálním a významným problémem zvyšování užitečných vlastností povrchů plazmovými technologiemi.

Práce obsahuje původní výsledky teoretického i aplikačního charakteru. Autor prokázal tvůrčí invenci. Výsledky jeho práce jsou přínosem jak pro teorii, tak i pro praxi v oblasti povrchového inženýrství. Publikační aktivity doktoranda jsou na velmi dobré úrovni.

Lze konstatovat, že cíle, které si autor vytýčil, byly splněny.

Doporučuji, aby po úspěšném obhájení byl **udělen** panu Ing. Radomíru Čerstvému vědecký titul **PhD** podle platného VŠ zákona.

V Liberci 30.11. 2019

Petr LOŮDA

Západočeská univerzita v Plzni

Doručeno: 29.11.2019

ZCU 028146/2019

listy: 7

druh:

přílohy:



zcupes12292de

Oponentský posudek

doktorská disertace v oboru Fyzika plazmatu a fyzika tenkých vrstev

Ing. Radomír Čerstvý

Prvkové složení a struktura tenkovrstvých materiálů a jejich korelace s materiálovými vlastnostmi

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

Předkládaná disertační práce je komentovaným souhrnem 12 odborných článků zabývajících se přípravou a studiem vlastností tenkých vrstev z polykomponentních systémů připravených metodou magnetronového napařování. Články byly publikovány v letech 2008 až 2012 v časopisech Surface and Coating Technology (7 příspěvků), Applied Surface Science (3 příspěvky), Thin Solid Films (1 příspěvek) a Applied Surface Science (1 příspěvek). Byly to vesměs výstupy dlouhodobých systematicky prováděných výzkumných aktivit na Katedře fyziky a v Evropském centru excelence NTIS FAV ZČU v Plzni při řešení jednoho projektu MŠMT ČR, čtyř projektů GAČR, jednoho projektu COST a jednoho projektu Evropské regionální podpory. Doktorand se na všech významně podílel stanovováním prvkového a fázového složení (v práci často označované jako struktura) tenkých vrstev metodou rentgenové fluorescenční analýzy na vlnově disperzním rentgenovém spektrometru MagiX PRO resp. metodou rentgenové difrakční analýzy na rentgenovém difraktometru X'Pert PRO MPD. Všechny uvedené **práce považují za vysoce aktuální a významné pro oblast přípravy tenkých vrstev magnetronovou depozicí a pro jejich možnou aplikovatelnost v průmyslu.**

Práce má celkem 122 stran a je formálně rozdělena do čtyř částí. Úvodní kapitola „Úvod“ (12 stran) stručně představuje vlastnosti rentgenového záření a jeho interakce s pevnými látkami. Pozornost je v ní dále věnována principům a instrumentálním technikám fluorescenční rentgenové analýzy prvkového složení a rentgenové fázové analýzy. V závěru kapitoly jsou popsány oba přístroje používané při rozbořech prezentovaných v práci.

Druhá kapitola (1 strana) ozřejmuje cíle disertační práce. Hlavním cílem bylo provedenými měřeními přispět, vedle výsledků dalších experimentálních metod, k pochopení vztahů mezi použitými parametry depozičních procesů a jejich různými vlastnostmi s ohledem na výsledné prvkové a fázové složení připravených tenkých vrstev. Výsledky resp. prezentované články jsou podle materiálů a požadovaných vlastností rozděleny do čtyř skupin, a to:

- ochranné povlaky Al-Si-N, Al-Ti-O, Si-Zr-O, Si-B-C-N a Al₂O₃ s dostatečnou tvrdostí a vysokou teplotní stabilitou ve vzduchu za velmi vysokých teplot (pět článků);
- otěruvzdorné ochranné povlaky nc-TiC/A-C a Mo-C s dostatečnou tvrdostí a nízkým koeficientem tření (dva články);
- multifunkční vrstvy Al-Cu-O, Zr-Al-O, Al-O-N se zvýšenou odolností proti vzniku trhlin při namáhání (čtyři články);

- fotokatalytické vrstvy TiO_2 (jeden článek).

Třetí kapitola „Výsledky“ je souhrnem kopií všech v práci uvedených odborných článků.

Čtvrtá kapitola „Závěr“ (19 stran) rozvádí postupně jednotlivé získané výsledky prezentované v článcích, zejména s ohledem na to, jak je zjištěné stanovené prvkové a fázové složení ovlivněno použitými depozičními parametry a jak následně ovlivnilo vlastnosti povlaků.

V zásadě tedy doktorand v každém úkolu postupoval obdobně při použití standardních analytických metod. V jednotlivých úlohách je však vhodným a tvůrčím způsobem přizpůsoboval konkrétním analyzovaným systémům. Z jednotlivých odborných publikací a z komentářů v závěrečné kapitole je patrné, že jeho **výsledky měly zásadní význam pro porozumění procesům probíhajícím během depozice povlaků a dále jejich souvislostem s dosaženými parametry povlaků**. Na interpretaci dosažených výsledků se osobně podílel. Přispěl tak k **vysoké odborné úrovni všech předložených článků**. Je možné konstatovat, že **cíle disertační práce, tak, jak jsou uvedeny v kapitole 2, doktorand splnil**.

Práce je kvalitně zpracována. Je přehledně strukturována, **má dobrou grafickou úroveň** a prakticky neobsahuje formální chyby a překlepy (s výjimkou psaní hodnot a jednotek fyzikálních veličin). Doktorand měl však v tomto ohledu „ulehčenou“ práci, neboť rozsah samotného jím napsaného textu činí 32 stran a veškeré obrázky, grafy atd. jsou součástí odborných publikací, které prošly recenzním řízením. K přehlednosti a lepší orientaci v práci by přispěl rejstřík zkratk a přehled označení v práci použitých fyzikálních veličin.

V samotné práci je uveden pouze přehled dvanácti výše zmíněných článků. Další publikační aktivity doktoranda v práci nejsou uvedeny. Vzhledem k tomu, že poslední článek z práce byl publikován v roce 2012, jistě existují i jeho další významné výstupy. Je proto škoda, že aktuální přehled celé publikační činnosti doktoranda není v práci zahrnut. K rešeršní první kapitole je uvedeno celkem deset odkazů.

K práci mám následující připomínky a dotazy. První kapitola obsahuje poměrně velký počet terminologických nepřesností a neúplně popsanych pojmů a procesů. Např. ani metalurgie bulkových kovů a slitin neprobíhá za rovnovážných podmínek (str. 7), ztráta energie elektronů pružným rozptylem (str. 8), viz otázka 1, pojem termu vs. energetická hladina (str. 8), přechod elektronů v excitovaném stavu atomu se může uskutečnit i nezářivým procesem (str. 8), energie vyzářeného charakteristického fotonu je rovna právě rozdílu vazebných energií elektronů ... spektrum ... záření je diskrétní (str. 8), viz otázka 2, výsledný hmotnostní absorpční koeficient je dán součtem hmotnostních absorpčních koeficientů vs. následující vzorec (str. 9), koherentní a nekoherentní rozptyl (str. 10), viz otázka 1, vlnová délka prvku – nevhodná formulace (str. 10), mrtvá doba polovodičového detektoru rtg záření (str. 10), vrstevná vs. vrstevnatá chyba.

Otázky:

- 1) Definujte pojmy elastický a neelastický, koherentní a nekoherentní rozptyl.
- 2) Jaká je vlastní pološířka rentgenových linií a jaká je rozlišovací schopnost použitého XRF spektrometru v závislosti na typu linie a její energie.
- 3) Ve své prezentaci při zkoušce podrobněji popište váš příspěvek k použitým měřením prvkového a fázového složení, o kterém se jen výčtem píše na str. 22.

4) V práci v komentářích k výsledkům většinou není specifikovaná chyba měření pro prvkové složení; několikrát je o výsledcích zmíněno „v rámci přesnosti použité techniky“ (např. v komentáři ke článku A-V, str. 115). Výjimkou je článek C-I, v němž jsou uvedeny chybové úsečky (str. 78). Jaké jsou nejistoty měření pro jednotlivé prvky u použitého spektrometru? Lze např. v komentáři ke článku A-II, str. 113 říci, že prvkové složení Al-Ti-O vrstev primárně závisí na průměru upevňovacího kroužku z titanu: pro průměr 35 mm je složení Al – 19 at. %, Ti – 14 at. % a O – 67 at. %, zatímco pro průměr 50 mm je složení Al – 20 at. %, Ti – 13 at. % a O – 67 at. %? Znamená zápis o složení vrstvy v komentáři ke článku A-III, str. 113 ~ 31 at. % Si, 5 at. % Zr a ~ 64 at. % O nějakou informaci o chybě měření, nebo se jedná o překlep. V komentáři k práci B-I jsou výsledky stanovení prvkového složení uváděny na desetiny at. %, ve většině dalších komentářů na celá čísla at. %. V příslušném článku je uvedeno, že stanovení prvkového složení bylo provedeno s přesností $\pm 10\%$ (str. 65). Bylo použito jiné zařízení, než je to zmíněno v kapitole 1 (viz též otázka 9)? Jaká je tedy skutečná chyba měření?

5) Jaké jsou detekční limity jednotlivých prvků pro použité zařízení, resp. jakých bylo asi dosahováno pro vykonaná měření při použitých podmínkách a korekčních postupech; jaké byly asi hloubky excitace rtg záření vzhledem k tloušťkám povlaků?

6) Jaké jsou detekční limity sledovaných fází pro použité podmínky rtg fázové analýzy?

7) Proč v komentáři ke článku A-IV (str. 114) je výskyt Si považován ve vrstvách I a II za nečistotu a ve vrstvě III za její integrální součást?

8) Do jakých teplot je v daném zařízení možno provádět rtg fázovou analýzu. V práci A-V (str. 115) byly fázové analýzy prováděny po vyžehání a ochlazení, nebo přímo na žíhacích teplotách? Pokud byly analýzy prováděny prvním způsobem, jaký může mít ochlazení vliv na změny fázového složení?

9) V článku B-I (str. 64) je uvedeno, že rtg fázová analýza byla provedena na přístroji DRON 4.07. Totéž platí pro článek B-II (str. 70). V kapitole 1 tato skutečnost není uvedena.

10) V článku B-I je učiněn závěr, že nedochází k posunu linií příslušející TiC v závislosti na úhlu 2θ , což implikuje, že TiC má stále stechiometrické složení. Nicméně z obr. 1 příslušného článku (str. 65) se zdá, že k mírnému posunu linií dochází. Reprodukovaný obrázek je však relativně malý. Jaké je vysvětlení?

Závěr

Doktorand prokázal, že na základě dlouhodobého studia odborné literatury a instrumentální praxe je schopný samostatně a na vysoké úrovni provádět rozbor prvkového a fázového složení polykomponentních tenkých povlaků, které díky povaze studovaných materiálů (malý objem materiálu, jemnozrnnost, složitost prvkového i fázového složení, nízké zastoupení některých fází/prvků atd.) je značně obtížné a vyžaduje specifický přístup. Získané výsledky dokáže správně interpretovat a využít je k pochopení vlivu podmínek depozičních procesů na různé vlastnosti povlaků. To mu umožňuje se efektivně zapojit do tvorby komplexních výstupů projektů řešených na domovském pracovišti a přispívat k jejich vysoké odborné úrovni. Bohužel z předložené práce nebylo možné posoudit doktorandovu publikační činnost v celé její šíři.

Disertační práci a i uvedené publikační aktivity považuji za doklad toho, že doktorand prokázal dostatečné znalosti a schopnosti tvůrčím způsobem experimentálně pracovat, interpretovat a prezentovat dosažené výsledky v oblasti prvkové a fázové analýzy tenkých komplexních povlaků připravených magnetronovým naprašováním. **Disertační práci proto po úspěšném absolvování doktorské zkoušky doporučuji k obhajobě.**

