

Oponentní posudek disertační práce

RNDr. Petera MINARIKA

**Matematicko fyzikální fakulta UK
Katedra fyziky materiálů**

Effect of Composition and Microstructure on Mechanical and Corrosion Properties in Magnesium Alloys with a Potential for Medical Applications

Školitel: Doc. Dr. rer. nat. Robert Král, PhD.

Posudek vypracoval: Prof. Ing. Dr. Pavel Chráska, Dr. Sc.
Ústav fyziky plazmatu AV ČR, v. v. i., Praha

1. Aktuálnost zvoleného tématu

Biokompatibilní materiály na bázi kovů se nejčastěji používají v chirurgii a zubním lékařství pro konstrukci náhrad tvrdých tkání (kostí), implantátů, apod. Důležité je, aby daný materiál neovlivňoval živou tkáň, ovšem současně by měl mít potřebné hodnoty mechanických vlastností. Pro určité aplikace se vyvíjejí tzv. biodegradabilní materiály, které mají požadované hodnoty pouze po jistou dobu pro dočasnou podporu a časem se rozkládají na netoxické složky. Jako jeden z prvních kovů byl zkoušen hořčík (Mg) vzhledem k tomu, že je standardně v lidském těle, ale ukázalo se, že nemá potřebné mechanické vlastnosti. Situace se změnila s vývojem nových moderních technologií a tak posledních cca 10 let jsou Mg a jeho slitiny opět ve středu zájmu. Implantáty na bázi Mg slitin jsou zvažovány právě jako biodegradabilní, ale stále jsou ještě ve stadiu komplexního výzkumu jejich vlastností.

Předložená disertační **práce je proto zajímavá a aktuální** nejméně ze dvou důvodů: i) zabývá se studiem vlivu „neklasických“ technologií typu ECAP na výsledné vlastnosti Mg slitin; ii) ověřuje možnost využití těchto slitin v prostředí simulujícím prostředí lidského těla.

2. Cíle práce a jejich splnění

Cílem práce byla podrobná analýza dějů probíhajících při použití velmi vysokého stupně plastické deformace („severe plastic deformation SPD“) u vybraných hořčíkových slitin pro medicínské aplikace. Tři experimentální slitiny ze skupiny Mg-Al-RE(-Li) byly tvářeny metodou ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) na různé hodnoty deformace, vyjádřené počtem průchodů zařízením ECAP (nešlo by vyjádřit stupeň deformace exaktněji?). Vzorčky byly podrobně charakterizovány a diskutovány výsledné změny jejich mikrostruktury, především velikost zrna a typ textury. V dalším kroku byly studovány vybrané mechanické vlastnosti vzorků po SPD ve vazbě na jejich mikrostrukturu a konečně procesy koroze těchto slitin.

Cíle práce, stanovené v kap.2, byly splněny.

3. Celkové zhodnocení práce

Práce o 93 stranách textu je rozdělena do 7 kapitol, poté jsou shrnuty nejdůležitější výsledky a uvedeny reference ve velice úctyhodném počtu 179 pramenů, na které je v textu odkazováno. V práci je celkem 52 schémat a velice kvalitních obrázků a 9 tabulek. Práce je napsána anglicky, což je jistě pozitivní, ovšem text by na řadě míst potřeboval jazykově korigovat.

Disertant nejprve na cca 20 stránkách shrnul základní poznatky z literatury o hořčíku a jeho vybraných slitinách, a to především s důrazem na jejich mechanické a korozní vlastnosti, včetně poznámek o hořčíku v lidském těle. V této části také stručně uvedl metody zpracování.

G

Kap. 3-5 na přeskáčku uvádějí zvolené experimentální materiály, metody charakterizace vzorků, metodiku korozních měření a poté přípravu materiálů. Domnívám se, že přehlednější by bylo shrnout záležitosti materiálů a přípravy experimentálních vzorků dohromady a zvlášť metody měření a charakterizace vzorků, včetně poněkud podrobnějšího popisu pozitronové anihilace. Tato poznámka se týká formálního zpracování a nezpochybňuje provedené, **vhodně zvolené experimenty**. V této souvislosti je třeba zdůraznit, že široce využitá metoda EBSD na SEM je experimentálně velice náročná, stejně jako použitá metoda TEM.

Kapitola 6 je nadepsána „Experimental results“, ovšem řada dalších výsledků se objevuje i v diskuzi v další kapitole. Vzhledem k **velkému množství výsledků** by možná bylo proto vhodnější diskutovat skupiny výsledků současně s jejich prezentací. **Diskuze výsledků je podrobná** a nechybí, kde je to možné, srovnání s nejnovějšími publikovanými výsledky.

Závěry (Kap.8) **stručně a systematicky shrnují získané výsledky a naznačují další vývoj.**

Některé konkrétní připomínky a dotazy k práci jsou uvedeny v Příloze tohoto posudku.

4. Výsledky disertace

Disertant získal celou řadu **velice zajímavých informací základního charakteru** o slitinách Mg (AE21, AE42 a LAE442) po jejich zpracování metodou ECAP. Současně byly získány i **poznatky důležité pro výhledové použití uvedených Mg slitin v medicínské praxi**. Z výsledků je zřetelné, že SPD výrazně ovlivní mikrostrukturu Mg slitin. Současně je bezpochyby zřejmé, že se jedná o složitou interakci procesů deformace, dynamické rekystalizace, tvorby sekundárních fází a procesních parametrů (otáčení vzorků). Uvedené výsledky proto představují **velice užitečný příspěvek** k současně probíhajícímu studiu a vývoji biodegradabilních Mg slitin pro medicínu.

3. Závěr

Disertační práce RNDr. Petera MINARIKA se zabývala velice aktuálním a experimentálně náročným tématem a přinesla řadu zajímavých výsledků. Disertant v práci dosáhl stanovených cílů a práce je výborným příspěvkem k probíhajícímu komplexnímu studiu vlastností hořčkových slitin pro medicínské aplikace. **Doporučuji disertaci k obhajobě.**

V Praze dne 19.8.2014

A rectangular area of the document is redacted with a solid pink color. The redaction covers what appears to be a signature or name, with some faint blue lines visible around the edges of the pink box.

Připomínky, poznámky a dotazy k disertační práci Dr. Minarika

Formální:

- na počátku práce by neuškodil seznam použitých symbolů a zkratk **s definicemi**;
- není jednotna v používání fyzikálních jednotek; nejsou dodržovány stejné termíny pro určitou věc, proces, apod. ($g/mm^2 \times Mpa$; u ECAP: počet „*routes*“, „*passes*“, „*cycles*“...);
- neobvyklá, a někdy až nevhodná terminologie komplikující text; překlepy, gramatika (např. str. 12⁷, 22¹¹, 68¹²,...); **pro publikace je třeba podrobně editovat!**
- ne vždy konsistentní data: AE21 - na str. 35 „větší zrna“ jsou uvedena jako ~70 μm , na str. 39 to je >40 μm ; podobně AE42 je 50 a 30 μm (str.41); často není uvedena přesnost měření;
- škoda, že obrázky (např. 13 a 14) nejsou ve stejném zvětšení pro snadnější vzájemné porovnání různých vzorků resp. rovin snímků (X a Y roviny u vzorku LAE442; apod.)

Věcné:

- 5: jak definujete „**mikrostrukturu**“ a jak „**UFG**“; čím vším je ovlivněna mikrostruktura, které vlastnosti jsou „**strukturně citlivé** a které **necitlivé**“;
6. **Hall-Petch** - co je σ_y ?; σ_0 je jen „**friction stress**“? co vyjadřuje konstanta „**k**“? platí H-P obecně pro všechny struktury?; je běžné nahrazovat v H-P vztahu pevnost za tvrdost - (jak máte později v diskuzi)
- 14,15 a dále: jaké jsou **rekrytalizační teploty** ve vztahu k **pracovním teplotám** při ECAP; byla pracovní teplota průběžně kontrolována/řízena? jak dlouho trvalo jedno protlačení a jaká byla **změna teploty** po průchodu?
- 22,32,34,36...: **ad experimentální materiály:**
- přivítal bych informaci o **výchozí struktuře vzorků** po odlití a před protlačováním! byla podobná u všech slitin? byly tam již nějaké sekundární fáze „od začátku?“ v jaké formě?
 - mnohokrát je zmíněna „**secondary phase**“ - práci by velice prospělo systematické shrnutí, které **sekundární fáze** byly v experimentálních slitinách opravdu detekovány a v jaké formě; na škodu by nebylo popsání vzájemných rozpustností včetně uvedení fázových diagramů či jejich výsečí; komentovat jejich vzájemnou interakci - např. v rešerši na str. 11 je zmíněna tvorba Al_4RE fáze, ovšem na str. 22 ne, proč? je to jen za přítomnosti Ca?
 - na str. 84 zmiňujete chemickou (ne)**homogenitu** - myslí se matrice, nebo rozložení dalších fází? lze odhadnout celkové množství sekundárních fází?
 - měření **chemického složení** pomocí Spark Emission Spectroscopy - jaká byla přesnost (chyba) měření; nechce se mi věřit, že na desetitisíciny %;
- 64: odst 1: vysvětlení prvních cyklů: co ta velká zrna? množství (plocha) velkých zrn u AE21 není zanedbatelná;
- 76: „*Therefore, a significant increase of LAB after the first pass through ECAP led to lower segregation of calcium on grain boundaries and higher elongation to fracture*“ - nerozumím - kam se Ca ztratilo?? jaká je role Al_2Ca - viz str. 86¹²?
- 87: Jak byly identifikovány jednotlivé korozní produkty (oxidy, hydroxidy)? Fig. 51 d) - nesouhlasím s interpretací, že „*lithium oxides that are “invisible” in BSE signal*“;
- 88: vysvětlení v odst. 2 není zcela přesvědčivé a bude třeba další experimentální práce; je zřejmé, že ani korozní vlastnosti nejsou zcela „**přímočaré**“; že jsou ovlivněny zpracováním ECAP je zřejmé, ale jaké mechanismy se jedná, není zcela jasné.