



RNDr. Petr Lukáš, CSc.

Tel.: +420 2 20941147

E-mail: lukas@ujf.cas.cz

OPONENTSKÝ POSUDEK DOKTORSKÉ DIZERTAČNÍ PRÁCE

Autor: Mgr. Daniel Šimek

Název práce: **Komplexní difrakční studium polykrystalických tenkých vrstev**

Předložená dizertační práce je zaměřena na strukturní a substrukturní charakterizaci tenkých polykrystalických vrstev pomocí rentgenové difrakce. Zvolené téma je vysoce aktuální, různé metody nanášení ochranných a ořezovacích vrstev jsou předmětem intenzivního výzkumu v mnoha oborech. Důležitým momentem těchto výzkumů je použití vhodné metody charakterizace kvality připravených vrstev, která by měla umožnit optimalizovat parametry technologie depozice vrstev.

Autor se ve své práci detailně věnuje využití rentgenové difrakce, která nepochybně patří k základním experimentálním metodám dostupným pro popis těchto systémů. Úvodem je třeba poznamenat, že využití této metody je v tomto případě zcela netriviální. Kromě instrumentální a experimentální náročnosti jsou studované vrstvy ze strukturního hlediska zatíženy prakticky všemi možnými nedokonalostmi – velký podíl poruch mříže deponovaného materiálu, malé krystality, silná přednostní orientace a elastická anizotropie, silná reziduální makroskopická i mikroskopická napětí. Všechny tyto efekty v souhrnu představují vážné komplikace pro korektní vyhodnocení strukturních a substrukturních parametrů. Autor v tomto případě zvolil metodu zpřesňování úplných difrakčních map, založenou na porovnání měřených difrakčních map a simulovaných map na bázi numerického modelu mikrostruktury.

Předmětem experimentálního studia byly vrstvy TiB_2 deponované na ocelovém substrátu, sada vzorků sestávala z vrstev připravených metodou magnetronového naprašování s různými produkčními parametry.

Po formální stránce je práce rozdělena do čtyř kapitol. První kapitola podává zdařilý přehled kinematické teorie difrakce s pojednáním popisu výše uvedených strukturních poruch. Tato kapitola dále obsahuje popis elastického chování polykrystalů v mezních aproximacích Voightova a Reussova modelu. Druhá kapitola obsahuje detailní popis numerického modelování difrakčních map, jednak s ohledem na použitá difrakční zařízení, jednak s ohledem na modelové chování polykrystalických vrstev. Třetí kapitola je věnována experimentálním výsledkům. Sada vzorků byla měřena na dvou různých zařízeních, v rentgenové laboratoři Rotan ve FZÚ AV ČR a laboratoři katedry fyziky kondenzovaných látek MFF UK. Tato kapitola představuje klíčovou část dizertační práce, zpracování výsledků, analýzu chyb a meze použitelnosti zvoleného typu vyhodnocení a diskusi výsledků. Čtvrtá kapitola zahrnuje zejména kompletní přehled vyhodnocených výsledků a appendix o elastických konstantách.

Hlavní přínos předložené dizertační práce je dle mého názoru především metodický, práce předkládá náročný a zdařilý způsob zpracování mimořádně rozsáhlého souboru experimentálních difrakčních dat. Předložené výsledné strukturní a substrukturní parametry celé řady studovaných vrstev zřejmě nejsou nijak významně korelovány s depozičními parametry magnetronového naprašování, což nijak nesnižuje hodnotu předložené práce.

Hlavní snahou autora je zřejmě pokus o spolehlivé vyhodnocení makroskopického a mikroskopického napětí v deponovaných vrstvách, které z technologického hlediska významně ovlivňuje kvalitu vrstev. Makroskopické napětí je pojednáno Voightovým a Reussovým modelem. Obecně, u vzorků se slabší přednostní orientací (FK44, FK 48, FK 38, FK 40) je dosaženo poměrně konzistentních výsledků, zatímco spolehlivé vyhodnocení makroskopického napětí u vzorků se silnou přednostní orientací (FK42, FK 43, FK 66) se zdá být velice obtížné. Autor si je vědom problému a předkládá metodu hodnocení spolehlivosti modelu pomocí váženého profilového R-faktoru. Z výsledků uvedených v obrázcích na str. 83-87 je vidět, že tato metoda má poměrně dobrou vypovídací hodnotu a poskytuje zřejmě i realistický odhad maximální možné chyby tohoto postupu. Mikroskopické napětí je do simulací difrakčních map modelováno dvěma způsoby, jako napětí II. a III. druhu. Z přehledu vyhodnocených výsledků je dle mého názoru zřejmé, že autor použil v tomto případě příliš jemné modely, ze kterých ve finále není možné rozlišit převládající typ mikronapětí. Nicméně

oba modely poskytují uspokojivý výsledek, zhruba obdobné hodnoty mikroskopického napětí odpovídající rozšíření reflexí.

Vyhodnocení dalších strukturních parametrů je diskutováno na konci třetí kapitoly.

Po formální stránce je práce sepsána poměrně přehledně a jasně, některé obrázky by vzhledem k velkému informačnímu obsahu mohly být větší /str. 46-48/. Prosím autora o komentář k několika následujícím bodům:

1. V obrázku 58, str. 83 odpovídají minima parabol hodnotám cca -11 GPa /Reuss, Rotan/ a cca +4GPa /Voight, Rotan/, není mi zřejmá korespondence se zpřesněnými daty v tab. 10 str. 72.
2. Jak by podle názoru autora dopadla analýza hodnocení spolehlivosti pomocí váženého profilového R-faktoru v případě modelování mikroskopického napětí?
3. Výsledné hodnoty vyhodnoceného makroskopického napětí jsou poměrně hodně vysoké, řádově až 10 GPa. Jsou takové hodnoty realistické? Může autor případně diskutovat vliv neurčitosti hodnoty elastického modulu v takovémto složitém systému /viz např. obr. 69, str. 95/.
4. Z popisu numerického modelování difrakčních map v kapitole II. mi není zřejmý podíl autora na vytvoření tohoto modelu, v závěru je explicitně zmíněn pouze článek I.3.4.
5. Práce se odkazuje na jedinou publikaci autora, viz Ref. [54]. Je to jediný publikovaný výsledek v případě takto rozsáhlé experimentální práce?

Při souhrnném posuzování práce mohu konstatovat, že navržený a popsany vyhodnocovací postup umožňuje dosažení maximálního množství strukturních informací z velmi rozsáhlých souborů experimentálních dat. Zároveň oceňuji i navržený způsob posouzení spolehlivosti extrahovaných dat. I když prakticky ve všech případech je dosaženo vynikajícího vizuálního souhlasu simulovaných a naměřených difrakčních map, tento postup umožňuje nalézt a posoudit parametry modelu, na které není výsledný fit příliš citlivý, a odhadnout tak chyby vyhodnocení. Závěrem konstatuji, že předložená dizertační práce osvědčuje rozsáhlé teoretické znalosti a experimentální dovednosti autora a jeho schopnost samostatné vědecké práce. Úroveň posuzované práce mne opravňuje k doporučení přijmout dizertační práci k obhajobě.

V Reži, dne 8.9.2008