

Doc. Ing. Petr Exnar, CSc.  
Katedra chemie  
Technická univerzita v Liberci  
Studentská 2  
461 17 Liberec

**Oponentní posudek**  
**na disertační práci Ing. Jiřího Jančálka**  
**„Depozice a charakterizace amorfních chalkogenidových vrstev připravených z roztoků skel“**

Předložená disertační práce se zabývá přípravou a vlastnostmi amorfních chalkogenidových skel systémů As-S, As-S-Se a As-Ge-Sb-S z roztoků aminů. Pro charakterizaci připravených vzorků byla použita řada experimentálních technik jako Ramanova spektroskopie, infračervená spektroskopie, UV/VIS spektroskopie AFM mikroskopie a chemická analýza pomocí EDS.

Cíle práce nejsou samostatně definovány, jsou však patrné ze souhrnu a úvodu práce. Celá práce je přehledně uspořádána.

Teoretická část je dobře a přehledně zpracována a až na značné množství formálních nepřesností (viz dále) je napsána věcně. V experimentální části jsou dobře popsány postupy přípravy vzorků i postupy měření. V kapitole Výsledky a diskuse jsou postupně popsány jak získané výsledky, tak je ihned provedena i jejich diskuze.

Získané výsledky jsou přehledně uspořádány, logicky prezentovány a interpretovány. Diskuse i závěry jsou logické, věcně správné a vycházejí z doložených výsledků, v textu je však velká řada formálních nepřesností, jak je uvedeno dále. Celkový rozsah experimentálních prací je značný.

Po formální a jazykové stránce není práce jako celek dobrá, obsahuje velké množství překlepů a drobných formálních chyb. Doktorand evidentně nevěnoval dostatečnou pozornost a pečlivost závěrečné úpravě textu, což významně snižuje kvalitu práce jako celku.

Některé formální připomínky k předložené disertační práci:

1. s. 12 vzdálenost udávána v Å (tato jednotka je po přijetí SI soustavy zakázána a musí být nahrazena nm nebo m). V odkazu [3] jsou pravděpodobně Å, ale ve spolucitovaném odkazu [4] jsou určitě nm nebo m.

2. s. 14 a 15 přehozený popis obrázků

3. s. 28 až 30 experimentální závislost tloušťky vrstvy na RPM patří do kapitoly Výsledky a diskuse (bez odkazu, práce doktoranda)

4. s. 41 neúplný název kapitoly (vypadlo slovo vrstev)

### **Dotazy**

1. Nebyl proveden pokus o dekonvoluci Ramanovských pásů ?
2. U většiny vzorků (mimo základní systém As-S) byly při přípravě a tepelném zpracování pozorovány ztráty některých složek (As nebo S) nebo je upozorňováno na nebezpečí hydrolýzy (a tím částečného rozkladu) povrchových vrstev vzorků. To by mohlo výrazně omezit praktickou použitelnost tenkých vrstev těchto systémů. Máte představu, jak by bylo možné (úpravou chemického složení, úpravou technologie nanášení a tepelného zpracování) tyto efekty omezit ? Není nebezpečí, že výsledné výrobky (optické vrstvy nebo vyleptané optické prvky, například mřížky) budou v atmosferickém prostředí rychle degradovat ?

### **Závěr**

Ing. Jiří Jančálek prokázal schopnost systematicky vědecky pracovat, orientovat se v odborné problematice, provádět experimenty a jejich výsledky správně interpretovat. Předložená práce obsahuje řadu nových vědeckých poznatků. Proto jeho práci i přes řadu výše zmíněných nedostatků doporučuji přijmout k obhajobě.

V Liberci 9.10.2023

  
Doc. Ing. Petr Exnar, CSc.

10. října 2023

doc. Ing. Jiří Orava, Ph.D.

**K rukám prof. Ing. Petru Mošnerovi, Dr. předsedovi komise pro obhajobu disertační práce ve studijním programu P2833**

**Věc:** Posudek disertační práce s názvem "Depozice a charakterizace amorfních chalkogenidových vrstev připravených z roztoků skel" od Ing. Jiřího Jančálka

Předkládána disertační práce (DP) popisuje a diskutuje přípravu tenkých vrstev nekystalických chalkogenidů (složení v systémech As-S, As-S-Se, a As-Ge-Sb-S) metodou „spin-coating“ (SC). Důraz je primárně kladen na porovnání základních vlastností (struktura pomocí Ramanovy spektroskopie, optické vlastnosti a chemická (ne)stabilita) takto připravených skel. Aplikant ve své práci předkládá nový způsob kontroly složení vrstev skel za využití směsných roztoků, které rozšiřují možnosti použití metody SC o více složení oproti jednosložkovým (tj. připravených z objemových skel cílového složení) roztokům. Tato oblast je v DP popisována v kapitolách 3.3 a dále, a shledávám ji největším vědeckým přínosem DP. Metoda společného rozpouštění více skel – či kombinace sklo a síra – tak přirozeně obsahově tvoří nejdlejší část DP. Kromě samotné přípravy skel, se student zabývá porovnáním fyzikálně-chemických vlastností výsledných amorfních vrstev připravených oběma postupy.

Práce svým rozsahem, vědeckým obsahem, šíří experimentálních výsledků a diskuzí (zde by mohlo dojít k většímu stupni kritického propojení s literaturou, viz dotazy níže) odpovídá očekávaným standardům požadovaných od DP. S ohledem na tři prvoautorské články a jeden spoluautorský článek publikované v *Journal of Non-Crystalline Solids* (Q1 v oblasti Materials Science, Ceramics) a *Journal of Non-Crystalline Solids X* byla studentem prokázána erudovanost a schopnost úspěšně obhájit své vědecké výsledky obsažené v DP na mezinárodním poli.

Bohužel DP obsahuje řadu formálních a typografických chyb (viz komentáře na konci posudku v části „Technická a formální část DP“), a drobných nepřesností (či neúplností), kterých by se student s tak podstatnou publikační aktivitou již měl vyvarovat.

**K obsahu disertační práce mám následující komentáře, dotazy.**


1. Autor konstatuje, že sklo systému As-S je nejvíce studovaným chalkogenidovým sklem připraveným metodou SC. Toto je zcela jistě pravda a dokazuje to velké množství publikací, a to i z pracoviště Fakulty chemicko-technologické. V tomto ohledu bych očekával, že autor provede hlubší, kritické a více kvantitativní porovnání svých výsledků s dostupnými literárními zdroji. Zvláště pak s ohledem na rozpouštědla PA a BA.
2. Cílem práce je najít metodu přípravy tenkých vrstev jako alternativu k depozicím jako jsou napařování, napařování a laserová ablace. Tyto fyzikální metody a depozice zvláště tenkých vrstev systému As-S, typicky pod 1  $\mu\text{m}$  tloušťky, jsou v literatuře velice dobře popsány. V rámci diskuzní části DP bych očekával srovnání, aktuálně žádné není, nejdůležitějších optických

- vlastností vrstev připravených metodou SC s výše uvedenými depozicemi a to buď s literaturou nebo s vrstvami připravenými autorem přímo v laboratořích.
3. Na str. 12 je uvedena definice skla „...tedy pevnou látku, u níž chybí pravidelné prostorové opakování strukturních jednotek...“. Tuto definici považuji za nepřesnou, i když je zřejmé co se text snaží vyjádřit.
  4. Na str. 16 je uvedeno, že reverzibilní fotoindukované změny lze částečně či úplně zvrátit teplotou skla na teploty blízké  $T_g$ . Existují jiné metody či postupy, jak dosáhnout reverzibility?
  5. Str. 17 a související. Zde je v textu uvedeno, že skla mající  $T_g$  v blízkosti pokojové teploty spontánně zkrystalizují. Zároveň text implikuje, že skla s vyšším  $T_g$  jsou „více odolná vůči krystalizaci“. Tepelná krystalizace skel tradičně probíhá v oblasti podchlazené kapaliny, tj. při teplotách vyšších než  $T_g$ . Znamená to tedy, že skla s vyšší hodnotou  $T_g$  jsou „více odolná vůči krystalizaci“, jinými slovy, rychlost krystalizace je u těchto skel pomalejší než u skel s nižší hodnotou  $T_g$ ?
  6. Str. 22 – není zde myšleno „nekonečný substrát“ na rozdíl od „konečného substrátu“?
  7. Str. 32 – domnívám se, že odstavec popisující vliv „nešikovnosti“ operátora na výslednou kvalitu vrstvy není v tomto konkrétním případě nutné do DP vůbec zařazovat.
  8. Z dostupných transmisních spekter v DP (pouze 2 obrázky č. 26 a 33), na základě malého počtu zobrazených interferencí ve stabilizovaných vrstvách, se zdá, že tenké vrstvy byly tloušťkově významně nehomogenní. Jak bylo toto ověřeno, či zahrnutou do modelovací strategie transmisních spekter? Byly výsledné optické parametry a vlastnosti ověřeny jinou nezávislou metodou např. spektroskopické ellipsometrie?
  9. Str. 44. Autor konstatuje, že na základě snímku z optického zařízení je zřejmé, že objemová skla  $As_5S_{95}$  a  $As_{10}S_{90}$  jsou částečně zakrystalizována. S tím lze okometricky souhlasit. Nicméně podle šířky hlavních pásů v Ramanově spektru (obr. 30), by se dalo usuzovat, že i objemové sklo  $As_{15}S_{85}$  může být stále částečně krystalické. V práci není uvedena kritická XRD analýza výchozích objemových vzorků a ani žádných připravených vrstev.
  10. Obecná otázka týkající se například trendů na Obr. 34, nicméně se týká dalších srovnání v DP. Do jaké míry se student domnívá, že dané srovnání je fyzikálně relevantní? Různé teploty teploty u různých složení znamenají, že skla relaxují při různých kinetikách nominálně vyjádřených jako  $T/T_g$ . Zatímco absolutní teplota je relevantní pro odpařování rozpouštědla, nemusí a ani není relevantní pro kinetiku strukturní relaxace jednotlivých složení, která ale nemusí být dominantním jevem.
  11. Obr. 37 a příslušný text. Není zřejmé, jak byla definována, nebo detekována, úplná doba rozpuštění skla.
  12. Ve svých člancích autor uvádí AFM měření různých vrstev. Toto srovnání chybí v předložené DP. U směsných vrstev by mě zajímalo, zda je možné detekovat nějaké nehomogenity „fázové separace“ a to buď AFM nebo SEM? Jaký má student obecně názor na „strukturní homogenitu“ směsných vrstev? Na některých AFM topografiích např.  $Ge_{20}Sb_{5}S_{75}$  (Fig. 6 – dolní řada v [Jancalek et al., *J. Non-Cryst. Solids* **564** (2021) 120833]) jsou vidět pravidelné, možná nanokrystaly (nutno ověřit pomocí XRD)? Jaký je původ těchto nanočástic o velikosti cca až 100–150 nm?

**Technická a formální část DP:**

1. V úvodní části DP by mohla být pro větší přehlednost umístěna stránka se seznamem použitých zkratk a symbolů.
2. V anglické části DP dochází k záměně desetinné tečky (správně v anglickém textu) za desetinnou čárku.
3. V textu jsou nekonzistentně formátovány symboly veličin, např. pro optickou šířku zakázaného pásu se používá  $E_g^{opt}$  nebo  $E_g^{opt}$  (správně  $E_g^{opt}$ ). Obdobně se používají různé varianty zápisu pro  $T_g$ ,  $n_{1550}$ , „X, x, x“ -- složení apod.
4. Popisky obrázků 4 a 5 jsou prohozené.
5. U obrázku 20 není definován význam symbolu „ $\sigma$ “. V odpovídajícím textu na str. 31 by stačilo např. dopsat „...rozdíly v povrchovém napětí  $\sigma$ ...“.
6. Obecně popisky grafů (obrázků) obsahují formální chyby.
7. U y-osy obrázku 2 by bylo lepší psát „volný objem“.
8. Na obrázku 10 by bylo vhodné upřesnit o jaký materiál se jedná.
9. Obr. 17. Správně vyjádřená závislost je tloušťka na rychlosti rotace nikoli obráceně jak je psáno v popisku. „Inserty“ v podobě výsledků fitovaných parametrů je možná lépe přepsat do textu jako rovnici pokud daná závislost má fyzikální podstatu.
10. U řady výsledků student neopomenul uvést odchylky a chyby měření, ale u jiných výsledků tato analýza chybí.
11. Citační styl v seznamu literatury není jednotný.

Závěrem mohu konstatovat, že disertační práce splňuje nároky kladené a očekávané od studentů v doktorském studijním programu. **Práci doporučuji k obhajobě**, a to i přesto, že v některých částech bych očekával detailnější diskuzi a kritické zhodnocení v porovnání s literaturou.



doc. Ing. Jiří Orava, Ph.D.  
Vedoucí Katedry environmentální chemie a technologie  
Fakulta životního prostředí  
Univerzita J. E. Purkyně v Ústí nad Labem  
Pasteurova 3632/15  
Ústí nad Labem 400 96  
Tel.: +420 475 284 178  
E-mail: [jiri.orava@ujep.cz](mailto:jiri.orava@ujep.cz)