

OPONENTSKÝ POSUDEK DISERTAČNÍ PRÁCE

Autor: Ing. Jan Lazar

Název práce: Diagnostics and modeling of high-power magnetron sputtering discharges

Oponent: Prof. RNDr. Milan Tichý, DrSc.

Doktorská disertační práce Ing. Jana Lazara přispívá k pochopení procesů probíhajících ve výbojovém plazmatu případně na substrátu při depozici vrstev zirkonu a oxidu zirkonu v systému pro pulzní vysokovýkonovou magnetronovou depozici (HiPIMS). Jedná se o perspektivní PVD metodu, při které se na terč magnetronu aplikuje impuls napětí generující výkonovou hustotu řádu kWcm^{-2} . Impulsy jsou aplikovány zpravidla s relativně nízkou opakovací frekvencí 50Hz-100kHz, a nízkým činitelem plnění do 10%. Porozumění těmto procesům je nezbytné pro úspěšné zvládnutí problémů spojených s aplikací těchto plazmatických technologií do praxe. Rozsáhlá experimentální studie plazmatu pulzního magnetronu se standardní a zvýšenou nevyváženou konfigurací magnetického pole při depozici vrstev zirkonia a oxidu zirkonia a aplikace jejích výsledků v modelu vyvinutém na pracovišti disertanta vedla k významnému posunu v pochopení procesů probíhajících při této depozici. Přitom pulzní magnetrony mají v technologiích používajících nízkoteplotní plazma výsadní postavení, protože umožňují dosahovat vysokých rychlostí depozic a nanesené vrstvy mají dobré parametry.

Disertace je zaměřena na diagnostiku, řízení a modelování výbojového plazmatu v systému HiPIMS. Iontové toky byly zkoumány pomocí hmotnostní spektroskopie s energetickým a časovým rozlišením. Byla vyvinuta metodika měření, kalibrace a interpretace energiových spekter jedno- i vícenásobně nabitých iontů. Při depozici vrstev zirkonia bylo zjištěno, že při zvýšení hustoty výkonu na terči nad cca 1 kWcm^{-2} s činitelem plnění okolo 4% dochází ke zvýšené generaci dvojnásobně nabitých iontů zirkonia a zmenšení depoziční rychlosti. Modelové výpočty potvrdily, že zvýšení ztrát rozprášených částic při zvýšení střední výkonové hustoty na terči přes periodu je obecnou vlastností systémů typu HiPIMS a je nezávislé na konkrétní konfiguraci depozičního systému. Při depozici oxidu zirkonia s použitím směsi argonu a kyslíku jako pracovního plynu v magnetronu bylo zjištěno, že zvýšení střední hustoty výkonu na terči při konstantním činitelem plnění 10% vede ke zvyšování depoziční rychlosti, zatímco zvýšení průměrné výkonové hustoty v pulzu zkrácením pulzu pod činitel plnění 5% vedlo k poklesu depoziční rychlosti. Na rozdíl od depozice čistého zirkonia byly přítomny zejména jedno- a dvojnásobně nabité ionty argonu a jednonásobně nabité ionty kyslíku a zirkonia; podíl dvojnásobně nabitých iontů kyslíku byl velice malý. Bylo rovněž demonstrováno, že impedanci výboje lze úspěšně využít k efektivnímu řízení depozice vrstev oxidu zirkonia.

Cíle práce jsou jasně popsány na straně 20 disertace. Hlavní cíle jsou tři:

- (i) vývoj konsistentní metodologie získávání a interpretace iontových spekter se zaměřením na vícenásobně nabité ionty.
- (ii) HiPIMS depozice vrstev zirkonia.
- (iii) HiPIMS depozice vrstev oxidu zirkonia (oxidu zirkoničitého). Součástí tohoto úkolu byl i vývoj modelu popisujícího řízenou reaktivní depozici oxidu zirkonia.

Hodnocená písemná zpráva je psána v anglickém jazyce dobré kvality. Obsahuje celkem 8 částí, z nichž tři nejpodstatnější uvádějí čtenáře do problematiky magnetronové depozice včetně systémů HiPIMS (kapitola 2.), rozebírají metody použité jak pro studium plazmatu, tak i nanášených vrstev (kapitola 4.), a předkládají čtenáři výsledky práce (kapitola 5.). Následuje závěr, seznam literatury a přehled publikací disertanta v recenzovaných časopisech a na konferencích.

I když disertant přímo nespecifikuje části, za které byl v jednotlivých tématických úkolech zodpovědný, předpokládám, že to byla zejména experimentální práce, tj. sestavení experimentu a získání kvalitních experimentálních dat. Jednotícím motivem disertace jako celku je tedy přispění k pochopení fyzikálních případně chemických procesů probíhajících v uvedeném systému při depozici zvolených vrstev a kvalitativní vysvětlení jejich vlivu na vlastnosti deponovaných vrstev. Rozsah experimentální práce je veliký a z tohoto hlediska je třeba hodnotu disertační práce ocenit. Disertace má včetně seznamů literatury a publikací disertanta 128 stran, a text je doprovázen řadou obrázků. Seznam literatury má 137 odkazů. Ocenit je také třeba několik tabulek, které přehledně prezentují čtenáři data potřebná k pochopení výkladu.

Cílem disertace bylo akumulovat co největší množství experimentálních dat v širokém rozsahu experimentálních podmínek a využít je pro charakterizaci procesů probíhajících jednak ve výboji, jednak na povrchu substrátu při depozici vrstev Zr a ZrO_x . Byla využita diagnostika pomocí hmotnostní spektroskopie. Hmotnostní spektroskopie byla doplněna energiovou analýzou detekovaných iontů. Hmotnostní spektroskopie byla podle potřeby prováděna s časovým rozlišením nebo středovaná přes provozní periodu. Během práce na úkolech disertace zvládl proto Ing. Lazar metodiku měření hmotnostním spektrometrem, a to jak standardní, tak i s časovým rozlišením.

Studované plazmové procesy i vlastnosti deponovaných vrstev, a zejména pak pochopení vzájemných vztahů mezi nimi mají značnou perspektivu uplatnění v praxi. Nicméně nejen proto má disertace značný význam pro studovaný obor. Disertant v rámci svého postgraduálního studia sestavil dobře fungující aparaturu, provedl množství měření, a zpracoval a interpretoval výsledky experimentů. Prokázal tak, že je schopen porozumět vybraným fyzikálním mechanismům, které probíhají ve studovaných plazmatických a chemických procesech. Přitom je třeba vyzdvihnout pečlivost a systematickост, s jakou disertant experimenty prováděl, a přehlednost, s jakou prezentoval experimentální výsledky.

Práce je psána v anglickém jazyce dobré kvality. Obsahuje obecný úvod, cíle práce, tři hlavní kapitoly vtahující se k uvedeným třem tématům, závěr, seznam publikací disertanta a abstrakt. Závěr obsahuje diskusi dosažených výsledků ve vztahu k vytyčeným cílům. Disertant přiložil do práce seznam publikací se svým spoluautorstvím, které se k disertaci vztahují; na první pohled je tak zřejmé, že věnoval svému postgraduálnímu studiu značné úsilí, které bylo korunováno určitou publikační aktivitou. Ze seznamu je zřejmé, že disertant je spoluautorem jedné již vyšlé publikace v renomovaném zahraničním časopise *Journal of Applied Physics*. Spolu s několika konferenčními publikacemi je možné konstatovat, že publikační aktivita Ing. Lazara prezentovaná v disertaci odpovídá požadovanému standardu.

Disertace je orientována z velké části experimentálně, avšak její významnou část tvoří rovněž matematický model popisující reaktivní magnetronovou depozici. Jsou popsány experimentální systémy, principy použitých diagnostických metod, a podmínky a způsob provádění experimentů. Z popisu je zřejmá snaha disertanta o dokonalost a čtenář tak získává dojem, že předkládaná data byla získána s patřičnou péčí. Rovněž mohu s potěšením konstatovat, že jsem přes svoje značné úsilí v písemné zprávě našel jen několik málo překlepů, například strana 31, 5. řádek odshora AR^{1+} místo Ar^{1+} , strana 78, 12. řádek odshora

„... temperature ...“ místo „... temperatures ...“, a ve jménu posledního autora reference 8, „... Carter ...“ místo „... Carted ...“; to svědčí o pečlivosti a zodpovědnosti autora i z hlediska formální úpravy práce.

Disertační práce má široký záběr a autor se v ní musel seznámit s řadou experimentálních metod, nastudovat množství specializované literatury, a získat praktické experimentální dovednosti. HiPIMS depozice oxidu zirkonia je předmětem podávaného patentu. Ze všech těchto hledisek je nutné práci autora hodnocené doktorské disertační práce ocenit.

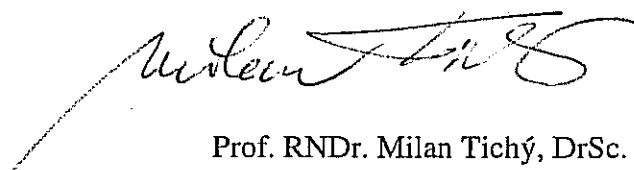
K hodnocené práci mám následující připomínky/dotazy:

- 1) Pro měřicí účely by bylo vhodné aproximovat závislost hmotové diskriminace analytickou funkcí. Provedli jste to? Byla iontová spektra prezentovaná v části 5 korigována na hmotovou diskriminaci?
- 2) Je zřejmé, že proces „ladění“ hmotového spektrometru má jistý efekt na část spektra s vyššími energiemi. Byla spektra v části 5 měřena tak, že se hmotový spektrometr na začátku seřídil, „naladil“, a pak se již měnily jen podmínky vlastního experimentu? Jinak by spektra za různých experimentálních podmínek byla těžko srovnatelná.
- 3) Obrázky s řadou křivek, např. obr. 4.7, 4.8 apod. jsou nepřehledné; odlišit křivky jen druhem čáry je nedostatečné. Proč nebyly použity barvy k odlišení křivek? (Barvy nejsou ani v pdf verzi.)
- 4) Ke straně 51 - během depozice vrstev ZrO_x se oxid zirkonia deponoval i na stěny systému. Viz též strana 100-101. Z tohoto důvodu se například neměřil proud na substrát rovinnou sondou. Jakým způsobem byl pak systém čištěn?
- 5) Model prezentovaný v částech 4.5 a 4.6, strany 52 až 67, je relativně komplikovaný. Rád bych věděl, jak dalece je tento model originální či jak navazuje na modely již publikované; jinými slovy, jaký byl přínos autora disertace při konstrukci tohoto modelu.
- 6) Ke straně 77 - diskuse o vlivu dvojnásobně nabitých kovových iontů na užité vlastnosti vrstvy. Je známo něco více o mechanismu předávání rekombinační energie ve vrstvě?
- 7) Do jaké skupiny uváděné na straně 19 byste zařadil modely particle-in-cell?

Závěr:

Disertaci Ing. Jana Lazara hodnotím jako kvalitní. Není pochyb o tom, že během postgraduálního studia vykonal velký kus experimentální práce a přispěl tak významně k rozvoji poznání ve studovaném vědním oboru. Publikační aktivita disertanta odpovídá požadovanému standardu. Disertaci Ing. Jana Lazara „Diagnostics and modeling of high-power magnetron sputtering discharges“ proto doporučuji k obhajobě.

V Praze, dne 26. listopadu 2012



Prof. RNDr. Milan Tichý, DrSc.

Oponentský posudek doktorské disertační práce

Diagnostics and modeling of high-power impulse magnetron sputtering discharges

Autor disertace : Ing. **Jan Lazar**

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

Disertační práce Ing. Jana Lazara „Diagnostics and modelling of high-power impulse magnetron sputtering discharges“ je zaměřena na tematiku progresivní technologie vysokovýkonového pulzního magnetronového naprašování (HiPIMS). V práci jsou popsány postupy řešení a výsledky řešení tří okruhů problémů : (1) metodika hmotnostní spektrometrie, (2) naprašování zirkonu metodou HiPIMS a (3) naprašování oxidu zirkonu stejnou metodou. Práce má celkem 126 stránek a je rozdělena do šesti kapitol, seznamu použité literatury a seznamu autorových publikací.

Práce má obvyklé členění. V úvodní části jsou stručně zmíněny hlavní požadavky na řízení procesu magnetronového naprašování, specifika metody HiPIMS pro reaktivní i nereaktivní naprašování a zásady modelování napravovacího procesu. Po stručném vymezení cílů práce následuje kapitola věnovaná rozboru metodiky měření hmotnostním spektrometrem. Jde o neobvykle podrobnou a kritickou analýzu procesu měření, kalibrace přístroje i vyhodnocování spekter. Stejně důkladné i zasvěcené jsou analýzy depozičního systému a depozičního procesu. V odstavci 4.3.3 jsem postrádal náčrtek ilustrující geometrii a polohu přídavné anody (str. 51). Popis metodiky matematického modelování reaktivního naprašovacího procesu dokazuje disertantovy rozsáhlé znalosti v oboru modelování. Část věnovaná výsledkům práce má čtyři části. V první jsou shrnuty výsledky měření charakteristik výboje za různých experimentálních podmínek při naprašování zirkonu, následuje část věnovaná specifikám nastavení experimentu a analýzy výsledků pro naprašování oxidu zirkonu. Třetí část obsahuje výsledky měření při reaktivní depozici ZrO_2 a kapitola je uzavřena přehledem výsledků modelu reaktivního procesu. Závěrečná část výstižně shrnuje hlavní výsledky práce.

Z textu není zřejmé, zdali měření a vyhodnocení měření vlastností vrstev (XRD aj.) prováděl disertant sám, žádám o objasnění.

Závěry posudku:

- a) Současný vývoj PVD depozičních metod aplikovaných v průmyslových podmínkách je charakterizován úsilím o zvýšení produktivity a reprodukovatelnosti používaných technologií. S tím je spojena potřeba podrobného poznání fyzikálních procesů, rozvoj diagnostiky výbojů a metodiky vyhodnocování povlaků. Metoda HiPIMS patří mezi technologie, kterým je věnována přednostní pozornost. Téma práce lze proto označit jako aktuální a její výsledky jsou jednoznačným přínosem pro obor.
- b) Všechny části práce dokazují, že disertant pracoval neobyčejně pečlivě, s důkladnou znalostí problematiky jak po stránce teoretické tak experimentální včetně metod matematického modelování. Práce bezesbýtku splnila všechny vytčené cíle.

c) Výsledky disertační práce Ing. Lazara jsou významné neboť poskytují zcela původní a podrobné informace o vlivu některých depozičních parametrů na vlastnosti vrstev, o možnosti regulovat reaktivní proces na základě měření impedance výboje a další poznatky. I když některé z nich jsou specifické pro naprašování zirkonu, vyvinutou metodiku lze přizpůsobit i pro depozici povlaků z jiných podobných materiálů metodou HiPIMS.

d) Formální stránka práce má vysokou úroveň. Možné výtky jsou zcela marginální, s odkazem na ISO 80000 : symboly veličin v textu mají být tištěny kurzívou, složené jednotky mají být odděleny tečkou ($W \cdot cm^{-2}$ namísto Wcm^{-2}). V obrázcích s více grafy jsou v popiskách rozlišovány a) a b), ale grafy někdy nejsou označeny (např. Fig. 5.3 na str. 70 nebo Fig. 5.15 na str. 90). Práce je napsána čtivým slohem výtečnou odbornou angličtinou.

e) Konstatuji, že autor publikoval část výsledků práce v impaktovaném zahraničním časopise a dále v celkem 10 příspěvcích na odborných konferencích.

Na základě uvedených skutečností konstatuji, že disertační práce „Diagnostics and modelling of high-power impulse magnetron sputtering discharges” autora Ing. Jana Lazara splňuje všechny požadavky kladené na doktorské disertační práce a prokazuje předpoklady autora k samostatné tvořivé vědecké práci. Práci doporučuji k obhajobě.

V Praze, dne 25.listopadu 2012



Rudolf Novák

Ústav fyziky
FS ČVUT v Praze