

Oponentský posudek disertační práce Mgr. Michala Knapka,
doktoranda Katedry fyziky materiálů, MFF, UK Praha,

Study of cooperative dislocation phenomena in solids by the acoustic emission technique

Disertační práce vznikla na Katedře fyziky materiálů MFF, UK ve spolupráci se zahraničními pracovišti (Department of Material Physics, E. Loránd University Budapest, Laboratory of Mechanical Metallurgy EPFL Lausanne). Práce je zaměřena na studium škálového efektu na mechanismy plastické deformace. Byly zkoumána odezva na mechanické zatěžování mikrovzorků připravených z monokrystalů fcc kovů a originálně analyzována doprovodná akustická emise (AE).

Dále byl studován vliv škály mikrostruktury u kovových pěn. Téma práce je zásadní pro pochopení dislokačních mechanismů plastické deformace, rovněž pro další vývoj lehkých konstrukčních materiálů a v neposlední řadě i z metodického hlediska použití moderních akustických a optických moderních technik. Samotná originální příprava mikrovzorků a zkoumání vlastností materiálu na mikroúrovni je velmi atraktivní, což dokumentují publikace z prestižních časopisů Science a Nature, na něž se práce odkazuje.

Předložená disertace sestává ze šesti kapitol, obecné diskuze, závěru a seznamu použité literatury o 160 položkách. První kapitola zahrnuje stručný teoretický úvod do popisu plastické deformace fcc kovů; věnuje se nespojitostem v plastické deformaci, které jsou způsobeny prostorovým omezením na mikroškále, a nakonec mechanickým vlastnostem struktur porézních a pěnových kovových materiálů. Druhá kapitola je věnována jevu akustické emise, popisu zdrojů AE, zaměřeném na dynamiku dislokačních mechanismů. Analýzu signálu AE autor rozumně rozlišuje na parametrickou a vlnově tvarovou.

Vlastní originální příprava mikrovzorků - mikrosloupků, vyříznutých metodou FIB z orientovaného monokrystalu Cu pro tlakové zatěžování, dále monokrystalických Al mikrodrátků, odlitých do formiček z NaCl pro tahové zkoušky - je podrobně popsána v kap.3 včetně experimentálního uspořádání mechanických mikrotesterů s měřením doprovodné AE, komentované výsledky jsou uvedeny v následující kapitole (4). V kap.5 je analogicky popsána příprava pěn z čistého Al a slitiny Al₂Mg replikační technologií, opět je popsán způsob testování, charakterizace a měření AE. Výsledky jsou shrnuty kap.6 s doprovodným popisem použitých pokročilých metod zpracování AE.

Práce je psaná čtivým způsobem s důrazem na věcnou stránku sdělení. Grafická úprava odpovídá standardu použitého textového prostředí. Provedení obrázků, grafické zpracování výsledků a mikroskopických zobrazení je čisté, jasné, zřetelné.

Komentář k vlastnímu obsahu práce

Jsou podrobně diskutovány možnosti produkce AE na základě vzniku a dynamiky struktury dislokačních systémů, vliv velikosti vzorku atd. Avšak není diskutováno šíření vln od zdroje k místu detekce. Je odkázáno na klasické práce (Scruby a další), které vycházejí ze šíření vln v poloprostoru, popisují epicentrální odezvu. Pro úvahy přenosu informace AE je ovšem nutné zahrnout i rozměry vzorku vzhledem k akustickým vlnovým délkám, které umožňuje sledovat použité detekční zařízení. S tím souvisí i nezbytný teoretický rozbor způsobu detekce (vliv velikosti měniče, detekovaná veličina posuv vs rychlost, akustického kontaktu, blízké vs daleké pole atd.) Na obr 4.3-4.6 je uvedeno trvání akustických událostí v řádu 10-1000um. Z toho vyplývá, že výsledná akustická odezva je výsledkem kmitání poměrně složitého rezonančního systému, zahrnující většinu komponent v akustickém

kontaktní. Použití konvenčních aparatur AE má pro testování mikrovzorků zřejmě své limity. Rovněž použití oblíbeného kalibračního zdroje AE - lomu mikrotyčky je v těchto případech poněkud brutální. Je patrné, že tato moderní oblast materiálové charakterizace mikrovzorku metodou AE představuje výzvu pro vývoj nových měřicích systémů.

Mikrovzorky

Originální hybridní metodou FIB byly připraveny dvě série mikrovzorků (micropillars) se stejnou krystalografickou orientací s různou úrovní předdeformace a různým poměrem šířky a délky. Je patrné, že dosáhnout dobré reprodukovatelnosti mechanické odezvy měření na vzorcích stejného typu je problematické, neboť zřejmě dochází k současnému tlaku, ohybu a smyku, přičemž převládající deformační mechanismus závisí na malých odchylkách v přípravě a průběhu experimentu, které je obtížné ovlivnit. Výslednou konkrétní mechanickou odezvu by bylo pravděpodobně možné hodnotit z in-situ pozorování v SEM.

Možná by stálo za úvahu porovnávat aktivitu AE nikoli s okamžitými poklesy napětí (stress drop), ale s lokálními maximy derivace průběhu napětí s časem (totéž by bylo možné zkusit pro analýzu výsledků měření na mikrodrátech).

Otázkou je kritérium výběru reprezentativních křivek do obr. 4.9, klíčového pro analýzu "size-efektu" podporujícího závěr "smaller is harder".

Naznačená souvislost zjištěných mechanických vlastností a emisní aktivity při tahu mikrodrátek z monokrystalu Al s krystalografickou orientací a souvisejícími skluzovými systémy je poněkud neprůkazná a diskutabilní. Rovněž zřejmě vyžaduje další podrobnější výzkum.

Al a Al₂Mg pěnový materiál

Byly připraveny makroskopické válcové vzorky hliníkových pěn s otevřenými póry replikací struktury solných částic dané zrnitosti.

Byla studována mechanická odezva při tlakovém zatěžování. Rozložení pole posunutí bylo sledované opticky, metodou DIC a plošná distribuce deformace studované replikované pěny byla porovnána s deformačním polem porézní syntaktické struktury. Bylo pozorováno zcela odlišné chování obou porézních systémů. U syntaktické ho materiálu by bylo zajímavé znát průměr použitých cenosfér. Podmínky vzniku lokalizace deformace syntaktické pěny by zřejmě staly za další podrobnější výzkum.

Velká pozornost byla věnována analýze a hlavně fyzikální interpretaci doprovodné akustické emise, v souvislosti se studovanými mechanismy plastické deformace, konkrétně s projevem velikostí póru na dislokační zpevnění (Al pěny). Zde je nutno zmínit, že při porovnání výsledků AE z různě porézních pěn stejného materiálu by bylo užitečné zmínit také vliv útlumu a rozptylu akustických vln, který bude pravděpodobně frekvenčně závislý.

U pěny z Al-Mg slitiny byl potvrzen PLC jev a jeho vývoj s deformací. Současná moderní zařízení umožňují záznam plného rf-signálu akustické emise během krátkodobých testů v trvání řádově min, a otvírají nové možnosti zpracování a analýzy AE. Zde je zmíněno pravidlo, že pro výše energetické AE události je odpovídající spektrální medián (f-median) nižší. To je možné vysvětlit vlivem širokopásmového šumu, který se projeví více u slabých událostí (signálů s nižším SNR).

Otázky do diskuze

1. Je použité příprava mikrosloupků pomocí FIB závislá na materiálu? Proč byla vybrána právě měď pro přípravu těchto mikrovzorků, když zbytek práce se věnuje čistému Al a dále Al slitinám?

2. Není specifikován použitý snímač AE a sledovaná frekvenční šířka pásma. Můžete tuto informaci doplnit? Máte představu o řádové velikosti detekovaných akustických vlnových délkách a spektru generovaným zdrojem AE?
3. V popisu měřicí aparatury AE (Str.31) je uvedeno použití "the most sensitive device", je možné blíže specifikovat ?
4. Jaký je vliv teploty u studovaného PLC jevu ?

Závěr

Práce obsahuje velmi cenné a původní poznatky, které výrazně posunuly znalosti o studovaných jevech v kovových materiálech. Jen je škoda, že autor neuvedl seznam svých publikací.

Prostým náhledem do databáze Scopus lze nalézt, že Mgr M. Knapěk je autorem nebo spoluautorem devíti recenzovaných publikací, vč. konferenčních příspěvků, na různá témata, která spojuje právě metoda AE. Výsledky právě předložené disertační práce mají, podle mého názoru, velký potenciál pro publikace v prestižních impaktovaných časopisech.

Lze tedy shrnout, že Mgr. Michal Knapěk prokázal schopnost samostatné tvůrčí vědecké práce, vytvořil průkopnické dílo, které svým rozsahem, výsledky a kvalitou zpracování splňuje podmínky kladené na doktorskou disertační práci.

Doporučuji proto, aby byl Mgr. Michalovi Knapkovi, na základě úspěšné obhajoby a ve smyslu platných předpisů, udělen titul PhD.

V Praze dne 8.9. 2016

Ing. Michal Landa, CSc.

Další doplňující poznámky

Str. v. ... V mikrovzorkách bol ... , dvakrát *bol*

Str. 5 nahoře, dvakrát "in contrast"

Str. 8 vztah (1.3) " shear stress normalized by shear modulus " je jednoduše shear strain

Str. 14. Na obr. 1.4 není odkaz v textu.

Str. 16 nahoře, ... "AE detects movement", upřesnit rapid movement nebo dynamics of processes ...

Str. 24-25 odkazy na obrázky v \caption obr. 3.1 a 3.2

Str. 30. Ve schématu na obr. 3.5 je uveden krokový motor, v textu se píše o DC motorku s převodovkou. Není uveden způsob upevnění snímače AE na 100um drát. Reprodukovatelnost kontaktu ?

Str. 34 je uvedeno 8 mikrovzorků první série s poměrem šířky ku délce 1:2, ale v obr.4.1 je devět křivek.

Str. 42, tab 4.1. Bylo by užitečné doplnit předpokládané preferované skluzové systémy pro jednotlivé orientace a zkontrolovat zda souvisí s uvedenou krystalografickou orientací.

Str. 43-44. Asi by bylo užitečné uvést označení mikrodrátů do popisu obrázků v obr. 4.11.