

Oponentský posudek disertační práce Ing. Jana Palána

Název práce: **Vývoj SPD technologií pro výrobu ultra až nano-jemnozrnných materiálů**

Oponent: prof. Dr. Ing. Dalibor Vojtěch, Ústav kovových materiálů a korozního inženýrství, VŠCHT Praha

Disertační práce studuje CP titan (Grade 2 a Grade 4) vyrobený procesem intenzivní plastické deformace Conform + rotační kování. Téma práce je vysoce aktuální, neboť potenciální náhrada slitiny Ti Grade 5 (TiAl6V4) méně „toxickým“ CP titanem v medicíně je slibná varianta pro vývoj zdravotních prostředků splňujících i v budoucnu stále rostoucí nároky na biokompatibilitu a zdravotní nezávadnost.

Práce má členění na úvod, teoretickou část, popis experimentů, výsledky, diskuzi a závěry. Teoretická část je bez problémů, disertant studovanou problematiku zvládl, o čemž svědčí více než 100 citovaných prací. Pravdou je, že běžně se setkáváme s disertačními pracemi, které se odkazují na 250 a více zdrojů...

Následuje experimentální část, která je velice obsáhlá a zahrnuje numerické modelování tvářecího procesu ve 4 variantách, mikrostrukturní rozbory, mechanické testy, testy biokompatibility. CP titan byl podroben procesu intenzivní plastické deformace v kombinaci s rotačním kováním a tepelným zpracováním, s cílem dosáhnout optimální kombinace meze kluzu, meze pevnosti, tažnosti, únavové životnosti a biokompatibility.

V diskuzi výsledků oponent oceňuje konfrontaci získaných dat s daty autorů zabývajících se problematikou SPD titanových slitin.

Celkové shrnutí posudku disertační práce:

1. Význam práce pro obor je jednoznačně pozitivní.
2. Postupy řešení byly adekvátní, metody řešení byly odpovídající cílům.
3. Cíle disertační práce byly splněny.
4. Výsledky práce byly jasně a systematicky prezentované, přehledné.

V práci bylo získáno velké množství výsledků zaměřených na titan vyrobený procesem SPD. Byly získány originální a nové výsledky týkající se vztahů mezi procesními parametry a vlastnostmi vyrobených kompakťů. Bylo zjištěno, že procesní parametry výrazně ovlivňují mechanické vlastnosti studovaných materiálů, což je důležité pro případné využití postupu Conform + rotační kování v praxi.

Dotazy, připomínky:

Bohužel, disertační práce, ač se zabývá velice důležitým tématem a je výsledkem velkého objemu experimentů, má řadu nedostatků, což zbytečně snižuje její kvalitu.

Proto oponent žádá vyjádření a zodpovězení následujících otázek při obhajobě práce:

1. Řada překlepů, např. „Odpěňovacích“, hvězdy v jednotkách veličin, anglické termíny v tabulkách (např. Tab. 4, s. 37...).

2. Proč jsou seznamy obrázků, tabulek atd. již na začátku práce? Dle zkušeností se toto uvádí až na konci.
3. Reference 44 a další není úplná.
4. Chybí samostatná kapitola definující cíle práce. Sice jsou cíle uvedeny v jiných kapitolách (úvod, experimenty atd...), nicméně jejich jasná definice by měla být jasně oddělenou součástí práce.
5. Strana 76: Prosím vysvětlete pojem a význam slova „Coating“ v této souvislosti. Asi toto slovo není použito správně.
6. Profily tvrdosti HV (např. str. 78, 79...): Prokládat plynulou křivkou z Excelu není správné. Aby interpretace HV profilů byla spolehlivá, bylo by třeba uvést měřené body a chybové úsečky.
7. Obr. 53 na str. 67: Opravdu jsou všechny údaje správně (protlačovací poměr atd.)?
8. Obr. 114 na str. 122: Prosím vysvětlete, co je za veličinu na svislé ose.
9. Hodnocení biokompatibility: Chybí popis procesu, uveden je pouze odkaz na práci, nedostatečné. Prosím při obhajobě o podrobnější popis.
10. Tab. 17, str. 125: Rozdíl v BIC mezi materiály je velmi malý a, vzhledem k použité metodě odečtu BIS, není významný pro tvorbu závěru o lepší biokompatibilitě UFG Ti. Má pro toto tvrzení autor nějaké vysvětlení?
11. Biokompatibilita: Prosím autora o úvahu ohledně korozního chování klasického Ti a UFG Ti v lidském těle. Jaký vliv má ultra-jemnozrnná struktura vliv na korozní/biologické chování?
12. V disertační práci je prezentován velký objem experimentálních dat/výsledků. Mohl by autor při obhajobě uvést, které práce realizoval sám a které ve spolupráci s jinými pracovišti?

Téma práce považuji za vysoce aktuální. Práce naznačila, že kombinací procesu Conform a rotačního kování lze vyrobit titanový materiál využitelný v klinické praxi. Metody a techniky použité v práci zcela odpovídaly zaměření a cílům disertační práce.

Cíle práce byly splněny. Získané výsledky jsou bezesporu významné jak pro základní tak aplikovaný výzkum. Výsledky a závěry jsou logicky vysvětlené a konfrontované s literaturou. Práce byla vypracována pečlivě a, až na drobné výjimky, na odpovídající grafické úrovni.

Závěr posudku:

Celkově lze shrnout, že disertační práce splnila stanovené cíle. Autor prokázal tvůrčí schopnosti v dané oblasti výzkumu. Práce splňuje požadavky standardně kladené na disertační práce v oboru.

Z výše uvedených důvodů disertační práci Ing. Jana Palána doporučuji k obhajobě a doporučuji, aby po úspěšné obhajobě práce byl autorovi udělen titul Ph.D.



V Praze dne 30. 12. 2020

podpis



Katedra fyziky materiálů
Matematicko-fyzikální fakulta
Univerzity Karlovy v Praze
Prof. RNDr. Zuzanka Trojanová, DrSc.
Ke Karlovu 5, 121 16 Praha 2,
Tel.: +420 2 2191 1658 Fax: +420 2 2191 1490
<https://www.mff.cuni.cz/cs/kfm>
E-mail: ztrojan@met.mff.cuni.cz

Posudek na doktorskou disertační práci

Vývoj SPD technologií pro výrobu ultra až nano-jemnozrnných materiálů,

předloženou panem Ing. Janem Palánem.

Doktorská disertace se metodami přípravy a vlastnostmi cpTi, určeného pro biomedicínské účely. Téma disertace je velmi aktuální a výsledky práce nabízejí přímé aplikace do výroby zubních implantátů. Byly zvoleny dvě úrovně koncentrace intersticiálních plynů v Ti a tyto materiály byly podrobeny termomechanickému zpracování na jejímž konci byly materiály s vynikajícími mechanickými a únavovými vlastnostmi a výbornou biokompatibilitou. Cesta k tomuto cíli však vyžadovala mnoho úsilí, laboratorní práce i dobrých myšlenek. K dosažení požadovaných mechanických vlastností bylo potřeba zjemnit mikrostrukturu materiálů pomocí intenzivní plastické deformace. Byla zvolena metoda ECAP Conform (dále jen Conform) případně v kombinaci s metodou rotačního kování. Obě tyto metody zafungovaly velmi dobře. Byl navržen technologický postup, který umožňuje výrobu většího objemu materiálů s ultrajemným zrnem. Mikrostruktura materiálů byla zevrubně prozkoumána s ohledem na homogenitu zpracovaného objemu, velikosti zrn, rozdělení velikosti zrn, přednostní orientace i charakteru hranic zrn. Zkoumání byla doplněna ještě rtg měřeními vnitřních napětí a zkoumáním stability struktury pomocí dilatačních měření. S ohledem na zamýšlený účel použití byly zkoumány také únavové vlastnosti a biokompatibilita. Výsledkem byl úctyhodný soubor měření, který poskytuje komplexní obrázek o zkoumaných materiálech a mnoho experimentálních dat, zajímavých i z teoretického hlediska. Jsem přesvědčená, že si autor vedl dobře a poradil si i s náročnými experimenty. Experimentální výsledky byly navíc ještě doplněny počítačovými simulacemi. Stanovený cíl práce tedy „vyvinout komplexní technologický řetězec umožňující výrobu drátů z cp Ti na jehož konci by pak byl vysoce pevný drát určený pro biomedicínské aplikace“ byl beze zbytku splněn.

Výsledky práce byly již částečně publikovány v časopisech s dobrým impaktfaktorem. V databázi Scopus jsem našla 16 prací autora, celkem 48 citací (z toho 28 v letošním roce) a H index 5. To je velice dobrý výsledek, který svědčí o tom, že zkoumané téma je aktuální a o výsledky výzkumu je zájem.

Ke zpracování práce mám několik drobných připomínek:

1. Obr. 10 byl konstruován pro Mg (část v barevném rámečku).
2. Schematický obr. 11 je asi konstruován pro monokrystaly. Jaká je to BFC mřížka?

3. Str. 29, Tab. 3:roste exponent zpevnění, nikoliv koeficient zpevnění. Kromě toho podle tabulky 3, exponent zpevnění n klesá s rostoucí teplotou.
4. Napětí σ_0 v rovnici (4) není Peierlsovo napětí.
5. Obr. 19: Jak rozeznat jednotlivé křivky?
6. Tabulka 4. Není jasné, jak může být jedna vlastnost, např. odolnost vůči šíření únavových trhlin, zároveň výhodou a nevýhodou.
7. Autor uvádí, že Mg materiály, podrobené SPD zpravidla nemají výraznou texturu (str. 39) a dokládá své tvrzení citací práce na slitině AZ31 podrobené ARB (cit. 70). Tento materiál má výraznou basální texturu a vykazuje značnou plastickou anizotropii i anizotropii fyzikálních vlastností (tepelná vodivost, vnitřní tlumení).
8. Na str. 46 autor tvrdí, že při protlačování ECAPem je třeba držet teplotu pod teplotou rekrytalizace. Na str. 48, bod 4. se píše, že v ustáleném stavu probíhá dynamická rekrytalizace.
9. V kapitole 6 jsou uvedeny výsledky EBSD a TEM zkoumání bez jakýchkoliv podrobností o přípravě vzorků.
10. Podobně v kapitole o mechanických vlastnostech není uvedeno nic o geometrii vzorků, jejich orientaci k ose namáhání resp. rychlosti deformace.
11. Kapitola 9 bych nazvala spíše jako shrnutí výsledků ne samotnou diskusí. Ta byla fakticky provedena u každé kapitoly zvlášť.

Uvedené drobné nedostatky však nikterak nesnižují celkovou úroveň práce. **Práci doporučuji dizertační práci podle zákona č. 111/1998 Sb. § 47 k obhajobě.**

Otázky do diskuse:

1. Jak si autor představuje proces zjemňování zrna, ke kterému dochází v Conformu a při rotačním kování?
2. Dosažená velikost zrna naznačuje možnost, že materiál bude superplastický. Co si autor myslí o případném využití superplasticity pro výrobu?

Praha, 19. 11. 2020

Projevná