

Oponentský posudek doktorské disertační práce

Název práce: Studium fázových transformací vybraných kovových systémů na bázi Fe a Fe-C

Autorka práce: Ing. Monika Žaludová

Obor: Metalurgie - Chemická metalurgie

Školitel: doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D.

Textová část disertační práce má rozsah 93 stran, obsahuje 76 tabulek a 56 obrázků. Na dalších 40 stranách je pak uvedeno 19 příloh, které obsahují 120 grafů (křivek) z vlastního experimentálního měření. Při analýze literárních podkladů autorka využila 108 literárních zdrojů, výsledky získané při řešení byly široce publikovány, mj. v 9 pracích v impaktovaných časopisech a 21 pracích v recenzovaných časopisech a recenzovaných sbornících.

Cíle řešení disertační práce jsou zaměřeny na studium vybraných termofyzikálních a termodynamických vlastností (teplot a latentních tepel fázových transformací, tepelných kapacit) modelových slitin na bázi Fe-C-O. Dalším cílem je určení vlivu experimentálních podmínek (hmotnosti vzorku a rychlosti ohřevu) na teploty a tepelné efekty fázových transformací vzorku železa získané pomocí metod DTA a DSC.

Pro dosažení těchto cílů byly pak provedeny systematické práce od analýzy literárních poznatků, přes vlastní experimentální měření, až po vyhodnocení výsledků a porovnání s hodnotami dosaženými termodynamickým modelováním a nalezenými v dostupné literatuře.

Vyjádření oponenta:

➤ k aktuálnosti tématu disertační práce:

Disertační práce je směřována do oblasti základního výzkumu termofyzikálních vlastností kovových systémů Fe-C-O. O těchto systémech, které jsou základem většiny produkovaných ocelí, nejsou doposud dostatečné znalosti, a tak předložena disertační práce a její výsledky vhodně doplňují tato málo pokrytá místa. Téma je proto velmi důležité a aktuální a výsledky potřebné.

➤ zda disertační práce splnila stanovený cíl:

Disertantka ve své disertační práci splnila cíle, které si stanovila, a které jsou uvedeny na s. 5 disertační práce.

➤ k postupu řešení problému a k výsledkům disertace s uvedením konkrétního přínosu doktoranda:

Téma disertační práce je zvoleno vhodně, rovněž tak i její cíle a metody k dosažení těchto cílů. I když se z metodologického hlediska jedná o poměrně propracované experimentální techniky s použitím vysoce sofistikovaných komerčních systémů termické analýzy, je stále velkým problémem korektní analýza získaných křivek ohřevu a ochlazování a interpretace naměřených hodnot včetně posouzení míry případné korekce. V tom spatřují hlavní význam celé disertační práce včetně porovnání s hodnotami z termodynamického modelování a tabelovanými údaji z literatury.

Celá disertační práce obsahuje velký, až obdivuhodný podíl vlastní experimentální práce, která je systematicky popsána a diskutována s vysokou mírou znalosti řešené problematiky.

Velký rozsah provedených experimentálních měření dovolil pak disertantce využít metodu korekce „na nulovou hmotnost“ a „nulovou rychlost ohřevu“, což umožnilo dále zpřesnit údaje o rovnovážných teplotách.

Ocenit je nutno i přínosnou formu mezinárodní spolupráce v rámci modelování termofyzikálních vlastností slitin Fe-C-O.

➤ **k významu pro praxi nebo rozvoj vědního oboru:**

Získané výsledky mají nepopíratelný význam pro rozvoj vědního oboru Chemická metalurgie jednak z hlediska dalšího rozvoje metodik termické analýzy, tak i z hlediska rozšíření databáze termofyzikálních a termodynamických vlastností systémů na bázi Fe-C-O. Data získaná pro nízkoteplotní oblast mohou být použita v oboru tepelného a mechanického zpracování materiálů. Data získaná pro vysokoteplotní oblast mohou být po dalším zpracování využita pro optimální nastavení licích podmínek v oblasti odlévání, např. peritektických ocelí.

➤ **k formální úpravě disertační práce a její jazykové úrovni:**

Disertační práce je z hlediska formální a jazykové úpravy zpracována na velmi dobré úrovni. V práci je jen minimum chyb, je nutno ocenit pečlivý přístup k popisu jednotlivých experimentů, který je doplněn názornými obrázky a fotografiemi. Členění práce je logické, rozsah práce je nadprůměrný. Z hlediska struktury práce jsem osobně postrádal shrnutí teoretické části, ze kterého by bylo patrné, že cíle práce jsou korektně stanoveny, tedy soustředěné do oblasti, které doposud nejsou pokryty dostatečným množstvím kvalitních údajů.

Drobné výhrady mám pak ke způsobu provedení diskuze. Text v kapitole 5 (resp. 5.1.1 a dalších) mohl být více strukturovaný či zvýrazněný ve vztahu k diskuzi jednotlivých fázových teplot. Při porovnávání výsledků z více kapitol to vede k obtížnější orientaci. Naměřené hodnoty jsou shrnuty do poměrně velkého množství tabulek, domnívám se, že grafické vyjádření výsledků by přispělo k jejich lepšímu vzájemnému porovnání. Závěr kapitoly 5.1.1 (ale i dalších) obsahuje nástin „shrnutí“ předešlého textu. Práci by prospělo, kdyby i tyto části byly opticky odděleny.

K disertační práci bych si dovolil vznést několik připomínek či otázek:

1. s. 34, obr. 19: Kalibrační křivka vykazuje značný odklon od tabelovaných hodnot teplot tání Pd. Jak velkou chybu může tato skutečnost vnášet do stanovených teplot tání a tuhnutí při vlastním měření?
2. s. 35, tab. 10 až 13: Definice mediánu je neúplná. Jak se vypočítá medián v případě souboru se sudým počtem prvků a lichým počtem prvků (hodnot)? Proč se neprojevil zásadní rozdíl mezi průměrem a mediánem?
3. s. 42: Čím lze vysvětlit skutečnost, že rychlost ohřevu a hmotnosti vzorku nemá vliv na teplotu solidu a naopak má výrazný vliv na teplotu likvidu, u kterých byly registrovány rozdíly až 17 °C?
4. s. 43: Mohla by disertantka při vlastní obhajobě více objasnit svou interpretaci, zejména pak tvrzení v druhé závorce? Cituji: „Posun teplot fázových transformací k vyšším hodnotám, s rostoucí hmotností, lze vysvětlit tím, že větší vzorek potřebuje více tepla (za jinak stejných podmínek), aby mohla proběhnout fázová transformace, a fázová transformace probíhá v delším časovém intervalu (tzn. u většího vzorku bude fázová transformace ukončena až při vyšší teplotě).“

5. s. 46: Výraz „Hodnota spolehlivosti R^2 “ není zcela běžný v terminologii matematické statistiky. Jedná se o koeficient spolehlivosti - koeficient determinace?
6. s. 53: Správný název společnosti je ArcelorMittal Ostrava a.s. (a ne Mittal Steel Ostrava a.s.).
7. s. 68: Cituji. „... při DSC analýzách nedochází k tak velké oxidaci vzorku jako u DTA analýz...“. Toto tvrzení bylo skutečně experimentálně potvrzeno? Jaké jsou příčiny vyšší oxidace vzorků u DTA ve srovnání s DSC?
8. s. 87, tab. 76: Hodnoty v tabulce (doporučuji pro další publikace spíše grafickou formu) jsou zcela zásadní pro posouzení míry změny chemického složení 500 mg vzorků systému Fe-O-C během DTA. Byly provedeny obdobné zkoušky i na zařízení NETZSCH s hmotností vzorků cca 25 g?
9. s. 88: cituji. „...Tomuto trendu neodpovídá pouze obsah uhlíku ve vzorku 2 v pevné fázi. U tohoto vzorku došlo k mírnému zvýšení obsahu uhlíku. To je však pravděpodobně způsobeno pouze detekční schopností spalovacího analyzátoru.“ Nemohl být nárůst způsoben tím, že se snížila hmotnost báze v důsledku poklesu dusíku o cca 40 %?
10. s. 90: Snížení obsahu uhlíku během experimentu mohla, podle mého názoru, způsobit i reakce mezi kelímkem a uhlíkem v oceli. Lze to vyloučit nebo v opačném případě prokázat?

Výše uvedené připomínky nijak nesnižují velmi dobrou úroveň disertační práce, která bude jistě dobrým základem nejen pro další aplikaci metodiky měření, hodnocení a interpretace výsledků, nýbrž i následné vytváření databáze výsledků, které najdou přímé využití v provozní praxi.

Závěr

Předložená práce dle mého názoru splňuje po všech stránkách nároky kladené na disertační práce. Její vysoká obsahová i vědecká úroveň dokazuje, že autorka ovládá metody vědecko-výzkumné práce a systematického přístupu k řešení zvoleného tématu i schopnost kriticky hodnotit jak cizí, tak i vlastní experimentální výsledky. Doporučuji proto tuto disertační práci k obhajobě a po úspěšném obhájení doporučuji Ing. Monice Žaludové udělení akademického titulu „doktor“ (Ph.D.).

V Ostravě 20. září 2013



Prof. Ing. Karel Michalek, CSc.
katedra metalurgie a slévárství
VŠB-Technická univerzita v Ostravě
17. listopadu 15, 708 33 Ostrava - Poruba