

## **Vrstvy Zr-Al-O a Zr-Si-O odolné proti vzniku trhlin**

Autor disertace : Ing. **Josef Sklenka**

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

Disertační práce Ing. Josefa Sklenky „Vrstvy Zr-Al-O a Zr-Si-O odolné proti vzniku trhlin“ je zaměřena na tematiku magnetronové reaktivní depozice vrstev vykazujících vysokou tvrdost, odolnost proti vzniku trhlin při ohybu a požadovanou optickou transparentní. V práci jsou popsány postupy a výsledky řešení těchto úkolů : (1) studium oxidových vrstev Zr-Al-O a Zr-Si-O, (2) stanovení podmínek pro vytváření tvrdých vrstev s vysokou elasticitou a odolností proti vzniku trhlin při ohybu, (3) stanovení korelací mezi mechanickými vlastnostmi uvedených oxidových vrstev a jejich odolností proti vzniku trhlin a (4) kritické zhodnocení dosažených výsledků. Práce má celkem 119 stránek a je rozdělena do šesti kapitol, seznamu použité literatury a seznamu autorových publikací.

Práce má obvyklé členění. V úvodu je stručně objasněna motivace práce. Kapitola seznamující se současným stavem problematiky je rozdělena na část věnovanou depoziční metodě, tj. pulznímu reaktivnímu magnetronovému naprašování, část seznamující s problematikou lomové mechaniky a část charakterizující vlastnosti oxidů relevantních k tématu práce. Po stanovení cílů práce následuje kapitola popisující zvolené metody zpracování: depoziční zařízení a terčovou konfiguraci, metody charakterizace deponovaných vrstev. Kapitola věnovaná výsledkům je rozdělena na části Zr-Al-O a Zr-Si-O a obsahuje podrobné údaje o depozici a vlastnostech vrstev tvořených těmito oxidy. Dosažené výsledky jsou přehledně shrnuty v závěrečné kapitole.

K práci mám tyto věcné připomínky:

- Kapitola 2.2 přináší neuspořádané a neúplné poznatky z lomové mechaniky, které v uvedeném tvaru nejsou použitelné pro kvantifikování lomové houževnatosti nebo jiné charakteristiky vrstev. Vzhledem k omezenému rozsahu kapitoly a jen okrajové souvislosti s cíli práce ji považuji za zbytečnou. Potvrzuje to i skutečnost, že s uváděnými poznatky autor v dalších částech disertace již nepracuje.
- Požadované vlastnosti vrstev (transmitance, tvrdost, elastická vratnost), které jsou skryty v textu na str. 56 by měly být deklarovány dříve, např. v úvodu Kap. 5 .
- Výsledky zobrazené na Obr. 5.20 nemohly být získány pomocí zařízení popsaného v kap. 4.3.8.
- Neporozuměl jsem, zdali údaje o vnitřním pnutí (str. 81 a Tab. 5.11 a Tab. 5.12) byly změřeny metodou popsanou v kap. 4.3.1. nebo byly získány jiným způsobem.

K formální stránce práce mám tyto připomínky:

- Na str. 10, 12 a 13 je symbol  $c$  používán pro rozdílné veličiny.
- V rovnostech (2.2.7) a následujících jsou používány veličiny, jejichž význam není zřejmý ani z Obr. 2.2.2 ani z jiného obrázku.

Disertanta žádám, aby během obhajoby odpověděl na následující otázku: Je známo, proč transmitance vrstev klesá skokem na nulovou hodnotu pro parciální tlak kyslíku  $p_{O_2} = 0,04$  Pa (Obr. 5.15.) ?

Závěry posudku:

a) Cílem disertační práce Ing. Josefa Sklenky bylo získat nové poznatky o přípravě oxidových vrstev na bázi Zr-Al-O a Zr-Si-O, konkrétně o vlivu chemického složení a depozičních podmínek na jejich vybrané mechanické a optické vlastnosti a dále o vzájemných korelacích těchto vlastností. Práce je přínosem pro obor, protože prezentuje výsledky rozsáhlého systematického výzkumu této problematiky a přináší řadu podnětů pro zaměření dalších experimentů.

b) Všechny části práce dokazují, že disertant pracoval neobyčejně pečlivě a s důkladnou znalostí problematiky. Depoziční metoda (naprašování pomocí duálního magnetronu s dělenými terči) je špičkovou technologií. Metody použité autorem k analýze a hodnocení připravených vrstev jsou na úrovni současné špičkové metodiky experimentu a technologie. Práce bezesbytku splnila všechny vytčené cíle.

c) Disertační práce přináší nové a významné poznatky. Autor důkladně prostudoval vliv parciálního tlaku kyslíku na průběh depozičního procesu, na chemické složení vrstev a jejich mechanické vlastnosti. Značnou pozornost věnoval fázovému složení, fázovým změnám a možnostem stabilizace vrstev. Stanovil i podmínky pro dosažení potřebné transmitance vrstev ve viditelné oblasti spektra. Pro využití funkčních vlastností vrstev jsou důležité získané poznatky o závislosti odolnosti vrstev proti vzniku trhlin při ohybu na jejich snadno měřitelných mechanických parametrech. Podnětem pro další směřování výzkumu jsou výsledky dosažené na multivrstvách vytvářených pokrytím křehkých vrstev ochrannou vrstvou s vysokým kompresním pnutím.

d) Práce je uspořádána systematicky a přehledně, výskyt překlepů a chyb je minimální. Sníženou srozumitelnost některých partií lze vysvětlit určitou nezkušeností disertanta při formulaci zejména složitějších výroků.

e) Konstatuji, že část výsledků práce je obsažena ve třech článcích publikovaných v impaktovaném časopise, u všech je disertant uveden jako druhý autor. Výsledky byly prezentovány i na pěti mezinárodních konferencích, disertant je vždy uveden jako první autor.

**Na základě uvedených skutečností konstatuji, že disertační práce Ing. Josefa Sklenky „Vrstvy Zr-Al-O a Zr-Si-O odolné proti vzniku trhlin“ splňuje všechny požadavky kladené na doktorské disertační práce a prokazuje předpoklady autora k samostatné tvořivé vědecké práci. Práci doporučuji k obhajobě.**

V Praze, dne 16. června 2014

  
Rudolf Novák  
ČVUT v Praze



## Oponentský posudek na disertační práci

Ing. Josefa Sklenky „*Vrstvy Zr-Al-O a Zr-Si-O odolné proti vzniku trhlin*“

Předkládaná disertační práce je věnována aktuálnímu tématu transparentních ochranných vrstev, které mají dostatečnou houževnatost, aby při jejich ohybu nevznikaly trhliny. Práce se zabývá přípravou a studiem nanokompozitních tenkých vrstev oxidů Zr-Al-O a Zr-Si-O s různým poměrem prvků Zr/Al a Zr/Si deponovaných pomocí AC magnetonového naprašování na křemíkové, skleněné a molybdenové substráty při různých teplotách. V práci byly zkoumány faktory, které ovlivňují výsledné vlastnosti vrstev s cílem nalézt a připravit takové vrstvy, které by kombinovaly vysokou tvrdost a odolnost proti vzniku trhlin. Výsledky uvedené v této disertační práci získal autor během svého působení na Katedře fyziky Fakulty aplikovaných věd Západočeské univerzity v Plzni a dílčí experimentální výsledky analýz byly získány i formou spolupráce s dalšími externími pracovišti.

V první, tj. rešeršní části práce, uvádí autor systematický a podrobný přehled současného stavu poznání v oblasti studia zkoumané problematiky. Tato část je věnována hlavně výstižnému popisu metody magnetonového naprašování, vybraným partiím z problematiky lomové mechaniky a obecnou charakterizací vybraných oxidů.

Na tomto místě bych chtěl ocenit přístup autora práce k vypracování rešeršní části práce. Tato část práce je napsána přehledně a výstižně a svědčí o pečlivém studiu rešeršních materiálů (celkem 122 odkazů).

Po přesném vyspecifikování cílů práce je další experimentální část práce věnována zvoleným metodám zpracování, tj. charakterizaci experimentálního zařízení pro depozici vrstev, detailnímu popisu konfigurací terčů pro naprašování, důležitých pro řízení prvkového složení deponovaných vrstev, dále přehledu a popisu použitých metod pro analýzu a určení vlastností deponovaných tenkých vrstev. Těžiště disertační práce je v další, páté části, která je věnována popisu a vyhodnocení provedených experimentů, dosaženým výsledkům a jejich diskusi. První část této kapitoly je věnována důkladné charakterizaci vrstev oxidů Zr-Al-O, v další části jsou zkoumány vlastnosti vrstev oxidů Zr-Si-O. Pro každý z těchto materiálů byly zkoumány mechanické vlastnosti, depoziční rychost, transmitance, struktura a prvkové složení tenkých vrstev v závislosti na parciálním tlaku kyslíku v pracovním plynu. Následně byla zkoumána korelace mezi hodnotami poměru tvrdosti k efektivnímu Youngovu modulu pružnosti a odolností vrstev proti vzniku trhlin. Autor se zabýval i studiem vlivu struktury vrstev na jejich odolnost proti vzniku trhlin. Poslední kapitola je věnována stručnému a přehlednému shrnutí dosažených výsledků práce.

Seznam použité literatury ve vlastní disertační práci obsahuje 122 odkazů na práce jiných autorů, které jsou v práci bohatě citovány. Jako příloha disertační práce je uveden i přehled publikační činnosti autora práce. Tento přehled publikační činnosti autora práce obsahuje celkem 3 články v impaktovaných mezinárodních časopisech, 5 příspěvků na konferencích, z toho na 3 mezinárodních. Práce obsahuje i přehledný seznam vybraných symbolů.

Práce je po stránce formální a grafické úpravy na velmi dobré úrovni, v práci se vyskytuje minimum překlepů (pouze na str. 26 v obr. 2.2.16 je v popisce veličin u popisu veličiny  $c$  uvedeno „ie“ namísto „je“, podobně na str 59 v obr. 5.5. má být u svislé osy popiska „prvkové“ namísto „prkové“ a na str. 68 v nadpisu 5.3.5.1 má být uvedeno „zirkoničitého“ namísto „zirkoničitý“) či jiných nedostatků (při vázání práce došlo zřejmě k chybě v důsledku které v exempláři práce, kterou jsem posuzoval chyběly stránky 54, 56, 60 a 61). Posudek práce však byl vypracován na základě kompletní práce po doplnění chybějících stránek oponentovi ze strany autora. Dále mám několik drobných připomínek. Na



str. 44 v kapitole 4.3.3 autor uvádí, že „rentgenové zařízení bylo buzeno měděnou **výbojkou**“, domnívám se, že by bylo přesnější tvrzení „...výbojkou s měděnou **anodou**“. Na str. 46 v kapitole 4.3.7 autor práce dále uvádí, že „transmitance vrstev byla měřena na **spektrometru**...“, opět se domnívám, že by zde bylo přesnější tvrzení, že „transmitance vrstev byla měřena na **spektrofotometru**...“.

Celkově lze tedy hodnotit předloženou disertační práci následovně:

- a) Hlavní výsledky, kterých autor v této práci dosáhl, jsou původní a rozšiřují doposud známé poznatky v oblasti studia tenkých nanokompozitních oxidových tvrdých vrstev odolných proti vzniku trhlin při jejich ohybu.
- b) Autor provedl rozsáhlou řadu experimentů a systematických měření, diskutoval a analyzoval zvolené metody a dosažené experimentální výsledky.
- c) K věcnému vědeckému obsahu předkládané práce nemám připomínek a v dané práci jsem nenašel podstatné a závažné nedostatky.
- d) Byly zvoleny adekvátní metody a disertační práce splnila stanovené cíle.

Na dané práci osobně velmi oceňuji velký aplikační potenciál dosažených výsledků, např. pro aplikace v oblasti ochrany povrchu flexibilních zobrazovacích zařízení.

Z hlediska prováděných experimentů a dosažených výsledků mám k práci následující dotazy:

- 1) U výsledků měření závislosti depoziční rychlosti na parciálním tlaku kyslíku, uvedených v obr. 5.3 na str. 55 autor vysvětluje pokles depoziční rychlosti při vyšších hodnotách parciálního tlaku kyslíku otrávením rozprašovaného terče kyslíkem. Může autor práce upřesnit, zda mohou tuto závislost ovlivňovat i jiné další faktory jako např. změna iontového složení plazmatu závisující na parciálním tlaku kyslíku a s tím spojené změny ve vzájemném poměru dopadajících iontů s různými hmotnostmi a energiemi?
- 2) Na str. 43 autor uvádí, že „...pokožová teplota substrátu znamená, že substráty nebyly vyhřívány.“ Může autor upřesnit, zda v tomto případě nevyhříváního substrátu byla teplota substrátu při depozici měřena také a jaká byla její typická hodnota ?
- 3) V části 5.3.7 na obr. 5.14 a 5.15 (str. 74 a 75), dále v části 5.4.7 na obr. 5.31 jsou uváděny závislosti transmitancí vrstev transparentních oxidů na skleněném substrátu. Může autor vysvětlit příčinu periodického průběhu transmitancí (v oblasti od cca 350 nm k vyšším hodnotám vlnové délky) u substrátů s vrstvami na rozdíl od spojitě neperiodického průběhu transmitance skleněného substrátu ve stejné oblasti vlnových délek ?

Autor předloženou disertační práci prokázal schopnost samostatné vědecké práce. Jeho publikační činnost a řada prezentací výsledků na konferencích dokazují i jeho schopnost referovat o své práci a prezentovat dosažené výsledky.

Domnívám se proto, že předložená práce Ing. Josefa Sklenky „Vrstvy Zr-Al-O a Zr-Si-O odolné proti vzniku trhlin“ splňuje požadavky, které jsou na disertační práci kladeny, doporučuji přijmout disertační práci k obhajobě a po úspěšné obhajobě udělení titulu Ph.D.

V Ústí nad Labem, dne 4. 7. 2014



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