

Oponentský posudok

Dizertačná práca Ing. Martiny Halasovej

Dizertačná práca Ing. Martiny Halasovej s názvom „Behaviour of the interface of low toughness materials“ („Chovanie rozhraní materiálov s nízkou houževnatostí“) mi bola doručená k posúdeniu v tlačenej forme v celkovom rozsahu 161 strán, vrátane príloh.

Prácu som si prečítal so záujmom, nakoľko sa zaoberá vysokoaktuálnou problematikou štúdia vplyvu rozhrania na mechanické správanie kompozitných materiálov s nízkou húževnatosťou. V súčasnom období je veľká časť výskumu v oblasti keramických, resp. polymérnych materiálov venovaná vývoju nových kompozitných materiálov, kde využitím sekundárnych fáz rôznych tvarov, rozmerov, a orientácie, sa dosahuje zlepšenie funkčných alebo mechanických vlastností keramickej/polymernej matrice. Výsledné vlastnosti kompozitov sú potom predurčené nielen samotnými vlastnosťami jednotlivých zložiek (matrice a spevňujúcej fázy), ale práve rozhranie týchto fáz vo výraznej miere rozhodne, či využitie spevňujúcej fázy bolo úspešné. Z tohto dôvodu je štúdium rozhrania pomocou moderných charakterizačných techník nesmierne dôležité, bez ohľadu na typ matrice a spevňujúcej fázy. Predložená dizertačná práca spadá práve do tejto oblasti, a je preto možné konštatovať, že sa venuje zaujímavej a vysokoaktuálnej problematike.

Dizertačná práca je členená prehľadne, pričom veľmi pozitívne hodnotím, že je písaná zrozumiteľne, dobrou angličtinou, a v texte možno nájsť len niekoľko drobných chýb a preklepov. V prvej časti dizertačnej práce sa autorka venuje popisu jednotlivých typov spevňujúcich fáz (na základe ich veľkosti, tvaru, rozloženia, orientácia, atď.), ktoré sú často používané na zlepšovanie vlastností kompozitov. Z toho je veľká časť textu logicky venovaná vláknam a vplyvu ich veľkosti a orientácie na výsledné mechanické správanie kompozitov, nakoľko tieto sú aj predmetom experimentálneho štúdia práce. Celá prvá časť práce predstavuje teoretické pozadie výskumu kompozitných materiálov a vplyvu spevňujúcich fáz na ich vlastnosti, čo predstavuje dobrý úvod do problematiky študovaných materiálov. Podľa mojho názoru je názov tejto kapitoly ako „State of the art“ trochu zavádzajúci, nakoľko aktuálny stav poznania v danej téme je len stručne zhrnutý v závere prvej časti. Vo väčšine prípadov autorka len uvádza rôzne referencie na práce so stručným popisom, bez detailnejšej analýzy získaných výsledkov. V tejto časti autorka tiež cituje niekoľko prác, ktoré sa v minulosti venovali štúdiu podobných kompozitných materiálov, ako v predkladanej dizertačnej práci (SiOC skiel s vláknami Nextel, a tiež čiastočne pyrolizované SiOC kompozity s čadičovými vláknami). Chýba tu však kritické zhodnotenie súčasného stavu problematiky, nie je jasné v akom bode sa stav poznania nachádzal pred vznikom tejto práce, a teda čo následne viedlo k motivácii a vytýčeniu cieľov práce. Z tohto dôvodu je problémom adekvátne posúdiť vedecký prínos práce, a teda stanoviť do akej miery predkladaná práca ďalej posúva poznanie v problematike štúdia rozhrania čiastočne pyrolizovaných SiOC materiálov. Doktorandka by tento svoj prínos do vednej oblasti mohla stručne objasniť počas obhajoby svojej práce.

Napriek nejasnej motivácii práce s ohľadom na súčasný stav poznania, sú ciele práce formulované jasne a možno ich považovať za ambiciózne. Všetky experimentálne metodiky, vrátane študovaných materiálov, sú podrobne popísané a jasne vysvetlené v experimentálnej časti práce. Experimentálny program bol vhodne zvolený, a s ohľadom na pomerne veľké množstvo študovaných materiálov a použitých metodík predstavuje rozsiahly súbor dát. Veľmi pozitívne hodnotím prehľadný

súhrn všetkých študovaných materiálov a použitých metodík v Tabuľke 3.1. Výsledky sú prezentované prehľadne s odpovedajúcim a dostatočným počtom obrázkov a grafov, ktoré sú jasne v texte vysvetlené. Taktiež vysoko oceňujem diskusiu, ktorou autorka porovnáva jednotlivé typy zhúževnatenia (aligned fibres vs. fabric). V diskusii sú získané výsledky konfrontované s literatúrnymi údajmi, aj keď v niektorých prípadoch by sa žiadalo dôkladnejšie porovnanie a vysvetlenie možných odlišností.

Autorka dizertačnej preukázala schopnosť naplánovať a vyhodnotiť rozsiahly experimentálny program, ako aj zvládnuť charakterizáciu rozhrania pomocou moderných charakterizačných techník (FIB-SEM, TEM). Stanovené ciele práce boli splnené v plnom rozsahu. Získané výsledky predstavujú rozsiahly súbor dát, ktoré sa ďalej dajú zúžitkovať pri tvorbe nových moderných kompozitných materiálov s lepšími mechanickými vlastnosťami. Závery práce sú formulované stručne a jasne. Napriek drobným nedostatkom, ktoré len nepatrne znižujú kvalitu dizertačnej práce, doporučujem prácu k obhajobe. V prípade úspešnej obhajoby sa vyslovujem za udelenie akademického titulu „philosophiae doctor“ (PhD) autorke dizertačnej práce Ing. Martine Halasovej.

K dizertačnej práci mám niekoľko pripomienok, ktoré možno klasifikovať ako formálneho charakteru:

1. Strana 9: V popise obrázku 1.7 autorka uvádza, že na obr. 1.7a sú uvedené krivky pre rôzne polyméry. Na obr. je však možné vidieť krivky pre jeden polymér PMMA pri rôznych teplotách.
2. V niektorých prípadoch sa jednalo o protichodné tvrdenia. Napríklad na strane 26 autorka tvrdí, že tvorba mikrotrhlín je možná len u CMC a nie PMC a MMC. Na strane 25 však uvádza, že lom vo vláknami spevnených polymérnych kompozitov je často kontrolovaný početnými mikrotrhlinami.
3. Strana 77: Autorka v texte popisuje javy, ktoré údajne možno vidieť na mikroštruktúrach jednotlivých materiálov uvedených na Obr. 4.23. Podľa mojho názoru je kvalita, rozlíšenie a veľkosť týchto obrázkov nedostačujúca, a z toho vyplýva, že jednotlivé tvrdenia v texte možno len ťažko konfrontovať s odpovedajúcimi obrázkami.
4. Na strane 86 autorka uvádza, že spotrebovaná lomová energia počas dynamickej skúšky bola 1.3-násobne vyššia pre „flatwise“ orientáciu v porovnaní s „edgewise“. Tabuľka 4.3 na strane 88 však jasne udáva, že lomová energia, či už celková, alebo nominálna je výrazne vyššia práve pre „edgewise“ orientáciu vzorky počas testu.
5. V experimentálnom popise autorka uvádza, že boli použité dva druhy čadičových vlákien (Basaltex a Kamenny Vek). Z popisu experimentu nie je vôbec jasné, prečo boli dva druhy vlákien použité, a tiež chýba vysvetlenie ktorý typ vlákien bol použitý pre ktorý kompozitný materiál. Vo výsledkovej časti a diskusii tieto dva druhy vlákien vôbec autorka nerozlišuje.

K riešenej vedeckej problematike mám nasledujúce otázky:

1. Autorka v teoretickej časti práce správne uvádza, že veľkosť vlákien je jedným z rozhodujúcich faktorov. Napriek tomu, autorka v experimentálnom popise materiálov neuvádza dĺžku jednotlivých vlákien (Nextel™ 720, Basalt). Bolo by možné určiť kritickú dĺžku daných vlákien a určiť či zmenou dĺžky vlákien by bolo možné dosiahnuť lepšie výsledky?
V teoretickej časti práce je uvedené, že podmienkou pre prenos zaťaženia z matrice na spevňujúcu fázu je vyšší modul pružnosti vlákna ako matrice. Podľa uvedených parametrov je modul pružnosti čadičových vlákien na úrovni 85-95 GPa, pričom modul pružnosti plne pyrolizovanej matrice je 80 GPa. Mohla by autorka uviesť do akej miery mohol byť spevňujúci

efekt čadičových vlákien ovplyvnený (znížený) podobnými modulmi pružnosti matrice a vlákien v prípade plne pyrolizovaných kompozitov? Je možné tento efekt kvantifikovať, resp. stanoviť aký rozdiel týchto charakteristík je nutný na zabezpečenie efektívneho zhúževnatenia?

2. Je prekvapujúce, že všetky laboratórne syntetizované materiály dosiahli horšie mechanické vlastnosti v porovnaní s literatúrou. Čo bolo hlavnou príčinou toho, že tzv. modifikátory v podobe H_3BO_3 a Fe nepriniesli očakávané pozitívne účinky? Z akého dôvodu bola použitá tak nesmierne nízka rýchlosť ohrevu, ktorá viedla k celkovému procesu výroby vyššie 80 hodín? Pre porovnanie rýchlosť ohrevu sa pohybovala od $90^{\circ}C$ do $10^{\circ}C/h$, pričom rýchlosť ohrevu pri pyrolýze komerčne dostupných materiálov bola $4^{\circ}C/min$. Je takáto časovo náročná príprava materiálu aplikačne atraktívna? Mohla by doktorandka načrtnúť či je možné dané materiály pripraviť modernými procesmi s lepším finálnym výsledkom?
3. Autorka sa v práci veľmi často odkazuje na pojem pevnosť rozhrania. Pevnosť rozhrania však v práci nebola experimentálne stanovená. Bolo by možné využiť niektorý z teoretických modelov pre stanovenie pevnosti rozhrania študovaných vláknitých kompozitov. Ak áno, mohla by dizertantka porovnať pevnosť rozhraní jednotlivých študovaných materiálov?
4. Na strane 126 autorka uvádza, že materiál MPS obsahuje dvojnásobné množstvo voľného uhlíka v porovnaní s materiálom MS. Zároveň je uvedené, že prítomnosť voľného uhlíka môže spôsobiť pokles mechanických vlastností materiálov. Paradoxne ale práve kompozitný materiál MPS dosiahol lepšiu pevnosť v ohybe v celom rozsahu teplôt pyrolýzy a tiež stabilnejšie hodnoty nárazovej pevnosti a lomovej húževnatosti. Mohla by to autorka objasniť?
5. Je na škodu, že získané výsledky mechanických vlastností kompozitných materiálov nie sú porovnané s experimentálne nameranými údajmi pre odpovedajúce monolitné materiály. To znemožňuje kvantifikáciu zhúževnatenia, resp. zlepšenia ostatných mechanických vlastností. Je možné odhadnúť mieru zlepšenia vlastností pre jednotlivé typy materiálov v porovnaní s ich monolitnými verziami?
6. Napriek tomu, že práca spadá pod oblasť základného výskumu, mohla by doktorandka načrtnúť či, a v akých prípadoch sú očakávané aplikácie čiastočne pyrolizovaných SiOC materiálov, ako aj plne pyrolizovaných SiOC skiel, a ich kompozitov s vláknami „Basalt“ a „Nextel“?

V Bratislave 06.09.2017

Ing. Peter Tatarko, PhD.

