

# Posudek oponenta diplomové práce

Název práce: In-situ sledování vývoje velikosti nanočástic oxidů kovů pomocí vysokoteplotního malouhlového rozptylu RTG záření.  
Autor práce: Bc. Lukáš Macek  
Vedoucí práce: Mgr. Jan Filip, Ph.D.  
Oponent: Doc. Mgr. Vít Procházka, Ph.D.

## Popis práce:

Práce s názvem “In-situ sledování vývoje velikosti nanočástic oxidů kovů pomocí vysokoteplotního malouhlového rozptylu RTG záření” je věnována studiu velikosti částic hematitu s příměsí cínu. Cílem práce je (cit.) “vyhodnotit do jaké míry dopace cínem ovlivňuje velikost částic a jejich růst za vysokých teplot a jestli lze tyto přeměny pozorovat pomocí metody SAXS”. Práce je formálně rozdělena na úvod, čtyři kapitoly a závěr. První kapitola je věnována stručnému popisu oxidů železa a metodám studia velikosti částic. Druhá kapitola obsahuje popis syntézy studovaných částic a popis použitých analytických technik (RTG difrakce (SAXS, WASX), scanovací a transmisní elektronová mikroskopie a Mössbauerova spektroskopie (MS)). Ve třetí kapitole jsou uvedeny výsledky provedených experimentů SAXS a WAXS. Čtvrtá kapitola je diskuzí získaných výsledků. Jedná se o práci experimentální a jsou v ní prezentovány výsledky vlastní experimentální práce autora.

Jedná se o práci již jednou neúspěšně obhajovanou. Nově autor práci rozšířil o podrobnější popis metody SAXS a detailnější popis způsobu vyhodnocení SAXS. Jinak zůstala práce co se týče obsahu v podstatě nezměněna. Nicméně došlo v ní k úpravě řady formálních nedostatků. I když jich celá řada zůstala.

## Aktuálnost tématu:

Téma práce je sice zajímavé nicméně z práce není zcela zřejmé, zda měla být zkoumána závislost velikosti částic na teplotě a příměsi cínu nebo ověřována možnost využití SAXS pro takový typ experimentů. Cíli by pak měla být uzpůsobena metodika práce. V tomto ohledu nedošlo k žádné změně oproti minulému podání.

## Formální stránka práce:

Formální stránka práce má řadu nedostatků. Jedná se například o nejednotný styl obrázků (především grafů s výsledky). Tento problém byl vytýkán již při minulé obhajobě a nebyl upraven. Formát seznamu literatury není jednotný. Střídají se kapitálky a normální písmo, někdy jsou jména za příjmením a naopak. Práce není graficky jednotná. Některé grafy jsou opatřeny anglickými popisky. I tento nedostatek nebyl od poslední obhajoby odstraněn.

## Obsahová stránka práce:

První kapitola stručně popisuje co jsou to nanomateriály a jaké je jejich využití. Dále popisuje různé formy oxidů železa. Část věnovanou dopaci byla mírně rozšířena. Tento úvod do problematiky považuji za nedostatečný a příliš obecný. Bylo by vhodné ho úžeji zaměřit na problematiku práce. V popisku Obr. 1 nejsou uvedeny koncentrace, pro jednotlivé vzorky. V textu není vysvětleno, co je na Obr. 2.

V úvodu jsou popsány metody klíčové pro danou práci. Těmi jsou WAXS a SAXS. Obě metody jsou popsány velice stručně a ne příliš přesně. Kapitola věnovanou WAXS by bylo vhodné doplnit obrázkem. Obrázek 7 nevysvětluje separaci difraktovaného svazku a svazku primárního jak je uvedeno v textu.

K kapitole „princip metody“ je popisována interakce rentgenového záření s látkou. Což sice správně, nicméně je to popis velice obecný a v popisu principu metody by bylo vhodné se zaměřit na základní princip WAXS a SAXS. Je zbytečné detailně vysvětlovat Comptonův rozptyl, který je všeobecně známý.

Na str. 22 je zaváděn tvarový faktor. Vysvětlení je poněkud nesrozumitelné. Popisek k obr. 8 je nesrozumitelný. Pro jaký tvar částic jsou oscilace typické? Kapitola porovnání SAXS a TEM by bylo vhodnější zařadit až za popis mikroskopických technik. U rovnice (3) není vysvětleno co je úhel „ $\phi$ “. Není zcela zřejmé, které metody se týká odstavec před kapitolou „Měření SAXS“.

Na str. 25. zmiňovaná případná saturace čítače u detektoru je metodicky podružná záležitost a není potřeba ji uvádět. Poslední odstavec kap. 2.1. by se hodil spíše do úvodu. Není vysvětleno co je zobrazeno na Obr. 10.

V experimentální části jsou představeny výsledky žíhání vzorků hematitu s různým množstvím cínu (0-10 %) ve struktuře. Vždy je ukázán snímek z TEM, následně je uvedeno WAXS měření. Z měření WAXS a SAXS je určena velikost částic a ta je vynesena do grafu jako závislost na teplotě. Nicméně nejsou ukázána jednotlivá měření SAXS a čtenář si nemůže udělat představu o kvalitě získaných dat, která je u některých vzorků údajně nízká. Výsledky nejsou navíc konzistentní, tato nekonzistentnost není diskutována.

U obrázku 23 není uvedeno, co je v grafu vyneseno, zda se jedná o střední hodnotu velikosti částic. Velikosti částic a distribuce velikostí částic nejsou uváděny ve stejných jednotkách (angst. vs. nm) Srovnání výsledků je potom poměrně komplikované. U většiny obrázků ve výsledkové části chybí označení vzorku, ke kterému se výsledky vztahují.

V části diskuze je zopakována příprava vzorků. Dle mého názoru nadbytečně. Nejsou diskutovány oběma malých a velkých částic. U Tabulky 2 není zřejmé k jaké technice výsledky patří. Výsledky prezentované v práci nejsou hlouběji analyzovány a srovnány. V práci není ani jeden graf srovnávající výsledky získané pro různé vzorky. Není provedena žádná reflexe výsledků a výsledky zhodnoceny.

Výčet dalších nedostatků práce:

Další poznámky:

- 1) Na str. 1. je uveden špatný rok.
- 2) kap. 1.1.2 : Dopace je záměrná a tedy se nejedná o nečistotu.
- 3) str. 15. : nevhodná formulace „forma kompasu“.
- 4) str. 17. : nevhodná formulace „běžně bavíme“.
- 5) Popisek k Obr. 6. Na Obr. 6 není „vzorek“ ale difrakční záznam vzorku.
- 6) Obr. 6: anglický popisek osy y.
- 7) Str. 23, nevhodná formulace „čím více elektronů je ve vzorku, tím více vln je rozptýleno“.
- 8) Str. 27, nevhodná formulace „...jehož detekcí můžeme zhotovit prvkovou analýzu“.
- 9) Chybí interpunkční znaménka za rovnicemi.
- 10) Popisek obr. 14 a 15 začíná malým písmenem.
- 11) Nevhodný popisek obr. 14.

Otázky:

- 1) Uveďte příklad, kde se mění teplota transformace hematitu vlivem dopace o stovky stupňů.
- 2) Jak souvisí rovnice (6) s průměrováním ?
- 3) Jak rovnice (6) poskytuje informaci o koncentraci ?
- 4) V textu jsem nenšel vysvětlení co to je „cumulative undersize“. Co to je ?
- 5) V kapitole 3.2.1. - 3.2.2. je uváděn Obr. 31 a na něm distribuce velikostí částic. Se středem u cca 40 nm. Současně v Obr. 34 je uveden vývoj velikosti částic s teplotou. Tam je ale střední hodnota 90 nm. Vysvětlíte nesoulad. Tento nesoulad se vyskytuje u více výsledků. Vysvětlíte.
- 6) V obr. 75 jsou zvláštní oscilace na konci záznamu. Jedná se o nějaký artefakt vyhodnocení ? Jsou tyto výsledky relevantní ? Ukažte i měření SAXS k tomuto vzorku.
- 7) Ukažte závislost velikosti částic na koncentraci Sn a výsledky diskutujte.
- 8) Zařazení kapitoly o BET a DLS je zbytečné a byli vytýkáno už i v předchozím posudku. Proč bylo do práce znovu zařazeno ?

V práci je uvedeno poměrně dost vlastních výsledků a tím práce získává na zajímavosti, nicméně výsledky nejsou analyzovány a interpretovány. Celkově práce budí dojem, že v ní jsou uvedeny výsledky sice zajímavých experimentů, ale bez souvislostí a kritického pohledu. I přes řadu nedostatků práci doporučuji k obhajobě. U obhajoby by měl autor srovnat výsledky získané pro jednotlivé vzorky (ideálně formou souhrných grafů) a tyto výsledky interpretovat. Především pak uvést zda je metoda SAXS vhodná ke studiu použitých materiálů a jaký vliv má dopace na velikost částic. To ideálně doprovodit grafy.

Závěrečné hodnocení bude navrženo podle průběhu obhajoby.

V Olomouci 21.6. 2021

Doc. Mgr. Vít Procházka, Ph.D.  
Katedra experimentální fyziky  
Přírodovědecká fakulta  
Univerzita Palackého v Olomouci