

Oponentní posudek doktorské disertační práce

Jméno doktoranda: **RNDr. Kristina Bartha**

Studijní program / obor: **Fyzika / Fyzika kondenzovaných látek a materiálový výzkum**

Název práce: **Phase Transformations in Ultra-Fine Grained Titanium Alloys**
(Fázové transformace v ultra-jemnozrnných slitinách titanu)

Vedoucí práce: **PhDr. RNDr. Josef Stráský, Ph.D., Katedra fyziky materiálů MFF UK**

Pracoviště, na kterém byla práce vypracována: **Katedra fyziky materiálů MFF UK**

A. Aktuálnost zvoleného tématu a jeho vědecký a praktický význam

Předložená práce je věnována experimentální charakterizaci tepelně stimulovaných fázových přeměn v β -stabilizované slitině Ti15Mo a souvislostem tohoto fázového chování s mikrostrukturním stavem vloženým prostřednictvím extrémní plastické deformace. Slitina Ti15Mo je studována ve třech stavech: ve výchozím stavu po rozpouštěcím žhánání, po aplikaci torze za vysokého tlaku (HPT) a po protlačování lomeným kanálem stejného průřezu (ECAP), v intervalu teplot od pokojové až do 800 °C.. K přípravě vzorků, charakterizaci mikrostruktury a studiu jejich fázového složení jsou v práci aplikovány pokročilé postupy skenovací a transmisní elektronové mikroskopie (SE-SEM, BSE-SEM, FIB-SEM, EBSD, TKD, TEM, ACOM-TEM, SAED), rentgenové difrakce (XRD, HE-XRD), pozitronové anihilační spektroskopie (PAS), měření elektrického odporu čtyřbodovou metodou a měření Vickersovy mikrotvrdosti.

β -stabilizované slitiny titanu nacházejí široké uplatnění díky své vysoké pevnosti, nízké specifické hmotnosti a možnosti výrazné modifikace výsledných mechanických vlastností prostřednictvím postupů kombinujících tepelné zpracování s různými postupy jejich tváření. Aplikační oblasti zahrnují především leteckou techniku, medicínu, energetiku či petrochemický průmysl. Procesy fázových a mikrostrukturních transformací zahrnující stabilní a metastabilní fáze titanu α , β a ω jsou velmi komplexní a nejsou doposud plně pochopeny a posáány. Příspěvek k této problematice má proto značný vědecký a praktický význam.

Téma předložené disertační práce je vysoce aktuální a významné z vědeckého i praktického hlediska.

B. Formální úprava a obsahové členění textu

Text disertační práce čítající 101 číslovaných stran je psán v anglickém jazyce na velmi dobré jazykové úrovni, je jasně a srozumitelně formulován a obsahuje pouze minimum překlepů. Celková formální úprava práce svědčí o velmi pečlivém přístupu autorky. Překlepy a drobné formulační nepřesnosti nalezené v textu:

str. 25, odst. 3.2.2, ř. 3: „... a high energy electron beam which are emitted ..“

str. 29, ř. 2: „... its energy decreases sue to interaction with ..“

str. 46, ř. 8 - 9: „All ω particles .. appearing dark in the TEM BF image in Figure 4.14(a) are elongated ..“
Má být zřejmě „... Figure 4.14(b) ..“

str. 65, ř. 4 - 5: „... electrical resistivity of the HPT material is arises ..“

str. 74, ř. 7: „The fourth chapter discusses ..“. Má být zřejmě: „... subchapter ..“.

str. 77, odst. 5.3, ř. 1: „All three type of studied materials ..“

Obsah práce sestává z úvodu, šesti hlavních číslovaných kapitol, seznamu referencí a přehledu použitých zkratk.

Ve stručném úvodu popisuje autorka cestu, která ji přivedla ke studované problematice, přibližuje praktický význam slitin titanu a jejich studia a podává přehled členění dalšího obsahu práce.

První kapitola nazvaná „Teoretické základy a přehled literatury“ se v šesti podkapitolách postupně věnuje výčtu základních charakteristik titanu a jeho aplikací, přehledu rovnovážných a nerovnovážných strukturních modifikací titanových slitin, jejich základním fázovým transformacím, precipitačním mechanismům uplatňujícím se v β -slitinách titanu, postupům extrémní plastické deformace (SPD) s důrazem na dvě metody (HPT, ECAP) alikované v rámci práce, a přehledu publikovaných výsledků zabývajících se fázovými transformacemi metastabilních β -slitin titanu po aplikaci SPD.

V druhé kapitole jsou heslovitě vymezeny cíle práce.

Třetí kapitola obsahuje popis a základní charakteristiky výchozího materiálu Ti15Mo, postup jeho deformace pomocí HPT a ECAP, přehled parametrů dvou základních teplotních režimů použitých při studiu fázového chování: isothermálního žhání a lineárního ohřevu, a detailní popis experimentálních metod a postupů aplikovaných k charakterizaci studovaných vzorků.

Dosažené výsledky jsou přehledně shromážděny a popsány ve čtvrté kapitole, která tvoří jádro práce a pokrývá celkem 42 z celkového počtu 101 stran. Prvá ze čtyř podkapitol je věnována charakterizaci výchozí mikrostruktury, fázového složení a mikrotvrdosti tří studovaných deformačních stavů slitiny Ti15Mo. Druhá podkapitola rozebírá vliv isothermálního žhání realizovaného při teplotách 400 a 500 °C v trvání 1, 4 a 16 hodin, na mikrostrukturu, přítomnost strukturních defektů, fázové složení a mikrotvrdost studovaných vzorků. Třetí podkapitola podává přehled vývoje fázového složení výchozího materiálu a materiálu po HPT deformaci pod vlivem lineárního ohřevu studovaného in-situ metodami TEM, HE-XRD a měřením elektrického odporu. Mikrostrukura vzorku HPT odpovídající třem lokálním extrémům ve vývoji elektrického odporu s teplotou je ve čtvrté podkapitole charakterizována na „post-mortem“ vzorcích metodami TEM, SEAD, ACOM-TEM a HE-XRD.

Pátá kapitola se zabývá diskuzí dosažených výsledků. Postupně je ve čtyřech podkapitolách detailně rozebrán a s publikovanými poznatky srovnán pozorovaný vliv extrémní plastické deformace na morfologii, fázové složení a mikrotvrdost, a dále vliv lineárního a isothermálního ohřevu na fázové složení slitiny. Poslední čtvrtá podkapitola diskutuje pozorovaný nárůst rychlosti precipitace α -fáze v případě deformovaných vzorků. V šesté kapitole, Závěru, jsou hlavní dosažené výsledky přehledně shrnuty v členění vztahujícím se k cílům práce. Rozsáhlá bibliografie obsahuje celkem 175 položek citovaných referencí.

Disertační práce je po formální stránce zpracována velmi pečlivě. Popis realizovaného výzkumu postihuje plně jeho motivaci, rozsah a logiku zvoleného postupu. Výklad a argumentace jsou přehledné a srozumitelné.

C. Cíle disertační práce, zvolené metody zpracování a postup řešení

Za hlavní cíl uvedený v Kapitole 2 si práce klade „výzkum vlivu extrémní plastické deformace na fázové přeměny v metastabilní titanové β -slitině Ti15Mo probíhající pod vlivem jejího teplotního zpracování“. K dosažení tohoto cíle jsou stanoveny čtyři dílčí kroky věnované postupně charakterizaci mikrostrukturních změn souvisejících s aplikací extrémní plastické deformace a vlivu různých režimů teplotního zpracování. Speciální pozornost je věnována rozboru precipitace hexagonální α -fáze v metastabilní kubické β -fázi. Stanovené cíle logicky vyplývají z přehledu stavu problematiky podaného v Kapitole 1.

K naplnění cílů práce jsou vhodně zvoleny vzorky slitiny reprezentující tři odlišné deformační stavy a k jejich charakterizaci využít rozsáhlý arzenál pokročilých experimentálních technik. Použité metody se vhodně doplňují. Jejich aplikace umožnila postihnout různé aspekty vývoje morfologie, fázového složení a koncentrace defektů studovaných vzorků slitiny v relaci k jejich odlišnému výchozímu deformačnímu stavu.

Cíle práce jsou jasně formulovány a směřují k dosažení nových poznatků o studované slitině Ti15Mo. Použitá experimentální metodika je na špičkové mezinárodní úrovni a plně adekvátní stanoveným cílům.

D. Dosažené výsledky

Přehledu, diskusi a shrnutí dosažených výsledků jsou věnovány poslední tři číslované kapitoly práce.

Ve shodě s autorkou lze za fundamentální výsledek práce označit prokázání vlivu extrémní plastické deformace na urychlení nukleace α -fáze v metastabilní β -matrici v důsledku vysoké koncentrace mřížkových defektů a s tím související zvýšení rychlosti rozpouštění částic ω -fáze, jejichž přítomnost zvyšuje křehkost slitiny.

Tento závěr je podpořen rozsáhlým souborem experimentálních výsledků. Jejich fyzikální komplementaritu a vnitřní konzistenci, svědčící o promyšleném výběru metod a pečlivé realizaci experimentů, považuji za další významný výsledek předložené práce.

Zajímavým dílčím výsledkem je pak (str. 67) tzv. „thin foil effect“ vztahující se k nukleaci α -fáze v matrici β -fáze vzorku deformovaného metodou HPT, ovlivňující morfologii pozorovanou při in-situ ohřevu v TEM a ověřený porovnáním s výsledky dosaženými metodou BSE-SEM.

Dosažené výsledky představují v mezinárodním měřítku cenný původní příspěvek k pochopení procesů fázových transformací v metastabilních β -slitinách titanu a ovlivnění těchto procesů v důsledku extrémní plastické deformace materiálu.

E. Dotazy a připomínky k obsahu disertační práce

K obsahu disertační práce pokládám následující dva doplňující dotazy a prosím autorku o vyjádření:

Na straně 21, v odstavci 3.1.3, v bodě 2 popisujícím proceduru použitou k přípravě „post-mortem“ vzorků reprezentujících strukturu v průběhu lineárního ohřevu při třech zvolených teplotách 350, 500 a 650 °C, se uvádí, že po dosažení určené teploty byl vzorek okamžitě schlazen ve vodě. Vzhledem k tomu, že pro zabránění nežádoucích chemických procesů byl vzorek současně umístěn v kvetě obsahující Ar atmosféru, vzniká otázka, jaká byla skutečná rychlost ochlazení vzorku a zda by mohl - patrně pomalejší - průběh reálného ochlazení vzorku ovlivnit jeho výslednou morfologii?

Na straně 33, na obrázku 4.1 zobrazujícím výchozí materiál metodou BSE-SEM, jsou viditelné tmavé pásy táhnoucí se napříč zrny β -matrice, které byly na základě uvážení Z-kontrastu a doplňujících výsledků získaných metodou EDS interpretovány jako oblasti se sníženou koncentrací molybdenu. Co je příčinou přítomnosti těchto nehomogenit?

F. Závěrečné hodnocení:

Obsah předložené disertační práce a výsledky v ní obsažené jednoznačně prokazují předpoklady autorky k samostatné tvůrčí vědecké práci.

Doporučuji práci k obhajobě a po úspěšném zodpovězení dotazů navrhuji udělení vědecké hodnosti Ph.D.

V Kamenici dne 29. května 2019

doc. Ing. Ladislav Kalvoda, CSc.

Katedra inženýrství pevných látek

FJFI ČVUT v Praze