

Prof. Ing. Radomila Konečná, PhD.
Strojnícka fakulta Žilinskej univerzity
Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 1, 010 26 Žilina
tel.: 041-5132604 * e-mail: radomila.konecna@fstroj.uz.sk

Oponentský posudek disertační práce

MODELOVÁNÍ GLOBÁLNÍCH MECHANICKÝ VLASTNOSTÍ NA ZÁKLADĚ EXPERIMENTÁLNÍHO STANOVENÍ VLASTNOSTÍ LOKÁLNÍCH

Autor: Ing. Peter Burik

Školitel: prof. Ing. Ladislav Pešek

Předložená disertační práce Ing. Petra Burika byla zpracována v rámci doktorského studia na Fakultě strojní Technické univerzity v Liberci v studijním oboru Materiálové inženýrství. Práce byla řešena pod vedením školitele prof. Ing. Ladislava Peška, CSc. Disertační práce je zaměřena na vytvoření fyzikálního modelu a jeho následného použití za účelem získání materiálu s požadovanými mechanickými vlastnostmi tak, aby nebylo potřebné rozsáhlého experimentálního vyšetřování. Vzhledem k tomu, že mechanické vlastnosti jsou závislé na strukturních charakteristikách, zaměřuje se práce na zjištění lokálních mechanických vlastností jednotlivých fází a strukturních složek v posuzovaných experimentálních materiálech na základě nanomechanického testování s využitím instrumentované indentační metody. Možnost vyrobit materiál podle požadavků na mechanické vlastnosti na základě modelování globálních mechanických vlastností považuji za téma aktuální, které by bylo i ekonomicky přínosné.

Teoretická část práce je zpracována do 6 kapitol, ve kterých je uveden přehled současného stavu poznatků v řešené oblasti, při využití řady výzkumných prací jak zahraničních, tak domácích autorů (celkem 88). Kapitola 1.4 má nevhodný název, neboť v teoretické části nelze charakterizovat experimentální materiál. V rámci řešení disertační práce doktorand publikoval výsledky své práce ve vědeckých člancích a na konferencích a vhodně je cituje jak v teoretické části, tak i při diskusi výsledků. Uvedená část práce je vcelku zpracována na dobré úrovni, ale s některými nedostatky. Při citování literárních pramenů nebyla přiřazena citace [13] po citaci [12]. Některé citace naopak nejsou uvedeny, např. chybí citace strana 25^{2,3}, str. 31¹, str. 314 a jinde. Kvalita obrázků je většinou nekvalitní.

Autor vždy nerozlišuje pojmy jako fáze, mikrostrukturní složka, komponenta neboli složka soustavy, které nelze zaměňovat jeden za druhý. U některých obrázků buď chybí vysvětlení (obr. 3) nebo není úplné (obr. 5, co je av ?). Pro vztah (3) chybí vysvětlení na určení směrnice m zatěžující větve indentační křivky. Na straně 28¹ je uvedeno, že se E_r určí podle vztahu (4), ale ve skutečnosti je to podle vztahu (5). Nemá být na str. 35 ve vztahu (22) použité místo A označení A_k pro kontaktní plochu? Jazyková úroveň (diakritické znaménka, skloňování, správný sled slov, formulace vět, zbytečně dlouhé a komplikované věty, např. str. 26, kap. 2 a další) není v některých částech práce na požadované úrovni a zbytečně snižuje kvalitu práce.

V kapitole 2 jsou shrnuty literární poznatky, na jejichž základě byly stanoveny téze disertační práce v kapitole 3.

Kapitola 4 *Experimentální část práce* má zcela zbytečný úvod. Názvy a charakteristiky použitých přístrojů by měly být součástí jednotlivých experimentálních metod. Kapitola 4.1 s tabulkou, která je nepřesná, se stává následně nepřehlednou a lepší by bylo nepoužít celou tuto kapitolu. Hranice zrna ani orientace zrna nejsou mikrostrukturní složky, jak je nesprávně uvedeno i v abstraktu práce. Rozdělení do mnoha podkapitol není přínosem (podkapitoly navíc nejsou v obsahu práce uvedeny), ale spíše komplikuje porozumění práci, která obsahuje celou řadu experimentů a velmi cenných výsledků. Zařazení odvolávek na obrázky a tabulky, které jsou později uvedeny v kapitole 5, nepovažuji za vhodné ani potřebné. Naopak v Kapitole 5 jsou odvolávky z kapitoly 4 správně uvedeny.

Popis přípravy vzorků, který je uveden na straně 67, by měl být součástí přípravy vzorků na straně 66. Věta na str. 69¹¹ nedává smysl. Podobně není jasná věta na str. 70². Jak byly leptány struktury experimentálních ocelí a jaký mikroskop byl použitý na pozorování a dokumentaci struktur?

Interpretace výsledků v 5. kapitole je na požadované úrovni, ale s chybami přenesenými z teoretické části, pokud se jedná o odborné pojmy uvedené již výše v posudku. Při popisu tabulek se objevují nedostatky jen z nepozornosti. Pokud jde o diskusi výsledků, tak je jen částečná a s využitím jen minimálního počtu literárních pramenů. Nejvíce odvolávek je na vlastní publikace. Z diskuse není někdy jasné, zda citovaná literatura výsledky potvrzuje nebo ne. Podkapitola 5.3.7 je zmatečně zpracovaná, kde je vysvětleno označení LMV a GMP jako lokální a globální mechanické vlastnosti, ale v tab. 29 je uvedeno i GMV a LMP. Podle názvu mají být porovnané faktory, které mají vliv na indentační tvrdost. V bodech 1 až 8 žádné porovnání není.

Kapitola 6 *Optimalizace parametrů mřížkové metody* měla být z větší části zařazena v experimentech, kde by bylo určeno, jaká má být optimální vzdálenost mezi středy

vtisků. Měření se vzdáleností 5 μm bylo zbytečné, neboť nesplňuje podmínky vzdáleností vpichů tak, aby se hodnoty tvrdosti neovlivňovaly. Měření tvrdosti s optimální vzdáleností vpichů na více místech by poskytlo přesnější výsledky.

Kapitola 7 uvádí, jak lze s přihlédnutím k mnoha faktorům, správně určit globální mechanické vlastnosti.

Kapitoly 6 a 7 nejsou vůbec diskutovány, i když právě v této části by byla diskuse velmi zajímavá a z ní by potom mohly být vysloveny i závěry. Závěry (kapitola 8) vyplývající z předložené práce jsou správné, jen jsou problematické některé formulace (v závěrech např. nelze nic pozorovat). V závěrech by měly být uvedeny i poznatky pro vědu a pro praxi, které vyplynuly z výsledků práce.

Přes všechny výhrady, které jsou především formálního charakteru, byly cíle práce splněny. Pro jejich splnění byly zvoleny vhodné experimentální metody, které přispěly k získání nových a přínosných výsledků.

K práci mám následující otázky:

Jaké jsou rozdíly mezi složkou soustavy (komponenta), fází a mikrostrukturní složkou?

Uvádíte, že povrchové a podpovrchové chyby materiálu vznikají při lomu. Je to správně?

Porovnejte, jak a které faktory ovlivňují indentační tvrdost?

Jak parametr X ovlivňuje modelované mechanické vlastnosti, když je menší než 1 a když je větší než 1?

V čem vy sám vidíte největší přínos práce?

I přes uvedené výhrady musím konstatovat, že autor prokázal schopnost samostatné vědecké práce, provedl ucelený soubor měření a své výsledky úspěšně prezentoval i na konferencích. Závěrem konstatuji, že předložená práce splňuje všechna kritéria kladená na disertační práci. V případě úspěšné obhajoby doporučuji udělit Ing. Petrovi Burikovi vědeckou hodnost Ph.D.

V Žilině 25. 1. 2017


prof. Ing. Radomila Konečná, PhD.

Oponentský posudek disertační práce

MODELOVÁNÍ GLOBÁLNÍCH MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ NA ZÁKLADĚ STANOVENÍ LOKÁLNÍCH VLASTNOSTÍ

Autor: Ing. Peter Burik

Školitel: Prof. Ing. Ladislav Pešek, CSc.

Doktorská disertační práce, předložená k obhajobě Ing. Peterem Burikem, má rozsah 122 stran a je členěna do jedenácti kapitol. Práce byla vypracována s podporou projektů SGS na katedře materiálu TU v Liberci.

V úvodní části (kap. 1) je zpracována literární rešerše, ve které autor shrnul informace z 69 prací. V kapitole 1.1 je definován pojem malého objemu v materiálovém inženýrství a dále jsou uvedeny metody pro určování mechanických vlastností v tomto rozsahu (kap. 1.2). Instrumentovaná zkouška tvrdosti je dále podrobně popsána v kapitole 1.3, včetně uvedení postupů vyhodnocování indentačních křivek a rozboru faktorů ovlivňujících tato měření (kap. 1.3.6). Podrobně jsou popsány jevy pile-up a ISE. V kap. 1.3.7 je popsáno měření fází v multifázových ocelích pomocí indentace, včetně mřížkové metody. V bodě 6 na str. 41 je tvrzení o časové náročnosti umístění indentoru na danou fázi. Ovšem vyhodnocení mřížkové metody je také časově náročné. Zajímalo by mě, jestli si doktorand provedl nějaké srovnání časové náročnosti těchto možných přístupů. V kap. 1.4 jsou charakterizovány zkoumané materiály a kap. 1.5 jsou uvedeny faktory ovlivňující základní mechanické vlastnosti polykrystalických materiálů. Kapitola 1.6 je věnována modelování v materiálovém inženýrství na různých velikostních úrovních.

Následuje shrnutí literárních poznatků (kap. 2) a z toho vyplývající teze práce (kap. 3).

V úvodu experimentální části (kap. 4) je uvedeno, že práce navazuje na předchozí práce a projekty, které by bylo vhodné zde uvést. Následuje souhrn experimentálního programu (kap. 4.1). Domnívám se, že pro lepší přehlednost by bylo vhodnější nejdříve uvést popis experimentálních materiálů zde uvedených. Ty jsou popsány až v kap. 4.2.1. U tabulek v této kapitole nejsou popsány zdroje uvedených informací. V kap. 4.2.2 je popsána metodika experimentů. Domnívám se, že by bylo vhodné jednotlivé experimentální metody a přístroje (AFM, EBSD ...) popsat, uvést možnosti jejich využití a vhodnost použití pro řešení zkoumané problematiky. Podle mého názoru by bylo vhodnější a přehlednější za každou metodikou uvést naměřené hodnoty a následující kapitolu věnovat pouze souhrnné diskusi. V kap. 4.2.2.2 chybí odkaz na Obr. 33, který by možná bylo vhodnější uvést do kap. 5.

V rozsáhlé kapitole 5 je uvedena analýza výsledků a jejich diskuse. Jsou zde drobné nepřesnosti: v popisu tabulky 9, v poslední větě na str. 79... V grafech (Obr. 44, 45...) by bylo vhodné znázornit rozptyl naměřených hodnot. Poslední věta v 1. odstavci na str. 90 by mohla být podrobněji vysvětlená. V kap. 5.3.6 není odkaz na Obr. 50, který by měl být podrobněji popsán (identifikace perlitu...). Zajímalo by mě, jestli metoda EBSD byla aplikována i na další zkoumané materiály a s jakým výsledkem.

V kap. 6 je popsána optimalizace parametrů pro mřížkovou metodu pro ocel bez instesticií ve dvou jakostech. Zajímalo by mě, zda se doktorand pokusil o optimalizaci pro další materiály.

Kap. 7 (Modelování globálních mechanických vlastností) má 4 podkapitoly pro modelování s různými předpoklady. V Tab. 32 (a následujících) by bylo vhodné uvést směrodatné odchylky. Není mě zcela jasné, zda bylo ověřeno tvrzení v poslední větě 1. odstavce kapitoly 7.4. Kapitola 7 by bylo vhodné doplnit porovnáním všech metod modelování.

V závěru ("kap. 8) jsou shrnuty a kvantifikovány faktory ovlivňující měření lokálních mechanických vlastností. Dále je pojednáno o lokálních mechanických vlastnostech mikrostrukturních složek v různých ocelích. V poslední části závěru jsou diskutovány výsledky modelování globálních mechanických vlastností pouze pro jednofázovou ocel. V závěru i v kap. 9 (Výhled do budoucnosti) postrádám pojednání o možnostech využití výsledků v práci provedeného modelování.

Výsledky práce byly publikovány na konferencích a v časopisech (kap. 10: 13 položek). V kap. 11 je seznam použité literatury (88 položek), ale některé prameny nejsou citovány podle normy.

I přes uvedené připomínky lze konstatovat, že cíle práce formulované v kapitole 3 byly splněny v celém rozsahu. V průběhu prací byla získána řada nových poznatků o vlivu podmínek měření na indentační měření jednotlivých fází při nízkých zatíženích. Tyto poznatky a metodiky bude možné použít i pro hodnocení dalších typů materiálů.

Práce má dobrou grafickou úroveň, je vybavena kvalitní fotodokumentací a přehledným grafickým zpracováním výsledků. V poděkování jsou zmíněni spolupracovníci doktoranda. Domnívám se, že by bylo vhodné v práci uvést, na kterých experimentech se konkrétně podíleli a které snímky pořídili.

Předložená práce splňuje náležitosti disertační práce i přes výše uvedené připomínky. Vytčené cíle byly splněny a byly získány cenné kvalitativní i kvantitativní poznatky, umožňující hlubší poznání procesů probíhajících při indentaci v hodnocených materiálech. Získané výsledky mohou být využity při hodnocení dalších typů materiálů.

Na základě předložené disertační práce lze konstatovat, že její autor Ing. Peter Burik prokázal schopnost samostatné tvůrčí činnosti, a proto **doporučuji přijetí disertační práce k obhajobě** a po jejím úspěšném obhájení doporučuji udělit Ing. Peteru Burikovi vědeckou hodnost PhD.



V Plzni, 20. ledna 2017

Doc. Ing. Olga Bláhová, Ph.D.



**Oponentský posudek disertační práce Ing. Petera Burika
„Modelování globálních mechanických vlastností na základě
experimentálního stanovení vlastností lokálních“**

Disertační práce **Modelování globálních mechanických vlastností na základě experimentálního stanovení vlastností lokálních**, autora **Petera Burika**, se věnuje zkoumání lokálních mechanických vlastností pomocí metody instrumentované indentace (nanoindentace) a hledání vztahů mezi vlastnostmi lokálními (na úrovni jednotlivých zrn) a vlastnostmi „globálními“ tj. makroskopickými.

Disertační práce je poměrně přehledně členěna do jednotlivých kapitol. V literární rešerši je shrnut současný stav problematiky. Je zde popsána následně používaná metoda instrumentované indentace včetně základních vztahů metody a podrobně jsou rozebrána experimentální úskalí spojená s vlivy ovlivňujícími měření jako je skutečný tvar hrotu, drsnost měřeného povrchu či jeho ovlivnění přípravou vzorku. Měřené hodnoty tvrdosti pro daný materiál mohou být závislé na použité indentační síle (tzv. indentation size effect – ISE) nebo ovlivněné nakupením materiálu v důsledku plastického toku při kontaktu spojeném s pronikáním indentoru do větších hloubek (tzv. pile-up).

Na základě literární rešerše bylo formulováno několik dílčích cílů disertační práce:

- Určit poměr výšky pile-upu a kontaktní hloubky a na základě tohoto údaje zkorigovat materiálové charakteristiky získané metodou Oliver-Pharr.
- Optimalizovat přípravu povrchu vzorku, aby nedocházelo k ovlivnění výsledků měření.
- Změřit materiálové charakteristiky jednotlivých mikrostrukturních složek v různých ocelích s jemnozrnnou strukturou (tj. mikrostrukturních složek velikostně srovnatelných s velikostí vtisku).

- Určit vliv hranic zrn na globální mechanické vlastnosti ocelí.
- Určit vliv krystalografické orientace zrn na globální mechanické vlastnosti ocelových plechů.
- Posoudit vhodnost použití směšovacího pravidla na modelování globálních mechanických vlastností ocelových plechů.

Jako experimentální materiál byly zvoleny ocelové plechy používané v automobilovém průmyslu. Jejich vlastnosti a mikrostruktura, stejně tak jako popis použitých experimentálních postupů je uveden v kapitole *Materiál a použité experimentálne metodiky*. Následuje kapitola *Analýza výsledkov a diskusia*, ve které jsou postupně prezentovány výsledky analýz vlivu pile-up na mechanické vlastnosti v závislosti na směru skenování pomocí AFM, při různém maximálním zatížení a různé deformační historii. Charakterizován je zde Indentation size effect (ISE), vliv různé přípravy povrchu vzorku, anizotropie, hranic zrn a krystalografické orientace na mechanické vlastnosti komponentů. Jako významný výsledek považují naměřenou závislost pile-upu na deformaci resp. předdeformaci vzorku (ve formě tahových těles), ze které je zřejmé, že tento efekt nezávisí pouze na jednom konkrétním parametru (např. $E/R_p^{0.2}$, exponent deformačního zpevňování atd.), ale na jejich kombinaci. Dále je zde uvedeno porovnání faktorů ovlivňujících výsledky měření indentační tvrdosti, které je cenné pro celkové pochopení přínosu práce.

Na základě výsledků z předchozí kapitoly je provedena *Optimalizácia parametrov mriežkovej metódy* a *Modelovanie globálnych mechanických vlastností*. Toto je shrnuto v závěrech a kandidát provedl *Výhľad do budúcnosti*, ve kterém uvedl perspektivy dalšího výzkumu.

Za zmínku stojí tyto nedostatky nalezené v práci (uveden je pouze výběr):

Str. 20 - tvrzení „*Metóda inštrumentovanej tvrdosti má oproti statickej skúške v ťahu nevýhodu v tom, že vie pracovať iba v takých stavoch napätosti, kde vplyvom tlaku dochádza k lomovému správaniu sa materiálu.*“ je chybné. S výjimkou křehkých (např. keramických) materiálů při měření tvrdosti přeci k lomu resp. praskání nedochází (na rozdíl od tahové zkoušky)?

Str. 25 – výrok „*Hlavnou nevýhodou Oliver & Pharr metódy je to, že musí byť kalibrovaný veľký počet parametrov. Preto bola vyvinutá Thurn & Cooková metóda, ktorá je založená na predpoklade, že profil hrotu indentora je harmonický priemer kúžeľovej špičky [18].*“ je zavádějící. Kromě tvaru indentoru (area function) se v Oliver-Pharrově metodě nic nekalibruje, mimochodem při použití

Thurn-Cookovy aproximace tvaru hrotu se musí také kalibrovat parametry (úhel a zaoblení).

Str. 35 – tvrzení „*Hodnoty koeficientov sa pohybujú v intervale $r_H, r_E \in \langle 0; 1 \rangle$.*“ je chybné. Správně by mělo být uvedeno $r_H, r_E \in (0; 1)$. Pro $r_H, r_E = 0$ by platilo $E_{\text{real}} = H_{\text{real}} = 0$ a nikoli „ *$r_H, r_E = 0$ je vplyv pile-up (na namerané hodnoty) maximálny.*“...

Str. 43 – „*Mikrolegované ocele ... Obsahujú od 0,01 do 0,1 % legujúcich prísad, najčastejšie Mn.*“ – avšak mikrolegovaná ocel HR45 obsahuje 0,654% Mn...

Str. 61 – „... *objemový podiel kryštalografických rovin...*“ Jaký je objem roviny? Popis podílu krystalografických rovin je velmi zavádějící: „*Vyšetrované ocele obsahujú približne 50 % základných kryštalografických rovin t.j. (001), (101) a (111).*“, „*V oceli DP 1000 nie je obsiahnutá základná kryštalografická rovina (001).*“ V případě válcovaných plechů s komplexním tepelně-mechanickým zpracováním chybí popis textury ve formě pólového obrazce nebo orientační distribuční funkce. Podíl rovin uvedený v tab. 6 není dostatečný a navíc špatně okomentovaný (ve skutečnosti se jedná o koincidenci orientace kryst. rovin s povrchem vzorku tj. kolmo na směr indentace).

Str. 67 – *Globálne mechanické vlastnosti: „Meranie sa realizovalo v matici vtlačkov 3 x 1.“* – to je málo, alespoň 5, nejlépe 7 vtisků – ze 3 měření nelze (rozumně) odhadnout rozptyl, což velmi chybí např. u výsledků na str. 80.

Str. 96 – *Porovnanie faktorov, ktoré vplyvajú na indentačnú tvrdosť* – vliv deformace sem přímo nespadá. Dva různě deformované materiály jsou *de facto* dva různé materiály (dva stavy), zatímco ostatní vlivy jsou vždy spojeny s konkrétní konfigurací kontaktního problému (pro jeden materiál/stav).

Str. 114 – *Zoznam použitej literatúry* resp. citace by si zasloužily větší pozornost – správně je autor A.C. FISCHER-CRIPPS (nikoli *FISCHER and CRIPPS*), citace [32] je kapitola z citace [11], u citace [42] je nesprávně rok (správně je 2009)...

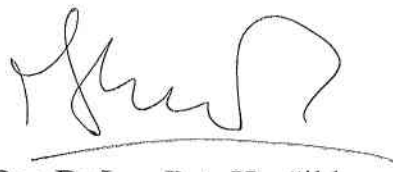
Největší nedostatek práce vidím ve statistickém zpracování a interpretaci výsledků měření. Deklarované poklesy nebo nárůsty tvrdosti jsou hluboko v rozptylovém pásmu a tedy neprůkazné (např. vliv hranic zrn – $H_{IT} 1720 \pm 126$, 1850 ± 294 , 1790 ± 218). Jejich následná interpretace je tedy poněkud hypotetická...

Při obhajobě by se měl kandidát vyjádřit k těmto otázkám:

- Myslíte si, že směšovací pravidlo (36) uvedené na str. 100 skutečně platí pro přenos vlastností z lokální do globální úrovně? Není nutnost zavedení vlivu hranice zrna právě důsledkem jeho omezené platnosti?
- Při modelování globálních mechanických vlastností jsou porovnávány tvrdosti naměřené při zatížení 500 mN a tvrdosti získané použitím směšovacího pravidla (36) z vybraných hodnot naměřených při zatížení 5 mN. Tvrdosti naměřené při zatížení 500 mN a uvedené v tab. 32 se ale velmi liší od hodnot uvedených na obr. 44 (odhadem až o několik stovek MPa). Jak je to možné? Není pak model přenosu z lokální do globální úrovně v rozporu s ISE, který byl naměřený v práci?

Závěrem konstatuji, že přes uvedené nedostatky je třeba ocenit systematický postup, kterým kandidát přistupoval k řešení jednotlivých dílčích úloh. V disertační práci je zahrnuto mnoho experimentálních výsledků, které mohou sloužit jako základ dalšího výzkumu.

Autor prokázal předpoklady k samostatné výzkumné činnosti, došel k řadě poznatků a dokáže se orientovat v dané problematice. Téma práce je vysoce aktuální, získané výsledky jsou původní, částečně i originální. Doporučuji proto, aby předložená disertační práce byla přijata k obhajobě.



Doc. Dr. Ing. Petr Haušild

v Praze

12.1. 2017