

„ Vliv difúze na PECVD funkčních vrstev “

Autorka disertace : Ing. **Lenka Volfová**

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

Disertační práce paní Ing. Lenky Volfové „Vliv difúze na PECVD funkčních vrstev“ je studií problematiky depozice tenkých funkčních vrstev metodami PECVD na porézní substráty a na technické tkaniny z bavlněných, čedičových a skleněných vláken.

Práce má obvyklé členění a je rozdělena do šesti kapitol, seznamu použité literatury a seznamu vlastních publikací autorky. Úvod práce je věnován popisu jejích širších souvislostí, tj. roli povrchových úprav v technice, obecným technickým aspektům depozice povlaků a specifické roli plazmově podporovaných technologií pro depozice na porézní a tvarově složité substráty. Následující kapitola je zaměřena na současný stav řešené problematiky – podrobně popisuje high-tech technologie aplikované při finálních úpravách textilií, jednak na bázi makromolekulární chemie, polymerů a nanopolymerů, jednak s využitím plazmově podporovaných metod. Závěr kapitoly obsahuje přehled metod vytváření tenkých vrstev chemickými, fyzikálními a plazmochemickými postupy a přehled typů výbojů vhodných pro úpravu textilií. Kapitola dokládá, že disertantka je podrobně seznámena se současným stavem řešené problematiky. Neobsahuje formální nedostatky s výjimkou nedokončeného odstavce na str. 14. V kapitole třetí jsou stručně formulovány cíle práce. Další kapitola popisuje použité experimentální metody a je rozčleněna na části věnované depozičním aparaturám, použitým prekurzorům a substrátům a vyhodnocovacím metodám. Formální nedostatky: Nesrozumitelné obrázky 4.2 a 4.4 a zaměněné pořadí vývěj ve schématech aparatur 4.1, 4.3 a 4.5. Kapitola pátá prezentuje přehlednou formou výsledky experimentů a jejich posouzení. Formální nedostatky: Špatně čitelný popis grafů na obr. 5.10 a 5.11, popis obr. 5.43 neodpovídá grafu. Závěrečná šestá kapitola shrnuje postup experimentů, jejich vyhodnocení a přínos práce včetně návrhu dalšího postupu.

Disertantku žádám, aby v průběhu obhajoby odpověděla na následující otázky:

1. Průběhy závislosti relativní tloušťky na vzdálenosti pro různé parametry (obr. 5.8, 5.9, 5.18) vykazují významné odchylky od monotónního poklesu. Jaké jsou příčiny těchto odchylek? Byl proveden alespoň odhad nejistot naměřených hodnot tloušťky povlaků?
2. Jaký je poměr tloušťky Au povlaku na vzorcích (obr. 5.28 až 5.42) ku tloušťce funkčního povlaku?

Závěry posudku:

Aktuálnost tématu: Úpravy povrchů členitých nebo porézních substrátů a zejména speciálních vláken a textilií se stále více uplatňují v různých aplikacích jako jsou kompozity s vláknovou výztuží, katalytické povlaky na substráty s velkou povrchovou plochou, fotokatalytické povlaky atd. Téma práce je proto vysoce aktuální.

Splnění cílů: Po porovnání cílů vytčených ve třetí kapitole dizertace s prezentovanými výsledky mohu konstatovat, že tyto cíle byly splněny.

Ke zvoleným metodám zpracování uvádím: Autorkou použité metody a postupy jak při depozici polymerových a oxidových vrstev tak při jejich charakterizaci jsou plně na úrovni současných experimentálních technik. Disertantka prokázala experimentální zručnost a zna-

lost fyzikálních principů diagnostických metod a schopnost správné interpretace naměřených dat.

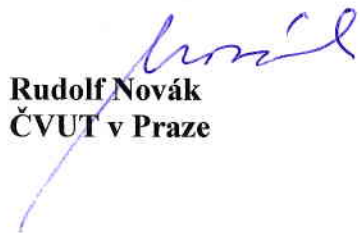
Za hlavní přínosy dizertační práce považuji:

- Návrh a experimentální ověření metodiky měření penetrační schopnosti aktivních částic do modelového substrátu při PECVD depozici s použitím dvou druhů prekurzorů, prokázání zásadního vlivu parciálního tlaku prekurzoru na difúzi aktivních částic. Využití této metodiky při experimentálním ověření vlivu depozičních parametrů na penetraci do modelového substrátu.
- Návrh a ověření metodiky PECVD depozice povlaků na textilní substráty včetně ověření vyšší fotokatalytické účinnosti povlaku TiO_2 deponovaného na technické textilie.

Kvalifikovaný rozbor problematiky a vyvození obecnějších závěrů z výsledků experimentů prokazují, že autorka si osvojila metody tvůrčí vědecké práce. Dílčí výsledky práce již byly publikovány v lektorovaných časopisech a publikační aktivita autorky odpovídá požadavkům na studenty doktorského studia.

Na základě uvedených skutečností konstatuji, že disertační práce „Vliv difúze na PECVD funkčních vrstev“ paní Ing. Lenky Volfové má po všech stránkách vysokou odbornou úroveň, prokazuje předpoklady autorky k samostatné tvořivé vědecké činnosti a proto práci doporučuji k obhajobě.

V Praze, dne 30. března 2016



Rudolf Novák
ČVUT v Praze

Prof. DSc. PhD Stanislav F. Mitura, dr hc TUL
Professor of the Koszalin University of Technology
e-mail: stanislav.mitura@gmail.com

Koszalin, 31 March 2016

Review of the PhD thesis

Ing. Lenka Volfová:

**„INFLUENCE OF DIFFUSION ON PECVD OF
FUNCTIONAL LAYERS”**

Supervisor: Prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc

Re: TUL – 206858/2112, February 2016

I made this review based on the letter of the Dean of the
Mechanical Faculty of the Technical University of Liberec
Prof. Dr. Eng. Petr Lenfeld

**1. Evaluation of originality of the problems and correctness of research
propositions of the work**

PhD thesis of Eng. Lenka Volfová: „*Influence of Diffusion on PECVD of Functional layers*” concerns the problems connected with the very modern materials science and engineering (**materiálové inženýrství**) field. From one side textile materials had been known in various forms for thousands of years. The history of modern composites for textile industry probably began in 70 decades of the twentieth century and it is associated with new technologies, especially of plasma surface treatment.

The thesis deals with thin TiO₂ layers deposition on porous substrates by the Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition method. The diffusion of plasma products is one of the most significant process providing to the synthesis of good films - especially onto the spatially complicated substrates. The main purposes of Eng. Lenka Volfová thesis were the research of the particles' penetration into the spaces shielded from the direct exposure to the plasma.

Eng. Lenka Volfová (former Lenka Sedláková) has started experiments in the field of plasma synthesis of TiO_x layers before 2005. She was owner of the project G1

205/2005 “*Mechanical properties of plasma deposited TiO_x layers*” (with Prof. Petr Špatenka). Eng. Lenka Sedláková was researcher of the Project G1 2522/2007 “*Study of photocatalytic properties of TiO₂ coatings applied to the porous substrate by chemical plasma deposition*” coordinated by Eng. Marta Horáková.

The PhD thesis of Eng. Lenka Volfová: „*Influence of Diffusion on PECVD of Functional layers*” is the creative continuation of the works of Eng. Marta Horáková, Ph.D., from the same Laboratory.

2. Evaluation of content-related of the work.

The work contains 89 pages of typescript, 72 figures and 16 tables, includes a literature review (37 pages, 16 figures) and individual researches. In the literature review candidate for a doctor's degree introduced the notions applied in the field of plasma, diffusion, thin layers, photocatalytic activity, plasma enhanced chemical vapour deposition (PECVD) and discussed kinds and manufacturing techniques of titanium dioxide (TiO₂). The literature review was worked out on the basis of 116 references, including 12 papers where Lenka Volfová (Lenka Sedláková) is co-author. Especially interesting are:

Bartos, P., Špatenka, P., Volfová, L.. *Deposition of TiO₂-Based Layer on Textile Substrate: Theoretical and Experimental Study*. Plasma Processes and Polymers. 2009, 6, S897–S901. (IF = 4.037)

Bartos, P., Volfová, L., and Špatenka, P.. *Limited volume thin film deposition on geometrically complicated substrates*. European Physical Journal D. August 2009, 54 (2), 173–177. (IF = 1.42)

and

Sedláková, Lenka et al. *Photocatalytic properties of titanium oxide-based films deposited by PE CVD*. In: International Conference 4-th Nanodiamond and Related materials jointly with 6-th Diamond and Related Films, Lodz, Poland.: TU Lodz, 2005. ISBN 83-917309-5-6.

Interdisciplinary considerations in the material science field are conducted with high dose of cognition and criticism which proves the ability to knowledge synthetisation and scientific maturity of the candidate for a doctor's degree.

In reviewer's opinion the most important parts of the dissertation are as follows:

- The research of the particles' penetration into the spaces shielded from the direct exposure to the plasma.
- The measurements of fluidity of thin films within different shade areas.
- Study of the influence of the precursor molecules' size on the diffusion during the process of thin film deposition

- The very good conformity of a mathematical model, based on the parameters of the process with the measured results; it means the possibility of prediction of behavior during PECVD process.
- It should be also underlined the utilitarian aspect of realized work. There is a possibility of utilization of obtained research results in practice, though it wasn't specially emphasized by the candidate for a doctor's degree.

The scientific level of the elaboration is high, although the candidate for a doctor's degree made few mistakes. I will quote some of them in presented review.

- The chemical mechanism of the procedures is not explained.
- It is lack of chemical analysis of the coatings.
- In order to widen the potential applications of the deposition process, their properties must be determined at a large scale.
- The dissertation contains small editor's faults.

Despite of this and other mistakes and misinterprets in my opinion the dissertation presents adequate level and deserves for positive opinion.

2. Final evaluation of the dissertation

The candidate for a doctor's degree demonstrated good knowledge of the subject and proper formulation of the scientific thesis.

The theoretical and experimental researches realized by her doesn't arouse any doubts and content-related stipulates. Its interpretation proves the scientific maturity of the candidate for a doctor's degree.

The dissertation is written in comprehensible way, it possesses the attributes of originality and brings in the new cognitive values with comparison to the past state of the art in materials science field (**materiálové inženýrství**).

Taking into consideration remarks mentioned above I voice an opinion that the dissertation of Eng. Lenka Volfová: „*Influence of Diffusion on PECVD of Functional layers*” corresponds with the terms established in the titles and degrees law.

On this ground I move to Mechanical Faculty Scientific Council of the Technical University of Liberec to allow the Lenka Volfová PhD thesis to its public defense.



Posudek

disertační práce Ing. Lenky Volfové s názvem
Vliv difúze na PECVD funkčních vrstev.

Aktuálnost práce:

Současně s rozšiřující se využitelností textilií jsou zkoumány netradiční způsoby vylepšení jejich užitných vlastností. Přednost je dáвана metodám, jež svými zplodinami, či odpadovými látkami nezatěžují životní prostředí. Mezi tyto metody mj. patří plazmové technologie, kdy je v plazmochemickém reaktoru udržován elektrický výboj, v němž dochází k ionizaci pracovního plynu a následně k chemickým reakcím na povrchu textilních vláken nebo k povlakování těchto vláken produktem reakcí mezi složkami plynu.

Plazmové technologie se prosazují v technické praxi, ale jsou i předmětem výzkumu zaměřeného na optimalizaci průběhu úprav a povlakování, zvýšení jejich účinnosti a hledání nových aplikací. Nevyřešené problémy však zůstávají i v oblasti teoretické, není např. dořešen fyzikální popis technologie.

Předkládaná disertační práce popisuje výsledky experimentálního studia vybraných parametrů nanášení fotokatalyticky aktivních TiO_2 tenkých vrstev a možnosti optimalizace metody. Experimentální poznatky jsou současně porovnávány s výsledky teoretických výpočtů.

Práci lze ve výše naznačeném smyslu považovat za aktuální.

Výsledky a vlastní přínos práce:

Úvodní část práce (kapitola 2.) uvádí do problematiky úprav textilií a funkčních tenkých vrstev. Cíle práce jsou stanoveny v 3. kapitole (studium zabíhavosti aktivních částic do porézní podložky při PECVD nanášení, vytvoření matematického modelu tohoto děje, zhodnocení experimentálních a teoretických výsledků a ověření funkčnosti metody PECVD nanášení funkční vrstvy na textilní podložku).

Čtvrtá kapitola seznamuje s charakteristikami chemických látek a podložek užitých v experimentech, popisuje experimentální zařízení a vysvětluje principy autorkou užitých experimentálních postupů.

Vlastní výsledky práce popisuje pátá kapitola.

Lze konstatovat, že výsledky práce rozšiřují znalosti o vlivu vybraných pracovních podmínek metody PECVD při nanášení tenkých vrstev na geometricky složité objekty. Autorka ověřila i použitelnost PECVD k nanášení fotokatalytických vrstev na různé druhy tkanin.

Struktura a grafická úroveň práce:

Práce je psána srozumitelně, jasně a stručně. Je dobře graficky zpracována, obrázky jsou provedeny v dobré kvalitě a doplňují výklad v textu.

Používá i správné názvosloví, výhradu bychom snad mohli vznést jen proti pojmu „mikroskopovací sklíčko“, str. 50 = podložní sklíčko mikroskopu.

Odborná úroveň práce

Hlavním přínosem práce jsou výsledky z kapitoly 5.

Je zřejmé, že experimentální část studie byla autorkou dobře a logicky navržena, přínosné je i porovnání s výsledky matematického modelu. Autorka ověřila i použitelnost PECVD k nanášení fotokatalytických vrstev na různé druhy tkanin. Dosaženými výsledky prokázala schopnost samostatné cílené vědecké práce.

V práci však postrádám jakékoli podrobnější informace o postupu a zpracování výsledků měření (četnost, opakovatelnost, reprodukovatelnost a nejistoty měření). V diskusi mi chybí i porovnání výsledků autorky s údaji jiných autorů.

Otázky:

1. Popište průběh měření z hlediska jejich četnosti, opakovatelnosti a reprodukovatelnosti a do některé ze závislostí z kapitoly 5 doplňte nejistoty vynesných hodnot.
2. Co prokazuje, že vámi nanesené a zkoumané vrstvy mají složení TiO_2 a nikoli např. TiO_x ?
3. Jsou vaše výsledky v souladu s pracemi jiných autorů?

Závěr:

Předložená disertační práce shrnuje původní výsledky autorkou provedeného výzkumu v oblasti nanášení speciálních funkčních vrstev v plazmatu. Vybrané dílčí výsledky byly publikovány v časopisech a předneseny na mezinárodních konferencích.

Výsledky lze považovat za přínos pro rozvoj oboru.

Práci doporučuji po zodpovězení doplňujících otázek uznat jako disertační a po úspěšné obhajobě pak doporučuji Ing. L. Volfové udělit titul PhD.

Praha 6.5.2016

Jan Píchal
katedra fyziky ČVUT FEL Praha