

Oponentský posudek bakalářské práce

Předmětem bakalářské práce „Syntéza scintilačních nanočástic za zvýšené teploty“ pana Jana Krále je příprava nanočástic nových scintilačních materiálů metodou vstříkování za horka (tzv. hot injection). Nanokrystalické materiály na bázi CsPbX₃ (X = Cl, Br) jsou perspektivní pro účely detekce ionizujícího záření s vysokým časovým rozlišením, např. v lékařských zobrazovacích technikách u metody TOF PET (Time of Flight Positron Emission Tomography).

Práce je strukturovaná do kapitol a podkapitol o dostatečném rozsahu a podpořená použitou literaturou. Autor provedl velmi důkladnou rešerši zahrnující poznatky z více jak 90 publikací. Na druhou stranu, i když autor postupuje v práci systematicky, chybí jí samostatná kapitola věnující se Výsledkům a diskuzi. Výsledky a diskuze z jednotlivých syntéz vzorků CsPbBr₃ a jejich charakterizací jsou zahrnuty v Experimentální části práce, což pro čtenáře působí nepřehledně.

V rámci této práce autor úspěšně sestavil a osvojil si metodiku práce s vakuovou linkou pro syntézu nanokrystalů CsPbBr₃ použitím třech syntézních postupů metody vstříkování za horka a úspěšně připravil tři vzorky s nanokrystalů CsPbBr₃. V každé syntéze zlepšoval výtěžnost reakce a fázovou čistotu produktů, což se projevilo zlepšením absorpčních a luminiscenčních vlastností připravených nanokrystalů.

K práci mám následující připomínky a dotazy:

1. Kromě zadání bakalářské práce nejsou v textu nikde uvedené nebo diskutované cíle této práce? Mohl by je autor představit a diskutovat s dosaženými výsledky?
2. Teoretická část, strana 19, podkapitola Princip metody vstříkování za horka, autor popisuje postup v původní syntéze CdSe nanokrystalů (Murray et al. 1993). Mohl by autor popsat, z jakého důvodu dochází ke vzniku velkého množství stabilních zrn při vstříknutí prekurzorů do jiného prekurzoru temperovaného na 300 °C? Proč po následném zahřátí směsi na 230-260 °C dochází k růstu nanokrystalických zrn a nedochází ke vzniku zrn nových? Dále ve větě „Díky zvýšení teploty dochází k opětovnému růstu ... je tedy oddělena krystalizace a růst.“ bych se chtěl zeptat, co je myšleno tím, že je „oddělena krystalizace a růst“? A jak je možné chápat tento termín ve vztahu k nukleaci a nukleační rychlosti?
3. Celá práce, strany 17-57, autor používá termín „úzká nebo široká distribuce částic, mohl by tento termín blíže popsat? Zdáli se týká celkového průběhu distribuční křivky nebo jen její části (intervalu)?
4. Teoretická část, strana 24, věta „Doby života excitovaný stavů se pohybují ...“ a obdobně na straně 25 pro CdS, o jaký typ dosvitu se jedná, scintilační nebo fotoluminiscenční?
5. Teoretická část, str. 30., v Tab. 2.2 (převzatá z Chen et al. 2018) jsou shrnuty vlastnosti významných objemových scintilačních krystalů. V případě YAlO₃:Ce a PbWO₄ jsou ale uvedené scintilační dosvity výrazně delší (100 až 10 000 ns), než je běžně uváděno v literatuře, např. 2-6 ns pro PbWO₄ [1,2] a 20-30 ns pro YAlO₃:Ce [1,3]. Mohl by autor poskytnout vysvětlení, proč je mezi uvedenými scintilačními dosvity tak velký rozdíl? Může velikost nanočástic (v určitém rozsahu velikostí) mít vliv na prodlužování dob života scintilačního dosvitu?
6. Experimentální část, str. 37, po přípravě CsPbBr₃ krystalů a jejich centrifugaci, byly vzorky pro měření XRD, absorpce a fotoluminiscence nějak chráněny před vzdušnou vlhkostí?
7. Experimentální část, str. 37-39, u jednotlivých charakterizačních metod nejsou uvedeny detailní experimentální podmínky, např. úhlový rozsah a krok u XRD, spektrální rozsah u absorpčních a luminiscenčních měření, zdali byla měření prováděna při pokojové teplotě, apod. Mohl by autor blíže popsat?

8. Experimentální část, str. 39, v podkapitole Radioluminiscenční vlastnosti autor zmiňuje, že při měření radioluminiscence byly připravené krystaly CsPbBr₃ porovnány se standardem BGO. Ale v Obr. 3.6 (str. 42) spektrum BGO chybí? Z jakého důvodu?
9. Experimentální část, str. 42, autor zmiňuje, že v průběhu první syntézy CsPbBr₃ krystalů mohlo dojít k zavzdušnění aparatury a přítomnosti kyslíku a vlhkosti v průběhu reakce. Chtěl bych se proto zeptat, jak mohla přítomnost kyslíku a vlhkosti ovlivnit syntézu nanokrystalů CsPbBr₃? K jakým reakcím mohlo dojít?
10. Experimentální část, str. 48, obr 3.10 vlevo, mohl by autor diskutovat důvod rozdílné pozice maxim získaných z PL a RL u nanokrystalů CsPbBr₃ z druhé syntézy? Dále u Obr. 3.10 vpravo, autor v textu zmiňuje, že spektrum vzorku bylo negativně ovlivněno při přípravě ozáření UV světlem. Z jakého důvodu bylo při přípravě CsPbBr₃ krystalů použito UV záření (není popsáno v experimentálním postupu)?

V práci je řada překlepů, gramatických chyb a formálních nepřesností:

- str. 13, kapitola 2.1.4, první odstavec, věta „Elektrony a díry vzniklé při průchodu ionizujícího záření ...“, autor zmiňuje, že valenční (resp. vodivostní) pás obsahuje vrchol (resp. dno). V daném kontextu by bylo vhodnější použít např. termíny nejvyšší (resp. nejnižší) energetické hladiny valenčního (resp. vodivostního) pásu.
- str. 15: chybí předložka v „Pravděpodobnost interakce ionizujícího záření ... a roste ním ...“
- str. 18-27: termín „jádra krystalů“ nové krystalické fáze používaný v práci, ve vztahu ke vzniku nových nanokrystalů, je nepřesný. Přesnější označení je např. zrna, zárodky, nebo nuklea, tj. když klastry nové fáze dosáhnou stabilní nadkritické velikosti a pokračují v růstu.
- str. 20: chybné skloňování ve „Vznikají ... s užší distribuci částic ...“
- str. 21 a 28, autor používá pojmy „halidové perovskity“ a „smíšené halidy“, které jsou nepřesné, místo nich je vhodnější použít „halogenidové perovskity“ a „směsné halogenidy“
- str. 30: mezera za CsPbBr₃ ve větě „Velmi zajímavým materiálem pro detekci ... krystaly CsPbBr₃, ...“
- str. 31: chybný pád v „... stávající se ze dvou trubicí ...“
- str. 32: chybný slovesný tvar „zábrusy skleněného nádobí bylo ...“
- str. 36: překlep „lahvičce“ místo „...“, nebo v lavičce naplněné dusíkem.“
- str. 38: není v textu definované β v Scherrerově rovnici 3.3
- str. 50: překlep „na vakuovou linku“ místo „Trojhrdlá baňka s reakční směsí ... na vakuovou linkou ...“
- str. 59-69: Literatura, v uvedeném seznamu literatury jsou v názvech jednotlivých prací chybně uváděny chemické vzorce sloučenin – všechny prvky jsou zapsány malými písmeny

Literatura:

- [1] M. Nikl, Scintillation detectors for x-rays, Meas. Sci. Technol. 17 (2006) R37–R54. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/17/4/R01>.
- [2] A.A. Annenkov, M.V. Korzhik, P. Lecoq, Lead tungstate scintillation material, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. Accel. Spectrometers Detect. Assoc. Equip. 490 (2002) 30–50. [https://doi.org/10.1016/S0168-9002\(02\)00916-6](https://doi.org/10.1016/S0168-9002(02)00916-6).
- [3] V.G. Baryshevsky, M.V. Korzhik, V.I. Moroz, V.B. Pavlenko, A.A. Fyodorov, S.A. Smirnova, O.A. Egorycheva, V.A. Kachanov, YAlO₃ : Ce-fast-acting scintillators for detection of ionizing radiation, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At. 58 (1991) 291–293. [https://doi.org/10.1016/0168-583X\(91\)95605-D](https://doi.org/10.1016/0168-583X(91)95605-D).

Uvedené připomínky nejsou zásadního charakteru a v žádném případě nesnižují hodnotu dosažených výsledků.

Bakalářskou práci Jana Krále hodnotím velmi dobře.

V Praze dne 2.9.2020

Ing. Robert Král, Ph.D.