

Posudek oponenta bakalářské práce Jany Havlákové „Experimentální ukazatele umožňující rozlišení mezi jednotlivými polymorfy oxidu železitého“

Předložená bakalářská práce se věnuje tepelně indukovaným polymorfním transformacím nanočástic Fe_2O_3 , kdy dochází při teplotě $1000\text{ }^\circ\text{C}$ k transformaci výchozího $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ na metastabilní strukturu $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ a dále na $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Za významné považuji fakt, že se podařilo připravit vzorek s velmi vysokým relativním obsahem $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bez použití matrice, např. SiO_2 . Z literatury je totiž známo, že $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ se při transformaci z $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ na $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ může tvořit pouze tehdy, pokud se zabrání růstu velikosti částic při vysokých teplotách. Toho se dosahuje nejčastěji inkorporací nanočástic Fe_2O_3 do pórů SiO_2 matrice. V bakalářské práci by proto mělo být nastíněno, co bylo důvodem úspěšné přípravy $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ s tak velkým zastoupením. Co bylo důvodem, že při tak vysoké teplotě ($1000\text{ }^\circ\text{C}$) nedošlo k rychlé transformaci všech částic na $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$? Prosím o komentář během obhajoby. V rámci bakalářské práce byly studovány pouze tři vzorky, výhledově (v rámci diplomové práce) bych doporučil ověřit reprodukovatelnost výsledků a studovat transformace za různých teplot, popř. měnit další parametry experimentu (např. dobu zahřívání, rychlost náběhu teploty, velikost částic $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ prekurzoru).

Po formální stránce obsahuje bakalářská práce všechny náležitosti, její rozsah je odpovídající, text je srozumitelný bez většího počtu překlepů a odborných chyb, je členěn logicky a přehledně. Pro charakterizaci vzorků byly vhodně zvoleny čtyři experimentální techniky. Prosím v rámci obhajoby o upřesnění, do jaké míry se kandidátka podílela na samotném měření, vyhodnocení dat a vytvoření prezentovaných grafů. Interpretace a diskuze naměřených výsledků je srozumitelná a na velmi dobré odborné úrovni.

K bakalářské práci mám následující připomínky:

- 1) Nalezené překlepy: str. 12 „...se však lze...“, str. 13 „... která lze popsat...“, str. 13 [1, ?], str. 40 „...vzorku 150318...“, str. 24 „...byly použity analýze...“
- 2) Na str. 13 se nesprávně píše, že $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ vykazuje při pokojové teplotě feromagnetické chování. Správně vykazuje ferimagnetismus.
- 3) Na str. 16 se tvrdí, že pro XRD měření se požaduje velikost částic $5 - 10\text{ }\mu\text{m}$. Nemá být dolní hranice intervalu 5 nm ?
- 4) Na str. 18 dole bych u popisu Mössbauerovy spektroskopie raději volil formulaci „... jako sonda svého blízkého okolí v materiálu...“
- 5) Na straně 22 jsou prezentována Mössbauerova spektra polymorfů Fe_2O_3 a jejich hyperjemné parametry. Vzhledem k tomu, že se zřejmě jedná o modelová spektra získaná výpočtem, neuváděl bych v tabulce 2 nejistoty.
- 6) V tabulce 2 by mělo být správně relativní zastoupení oktaedrických pozic v $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ $62,5\%$ a tetraedrických pozic $37,5\%$.
- 7) Na str. 24 se v kapitole „Metody přípravy nanočástic“ hovoří o šesti roztocích, ale níže uvedený seznam již zahrnuje pouze pět roztoků. Prosím o objasnění.
- 8) V tab. 4 na str. 38 má být v případě prekurzoru dublet přiřazen superparamagnetickému stavu a sextet zablokovanému stavu.

9) Na str. 39 je hodnota kvadrupólového štěpení pro $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nesprávně uvedena jako 0,20 mm/s, správná hodnota je $-0,20$ mm/s.

10) Na str. 39 dole má být poměr zastoupení fází ve vzorku 1 správně 10:9:81.

Dále prosím v rámci obhajoby o zodpovězení následujících dotazů:

1) Na str. 12 je prezentován na obr. 2 tzv. polymorfni kruh, kde je znázorněna i neobvyklá transformace $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Za jakých podmínek může taková transformace probíhat?

2) Na str. 12 je teplota přechodu $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ze slabě feromagnetického stavu do paramagnetického prezentována jako Neélova. Proč není uváděna jako klasická Curieova?

3) Pokojové Mössbauerovo spektrum prekursoru obsahuje dublet a širokou distribuci hyperjemných magnetických polí. Přestože je spektrum prakticky symetrické, bylo by vhodné ještě provést měření při nízké teplotě a ověřit, že se netvoří magnetit. Uvažuje se o tom v rámci diplomové práce?

4) Vzorek 2 obsahuje více $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ na úkor $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$, tedy transformace je v pokročilejším stadiu než u vzorku 1. Přitom doba žihání při 1000 °C byla pouze 1 hod oproti vzorku 1, který byl vystaven teplotě 1000 °C po dobu 4 hod. Jak dlouho trval náběh teploty u vzorku 2 z pokojové teploty na 1000 °C ? Prosím o vysvětlení.

Předložená práce splňuje požadavky kladené na bakalářskou práci, proto ji doporučuji k obhajobě a v případě úspěšné obhajoby hodnotím stupněm „B“.

V Olomouci, 17.8.2015

Doc. RNDr. Libor Machala, Ph.D.