

OPONENTNÍ POSUDEK DISERTAČNÍ PRÁCE

Název práce: „Metal matrix composites prepared by powder metallurgy route“
(Kompozity s kovovou maticí připravené cestou práškové metalurgie)

Jméno studenta: Ing. Igor Moravčík

Univerzita: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství

Oponent: doc. Ing. Kateřina Skotnicová, Ph.D.

Pracoviště: VŠB-Technická univerzita Ostrava, FMFI, katedra Neželezných kovů, rafinace a recyklace

Obsah práce

Předkládána práce Ing. Igora Moravčíka se zabývá výzkumem v oblasti přípravy a komplexní charakterizace slitin s vysokou a střední entropií (tzv. HEAs a MEAs), které byly připraveny technologiemi práškové metalurgie. Dané slitiny na bázi AlCoCrFeNiTi_{0.5}, Co_{1.5}Ni_{1.5}CrFeTi_{0.5}, CoCrNi a kompozit s kovovou maticí CoCrNi vyztužený částicemi B₄C byly získány mechanickým legováním z výchozích elementárních prášků a zhutněny metodou spark plasma sintering (SPS). Mechanicky legované prášky a výsledné kompaktní slitiny/kompozit byly dále podrobeny detailní strukturní a chemické analýze pomocí SEM/EDX, EBSD, TEM, XRPD. Mechanické vlastnosti slitin/kompozitu byly zjišťovány zkouškou v ohybu, v tahu, tvrdosti, rovněž byl stanoven elastický modul a zkoumány lomové plochy vzorků.

Struktura práce

Disertační práce je předložena v anglickém jazyce v klasickém formátu, který obsahuje souhrn, úvod, teoretický základ, experimentální přístupy, výsledky a jejich diskusi, závěry a literární odkazy, čítající 149 stran, 10 kapitol, 102 obrázků a 125 referencí. Práce je zpracovaná na vysoké úrovni jak po stránce odborné, tak i formální. Velice musím ocenit kvalitu anglického textu z hlediska pravopisného i stylistického, je psán čitelnou a srozumitelnou formou.

Kapitola 1 až 4 je zaměřena na teoretický rozbor řešené problematiky. Je zde velmi dobře vysvětlen „původ“ a podmínky pro dosažení vysoko-entropického stavu daných slitin, včetně predikování jejich strukturního složení, dále jsou zde uvedeny prakticky významné vlastnosti HEA a popsány mechanismy zpevnění jak v kovech, tak i v kompozitech. Kapitola 4 je pak věnována samotné přípravě HEAs a MEAs technologiemi práškové metalurgie. Jednotlivé kapitoly na sebe logicky navazují a jsou vhodně doplněny obrázky či grafy. Pozitivně hodnotím, že teoretická část obsahuje pouze podstatné informace a poznatky, které

mají přímou souvislost s rozsáhlou experimentální částí práce. V kapitole 5 jsou pak představeny cíle práce.

Experimentální část práce zahrnuje kapitoly 6 až 9. Kapitola 6 popisuje přípravu experimentálních materiálů – charakteristiku výchozích elementárních prášků, podmínky mechanického legování, podmínky zhutnění metodu SPS, případně tepelného zpracování – a metody analýzy jejich strukturních a mechanických vlastností. V kapitole 7 jsou detailně rozpracovány výsledky daných analýz pro všechny čtyři experimentální materiály, doplněné bohatou obrazovou dokumentací. Dosažené výsledky jsou diskutovány v kapitole 8, kde jsou rovněž zhodnoceny klady a zápory zvoleného výrobního procesu vs. tavná metalurgie. V kapitole 9 jsou učiněny závěry práce a v kapitole 10 jsou navrženy další výzkumné směry a aktivity v dané materiálové oblasti.

K seznamu použité literatury bych měla malou výtku. Nenalezla jsem tam odkazy na vlastní práce autora, ačkoliv publikoval 3 články v poměrně významných odborných časopisech (např. Materials & Design, IF = 4.364).

Aktuálnost práce

Slitiny s vysokou entropií představují poměrně novou skupinu materiálů, složených z 5 a více prvků ve stejných nebo podobných atomárních poměrech. V důsledku vysoké konfigurační entropie těchto slitin dochází v ideálním případě k vytvoření relativně jednoduché mikrostruktury, tvořené neuspořádaným tuhým roztokem. Následkem široké distribuce velikostí atomů legujících prvků dochází k distorzi mřížky a podstatnému snížení rychlosti difuze. Tím lze dosahovat zajímavých, speciálních vlastností těchto materiálů, mezi které patří např. vysoká pevnost/tvrдость, vynikající odolnost proti opotřebení, mimořádná pevnost za vysokých teplot, dobrá strukturní stabilita, dobrá odolnost proti korozi a oxidaci, aj. Tyto vlastnosti otevírají velké možnosti pro mnoho nových aplikací. Některé HEAs mohou mít stejnou měrnou hmotnost jako hliníkové slitiny, avšak pevnost vyšší než některá kovová skla. Použití těchto lehkých a vysoce odolných HEAs např. v transportním průmyslu a energetickém sektoru umožní snížit celkovou spotřebu energie, a tím redukovat škodlivé emise. Vzhledem k širokému spektru potenciálních a do jisté míry unikátních aplikací těchto slitin se jeví problematika řešená v disertační práci jako nesporně aktuální v současné době i z pohledu budoucího vývoje materiálových věd a inženýrství.

Cíl práce, výsledky a přínos pro praxi

Hlavní cíle disertační práce jsou formulovány v kapitole 5. Jedním z cílů bylo potvrdit možnost přípravy HEAs a MEA s dostatečnou tažností procesy práškové metalurgie. Jak autor uvádí v dosažených výsledcích a následné diskusi, nepodařilo se připravit HEAs s predikovanou strukturou, tj. tvořené pouze tuhým roztokem, příp. s malým podílem druhé fáze. Ve struktuře slinovaných materiálů byly pozorovány další nežádoucí fáze – např. Al_2O_3 , TiC, B2, FCC v případě slitiny AlCoCrFeNiTi0.5 (A), nebo FCC, Al_2O_3 , Ti_xO_y v případě slitiny Co1.5Ni1.5CrFeTi0.5, což sice vedlo k dosažení vysoké pevnosti/tvrđosti, avšak za současné redukce jejich plastických vlastností. Nutno dodat, že příprava jakýkoliv slitin z mísených prášků (a zejména vysoce reaktivních jako je Ti nebo Al, nebo s vysokým SSA), ať už mechanickým legováním nebo klasickou technologií „press+sinter“, je nesnadný úkol z hlediska možné kontaminace kyslíkem, která brání dosažení požadované struktury a vlastností

výrobních. V daném případě je vyžadována striktní kontrola obsahu kyslíku ve všech fázích výrobního procesu. Zjištěné negativní aspekty zvolené technologie přípravy HEAs a MEA v této práci však nelze vnímat jako určitý nezdár, ale měly by vést k přehodnocení aplikovaného přístupu k řešení dané problematiky a modifikaci podmínek přípravy v rámci dalších výzkumných aktivit autora. Nepochybuji, že přispějí k úspěšnému vývoji výrobní technologie těchto slitin zvolenou kombinací mechanického legování a SPS.

Po důkladném rozboru předložené disertační práce Ing. Igora Moravčíka mohu konstatovat, že stanovené cíle práce lze komplexně považovat za splněné, a to i z pohledu vhodně aplikovaných vědeckých metod.

Autor při řešení jednotlivých dílčích cílů vycházel z důkladné rešeršní práce, vhodně a efektivně zvolil metody studia vlastností připravených slitin, ke kterým nelze mít žádné závažné výhrady. Velmi působivé jsou snímky TEM, které pomohly, mimo jiné, objasnit i mechanismus zpevnění daných slitin. Ing. Igor Moravčík dosáhl význačných původních výsledků, které byly prvoautorsky publikovány na mezinárodní úrovni ve významných časopisech a na konferencích. Lze tedy očekávat návaznost na další výzkum v oblasti těchto velmi zajímavých a perspektivních slitin.

Splnění podmínek samostatné tvůrčí vědecké práce

Předložená disertační práce vykazuje všechny znaky pro splnění podmínek samostatné tvůrčí vědecké práce. Původní autorské výsledky byly doposud publikovány ve 3 člancích v impaktovaných časopisech, 1 neimpaktovaném časopise a 3 konferenčních příspěvcích. Ing. Igor Moravčík má k 10.11.2017 celkem 5 záznamů v databázi WoS (5 citací bez autocitací, H-index: 2) a 6 záznamů v databázi Scopus.

Připomínky a dotazy k disertační práci

1. *Je možné HE efektu dosáhnout i v případě aplikace intersticiálních přísad, tj. u slitin, tvořených intersticiálním tuhým roztokem?*
2. V kapitole 6 je u charakterizace elementárních prášků uvedeno chemické složení, které bylo stanoveno pomocí EDX analýzy. *Jedná se o povrchové nebo objemové složení? Je zvláštní, že u prášku Fe nebo Ti nebyl identifikován kyslík (min. povrchová oxidace) a složení je prezentováno jako 100 % daného kovu.*
3. Pro lepší srovnání morfologie a velikosti částic výchozích práškových materiálů by bylo vhodnější použít stejná měřítka (kapitola 6).
4. Na str. 28 je posunutý řádek.
5. V tabulce 2 schází jednotka u doby mletí.
6. *Mohl by autor upřesnit, jaké množství prášků z původních 30 g bylo v případě slitiny AlCoCrFeNiTi0.5 získáno po mechanickém mletí? Byl prášek po mechanickém sušení nebo jinak zpracován za účelem odstranění zbytkového metanolu?*
7. Na str. 67 je uvedeno, že střední velikost částic byla podstatně zvýšena. *Byla hodnocena distribuce velikostí částic? A pokud ano, jakou metodou?*
8. Autor v práci používá u veličiny ΔS_{mix} rozdílné jednotky, např. str. 24 ($\text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$, $\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$), str. 108 ($\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$), ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$)... *Mohl by to objasnit?*

9. Slitina AlCoCrFeNiTi0.5 byla po zhutnění charakteristická přítomností jemnozrnných částic TiC. *Jak by autor modifikoval proces mechanického legování, aby nedocházelo v průběhu slinování ke vzniku karbidů?*
10. Autor v práci uvádí parametry mřížek FCC, či BCC v jednotkách Ångström. Vhodnější by bylo používat jednotky SI.
11. V Obr. 50 na str. 70 je uvedeno na základě EDX analýzy složení kompaktní slitiny AlCoCrFeNiTi0.5-A, které však dává v sumě 100,3 at.%. Podobně je tomu i dále na obr. 68, kde celkový obsah přísad činí 99,5 at.%.
12. *Z jakého důvodu nebyl hodnocen a diskutován obsah kyslíku jak ve výchozích a mechanicky legovaných prášcích, tak i v kompaktních slitinách?*
13. *Proč nebyla ke stanovení skutečné hustoty slitin použita např. heliová pyknometrie?*
Uvedenou metodou by bylo možné stanovit i teoretickou hustotu daných slitin z výchozích práškových směsí.
14. V obr. 60b schází měřítko.
15. V obr. 66 je uveden SEM snímek mechanicky legovaného prášku v řezu, kde jsou označeny jednotlivé oxidické inkluze. Pro lepší rozlišení a identifikaci by bylo vhodné provést i EDX mapu rozložení prvků.
16. Podobně na obr. 69 jsou dokumentovány SEM snímky kompaktní slitiny Co1.5Ni1.5CrFeTi0.5, kde by rovněž EDX mapa rozložení prvků umožnila lepší identifikaci jednotlivých typů oxidických částic. Z plošného podílu oxidické fáze (obr. 69b) lze usuzovat, že jejich objemový podíl bude větší než 3 až 5 obj.%, což je mez detekce pro XRD analýzu.
17. Obrazová dokumentace mikrostruktury kompaktních materiálů mohla být doplněna i o snímky v módu SE, kde by byl patrný topografický kontrast vzorků a případná pórovitost.
18. Bylo by možné použít pro přípravu kompozitů s HEA nebo MEA matricí zvoleným výrobním postupem plně předlegované prášky HEA nebo MEA, získané atomizací taveniny požadovaného chemického složení?

Závěr

Ing. Igor Moravčík splnil stanovené cíle disertační práce a k jejich naplnění zvolil vhodné vědecké postupy. Po odborné stránce je předložená práce přínosem, obsahuje prakticky aplikovatelné poznatky a závěry, které jsou teoreticky podložené. Práce jednoznačně přispěje k dalšímu rozvoji vědního oboru.

Předložená disertační práce splňuje požadavky ve smyslu § 47 Zákona o vysokých školách č. 111/1998 Sb. a doporučuji ji k obhajobě. Po úspěšném obhájení práce doporučuji udělit Ing. Igoru Moravčíkovi titul „Ph.D.“.



V Ostravě 13.11.2017

doc. Ing. Kateřina Skotnicová, Ph.D.