

Posudek oponenta diplomové práce

Jméno a příjmení uchazeče/uchazečky: **Matěj Nižňanský**

Název práce: Preparation and characterisation of selected d and p elements carbides

A. Komentář k odbornému zaměření, náplni a rozsahu diplomové práce (DP)

Diplomová práce si klade za cíl najít novou metodu syntézy Ti₂AlC MAX fáze. Metoda spočívá v přípravě oxidicko-uhlíkového prekurzoru pomocí běžně dostupných chloridů a nitrátů, který je následně zpracován pomocí Spark Plasma Sintering bez aplikace tlaku. Nová metoda by měla přinést výrazné zjednodušení výroby a s tím související snížení finančních nákladů. Je zřejmé, že v porovnání se stávajícími způsoby přípravy MAX fází by navržená metoda mohla přinést i lepší kontrolu vnesených nečistot.

MAX fáze jsou poměrně intenzivně studované materiály. Jejich výjimečnost spočívá ve velmi dobrých mechanických vlastnostech a v některých případech ve výrazné tepelné stabilitě. Tyto materiály stále hledají své uplatnění. Téma práce a její motivaci proto shledávám velmi aktuální.

Vhodné parametry přípravy prekurzorů byly hledány skrze jednoprvkové Ti- a Al-karbidy. Tyto experimenty přinesly důležité zjištění o technologických aspektech přípravy a docílení požadovaného množství uhlíku v prekurzoru. Experimentování s přípravou složených Ti-Al-C prekurzorů vedlo k optimalizaci obsahu Al v prekurzoru a v důsledku k nové strategii přípravy pomocí vhodné adaptace již existující syntetické přípravy pomocí tzv. titanátového procesu. Připravené prekurzory byly zpracovávány pomocí SPS za různých podmínek. K analýze výsledků byla využita celá řada vhodných analytických metod jako SEM, TEM, DSC, XRD a XRF.

Ti₂AlC fázi se v rámci provedených experimentů nepodařilo připravit. Práce však díky svým četným a logickým mezikrokům přinesla řadu zajímavých a potenciálně využitelných výsledků. Experimenty na jednoduchých karbidických prekurzorech ukázaly možnost designovat stupeň krystalinity a tím ovlivňovat a minimalizovat velikost krystalitů prášků připravených v SPS na nízké desítky nm. Zároveň byl vyvinut alternativní způsob přípravy Ti-Al-C prekurzorů, který výrazně omezuje ztráty Al při jejich přípravě. Rozsah připravených prekurzorů prezentovaných v diplomové práci je velký. Jen některé z nich byly vybrány pro zpracování v SPS. Na takto vybraných a zpracovaných prekurzorech proběhla rozsáhlá analýza, která posloužila k podrobnému rozboru výsledků. Stránkový rozsah textu odpovídá běžné diplomové práci.

1. Hodnocení odborné části DP

- | | |
|-------------------------------------|--|
| <input checked="" type="checkbox"/> | A – metodicky přiměřená, data dobře zpracována a interpretována, rozsahem vykonané práce adekvátní |
| <input type="checkbox"/> | B – omezená rozsahem, s drobnými metodickými nedostatky nebo nejasnostmi v interpretaci dat |
| <input type="checkbox"/> | C – nedůsledná nebo s četnými metodickými nedostatky ale odpovídající požadavkům kladeným na DP |
| <input type="checkbox"/> | N – odborně nedostatečná, neodpovídající požadavkům kladeným na DP |

B. Bodové hodnocení jednotlivých částí/aspektů práce

1. Rozsah diplomové práce (DP) a její členění	
<input type="checkbox"/>	A – přiměřený, odpovídající charakteru DP a významu jednotlivých částí
<input checked="" type="checkbox"/>	B – členění není zcela logické nebo rozsah jednotlivých částí nekoresponduje s významem
<input type="checkbox"/>	C – výrazně nevyrovnaný, rozsah některých částí zásadně nedostačuje
<input type="checkbox"/>	N – nedostatečné ve více ohledech

2. Odborná správnost	
<input checked="" type="checkbox"/>	A – výborná, bez závažnějších připomínek
<input type="checkbox"/>	B – velmi dobrá, s ojedinělými drobnými vadami (nejasnosti, chyby ve vzorcích nebo chemických názvech, nedokonalý popis metod nebo získaných výsledků)
<input type="checkbox"/>	C – uspokojivá, s četnějšími drobnými vadami
<input type="checkbox"/>	N – nedostačující, s hrubými chybami

3. Úvod do problematiky a uvedení použitých literárních či jiných zdrojů	
<input type="checkbox"/>	A – bez připomínek, všechny převzaté údaje citovány, počet citací odpovídá charakteru DP
<input checked="" type="checkbox"/>	B – uspokojivý, místy nedostatečně propracovaný nebo s celkově nižším počtem citací
<input type="checkbox"/>	C – rozsahem neadekvátní charakteru DP nebo s vážnějšími závadami (např. převažují "nestandardní" odkazy na učebnice, přednášky, webové stránky)
<input type="checkbox"/>	N – nevyhovující, velmi málo citací event. rysy plagiátu (časté opomíjení odkazu na zdroj převzatých dat, popř. opsání velkých částí textu)

4. Jazyk práce	
<input checked="" type="checkbox"/>	A – výborný, práce je napsána čtivě a srozumitelně, bez závažných gramatických a pravopisných chyb
<input type="checkbox"/>	B – velmi dobrý, ojedinělé stylistické neobratnosti, gramatické nebo pravopisné chyby
<input type="checkbox"/>	C – upokojivý, četnější neobratné nebo nejasné formulace, gramatické nebo pravopisné chyby
<input type="checkbox"/>	N – nevyhovující; nelogické nebo nesprávné formulace, četné hrubé chyby

5. Formální a grafická úroveň práce	
<input type="checkbox"/>	A – výborná, bez překlepů a chyb ve formátování
<input type="checkbox"/>	B – velmi dobrá, ojedinělé chyby formátování, překlepy, chybějící zkratky apod.
<input checked="" type="checkbox"/>	C – uspokojivá, s ojedinělými závažnějšími nebo četnějšími drobnými chybami
<input type="checkbox"/>	N – nevyhovující, s četnými hrubými chybami

Případný slovní komentář k bodům B1–5.

1. Práce by si zasloužila odstavec s názvem "Aims". V bodu "3 Objectives and outlines" je popsán spíše postup prací. Vzhledem k množství prekurzorů a větvení experimentů by bylo vhodné někde do experimentální části uvést flow chart, ke kterému by se mohl čtenář odkázat, aby se zorientoval o jaké fázi experimentálních prací právě čte. Některé výsledky, jako fázové složení prekurzorů jsou uváděny už v experimentální části, byť samotná příprava prekurzorů byla jedním z hlavních výsledků předložené práce. V textu jsou často přeskakovány grafy/obrázky, tzn. v textu se často odkazujete dřív na pozdější obrázek. Na obrázcích i grafech by mohly být diskutované jevy označeny šipkou, stejně tak by mohla být v obrázcích legenda. Chybí popis TG-DTA přístroje v části Instrumental techniques. Popisy obrázků a grafů by mohly být víc vysvětlující, aby to čtenář nemusel hledat v textu. Popis postupu syntézy v 4.2 je až příliš stručný vzhledem k tomu, že to byla nejdůležitější experimentální práce.

Občasné nekonzistence: Tab.4.1 - mixování slovních názvu se vzorci, v textu c.a., nebylo nikde vysvětleno graf 4.2. k jednotlivým úsekům mohly být dopsány rychlosti ohřevu.

Str.28 věta pod grafem nemá být vystředěná, str.42 - chyba v textu (detail je na obr.5.4), table 4.3 chybí jednotky k PTA, Tab.4.4 - vzorky 11 a 12 špatné poměry v závorce 4.6.2 - SEM by si zasloužil víc popsat, např typ katody a EDS detektoru, 5.1 - překlep v nadpisu, obrázek 5.6 chybí měřítko a popis prvků - vše by mělo být v obrázku, Graf 5.10 - kolize osy a jejího popisu, plus chaotický popis - jednou závorka, podruhé ne. Ostatní maxima na křivce nejsou popsána, obrázky 5.10 a 5.11 jsou stejné, druhý obrázek neukazuje nic nového, grafy 5.11 a 5.12 jsou zopakované v 5.13, možná zbytečně je ukazovat zvlášť. Málo citací z posledních let 2013-2020.

C. Obhajoba DP

Dotazy k obhajobě

V teoretické části bylo nedostatečně vysvětleno, proč by MAX fáze měly být vhodné pro jaderné aplikace. Takové materiály musí mít dobrou radiační odolnost, pro moderní elektrárny nízkou míru aktivovatelnosti a dobrou odolnost při LOCA nehodě. Můžete tyto vlastnosti okomentovat v souvislosti s Ti₂AlC?

V práci často využíváte TG-DTA signálu, avšak v části "4.6 Instrumental techniques" chybí popis přístroje. TG-DTA grafy nejsou v textu detailně vysvětlovány. Moje otázka zní, jaký děj popisuje DTA pík pro případ jednoduchých i složitých prekurzorů? Jak byl určen poměr Ti:C a Al:C pomocí TG-DTA signálu? Proč jsou na DTA grafu 5.2 dva píky? Proč nejde na DTA signálu vidět ztráta Al (vedlo by odpařování Al k dalšímu DTA píku)? Mělo by smysl pomocí přístroje použitého k měření TG-DTA signálu simulovat SPS proces a optimalizovat pomocí něj zpracování prekurzorů v SPS?

Proč byla zvolena kalcinační teplota 900 C? Jaká byla homogenita teplotního pole v trubkové peci a byla nějak zohledněna při přípravě prekurzorů? Jak a v jakém místě byla teplota měřena?

Str.36 Vysvětlete mechanismus vzniků menších krystalitů se zvyšujícím se obsahem kyseliny citronové.

V textu k popisu SEM obrázkům prekurzorů často zmiňujete póry. Ukažte, prosím, kde je ve struktuře částic vidíte!

Obr.5.6 zdá se nekoreluje s obrázkem 5.8. Byť v 5.6 chybí měřítko, odhaduji, že se jedná o mikrometrickou částici (EDS), ale v 5.8 vidím nanometrické částice.

Stanovisko k opravě chyb: opravný lístek/oprava v textu **NENÍ** podmínkou přijetí práce

D. Celkový návrh

Práci doporučuji k přijetí k dalšímu řízení: **ANO**

Navrhovaná celková klasifikace: **velmi dobře**

Datum vypracování posudku:

13.7.2020

Jméno a příjmení, podpis oponenta:

Monika Vilémová