

Oponentní posudek k doktorské disertační práci

Jméno doktoranda: **RNDr. Pavel Zháňal**

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

Název práce: **Study of Phase Transformations in Ti Alloys** (Studium fázových transformací v Ti slitinách)

Vedoucí práce: **RNDr. Petr Harcuba, PhD., Katedra fyziky materiálů MFF UK**

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

A. Aktuálnost zvoleného tématu, jeho vědecký a praktický význam

Předložená práce se zabývá charakterizací tepelně iniciovaných fázových transformací v beta-stabilizovaných slitinách titanu. Tyto slitiny nacházejí díky své vysoké pevnosti, nízké hmotnosti a možnosti modifikace fyzikálních vlastností prostřednictvím postupů tepelného zpracování široké uplatnění v rozmanitých oblastech letecké techniky, medicíny, či v energetickém nebo petrochemickém průmyslu. Procesy fázových transformací vedoucí k tvorbě stabilních a metastabilních fází jsou velmi komplexní a nejsou doposud plně pochopeny a posáány. Je známo, že jejich konkrétní průběh závisí jak na aplikovaném režimu teplotního zpracování a jeho historii, tak i na přesném chemickém složení dané slitiny. Vzhledem k uvedenému aplikačnímu potenciálu je v současnosti výzkumu transformačních procesů v beta-stabilizovaných Ti slitinách věnována rozsáhlá pozornost výzkumné komunity.

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

B. Formální úprava a členění textu

Text čítající 112 číslovaných stran je rozdělen do čtyř hlavních kapitol obklopených stručným Úvodem a Závěrem a doplněných Popisem budoucího výzkumu, Dodatky A – F, Seznamy obrázků, tabulek a použitých zkratk a Přehledem vlastních publikací autora. Každá z číslovaných kapitol obsahuje samostatný seznam použité literatury.

První kapitola nazvaná „Teoretické základy a přehled literatury“ se postupně věnuje výčtu základních charakteristik titanu, historii a postupům jeho přípravy, přehledu známých rovnovážných a nerovnovážných fází, klasifikaci titanových slitin z hlediska dominujícího fázového složení stabilizovaného jejich legurami, popisu strukturních a morfologických změn spojených s nejdůležitějšími fázovými transformacemi a vlivu konkrétních tepelně indukovaných fázových změn na průběh elektrického odporu vybraných titanových slitin. Uvedený výčet je podpořen celkem 76 bibliografickými referencemi. Druhá kapitola podává heslovité shrnutí cílů práce. Třetí kapitola je věnována popisu zkoumaných materiálů a použitých experimentálních technik. Jedná se o celkem šest různých beta-stabilizovaných slitin v polykrystalické formě, slitiny Ti-15Mo a LCB byly připraveny a studovány též ve formě monokrystalu. Přehled experimentálních postupů a metod zahrnuje pět hlavních technik použitých k charakterizaci studovaných slitin a jejich fázových transformací: měření

elektrického odporu, dilatometrii, rentgenovou a neutronovou difrakci a transmisní elektronovou mikroskopii. Jádrem práce je čtvrtá kapitola nazvaná „Výsledky a diskuse“ členěná podle jednotlivých výše uvedených metod, která pokrývá 47 z celkem 112-ti stran práce. Prováděné experimenty a jejich výsledky jsou zde přehledně popsány a pro každou metodu v závěru odstavce sumarizovány. Hlavní dosažené výsledky jsou přehledně shrnuty v „Závěru“. V následující kapitole je pak popsán plán navazujícího výzkumu zaměřeného především na „dovyhodnocení“ neutronografických dat vztahujících se k procesu chlazení. Přehledu některých dalších předběžných výsledků dosažených v rámci provedeného výzkumu a plánů na jejich další verifikaci a výzkum jsou věnovány Dodatky A – C. Dodatky D – F souvisí s XRD měřením provedeným na monokrystalickém vzorku slitiny Ti-15Mo na synchrotronu ESRF v Grenoblu a poskytují na přiloženém CD postupně kompletní záznam vývoje difrakčního obrazu vzorku s teplotou a dále interaktivní simulace difrakční odezvy znázorněné v textu na obrázcích 4.17 a 4.20. Poslední kapitola, „Přehled vlastních publikací autora“ zahrnuje celkem 14 položek zahrnujících 7 konferenčních příspěvků, 1 příspěvek ve sborníku a 6 původních článků v odborných mezinárodních periodikách. U šesti publikací (tři z nich v impaktovaných časopisech) je uchazeč prvním autorem.

Disertační práce je psána v anglickém jazyce na dobré jazykové úrovni, s přijatelným počtem překlepů a formulačních neobratností. Členění textu je logické, výklad je přehledný a srozumitelný. Formální úroveň práce je velmi dobrá.

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

Jak uvedeno v Kapitole 2, práce si za hlavní cíl klade „detekovat a charakterizovat fázové transformace nastávající v beta-stabilizovaných slitinách titanu, především pak ve slitině Ti-15Mo, v průběhu jejich tepelného zpracování“. K dosažení tohoto cíle jsou využity metody měření elektrického odporu, dilatometrie, transmisní elektronové mikroskopie a rentgenové a neutronové difrakce. Pro dosažení srovnatelnosti výsledků je dbáno na definování výchozího stavu testovaných materiálů: experimenty jsou (až na několik záměrně zvolených výjimek) prováděny na vzorcích slitin vyhřátých nad teplotu beta-přechodu a následně zchlazených ve vodě.

Použitý soubor experimentálních technik se vhodně doplňuje: interpretace fyzikálních signálů získaných metodami nepřímo reagujícími na strukturní a morfologické změny doprovázející fázové transformace (elektrický odpor, dilatometrie) je prováděna na základě výsledků přímých „strukturních“ metod (XRD, ND, TEM). Prvé dvě metody jsou aplikovány formou „in-situ“, což eliminuje vliv dodatečných teplotních změn studovaného materiálu. Význačné změny v charakteru signálů jsou korelovány s pozorovanými strukturními změnami. Další výhodou uvedeného přístupu je principiální možnost analyzovat a studovat reakci probíhajících fyzikálních procesů (transportu náboje, tepelné expanze) na měnící se charakter a parametry (mikro)struktury.

Použitá experimentální metodika je na špičkové mezinárodní úrovni a je plně adekvátní stanoveným cílům práce.

D. Dosažené výsledky

Objem experimentálních dat a z nich plynoucích výsledků prezentovaných v předložené práci je značný a v rámci tohoto posudku není možné je jednotlivě diskutovat. Výsledky jednotlivých metod jsou popsány v oddělených odstavcích Kapitoly 4 (4.1 – elektrický odpor, 4.2 – dilatometrie, 4.4 – in-situ TEM, 4.5 – synchrotronová XRD, 4.6 – neutronová difrakce). Odstavce 4.3 a 4.7 obsahují diskusi

dosažených výsledků, v prvním případě soustředěnou na porovnání odporových a dilatačních měření, v druhém případě pak na souvislosti mezi teplotními závislostmi elektrického odporu a změnami mikrostruktury indikovanými metodami XRD a ND, a dále na vzájemný vztah výsledků dosažených oběma difrakčními metodami. Metoda TEM se pro in-situ sledování změn morfologie s teplotou neosvědčila, důvodem byla pozorovaná nekompatibilita fázového vývoje tenkých vrstev v porovnání s objemovým materiálem. TEM (spojená s TED a zobrazením v tmavém poli) tak byla využita především pro ex-situ charakterizaci morfologie a fázového složení vzorků slitiny Ti-15Mo v okolí teploty 560 °C, kde směrnice průběhu relativního elektrického odporu i tepelné dilatace vykazuje ostrou změnu, jejíž teplota je v podstatě nezávislá na rychlosti ohřevu vzorku. Získané výsledky umožňují interpretovat pozorovaný zlom jako důsledek úplného rozpuštění částic isothermální fáze omega v beta matici před (při dalším ohřevu) následujícím růstem částic fáze alfa.

Další důležité výsledky práce zahrnují:

- Podrobnou charakterizaci a strukturní interpretaci průběhů relativního elektrického odporu v teplotním rozsahu od pokojové teploty do ca 850 °C pro šest beta-stabilizovaných slitin různého složení (Ti-15Mo, LCB, Ti-5553, TNFS, TCFA, Timetal 21S) a několik rychlostí ohřevu; věrohodné objasnění anomálního poklesu elektrického odporu s rostoucí teplotou pozorovaného v určitých teplotních intervalech.
- Prokázání úzké souvislosti mezi teplotními průběhy relativního elektrického odporu a tepelné dilatace vykazujícími komplementární reakce na fázové přeměny studovaných vzorků, a dále objasnění záporných hodnot lineárního koeficientu tepelné roztažnosti pozorovaného pro slitinu Ti-15Mo v okolí teploty 330 °C.
- Na základě ex-situ TEM a synchrotronového XRD měření ověření a prokázání vztahů mezi orientací beta matrice a precipitáty fází omega a alfa.
- Charakterizaci vývoje velikosti částic fází omega a alfa s využitím výsledků metody XRD (velikost, plocha rozhraní omega/beta) a ND (objemové podíly fází beta, omega, alfa).

Výsledky dosažené v rámci předložené práce představují v mezinárodním měřítku zásadní původní příspěvek ke studované problematice fázového vývoje beta stabilizovaných titanových slitin.

E. Připomínky a dotazy k obsahu disertační práce

- str. 13: v Burgersově orientačním vztahu (1.3) a souvisejícím obrázku 1.4 je drobná znaménková nepřesnost.

- str. 27, řádek 8: „... complemented ..“, „... TEM ..“

- str. 30, obr. 3.3: dotaz související s použitým tvarem vzorku: na základě jaké úvahy/optimalizace byla zvolena délka řezů mezi elektrodami 1-2 and 3-4 ve vztahu k délce řezů definujícím S-tvar?

- str. 32, poslední řádek: namísto formulace „ ..the following proceses are **considered** as diffraction..“; jako vhodnější se jeví např. „ ..the following processes **contribute** to the resulting diffraction patterns..“

- str. 33: popis kinematické teorie difrakce obsahuje několik poněkud nejednoznačných tvrzení, viz. např. formulace bodu 2 na straně 33, či tvrzení o tvaru difrakčního linie rovném delta-funkci.

- str. 40, popis hlavních předností neutronové difrakce – zde by bylo vhodné zmínit i minimálně 2-3 další: možnost analyzovat magnetické struktury díky existenci magnetického momentu neutronu, možnost rozlišit atomy s blízkým protonovým číslem (do jisté míry obsaženo v tvrzení o rozlišení izotopů) a konečně analyzovat tepelné vibrace atomů pomocí nepružného rozptylu nízkoenergetických termálních neutronů.

- str. 51, popis teplotního průběhu relativního elektrického odporu LCB monokrystalu, inset v obrázku 4.6: je známo (autor posudku byl toho sám svědkem), že elektrometry Keithly v některých případech vykazují drobné diskontinuity při přepínání měřicích rozsahů. Ověřil si autor práce tuto možnost vzniku pozorovaného skoku v hodnotě odporu?

- str. 55, popis k obrázku 4.9, jedna „resistance“ je navíc.

- str 69, obr. 4.21; difrakční „stíny“ v okolí reflexí {020} evokují přítomnost maxim přiřpsaných na obr. 4.22 fázi omega. Mohl by autor tuto možnost komentovat?

Předložená práce prokázala, mimo jiné, význam metody měření elektrického odporu pro charakterizaci fázových přechodů ve studovaných slitinách. Získané výsledky jsou ve velmi dobré kvalitativní shodě s pozorovaným vývojem struktury a morfologie studovaných materiálů, poněkud ale postrádám přesnější teoretický popis fyzikální podstaty procesů transportu náboje doplněný o model jeho závislosti na základních strukturních a morfologických rysech, které se ve studovaných slitinách vyskytují. Má autor v úmyslu se touto problematikou, která zjevně překračuje obsah této práce, avšak mohla by ho dále významně rozvinout, v budoucnu zabývat?

F. Závěrečné hodnocení:

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

Doporučuji práci k obhajobě a v případě úspěšného zodpovězení všech dotazů a připomínek navrhuji udělení vědecké hodnosti PhD.

V Kamenici dne 29. srpna 2018

doc. Ing. Ladislav Kalvoda, CSc.

Katedra inženýrství pevných látek

FJFI ČVUT v Praze