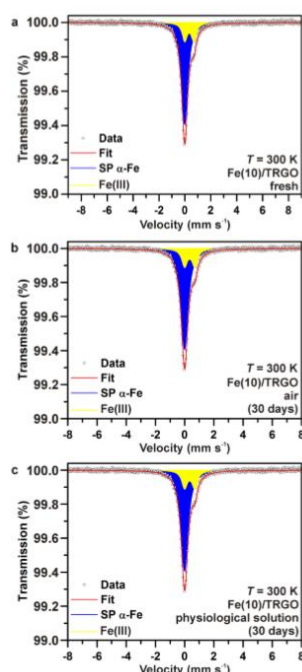


**Vyjádření spoluautorů a kolegů z RCPTM ve věci korektury k článku Tuček et al., Air-stable  
superparamagnetic metal nanoparticles entrapped in graphene oxide matrix, Nature  
Communications 2016**

Práce autorských týmů z RCPTM, kolegů z VŠCHT v Praze a Ústavu přístrojové fyziky v Brně, publikovaná v r. 2016 v časopise Nature Communications, popisuje unikátní metodu přípravy a vlastnosti velmi malých nanočástic elementárního železa (pod 5 nm), které vykazují tzv. superparamagnetické chování v širokém rozmezí teplot až do pokojové teploty. Tento fenomén byl v minulosti teoreticky predikován, ale nanočástice železa jsou v takto malých rozměrech obtížně připravitelné a na vzduchu snadno oxidují (hoří). Ke stabilizaci nanočástic došlo díky syntetické metodě využívající funkčních skupin obsahujících kyslík ze struktury tzv. redukováného grafen oxidu. Pro prokázání superparamagnetického chování byla mimo jiné využita metoda Mössbauerovy spektroskopie, v níž se superparamagnetické železo projevuje typickou singletovou komponentou (na níže uvedeném obrázku žlutá barva) a jeho povrch chránící Fe-O frakce dubletovou komponentou (modrá barva). Na tomto místě připomínáme, že docent Tuček je jedním z předních světových odborníků v oblasti Mössbauerovy spektroskopie, o čemž mimo jiné svědčí jeho volené členství za Českou republiku v International Board of the Applications of the Mossbauer Effect – IBAME (<http://ibame.org/?q=node/20>).

V květnu letošního roku, jen několik dní před veřejnou profesorskou přednáškou doc. Tučka, obdržel děkan PŘF UP anonym, který poukazoval na to, že v Supplementary Information v článku v Nature Communications 2016 jsou uvedeny tři zcela totožné grafy. Při bližším pohledu je možno opravdu snadno odhalit, že se jedná o zcela totožná experimentální data (Supplementary Figure 6). Tato spektra měla prokázat, že připravené superparamagnetické nanočástice železa jsou stabilní při uchování v roztoku i na vzduchu.

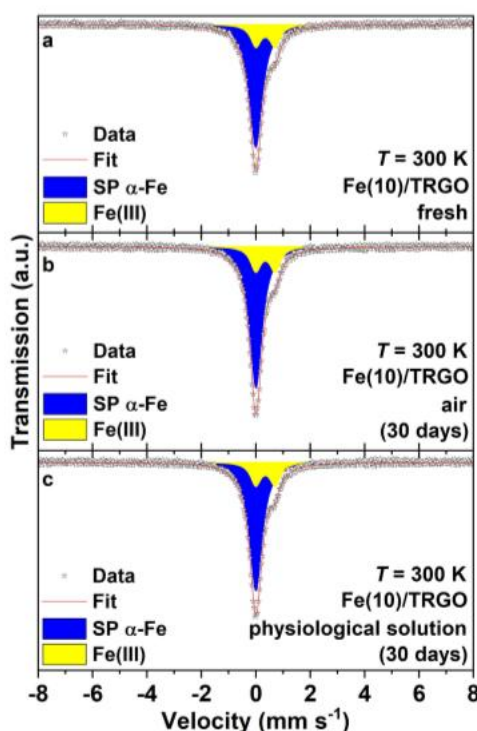


*Chybně vložená spektra. Supplementary Figure 6 | Chemical stability of the Fe(10)/TRGO hybrid under air conditions and in a physiological solution assessed by <sup>57</sup>Fe Mössbauer spectroscopy. Room temperature <sup>57</sup>Fe Mössbauer spectra of (a) the freshly-prepared Fe(10)/TRGO hybrid after primary purification, (b) the hybrid*

after one month of storage under ambient laboratory conditions in the air, and (c) the hybrid after one month of storage in a physiological solution.

Děkan PŘF UP si osobně nepozval doc. Tučka k vysvětlení, jak by se dalo očekávat, ale reagoval na anonymní udání vlastním postupem – sestavil „fakultní vyšetřovací komisi“, která měla za úkol danou záležitost s autorem prodiskutovat. Jakmile doc. Tuček chybu touto cestou zjistil, okamžitě kontaktoval redakci časopisu, informoval ji o chybě a zaslal opravené obrázky se správnými daty. Redakce časopisu Nature Communications tento postup plně akceptovala a v červnu vydala Corrections (<https://www.nature.com/articles/s41467-019-10702-2>). Doc. Tuček pak toto prezentoval i vyšetřovací komisi, které opravená spektra předal. Tím byla z naší strany záležitost považována za vysvětlenou a uzavřenou.

Correction of Supplementary Figure 6 – ncomms12879



Supplementary Figure 6 | Chemical stability of the Fe(10)/TRGO hybrid under air conditions and in a physiological solution assessed by  $^{57}\text{Fe}$  Mössbauer spectroscopy. Room-temperature  $^{57}\text{Fe}$  Mössbauer spectra of (a) the freshly-prepared Fe(10)/TRGO hybrid after primary purification, (b) the hybrid after one month of storage under ambient laboratory conditions in the air, and (c) the hybrid after one month of storage in a physiological solution.

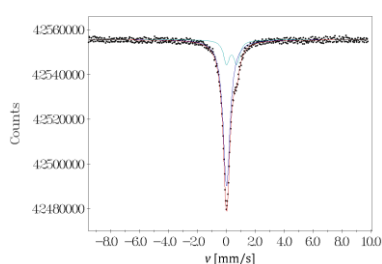
K našemu překvapení se ovšem ukázalo, že vyšetřování ukončeno není a „vyšetřovací komise“ si nechala vypracovat na spektra ještě posudek. Ten vypracoval doc. Pechoušek, dlouholetý kolega doc. Tučka ze stejné katedry experimentální fyziky (16 společných publikací dle WOS). Oprostíme se v tomto okamžiku od skutečnosti, že doc. Pechoušek byl při vypracování posudku v jednoznačném střetu zájmů a že analyzoval spektra uložená na počítačích jiného pracoviště bez souhlasu vedoucího. Doc. Pechoušek ve svém závěru říká, že spektra mají nezvykle nízký šum a vyslovil podezření, že jsou spektra uměle vytvořena a nebyla nikdy měřena. **Je třeba zdůraznit, že doc. Pechoušek vůbec neanalyzoval spektra uvedená v publikaci a tento absurdní a celý autorský tým hrubě poškozující**

**závěr vyslovil na základě analýzy jiných jím dohledaných spekter! Je třeba zdůraznit, že v průběhu několikaletého projektu byly měřeny desítky Mössbauerových spekter vzorků z důvodu optimalizace syntetického procesu. Naprostá většina z nich vykazuje zcela odlišné komponenty ve srovnání s optimalizovanými a purifikovanými vzorky, jejichž spektra jsou uvedena v článku. Autor posudku (i celá „vyšetřovací“ komise) navíc zcela ignorovali nebo přehlédli zásadní fakt uvedený v části Methods/Characterization techniques v inkriminovaném článku. Zde se totiž výslovně uvádí:**

*The <sup>57</sup>Fe Mössbauer spectra were then fitted using the MossWinn programme; before fitting, the signal-to-noise ratio was enhanced using a statistical approach that combines routines incorporated into MossWinn software package and the procedures developed by Prochazka et al.<sup>[46]</sup>.*

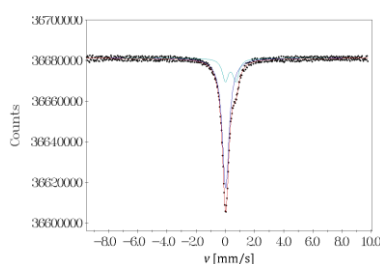
Doc. Tuček a autorský tým tedy explicitně uvádí, že data získaná měřením byla před vlastní fitační procedurou zpracována pomocí speciálního software, který je určen k odstranění Poissonovského šumu. Tento software byl publikován v r. 2010 (Prochazka, R. et al. Statistical analysis and digital processing of the Mössbauer spectra. Meas. Sci. Technol. 21, 025107, 2010) a v práci je řádně citován. Mimochodem autor posudku, doc. Pechoušek, ve své spoluautorské práci (Prochazka, R. et al. Development of the Fast Scintillation Detector with Programmable High Voltage Adjustment Suitable for Mössbauer Spectroscopy, AIP Conference Proceedings 1258, ISBN 978-0-7354-0806-7) tento software cituje a doslova uvádí: „A signal processing is other possible approach how to increase the resultant statistical quality and measurement performance.“

Je třeba říci, že u řady sofistikovaných měřicích technik je software určený k eliminaci šumu přímo součástí dodávaného zařízení a vyhodnocují se už filtrovaná data. V Mössbauerově spektroskopii tomu tak není. Pokud kdokoliv nepoužívá filtraci šumu, může to být jistě v pořádku, je to ovšem ryze odborná debata. Doc. Tuček filtrační proceduru použil, řádně citoval a filtrovaná data uchovával jako zdrojová pro posouzení korektnosti fitační procedury. Fitační procedura byla provedena, jak je výše prezentováno, v programu MossWinn. Její výsledek včetně vyhodnocení hyperjemných parametrů je uveden na obrázcích níže (pozn. ve vydaných Corrections jsou pak stejné obrázky pouze zpracovány v programu Origin).



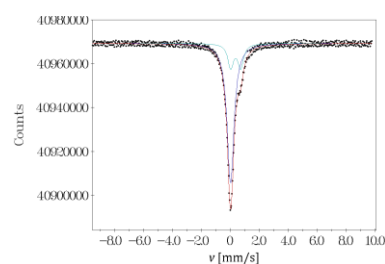
**Fresh sample**

SINGLET (1), 78.6 %  
AMPLITUDE, 59726.2915  
ISOMER SHIFT, -0.0018  
LINE WIDTH, 0.5793  
DOUBLET (1), 21.4 %  
AMPLITUDE, 8115.6111  
ISOMER SHIFT, 0.3500  
Q. SPLITTING, 0.7100  
LINE WIDTH, 0.5087



**Air, 30 days**

SINGLET (1), 77.1 %  
AMPLITUDE, 56334.2081  
ISOMER SHIFT, 0.0047  
LINE WIDTH, 0.5600  
DOUBLET (1), 22.9 %  
AMPLITUDE, 8346.6417  
ISOMER SHIFT, 0.3400  
Q. SPLITTING, 0.7200  
LINE WIDTH, 0.4990



**Physiological solution, 30 days**

SINGLET (1), 78.3 %  
AMPLITUDE, 57792.5086  
ISOMER SHIFT, -0.0022  
LINE WIDTH, 0.5763  
DOUBLET (1), 21.7 %  
AMPLITUDE, 8027.4741  
ISOMER SHIFT, 0.3500  
Q. SPLITTING, 0.6900  
LINE WIDTH, 0.4701

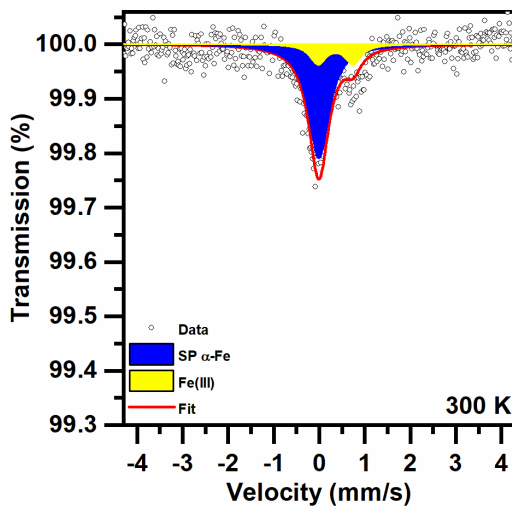
Prezentovaná data jsou tedy zcela v souladu s experimentem i se všemi skutečnostmi, které jsou ve článku výslovně uvedeny. Vstupní data pro fitaci v programu MossWinn, po řádně citované a provedené filtraci šumu, má doc. Tuček k dispozici v elektronické podobě a je ochoten je předat panu rektoru.

V souhmu: všichni níže podepsaní spoluautoři, resp. kolegové pracující v oblasti Mössbauerovy spektroskopie jsme jednoznačně přesvědčeni, že při publikování Supplementary Information k dotčenému článku v Nat. Comm. došlo k prosté technické chybě v důsledku velké podobnosti spekter. Takových chyb se v literatuře objevují stovky, je to přirozené a oprava takové chyby je běžnou součástí vědecké práce. Není vůbec pochyb o tom, že data byla měřena a zpracovávána v souladu se všemi pravidly. To, že nešlo o jakýkoliv úmysl, je zřejmé i ze skutečnosti, že původní data v tabulce č. 2 (Supplementary Table 2) v článku Tuček et al. Nature Communications jsou zcela v souladu s hyperjemnými parametry získanými v programu MossWinn (nezávislý čtenář může porovnat).

**Supplementary Table 2 | Mössbauer hyperfine parameter values assessing the chemical stability of the Fe(10)/TRGO hybrid.** Mössbauer hyperfine parameters derived from the room-temperature  $^{57}\text{Fe}$  Mössbauer spectra of the as-prepared Fe(10)/TRGO hybrid, the Fe(10)/TRGO hybrid after one month of storage under ambient laboratory conditions in the air, and the Fe(10)/TRGO hybrid after one month of storage in physiological solution.  $\delta$  is the isomer shift,  $\Delta E_Q$  is the quadrupole splitting, and RA is the relative spectral area of individual spectral components identified during fitting.

Sample	Component	$\delta \pm 0.01$ (mm s <sup>-1</sup> )	$\Delta E_Q \pm 0.01$ (mm s <sup>-1</sup> )	RA $\pm 1$ (%)	Assignment
as-prepared	Singlet	0.00	0.00	79	SP iron
	Doublet	0.35	0.71	21	Fe <sup>3+</sup> species
one month in air	Singlet	0.00	0.00	77	SP iron
	Doublet	0.34	0.72	23	Fe <sup>3+</sup> species
one month in physiological solution	Singlet	0.00	0.00	78	SP iron
	Doublet	0.35	0.69	22	Fe <sup>3+</sup> species

Je smutné, kam až se dostala nedůvěra v práci svých kolegů a jaké dopady včetně zdravotních tato nedůvěra způsobuje. V zájmu maximální legitimacy a ochrany pověsti jednoho z nejlepších českých fyziků a skvělého kolegy jsme se pokusili dohledat téměř šest let starý vzorek. Skutečně jsme dohledali rezidua tohoto starého vzorku a ten podrobili Mössbauerovské analýze, abychom otestovali dlouhodobou stabilitu vzorku. Připomínáme, že vzorku bylo velmi malé množství a statistika je tedy nedokonalá ve srovnání s původnímu vzorky. Záměrně také nebyl použit žádný filtrační software (!). Analýza, kterou prezentoval Dr. Navařík na zasedání Akademického senátu PŘF UP dne 18. 9., prokázala, že vzorek obsahuje stále dvě klíčové komponenty – singletovou odpovídající superparamagnetickému železu a dubletovou odpovídající ochranné Fe-O frakci s téměř identickými hyperjemnými parametry a poměrem obou frakcí stejně jako v článku Tuček et al. Nat. Comm. 2016. Tento závěr ukazuje, že připravené vzorky vykazují mimořádnou stabilitu a odolnost vůči oxidaci na vzduchu i v řádu několika let, čímž je jen potvrzena unikátnost výsledku.



Mössbauerovo spektrum vzorku měřeného po téměř šesti letech od syntézy. Nepoužita filtrační procedura. Pro fitaci použit program MossWinn, stejně jako v článku v Nature Communications.

Values of the Mössbauer hyperfine parameters derived from the fitting procedure, where  $T$  is the temperature of the measurement,  $\delta$  is the isomer shift,  $\Delta E_Q$  is the quadrupole splitting,  $B_{hf}$  is the hyperfine magnetic field and RA is relative spectra area of each component.

Sample	$T$	Component	$\delta$	$\Delta E_Q$	$B_{hf}$	RA	Assignment
			$\pm 0.01$	$\pm 0.01$	$\pm 0.3$	$\pm 1$	
	(K)		(mm/s)	(mm/s)	(T)	(%)	
Sample X	300	Singlet 1	-0.01	--	--	79	$\alpha$ -Fe SP
		Doublet 1	0.36	0.77	--	21	$\text{Fe}^{3+}$ environment

Za autory a kolegy zabývající se Mössbauerovou spektroskopií

Radek Zbořil, Kateřina Poláková, Kateřina Holá, Markéta Havrdová, Klára Čépe, Jakub Navařík  
a Ondřej Malina