

Posudek vedoucího diplomové práce Bc. Lukáše Macka: „In-situ sledování vývoje velikosti nanočástic oxidů kovů pomocí vysokoteplotního maloúhlového rozptylu RTG záření“

Cílem diplomové práce Bc. Lukáše Macka bylo studium možného využití vysokoteplotní varianty maloúhlového rozptylu rentgenového záření pro in-situ monitorování růstu velikosti částic různě dopovaných oxidů železa. Pro tuto studii byly zvoleny nanočástice hematitu dopované cínem, které byly po syntéze komplexně charakterizovány pomocí transmisní a/nebo skenovací elektronové mikroskopie, RTG práškové difrakce a ^{57}Fe Mössbauerovy spektroskopie. Po realizaci experimentů ve vysokoteplotní komůrce (za současného in-situ měření difrakčních záznamů a maloúhlového rozptylu RTG záření při zvolených teplotách) byly výsledné vzorky opět charakterizovány i pomocí elektronové mikroskopie.

Text diplomové práce (celkem 83 stran, 51 citací) je strukturován přehledně a logicky bez většího počtu překlepů (některé překlepy ovšem přetrvávají i v obrázcích – např. Obr. 22, 23, 33, 34, 44, 46, 56, 57, 66, 67, 76, 77: „časitc“), a je doplněn názornými ilustracemi a grafy (81 obrázků, většinou vlastních, a 3 tabulky). Bohužel je velká většina obrázků pouze přejata z vyhodnocovacích programů bez další úpravy (tzn. i s anglickými popisky os, někdy s jazykově nevhodnou úpravou: „county“, atd.).

V diplomové práci posluchač shrnul problematiku oxidů železa, včetně procesu dopace, a uvedl i teoretické základy jednotlivých klíčových technik použitých dále v experimentální části práce. Bohužel je většina textu psána bez hlubšího rozboru dané problematiky a uvedení jasného vztahu k řešené problematice. Stěžejní částí práce je kapitola "3. Výsledky a diskuse", kde jsou prezentována naměřená data (včetně grafické ukázky vybraných měření), uvedena je stručná interpretace výsledků a shrnutí ke každému z měřených vzorků. Následná diskuse výsledků je velmi stručná a má zčásti charakter spíše další sumarizace dosažených výsledků. Závěry DP jsou stručné a velmi obecné, a pouze z části vystihují hlavní zjištění prezentované v DP.

Cíle definované v zadání diplomové práce byly v podstatě splněny. Za hlavní přínos této diplomové práce považují zvládnutí vysokoteplotních experimentů v rámci RTG práškového difraktometru s provedením in-situ měření difrakčních záznamů a maloúhlového rozptylu RTG záření při zvolených teplotách, včetně pokusu o vyhodnocení těchto poněkud komplikovaných dat a korelace s komplementárními technikami. Ovšem konfrontace dosažených výsledků s literaturou má velké slabiny. Svoji kvalitou odpovídá předložená

diplomová práce přístupu a nasazení studenta při realizaci experimentální části, kdy nedocházel příliš pravidelně z důvodu jiných aktivit, což se odráželo i v nižší míře samostatnosti při získávání výsledků. Oproti původní, neobhájené verzi práce, byly v nové verzi zohledněny připomínky oponenta a většina připomínek školitele. Nicméně opět nebyl přípravě nové verze práce věnován dostatek času – v rozporu s předchozí dohodou (tzn., že bude práce opravena a doplněna do zimy 2020), byla nová verze předána školiteli až po půlce května 2021 a opravená práce byla odevzdána ca. 1 týden před obhajobou.

Diplomovou práci doporučuji k obhajobě a předběžně hodnotím stupněm „E“.

K práci mám následující dotazy:

- 1) V Obrázku 47 (červený záznam) je několik poměrně výrazných difrakcí u 25, 31, 39 a 61 °2Theta bez interpretace. Jaké fázi tyto difrakce odpovídají, proč není uvedena interpretace a při jaké teplotě byl uvedený záznam změřen?
- 2) Uvedená Mössbauerova spektra (Obr. 32, 41, 53) mají nezvykle ideální průběh experimentálních dat a uvedených reziduí. Jak byly datové soubory zpracovány, proč je uvedený průběh experimentální dat takto ideální, a na co poukazují výrazné odchylky v reziduích?
- 3) Čím si vysvětlujete, že jsou jednotlivé výchozí vzorky „nanočástic“ navzájem výrazně odlišné, když byl použit shodný postup přípravy, pouze s různou mírou dopace (viz např. výrazně odlišné Mössbauerovo spektrum vzorku HEM Sn-2)? Proč je připravený hematit odlišný od nanočástic hematitu ve článku, který byl použit pro metodiku přípravy?

V Olomouci, 21.6.2021

Mgr. Jan Filip, Ph.D.