

Oponentský posudek

disertační práce

„ÚNAVOVÉ CHARAKTERISTIKY MODIFIKOVANÝCH HOŘČÍKOVÝCH SLITIN PO KOROZNÍ DEGRADACI“

Autor:	Ing. Aneta Němcová
Školitel:	doc. Ing. Bohumil Pacal, CSc.
Pracoviště:	Ústav materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně
Oponent:	Ing. Vladivoj Očenášek, CSc

Slitiny hořčíku jsou v současné době díky svým vlastnostem využívány zejména v dopravním strojírenství. Výzkum a vývoj směřovaný na studium vlastností, struktury a korozní odolnosti ve vztahu k technologiím výroby a povrchovým úpravám, který je cílem předkládané disertační práce, je proto aktuální.

Práce se zabývá vlivem povrchové úpravy a korozního prostředí na únavovou odolnost hořčíkové slitiny AZ61. Pro experimenty byla použita lisovaná tyč dodaná zahraničním výrobcem. Dodaný stav materiálu nebyl pro zkoušky tepelně ani deformačně upravován. Jako korozní ochrana byla zvolena povrchová úprava plazmatickou elektrolytickou oxidací (PEO). Vliv povrchové úpravy na únavové vlastnosti byl sledován v korozním prostředí roztoku 3,5% chloridu sodného. Experiment byl naplánován tak, aby bylo možné vyhodnotit jak vliv povrchové úpravy, tak vliv korozního prostředí na únavové vlastnosti. Únavovým experimentům předcházely obsáhlé experimenty, jejichž cílem bylo optimalizovat parametry přípravy PEO povlaku. Dále byly v solné mlze provedeny podle ČSN EN ISO 9227 NSS experimenty korozní odolnosti na malých vzorcích s PEO povlakem a bez něj.

Obsah práce je rozdělen do třinácti kapitol, z hlediska náplně ji lze rozdělit do tří částí - teoretické, experimentální a výsledkové s diskusí. Členění práce je systematické a přehledné. Teoretická část obsahuje potřebné informace z literárních zdrojů, které se týkají vlastního procesu povrchové úpravy, únavového zkoušení a korozních procesů. V experimentální části jsou podrobně popsány použité metody přípravy vzorků, parametry povrchové úpravy a experimentální postupy.

Dosažené výsledky velmi dobře charakterizují účinek povrchové úpravy a korozního prostředí na únavovou odolnost. Přínosem práce jsou vypracované a zvládnuté postupy přípravy PEO povlaků a metodiky korozních a únavových zkoušek. Mezi zajímavé výsledky patří například zjištěný vliv cyklického napětí na urychlení korozních dějů v roztoku 3,5% NaCl, kdy k výraznému snížení „meze únavy“ v oblasti vysokocyklové únavy dojde u povlakovaných i nepovlakovaných povrchů za pouhých 24 hodin (při cca 10^7 cyklech a použité frekvenci 90Hz).

Zajímavé je rovněž zjištění, že vliv samotného povlakování na snížení meze únavy je prakticky stejný jako vliv solného roztoku (viz. S-N únavové křivky na Obr. 48), a že kombinace povlakování a korozního prostředí vede ke snížení meze únavy ze 145 na 64 MPa.

Práce je zpracována pečlivě a bez chyb, prezentované výsledky jsou dokumentovány na velmi dobré úrovni jak z hlediska obrazové dokumentace, tak z hlediska zpracování výsledků. Rozsah použité literatury a její citace v textu teoretické i výsledkové části (140 citací) svědčí o pečlivém a systematickém přístupu k zadanému tématu. Autorka v průběhu řešení disertační práce provedla řadu náročných experimentů a následně strukturní analýzy a další měření. Při přípravě experimentálního materiálu a strukturních analýzách použila experimentální postupy a měření, které vyžadovaly zvládnutí jak moderního přístrojového vybavení, tak metod zpracování a vyhodnocení naměřených údajů.

Teoretická část, dosažené výsledky, způsob a úroveň zpracování a jejich interpretace tak svědčí o tom, že autorka je schopna samostatné vědecké práce v oboru metalurgie. Předložená práce představuje materiál, který lze využít při publikování výsledků. Řada výsledků již byla publikována (22 publikací).

K práci mám následující formální připomínky, poznámky a dotazy do diskuse:

1) V Tab. 2 a 3 je uvedeno značení podle ASTM B296-03. Tato norma uvádí jednak úplný popis značení a stavů a jednak popis zjednodušený. V práci je uveden popis stavů ve zjednodušené formě. V popisu u stavu O, by mělo být ale uvedeno, že toto označení platí pro všechny tvářené výrobky, nejen pro výrobky kované. U stavu W by mělo být ještě připojeno, že se jedná o nestabilní stav. Pro stavy T by mělo být uvedeno, že se jedná o stabilní stavy jiné než F, O nebo H. V Tab. 3 uvedený stav T2 norma ASTM B296-03 vůbec neuvádí.

2) V souvislosti s označováním stavů není v práci specifikován stav materiálu použité slitiny AZ61, tj. není uvedeno, v jakém stavu byla od zahraničního výrobce lisovaná tyč dodána (F, O).

3) U některých snímků na příčných řezech povlaků obr. 28 a 34 chybí měřítko nebo údaj o zvětšení.

4) V popisu únavového porušování v teoretické části není dostatečně odlišen popis dějů v nízkocyklové a vysokocyklové oblasti. Na str. 18 se uvádí, že „V celém objemu vzorku probíhají nevratné změny ...“, což neplatí v oblasti vysokocyklové únavy, kdy při nominálních napětích hluboko pod mezí $R_{p0,2}$ je plastická deformace při vzniku i šíření trhliny lokalizována do velmi malého objemu materiálu.

5) V části experimentální by bylo vhodné uvést obrázky experimentálního uspořádání pro přípravu povlaku PEO a uspořádání únavové zkoušky prováděné v korozním prostředí.

6) Při hodnocení korozní odolnosti byla použita dvě prostředí. Vzorky, na kterých byl sledován vliv parametrů přípravy povlaků PEO na korozní odolnost, byly testovány v korozní komoře při 35°C v mlze 5% roztoku NaCl. Únavové zkoušky byly prováděny při laboratorní teplotě na zkušebních tyčích zaplavených po dobu únavového namáhání v 3,5% solném roztoku. **Jaký může být rozdíl mezi těmito metodami z hlediska průběhu korozních dějů?**

7) V diskusi výsledků o možných vlivech na únavovou odolnost povlakovaných vzorků jsou zmíněna zbytková pnutí v povlaku, která se mohou přenášet do substrátu

a ovlivnit tak napěťové podmínky při vzniku trhliny a tím i únavovou životnost. Ani z literárních podkladů citovaných v práci není přitom zcela jasné, zda se v případě povlaků typu PEO jedná o tlaková nebo tahová pnutí. Z hlediska únavového namáhání povrchových vrstev to může při vzniku únavových trhlin hrát důležitou roli. **Existuje možnost, jak tento faktor v případě použitého PEO povlaku objasnit?**

8) Protože únavová odolnost homogenního materiálu bez vnitřních vad a zdrojů únavového poškození je v podstatě určena vlastnostmi povrchu, měl by být život zkušební tyče dán dobou do vzniku růstuschopné trhliny. Doba šíření (plocha únavového lomu) trhliny by měla být proto prakticky nezávislá na tom, zda má vzorek povrchovou úpravu nebo ne. Objasnění příčin snížení meze únavy se pak soustřeďuje na povrchové vrstvy a míru ovlivnění použitým typem povlaku a parametry jeho přípravy. **Nemůže být snížení únavové odolnosti při aplikaci povlaku metodou PEO způsobeno tepelným ovlivněním struktury povrchové vrstvy při plazmovém výboji?**

9) Ve vztahu k předchozí poznámce se vztahuje i dotaz, zda **lze na Obr. 40, kde je vynesena průběh nanotvrdosti od povrchu směrem do substrátu, situovat přesně hranici PEO povlak - substrát?**

10) Výsledky povlakování povrchu metodou PEO a následných korozních zkoušek ukázaly, že samotný povlak krátkodobě zlepšuje korozní odolnost. Při zvoleném únavovém namáhání má však v oblasti vysokocyklové únavy povlak negativní účinek na mez únavy. Tento efekt je ještě zvýrazněn korozním prostředím. (*„Aplikace PEO zpracování výrazně ovlivnila povrch slitiny, čímž umožnila snadnější iniciaci, tzn. počet míst iniciace únavové trhliny bylo na vzorcích s PEO povlakem více, a to jak na vzduchu, tak v roztoku NaCl“ – viz text na straně 71. 2. odstavec*). Z dosažených výsledků tak vyplývá, že se sledovaná povrchová úprava PEO jeví pro únavově namáhané díly jako problematická. Současně ale výsledky ukazují, že se jedná o složitou problematiku s řadou působících vlivů souvisejících s povrchem materiálu. O únavové a korozní odolnosti povlakovaného povrchu hraje (kromě parametrů oxidace a složení elektrolytu) zřejmě důležitou roli i tloušťka a kvalita povlaku (porezita). Tyto parametry povrchové vrstvy pak určují vlastnosti při únavovém namáhání v korozním prostředí - odlupování vrchní vrstvy při vyšších napětích, resp. podkorodování vrstvy při napětích nízkých. **V případě, že by se ve výzkumu tohoto typu povlakování na hořčíkových slitinách pokračovalo, kterým směrem by autorka doktorské práce směřovala další program?**

Hodnocení:

Předkládaná disertační práce svědčí o zvládnutí náročných experimentů i interpretace dosažených výsledků. Autorka práce prokázala, že má předpoklady pro samostatnou vědeckou práci. Cíle zadané práce byly splněny. Na základě dosažených výsledků doporučuji doktorskou práci k obhajobě a udělení akademického titulu Ph.D.

Vladivoj Očenášek
Odolena Voda 14. 6. 2013