

**Oponentský posudek diplomové práce Bc. Zdeňka Eliáše  
„Syntéza a vlastnosti melamin-kyanurátu“**

Tématem diplomové práce Bc. Zdeňka Eliáše byla příprava a studium vlastností matrice vzniklé spojením kyanurchloridu s melaminem chemickou kovalentní vazbou.

Cílem práce bylo připravit matici reprodukovatelným postupem, tj. změnami reakčních podmínek navrhnout optimální způsob přípravy matrice s konstantním složením a spektrálními charakteristikami. Pomocí fyzikálně chemických a spektrálních metod pak objasnit strukturu dané matrice.


Z hlediska perspektivního využití takové matrice jako organického luminoforu v optoelektronice je to téma velmi zajímavé a aktuální. Jak se však v průběhu práce ukázalo, jde o problematiku velice komplikovanou a náročnou, nevyřešitelnou v rámci jedné diplomové práce. Z tohoto hlediska jsou výsledky práce diplomanta velmi cenné, i když představují jen primární poznatky pro další výzkum. Diplomant dobře poznal, že při řešení zadaného úkolu se neobejde bez informací, které poskytují náročné experimentální techniky jako jsou mimo jiné časově závislá luminiscence, RTG strukturní analýza, elektronová mikroskopie. Je pochopitelné, že ve všech použitých technikách nemůže být diplomant expertem. Je správné, že diplomant navázal kontakty s příslušnými externími pracovišti, která potřebnými technikami a přístroji disponují, a některé důležité informace získal.

I když se diplomantovi nepodařilo připravit jednotnou matici se strukturou, která by byla v relaci s hmotovým spektrem a s elementární analýzou, provedl velký objem experimentální práce a vyhodnocení velkého množství dat, která vzhledem k náročnosti multidisciplinární problematiky nebyla vždy konsistentní a k některým interpretacím a formulacím lze mít více či méně oprávněné připomínky či námítky, Zdeněk Eliáš svou pilnou prací a získanými poznatky vytvořil základ, naznačil směry a odkryl možnosti a úskalí dalšího výzkumu v oblasti syntézy a studia fotofyzikálních a spektrálních vlastností polymerních matic na bázi kondensačního produktu kyanurchlorid – melamin. Prokázal experimentální zručnost a velmi dobré teoretické znalosti

Diplomovou práci Bc. Zdeňka Eliáše hodnotím známkou **velmi dobře** a doporučuji ji k obhajobě.

V Pardubicích, 20.5.2009

Prof. Ing. Miloš Nepraš, DrSc



### **Komentář ke stavbě diplomové práce.**

Úvod je sepsán velmi obecně; mělo by zde být zdůvodnění výběru tématu diplomové práce a cíl práce

Velmi obširná Teoretická část, vypracovaná na základě důkladné literární rešerše, se zřejmě týká komplexu kyselina kyanurová – melamin, označovaného v celé práci jako MC. Tématem diplomové práce je však syntéza sloučeniny vzniklé substitucí jednoho atomu chloru na kyanurchloridu za aminovou skupinu na melaminu. Diplomant však i tuto sloučeninu označuje jako MC, což je matoucí. Teprve v závěru Teoretické části (str.44) tuto skutečnost vysvětluje. Nicméně v celé práci – od Anotace až po Závěr – je označení MC užíváno pro dvě různé chemické species.

Zdůvodnění kap.2.2.1 – 2.2.11 není přesvědčivé, velká část s tématem nesouvisí

Dostí neobvyklý název má kapitola 4. Mimochodem, část str. 54 ( a též str.44) by se hodila do Úvodu a vše by bylo jasnější. Je určitá nekonsistenčnost v členění kap.4, např. 2x diskuze.

„Shrnutí a diskuze“ - to k sobě nepatří. Kapitola má chybnou koncepci. Převážná část ze 6 stránek není shrnutí, ale diskuze výsledků elementární analýzy a spekter a patří tedy do jiných příslušných částí kapitoly 4. Některé části kapitol 4.4.1, 4.4.2, 4.4.6, 4.5.1, 4.5.2, 4.5.3, 4.5.6 a 4.5.7 patří do experimentální části.

### **Poznámky a dotazy.**

str.8 - číslování literatury by nemělo začínat č.44 atd.

str.9 - náhrada chloru za hydroxylovou skupinu není hydratace

str.19 - problém s označováním MC

- „struktura neodpovídá typickému vzhledu luminiscenčních látek“ – vágní formulace

- postačuje „namodralá“ luminiscence k tomu, aby látka byla použitelná jako OLED?

je velmi mnoho látek s modrou luminiscencí;

str. 31 - jaký MC je použitelný pro OLED? viz pozn. ke str.19

str. 32 - cyklometalovaný komplex – hantýrka

str. 44 - matoucí formulace : připravit MC z kyanurchloridu a melaminu spojených kovalentní vazbou;viz.Komentář;

- co je sůl melaminu a kyanurové kyseliny?
- str. 47 - co je zde matrice?
  - na jaké složení byly počítány teoretické výtěžky připravených matric?
- str. 49 - PREMMC ?
- str. 52 - jak se ví, že matrice má takové ukončení (schéma)?
- str. 56 - nejasné výsledky, na př.  $\lambda_{\max}$  v propanolu a dioxanu, je to jen vliv rozpouštědla?
  - ...pík schovaný v rozpouštědle... hantýrka
  - proč nelze měřit luminiscenci v roztoku, např. v dioxanu ( $\lambda_{\max}$  263nm), kde „přístroj je schopen svítit“?
  - proč u etanolu dietyleteru, heptanu a vodě nebyl zaznamenán pás v oblasti 250-280nm, který byl naměřen v dioxanu?
  - podmínky měření patří do experimentální části
- str. 58 - horní vrstva zbytku, dolní vrstva zbytku .....styl
- str. 61 - velmi nejasná a nepřehledná tabulka VIII; velmi by prospělo několik obrázků spekter např. fluorescence v roztoku dioxanu a chloroformu;
- str. 63 - spektra jsou intenzivní a čistá.....styl
  - intenzita spektra...styl
- str. 66 - proč je měření kinetiky emise u MC3 a ne u MC8, přičemž termogravimetrie byla na téže pracovišti provedena u MC8?
- str. 72 - velmi nejasný výklad o MC1, MC2, MC3 a MC9 na základě excitačních spekter, přičemž spektra pro MC1 a MC9 nejsou v práci presentována;
- str. 73 - na jakém základě je usuzováno, že modrá luminiscence u MC7 je zajištěna obsahem chloru?
  - k porovnání MC1 a MC2 chybí spektrum MC1
  - interpretaci IČ spekter matric nelze v žádném případě provádět bez spekter výchozích látek a některých vedlejších produktů, např. ACC; tato spektra v práci chybí;
  - dosti obšírně se diskutují varianty složení jehlicovitých produktů získaných sublimací MC8 ( směs aminokyanurchloridu a jeho hydrolyzátů), aby následně bylo konstatováno, že pro přítomnost hydrolyzátů nejsou důkazy a není tedy možno říci, zda se v jehličkách vyskytují; proč tedy ty úvahy? tomu nerozumím;
- str. 75 - nabíjecí efekt byl zjištěn, nikoliv objeven
- str. 76 - co je „kvalitnější luminiscence“?

str.77 - „...MC8 je ve skutečnosti směs původního melaminu, aminokyanurchloridu a neznámé matrice. Aminokyanurchlorid vykazuje krátkodobou luminiscenci, ale nemá dlouhý žlutozelený dosvit. Melamin má krátkou modrou luminiscenci i dosvit a matrice má **asi** jak krátkou tak dlouhou luminiscenci“. Je tedy otázka: svítila by vůbec matrice, kdyby nebyl přítomen aminokyanurchlorid a melamin? V jakém množství a do jaké míry pak tyto látky ovlivňují relativně dobrou shodu elementární analýzy u MC8 s navrženou strukturou? Není ta shoda náhodná?