

Posudek diplomové práce

Autor: Bc. Josef Kašlík
Název práce: Teplotně indukované strukturní změny v systému magnetit-maghemit
Vedoucí práce: Mgr. Jan Filip, PhD.
Oponent: Mgr. Vít Procházka, PhD.

Diplomová práce se věnuje charakterizaci především nanokrystalických maghemitů a magnetitů. Práce obsahuje tři kapitoly. První kapitola obsahuje rešerši k tématu práce a řadu odkazů na původní práce věnující se charakterizaci maghemitů a magnetitů připravených za různých fyzikálních podmínek a různými procesy. Na str. 11 je poněkud nejasné vyjádření u definice míry stechiometrie. V kapitole II jsou stručně popsány přístroje a techniky využívané pro charakterizaci studovaných materiálů. Třetí kapitola obsahuje experimentální výsledky autora a jejich vyhodnocení. Použitými technikami jsou Mössbauerova spektroskopie, magnetizační měření, mikroskopické techniky (SEM, TEM) a především rentgenová difrakce (RTG difrakce). Autor provedl celou řadu in-situ experimentů RTG difrakce za různých teplot a oxidačních nebo redukčních podmínek. Autor v práci ukazuje, že in-situ experimenty mohou prokázat, zda při zahřívání dochází ke změně mřížového parametru, jenž úzce souvisí s mírou oxidace. V práci je popsána příprava nestechiometrických materiálů oxidací magnetitu a redukcí maghemitu. Připravené nestechiometrické materiály jsou následně charakterizovány pomocí dostupných experimentálních technik, které dle autora prokazují, že se jedná o materiály s různou mírou stechiometrie. Nicméně přesnou míru stechiometrie nebylo možné dostupnými technikami určit.

Práce je napsaná srozumitelně a přehledně. Jen v některých místech by zřejmě bylo vhodnější uvést diskuzi výsledků již za samotnými výsledky a ne až na konci práce. Autor v ní prokázal prostudování velkého množství původních prací, pochopení problematiky a schopnost změřené výsledky vyhodnotit a interpretovat. Prezentované výsledky jsou přínosem pro další studium nanočásticových oxidů železa.

V souvislosti s obsahem práce mám na jejího autora několik otázek:

1) Podle jakých kritérií bylo stanoveno, zda se u výchozích vzorků jedná o maghemit nebo magnetit v tab. 2, str. 29?

- 2) Jaká je chyba určení mřížového parametru z RTG difrakce u nanokrystalických oxidů železa? Jaká je teoretická mez přesnosti určení mřížového parametru z RTG difrakce?
- 3) Jakým způsobem je určena střední velikost koherentních domén (velikost částic)?
- 4) Je nějaká korelace mřížového parametru a míry nestechiometrie pro sérii vzorků NAN_PR až NAN_06?
- 5) V kapitole 3.4.1 je určen u tetragonální fáze mřížový parametr 8,38 Å, což je hodnota spíše odpovídající magnetitu a znamenalo by to, že i maghemit může mít mřížový parametr větší a tedy mřížový parametr by již nebyl vhodným parametrem pro rozlišení, zda se jedná o maghemit nebo magnetit. Můžete to objasnit?
- 6) Změnu magnetizace při redukci maghemitu bude možné pozorovat i v případě, že bude vznikat směs maghemitu a magnetitu. Je možné prokázat, že vzniká nestechiometrický materiál?
- 7) Proč je snadnější fitovat mössbauerovská spektra nad Verweyovou teplotou než pod ní?
- 8) Na obrázku 27 je uvedena distribuce hyperjemného magnetického pole. Na základě čeho byla tři maxima přiřazena atomům železa s plným okolím, respektive atomům s vakancemi a atomům na povrchu?

Po úspěšném zodpovězení otázek doporučuji k obhajobě a hodnotím ji výborně.

V Olomouci dne 24. 5. 2011

.....

Mgr. Vít Procházka, Ph.D.

Centrum výzkumu nanomateriálů

Univerzita Palackého v Olomouci