

Przedmiotem przedstawionej pracy doktorskiej jest przygotowanie procedury pozwalającej na analizę dyfraktogramów od mikro- i nanokrystalicznych materiałów wielofazowych zawierających fazy niestechiometryczne.

Metody dyfrakcyjne są obecnie coraz szerzej stosowane do analizy struktury materiałów dzięki rozwojowi technik komputerowych, pozwalających na coraz dokładniejsze wykorzystanie cyfrowych danych uzyskiwanych z aparatury rentgenowskiej. Jednak widmo dyfrakcyjne, obok informacji pozwalających na wyznaczenie parametrów strukturalnych zawiera również szereg innych, z których można określić bardzo dużo wielkości charakteryzujących badany materiał mikro i nanokrystaliczny (min. wielkość kryształitów i zniekształcenia sieciowe). Co więcej, można nawet stwierdzić, że dla wielu badanych układów ilość informacji zawarta w widmie dyfrakcyjnym jest tak duża, że utrudnia jego poprawną interpretację. Wykonana praca doktorska ma między innymi zwrócić uwagę na niektóre problemy metodyczne analizy metodami dyfrakcyjnymi nowoczesnych materiałów syntetyzowanych nowymi technologiami.

Prezentowana dysertacja składa się z części teoretycznej i części doświadczalnej. W teoretycznej części pracy omówiono podstawy metod Toraya i Rietvelda oraz wskaźniki dopasowania stosowane w obu metodach. W tej części zawarto również krótką charakterystykę procesu samorozwijającej się syntezy wysokotemperaturowej (SHS), jako jednej z metod otrzymywania materiałów kompozytowych. Część poświęcona badaniom została podzielona na dwa podrozdziały: testowy i aplikacyjny. Pierwszy z nich zawiera wyniki analiz na odpowiednio dobranych materiałach testowych, drugi z kolei zawiera wyniki badań odnoszące się do wykorzystania zaproponowanej procedury w analizie materiałów aplikacyjnych, w postaci kompozytowych proszków otrzymanych przy użyciu samorozwijającej się syntezy wysokotemperaturowej (SHS), poddanych następnie wysokoenergetycznemu mieleniu.

Cel pracy zrealizowano poprzez analizę dyfraktogramów kolejno od wybranych materiałów jednofazowych, wielofazowych mieszanin bazujących na materiałach jednofazowych, a w końcowym etapie od skomplikowanych materiałów technicznych. Analizy przeprowadzono przy użyciu: wyłącznie procedury PRO-FIT Toraya, metody Rietvelda jak również metodą Rietvelda wspomaganą wspomnianą procedurą Toraya. Procedura PRO-FIT Toraya umożliwia wyznaczenie parametrów profili linii dyfrakcyjnych leżących w wąskim zakresie kątowym, natomiast w metodzie Rietvelda wykorzystuje się do analizy cały dyfraktogram w celu udokładnienia parametrów struktury jak również możliwe jest oznaczanie udziałów wagowych składników mieszaniny.

W części eksperymentalnej zaprezentowano wyniki dotyczące analizy błędów przy wyznaczaniu parametrów profili linii dyfrakcyjnych procedurą PRO-FIT Toraya, ustalenia optymalnych funkcji opisujących profile linii dyfrakcyjnych faz międzymetalicznych i ceramicznych o różnym stopniu dyspersji w metodzie Rietvelda, określono wpływ wielkości kryształitów na jakość dopasowania dyfraktogramu teoretycznego do eksperymentalnego w metodzie Rietvelda oraz określono dokładność ilościowej analizy faz o różnym stopniu dyspersji z zastosowaniem metody Rietvelda. W dalszej części pracy przedstawiono wyniki badań wskazujące na zasadność łącznego stosowania metod Toraya i Rietvelda, poprzez zbadanie możliwości dokładnego oznaczenia parametrów komórki elementarnej, oszacowania wielkości kryształitów i zniekształceń sieciowych oraz przeprowadzenia ilościowej analizy układów wielofazowych.

Biorąc pod uwagę wyniki przeprowadzonych badań stwierdzono, że stosując łącznie metody Toraya i Rietvelda możliwe jest wyznaczenie i udokładnienie parametrów komórki elementarnej w materiałach zawierających fazy niestechiometryczne. Wspomaganie metody Rietvelda procedurą Toraya daje również dokładniejsze wyniki w zakresie oszacowania wielkości kryształitów i zniekształceń sieciowych, aniżeli stosowanie tylko metody Rietvelda, co pozwala na stwierdzenie, iż stosowanie wymienionej procedury okazuje się pomocne do analizy wielofazowych materiałów z fazami nanometrycznymi i mikrokryształicznymi, często niestechiometrycznymi.