

Posudek práce

předložené na Matematicko-fyzikální fakultě
Univerzity Karlovy

- | | |
|--------------------------------------------|------------------------------------------------------|
| <input type="checkbox"/> posudek vedoucího | <input checked="" type="checkbox"/> posudek oponenta |
| <input type="checkbox"/> bakalářské práce | <input checked="" type="checkbox"/> diplomové práce |

Autor/ka: Bc. Jiří Vojík

Název práce: Sensorické vlastnosti modifikovaných vrstev oxidu wolframu

Studijní program a obor: Fyzika

Rok odevzdání: 2017

Jméno a tituly vedoucího/opponenta: RNDr. Stanislav Haviar, Ph.D.

Pracoviště: NTIS, Fakulta aplikovaných věd, Západočeská univerzita v Plzni

Kontaktní e-mail: haviar@ntis.zcu.cz

Odborná úroveň práce:

- vynikající velmi dobrá průměrná podprůměrná nevyhovující

Věcné chyby:

- téměř žádné vzhledem k rozsahu přiměřený počet méně podstatné četné závažné

Výsledky:

- originální původní i převzaté netriviální kompilace citované z literatury opsané

Rozsah práce:

- veliký standardní dostatečný nedostatečný

Grafická, jazyková a formální úroveň:

- vynikající velmi dobrá průměrná podprůměrná nevyhovující

Tiskové chyby:

- téměř žádné vzhledem k rozsahu a tématu přiměřený počet četné

Celková úroveň práce:

- vynikající velmi dobrá průměrná podprůměrná nevyhovující

Slovní vyjádření, komentáře a připomínky vedoucího/oponenta:

Diplomová práce popisuje přípravu a charakterizaci tenkých vrstev oxidu wolframu použitých jako konduktometrického vodíkového plynového senzoru. Téma práce je vzhledem k rozvíjejícím se vodíkovým technologiím velice aktuální a těží ze znalosti pokročilých analytických metod na pracovišti autora. Pozitivně hodnotím snahu zapojit do přípravy plynových senzorů průmyslově dostupné metody přípravy (zde magnetronové naprašování), protože řada publikací v dnešní době se v rámci (nano)senzorů věnuje čistě laboratorním způsobům přípravy.

V rámci práce je popsána příprava a vlastnosti tří druhů materiálu: čistý WO_3 , WO_3 dopovaný platinou a WO_3 dopovaný zlatem. Podstatné je, že byl zkoumán i vliv dvou různých substrátů (wafery Si/SiO_2 , křemenné sklo). K charakterizaci morfologie vrstev byla použita elektronová mikroskopie (SEM) a mikroskopie atomárních sil (AFM). K analýze chemického stavu a složení vrstev byla užita rentgenová fotoemisní spektroskopie (XPS).

Autor kvantitativně analyzuje chování elektrického odporu vrstev při expozici koncentracemi vodíku 0,1–10 %. Porovnává numerickou citlivost vrstev, reakční časy a časy regenerace pro jednotlivá složení vrstev. Průběžně sledoval vývoj chemického stavu a morfologie vrstev po dílčích senzorických rutinách.

Práce je členěna do tří hlavních kapitol (úvod, experimentální sestava a výsledková část), neobsahuje seznam cílů práce, bez seznamu literatury obsahuje celkem 43 stran textu (včetně řady plně grafických stran). Výsledková část je vhodně a logicky rozdělena na tři části dle tří druhů připravených materiálů. Rozsah citované literatury považuji za velmi omezený, obsahuje 42 položek, z nichž je však téměř čtvrtina tvořena citacemi předchozích prací pracoviště a některé klíčové úvahy jsou zdůvodněny pouze odkazem na starší diplomové práce, jsou citovány pouze dvě přehledové senzorické práce mladší deseti let.

K předkládané práci mám tyto drobné, spíše formální připomínky:

- str. 13, poslední věta nedává smysl
- str. 15, „SEM umožňuje získat pouze dvourozměrnou informaci“ – nesouhlasím
- str. 19, „pružné zlaté hroty“ – předpokládám, že jde o pokovení slitinou s obsahem zlata, pro některé systémy může hrát složení hrotu roli
- str. 20, „součinem Lorentzovy a Gaussovy funkce (tzv. pseud-Voigt)“ – jedná se o lineární kombinaci Gaussovo a Lorentzovo profilu (?)
- str. 23, k popisu složeného terče chybí některé geometrické údaje tak, aby byl experiment opakovatelný
- str. 37, obr. 3.16, nejasné, jak byla zvolena nula na z-ové ose, pro porovnávání snímků by možná bylo dobré rozsahy z-ové osy sjednotit
- str. 37, obr. 3.17, SEM snímky, asi v důsledku nabíjení vzorku, jsou značně zdeformované a mají malý dynamický rozsah, doporučuji i u SEM snímků v takovém případě odečíst pozadí v software Gwyddion
- není jasné jakou matematickou funkcí je v práci fitován ten který časový průběh elektrického odporu, navíc komentář ze str. 22 o fitování exponenciální funkcí (či součtem dvou exp.) je nedostatečný, protože používá odkaz na článek, ve které se sleduje vliv oxidujícího plynu na WO_3 ; postup by zasloužil větší komentář, nebo alespoň uvedení fitovaných hodnot alespoň u jednoho vzorku.

Následující připomínky/doporučení se týkají již obsahu, částečně se shodují s náměty k diskusi:

- V celé práci je minimálně uvažováno o krystaličnosti připravených vrstev. Je obecně známo, že při magnetronové depozici na nevyhřívaný substrát jsou připravené vrstvy typicky amorfní. Jako vhodné pro senzorické chování jsou však obecně považovány krystalické varianty oxidů kovů. Velikost „zrn“ z AFM či SEM nejde obecně ztotožnit s velikostí krystalitů. Úvahy o změnách morfologie po jednotlivých rutinách by tak měly obsahovat alespoň spekulace o vlivu rekystalizace vrstev.
- To platí také o vysvětlování rozdílů mezi reaktivnosti vzorků na orientovaných Si waferech (s SiO₂ na povrchu, které však částečně zachovává orientaci) a amorfním křemenném sklu. Nejenže se liší hrubostí, ale u takto tenkých vrstev se dá předpokládat, že různý mód růstu z počátku depozice ovlivní podobu a chování povrchu.
- V práci se porovnávají reakční a regenerační doby, není však nikdy uveden odhad odchylky zjištění těchto parametrů. Ani statisticky z více měření, ani odchylka fitu apod. Vzhledem k tomu, že se jedná o porovnání často blízkých čísel (př. str. 27, 50 s vs. 30 s) získaných z velmi zašuměných grafů. Situaci znepréhledňuje i střídání vyjadřování času v minutách a sekundách. Nevhodná je i formulace na str. 25 „relativně krátká rekační doba, 0,3 min“. Vzhledem k čemu?
- AFM snímky jsou použity pro odhad velikosti zrn materiálu před a po měřicích rutinách. I při měření stejným hrotem může dojít vlivem změny stavu hrotu ke značnému zkreslení. Bylo by vhodné uvést informaci o měření referenčního vzorku (např. jedna vrstva neprocházející rutinou), případně uvést alespoň „papírové“ parametry hrotu. Velikosti nejsou uvedeny včetně odchylky, která by vypovídala nejen o vrstvě, ale i o spolehlivosti použité binarizační metody.
- Na str. 40 a v závěru jsou porovnávány vrstvy s Au a Pt, není však zdůrazněno, že obě vrstvy obsahovaly rozdílné množství vzácného kovu.
- Práce neobsahuje diskusi, či přímo číselné porovnání senzorických parametrů, vzhledem k jiným laboratorím připravující podobné vrstvy.

Přes tyto nedostatky vnímám, že těžiště práce bylo soustředěno na fotoemisní studium zkoumaných vrstev po jednotlivých rutinách. Tento přístup velice oceňuji, protože je v senzorické literatuře méně častý a přináší zajímavé a klíčové informace o chování částic dopantů (Pt, Au) při reakci s vodíkem, především zapouzdření částic platiny oxidem wolframu, resp. redukování zlatých částic. Výsledky při těchto podmínkách (300°C a atmosférický tlak) považuji za originální a v senzorické literatuře ojedinělé.

Závěrem konstatuji, že odpovídá požadavkům kladeným na diplomovou práci. Diplomovou práci doporučuji k obhajobě a navrhuji hodnotit ji stupněm velmi dobře.

Případné otázky při obhajobě a náměty do diskuze:

1. Jakým způsobem bylo/by mohla být zjištěna krystalinita připravených vrstev? Jakým způsobem ovlivňují použité substráty růst vrstev, jakými metoda by to šlo zjistit?
2. Mají při daných pracovních teplotách vliv pouze reakce preadsorbovaného kyslíku, může hrát roli mřížový kyslík? Proč (obecně) citlivost vrstev se vzrůstající teplotou klesá?
3. Jaká byla geometrie hrotů? Byly všechny vzorky měřeny při konstantním napětí nebo konstantním proudu? Máte pro nějaký vzorek i výsledky čtyřbodového měření odporu a jak se kvantitativně chovají tyto výsledky?

4. Čím vysvětlujete změnu odporů mezi 1. a 2. měření na zoxidovaném křemíku u vzorku s platinou (str. 29)? Proč navrhované zapouzdření platiny neovlivní negativně citlivost vrstev?

Práci

doporučuji

nedoporučuji

uznat jako diplomovou/bakalářskou.

Navrhuji hodnocení stupněm:

výborně velmi dobře dobře neprospěl/a

Místo, datum a podpis vedoucího/oponenta:

V Plzni, dne 5. 6. 2017