

Oponentský posudek disertační práce Mgr. Daniela Šimka

## **Komplexní difrakční studium tenkých polykrystalických vrstev**

Předložená disertační práce je věnována jednomu z ústředních témat současné aplikované krystalografie, tj. studiu vlastností tenkých vrstev se silnou přednostní orientací krystalitů. Přednostní orientace se v tenkých vrstvách vyskytuje téměř vždy a vede k tomu, že běžné symetrické difrakční záznamy v krajních případech obsahují pouze několik řádů reflexí od jedné osnovy rovin, tj. od rovin rovnoběžných s povrchem vzorku. Při naklápění vzorku pak zase intenzita těchto reflexí prudce klesá s rychlým úbytkem počtu více ukloněných rovin. Tyto efekty pak zásadním způsobem omezují studium mikrostruktury takovýchto vrstev, speciálně měření zbytkových napětí. Proto pokládám podrobné vypracování metodiky komplexního difrakčního měření, jež bylo použito v této práci, za velice aktuální a potřebné. V současné době má pouze dvě konkurenční podoby v metodice založené na programu MAUD italských krystalografů a v rozšířené verzi programu FOX, na níž pracuje Mgr. Zdeněk Matěj z MFF UK. První z uvedených programů, který je zaměřen i na asymetrické skeny, obsahuje pouze fenomenologický popis mikronapětí a velikosti krystalitů. Disertační práce Daniela Šimka tak představuje originální řešení dané problematiky, a to v širokém mezinárodním měřítku.

Zvolená metodika se opírá o rozšíření experimentálního měření na mapování difraktované intenzity v celé přístupné oblasti reciprokého prostoru (což představuje i nutnost podrobného rozboru různých difrakčních geometrií a zavedení příslušných korekcí pro daná experimentální uspořádání). Analýza naměřených dat spočívá v simulaci a fitování modelových výpočtů na naměřená data, a to současně na výsledky z měření symetrických skenů, z asymetrických skenů získaných měřením na dvou difraktometrech s různou optikou a z měření přednostní orientace z omega skenů. Jedná se tudíž o spojené fitování rozsáhlého souboru dat, přičemž se ještě alternativně používá vážení dat z různých experimentů podle intenzity difraccí. Podstatnou částí používané metodiky je i podrobné propracování mikrostrukturních modelů pro zbytková napětí, mikronapětí, přednostní orientaci a pod.

Tato nová metodika je testována na souboru deseti vzorků tenkých vrstev  $\text{TiB}_2$ , připravených magnetronovým naprašováním na jiném pracovišti. Tyto vzorky mají různý stupeň přednostní orientace rovin (001) rovnoběžně s povrchem substrátu (vesměs se však jedná spíše o silně texturované materiály). U tohoto hexagonálního materiálu se pochopitelně objevuje ještě další problém, tj. kompetitivní projevy zbytkového napětí spolu se změnou poměru velikosti mřížových parametrů  $a$  a  $c$ . U symetričtějších kubických látek, nejčastěji prezentovaných v literatuře, tento problém odpadá. Nutno zdůraznit, že cílem práce nebylo systematické studium závislosti struktury a vlastností

těchto tenkých vrstev na technologii přípravy. Byly cíleně využity pro testování nové metodiky.

Z předchozího vyplývá i hlavní přínos předložené disertace. Spočívá ve vypracování a otestování metody komplexního difrakčního studia silně texturovaných tenkých vrstev a v prohloubení mikrostrukturních modelů. Tyto modely, zahrnující vliv přednostní orientace, zbytkových napětí, mikropnutí tří druhů a vliv velikosti částic, byly testovány spolu s ověřováním relevance různých fitovacích postupů (např. s Reussovým nebo s Voigtovým modelem středování elastických parametrů). Vysoce hodnotím neuvěřitelně velký rozsah všech prací a provázanost systematických studií. Další věc, kterou je třeba ocenit, je do důsledku dodržovaný postup při analýze výsledků měření na všech studovaných vzorcích a pro všechny geometrie měření, takže srovnávání je opravdu možné. V neposlední řadě, jako vedlejší produkt práce, byla podrobně změřena mikrostruktura deseti vzorků  $TiB_2$ , což je jistě vítaným poznatkem pro aplikaci těchto materiálů, případně pro úpravu technologických parametrů jejich přípravy. Práce je hodnotným příspěvkem v teorii difrakce a cenným pomocníkem pro všechny, kteří se potýkají s nemalými potížemi při analýze mikrostruktury tenkých vrstev. A ty jsou v současné době vysoce aktuální v moderních technologiích přípravy elektronických, magnetických, optických a chemicko-mechanických zařízení. V této práci bylo zřejmě dosaženo hranic současných možností difrakčního studia tenkovrstevných materiálů a bylo i poukázáno na možná úskalí interpretace výsledků na základě snazších experimentů a zjednodušených modelů.

Předložená disertace bude jistě cenným zdrojem informací pro řadu následovníků, a to nejen jako vodítko při komplexním zkoumání tenkých vrstev, ale i jako cenný zdroj informací shrnutých v podrobném teoreticko-experimentálním úvodu.

Práce je zpracována na vynikající úrovni, jak po stránce logické, grafické, citační, odkazování v textu apod. Kromě řady drobných překlepů musím upozornit na jednu zásadnější chybu. Na str. 5 vektor  $\mathbf{k}$  označuje směr dopadající vlny, zatímco na následující stránce pak směr rozptýlené vlny. Tato definiční nejednoznačnost v dalším nevádí, pokud se čtenář přidrží poslední (správné) verze. Z věcného hlediska předkládám následující připomínku a dotaz:

1. Na str. 14 je teoreticky diskutován vliv absorpce. Vzhledem k měření i pod velmi malými úhly dopadající či rozptýlené vlny vzhledem k povrchu vzorku (např. při měření přednostní orientace krystalitů) se může uplatnit i vliv drsnosti povrchu (P. Suortti, J.Appl.Cryst. 5 (1972) 325). Je pravděpodobné, že u měřených vzorků se tento vliv neuplatnil, nicméně by bylo vhodné jeho zanedbání komentovat, případně na něj upozornit pro případy aplikace vypracované metody na jiné materiály.
2. Na str. 56 jsou uvedeny symetrické záznamy vzorků FK38 a FK40. V obou případech je v měřených datech patrná nebazální reflexe 102. Simulované křivky u vzorku FK40 tuto reflexi zahrnují, u vzorku FK38 nikoliv. Existuje nějaké zdůvodnění pro tento rozdíl? Případně, zda by pro cenné informace získané od nebazálních reflexí při silné textuře  $\langle 001 \rangle$  bylo možné je cíleně zvýhodnit?

Závěrem konstatuji, že předložená disertace Mgr. Daniela Šimka zcela jasně prokazuje jeho předpoklady k samostatné tvořivé práci a splňuje požadavky kladené na disertační práci.

Vřele doporučuji udělení titulu PhD.



prof. RNDr. Václav Valvoda, CSc.

V Praze dne 28. 8. 2008