OPONENTNÍ POSUDEK DOKTORSKÉ DISERTAČNÍ PRÁCE

Doktorand: **Ing. Martin Seidl**

Název: **Výzkum vlivů technologie přípravy a složek třífázových polymerních kompozitů plněných přírodními vlákny na zpracovatelnost a kinetiku fázových přechodů prvního řádu**

Studijní program: **Strojírenská technologie P2303**
Studijní obor: **Strojírenská technologie 2303V002**

Školící pracoviště: **Fakulta strojní, Technická univerzita v Liberci**
Školitel: **prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld**

Oponent: **doc. Ing. David Maňas, Ph.D., Ústav výrobního inženýrství, Fakulta technologická Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně**

Předložená disertační práce Ing. Martina Seidla zabývající se problematikou využití přírodních vláken jako plniva v termoplastické matrici je velmi rozsáhlá, členěná do čtyř základních kapitol a obsahuje 225 stran textu, 10 tabulek, 101 obrázků a 1 přílohu. Součástí tištěné práce je elektronická verze.

Teoretická část práce je zpracována pečlivě a vychází z 89 literárních zdrojů. Rozsahem představuje téměř polovinu celé disertační práce. Shrnuje vše podstatné a vytváří dobrou pozici pro realizaci měření a zejména diskusi výsledků a závěry. Cíle disertační práce jsou neobvykle uvedeny hned na začátku celé práce. Jsou však definovány jasně a přehledně.

Experimentální část je zaměřena na přípravu vláknitého plniva a jeho charakterizaci zahrnující popis plniva, distribuci velikosti částic a termogravimetrickou analýzu. Popis distribuce velikosti částic je proveden přehledně, s dostatečnou vypovídací schopností. Totéž platí o termogravimetrické analýze. Výsledky měření jsou shrnuty a podrobně diskutovány.

Kapitola zabývající se přípravou směsí na bázi polymerní matrice s plnivy z přírodních vláken a příprava zkušebních těles je zpracována přehledně. Na odpovídající úrovni je zpracována i následující část zabývající se měřením indexu toku taveniny. Jsou popsány a diskutovány změny tokových vlastností charakterizovaných na základě naměřených hodnot indexu toku taveniny u různých směsí připravených s různými typy plniva na bázi přírodních vláken a dvou typů aditiv. S ohledem na množství různých kombinací vyplývajících z použitých typů plniv a jejich koncentrací v připravených směsích je rozsah měření velký. Naměřená data jsou zpracována přehledně včetně diskuse výsledků, ze kterých vyplynul nejvýhodnější typ plniva a aditiva pro přípravu polymerních směsí pro zpracování technologií vstřikování. S ohledem na to, co index toku představuje, se mi jeví stanovení nejvýhodnější varianty pro vstřikovací směs jen z ITT jako velmi odvážné. Doporučuji k zamyšlení, zda by pro přesnější popis tokového chování polymerní taveniny nebylo vhodnější posouzení na základě tokových křivek.

Mechanické vlastnosti za zvýšené teploty, které charakterizují použitelnost daného kompozitu v jednotlivých aplikacích byly sledovány pomocí HDT. Naměřené hodnoty tvarové stálosti byly pečlivě analyzovány s ohledem na jejich ovlivnění jak typem použitého plniva, tak použitými aditivy. Domnívám se, že z hlediska komplexnějšího posouzení mechanických vlastností studovaných kompozitů by bylo přínosem provedení dalších zkoušek jako např. tahová zkouška, zkouška rázové a vrbové houževnatosti apod. Získané výsledky by poskytly ucelenější pohled na vliv použitého plniva a aditiv na mechanické chování studovaného kompozitu. Jsem si však vědom toho, že by to mělo za následek další rozšíření práce. Kapitola věnovaná kinetice tání a krystalizace a vliv jednotlivých složek směsi na průběh těchto dějů tvoří stěžejní část celé disertační práce. Byla studována kinetika dvoufázových systémů tvořených polymerní matricí a vláknitým plnivem a polymerní matricí a aditivem. V obou případech byly nalezeny rozdíly v chování mezi čistým polymerem a polymerem s plnivem či aditivem. Výsledky studia jsou znázorněny velmi přehledně a to jak graficky, tak při popisu a v diskusi. Totéž platí i při popisu třífázových systémů tvořených polymerní matricí, použitými vláknitými plnivy v různém procentuálním zastoupení a oběma typy sledovaných aditiv.

Velmi kvalitně je zpracována diskuse výsledků se závěry z provedených měření. Oceňuji rozsah a věcnost této části disertační práce. Do kladného hodnocení zapadá i rekapitulace přínosů disertační práce a doporučení pro další výzkum. Kladně hodnotím rozsáhlý soubor literárních zdrojů využitých při zpracování literární rešerše. Stejně tak vysoce hodnotím i vlastní publikační činnost autora, zejména jeho spoluautorství na řadě patentů a užitných vzorů jak na národní tak i světové úrovni.

Práce je zpracována na velmi dobré grafické úrovni. Vysoce oceňuji provedení obrázků. Za nepříliš šťastné však považuji číslování kapitol, ve kterém nejsou striktně odděleny stěžejní části práce, což mírně zhoršuje orientaci v problematice.

K práci mám následující připomínky a dotazy:

- Domnívám se, že autor se zbytečně často uchyluje k používání cizích slov a to i v případě, že jsou k dispozici české ekvivalenty. Používání cizích slov vede místy až k nesrozumitelnosti textu. V práci se objevují i zbytečné terminologické nedostatky (např. injekční vstřikování, extruze, apod.). Výraz „extruze" se hodně používá, existuje však český výraz „vytlačování". Jsou používány i další výrazy jako např. kompaudace a další, z nichž některé jsou až na úrovni slangových výrazů (např. graftování, melt flow indexer... ap)
- Nevhodně používaná jednotka („sek^{-1}", str. 54)
- Gramatické chyby („vyplívá, str. 52)
- „typická termogravimetrická křivka je na obr. 29" , str.89.Obr. 29 je schéma měření DSC
- Netypické je označování obrázků (např.„Obrázek č. 13:") a tabulek (např. Tabulka č. 2:")

Uvedené nedostatky by se nemusely v práci tohoto typu vyskytovat, konstatuji však, že věcnou a obsahovou stránku a úroveň celé práce významně neovlivňují.

Prosím, aby se disertant v diskusi vyjádřil k následujícím:

- Co je míněno výrazem rychlost šnekování (str. 56)
- Jak je možné rozumět větě "U technologie injekčního vstřikování má na výslednou reologii...", str. 57.

- Prosím vysvětlete, co označují výrazy „mixery s uzavřenou komorou...", „ míchací mlýny"...str. 65,
- „Pro maximalizaci kompaudačního výkonu je výrazný poměr L/D ....", str 68. Ze seznamu symbolů pro nezaiteresovaného vyplývá, že se jedná o poměr délky a průměru vlákna. Ve skutečnosti však má daný poměr jiný význam. Jaký?
- Jak probíhá proces sdílení tepla kondukcí, konvekcí a sáláním... (str. 68)
- Co představuje index toku taveniny ve vztahu k tokové křivce?
- V práci uvádíte, že rozměry vláken mají vliv na vlastnosti vytvořeného kompozitu. Která vlákna se pro tyto účely jeví jako nejvýhodnější? Porovnával jste i náklady na přípravu jednotlivých vláken? U kterého vlákna jsou náklady (jak z hlediska ceny vstupní suroviny, tak z hlediska náročnosti přípravy) nejvyšší a nejnižší?
- Podařilo se i přes deklarovanou obtížnou zpracovatelnost připravit bez obtíží zkušební tělesa vstřikováním ze všech připravených směsí?
- V přehledu publikační činnosti autora jsou uvedeny dvě přihlášky světového patentu. Obě mají stejný název. Můžete k tomu podat vysvětlení?

Závěr:

Předložená práce představuje rozsáhlý soubor měření a diskusí nad aktuální problematikou využití přírodních a živočišných vláken jako plniva do termoplastické matrice. Z výsledků práce se jeví, že výsledky práce mohou nalézt uplatnění v praxi. Doktorand prokázal schopnost samostatné tvůrčí práce, ovládá vědecké metody a má hluboké teoretické znalosti v daném oboru. Výsledky disertační práce Ing. Martina Seidla přinášejí nové poznatky a jsou přínosem pro studovaný obor. Cíle disertační práce byly v plném rozsahu splněny.

Doporučuji disertační práci Ing. Martina Seidla k obhajobě a po úspěšném obhájení udělení titulu Ph.D.

doc. Ing. David Maňas, Ph.D.

Recenzní posudek disertační práce

Výzkum vlivů technologie přípravy a složek třífázových polymerních kompozitů plněných přírodními vlákny na zpracovatelnost a kinetiku fázových přechodů prvního řádu

Autor:
Ing. Martin Seidl
Katedra strojírenské technologie – Oddělení tváření kovů a plastů, Fakulta strojní, Technická univerzita v Liberci

Školitel:
prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld
Katedra strojírenské technologie – Oddělení tváření kovů a plastů, Fakulta strojní, Technická univerzita v Liberci

Recenzent:
doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.
Katedra materiálu, Fakulta strojní, Technická univerzita v Liberci

Předložená disertační práce pana Ing. Martina Seidla se zabývá problematikou volby složení třífázových kompozitních systémů na bázi polypropylénu, vybraných přírodních vláken a dvou typů vazných činidel a vlivem tohoto složení na technologii zpracování a kinetiku přechodů 1. řádu v navržených systémech. Práce navazuje na předchozí rozsáhlé studie provedené v oblasti možností využití přírodních vláken v polymerních systémech a doplňuje je. Cílem disertační práce je stanovení optimálního procesního pole pro navržená materiálová složení pro technologii injekčního vstřikování a hodnocení vlivu vyztužující fáze a vazných činidel na fyzikálně-mechanické vlastnosti a kinetiku fázových procesů tání a krystalizace.

Práce má 223 stran a je rozdělena do 10 kapitol. Kapitola 1 – Úvod – přináší základní informace týkající se problematiky kompozitních a polymerních materiálů v současnosti stejně jako využití přírodních vláken v těchto systémech. V této kapitole autor definuje cíle disertační práce. Kapitola 2 – Teoretická analýza přípravy kompozitních materiálů je značně obsáhlá a zabývá se podrobně problematikou polymerů, přírodních vláken, kompozitních materiálů, technologií přípravy plněných polymerních kompozitů, vstupními materiály pro tvorbu kompozitů a rozborem vybraných metod hodnotících strukturu, zpracovatelností a fyzikálně-mechanickými vlastnostmi kompozitních materiálů. Kapitola 3 – Příprava kompozitních materiálů a analýza jejich vlastností je věnována experimentu – přípravě přírodních vláken, kompaundaci kompozitních materiálů s přírodními plnivy a přípravě zkušebních těles a hodnocení vybraných parametrů zvolených k charakterizaci chování systémů. Dále následuje kapitola 4 – Shrnutí výsledků disertační práce, kapitola 5 – Přínosy disertační práce, kapitola 6 - Doporučení pro další výzkum, kapitola 7 – Závěr, kapitola 8 –

Seznam použité literatury, kapitola 9 – Přehled publikací k dané problematice a kapitola 10 – Seznam příloh.

Díky výše uvedenému členění kapitol a občasnému opakování tematiky není přesně jasné, zda se čtenář „pohybuje" ještě v části teoretické, nebo již v části experimentální. Autorovo ne vždy zcela jasné vyjadřování a drobné pravopisné chyby snižují čtivost textu. Značné množství provedených experimentů a jejich rozsáhlá diskuse vede k jisté nepřehlednosti. Závěr práce má popisný charakter, nejsou zde uvedeny konkrétní výsledky experimentu, ačkoli byly diskutovány.

K uvedené disertační práci mám následující připomínky a dotazy:

1) Autor disertační práce v textu používá pojem extrakce a to zejména ve spojení se získáváním přírodních vláken z rostlinného materiálu. Extrakce je však označení chemického procesu, ve kterém dochází podle definice k: „ přechodu složky ze směsi látek v kapalné či tuhé fázi do jiné kapalné fáze".
   Prosím o vyjasnění a zdůvodnění z jakého důvodu je tento výraz v práci používán.

2) Na straně 22 je v rámci kapitoly „Semikrystalické polymery" uveden výraz nuklid.
   Prosím o vyjádření, zda má tento výraz nějakou souvislost s diskutovaným tématem.

3) V textu se objevuje výraz hydroskopický. Jedná se o přepis?
   Prosím o vyjádření.

4) Na straně 28 je použit pojem separace v závorce rozvlákňování. Prosím o vysvětlení a zdůvodnění.

5) Jako kompatibilizační činidla byly využity silany (organosilany) nebo organosilikáty?

6) Vyjasněte část textu – strana 59:
   „Hranice mezi silnými Van der Waalsovými fyzikálními silami a chemickými vazbami není jasně specifikována."
   „Teoreticky je vznik chemických vazeb popisován jako chemické roubování."

7) Žádám o vysvětlení dvou protichůdných popisů. „Celulóza je hydrofobní." – strana 77 a následujícího odstavce o sorpci vody do celulózy na straně 79.

8) Co míní autor práce tvrzením, že ze snímků z rastrovacího elektronového mikroskopu je „poměrně zřetelná lamelární celulózová struktura vláken" – strana 111. Prosím o objasnění.

9) Prosím o vysvětlení tvrzení – strana 114: „Ze snímků SEM je patrné, že analyzovaná vlákna juty jsou dále seskupena do svazků, na jejich povrchu jsou patrné ligninové a pektinové útvary jakožto pozůstatky tmelících elementů, které vlákna ve svazcích

obklopují. Dalším charakteristickým rysem vláken juty je jinak hladká morfologie povrchu bez náznaku odkrytí celulózové struktury, což naznačuje stále přítomnost tuků a voskovitých substancí na povrchu vláken". Podobné tvrzení je na straně 198 v kapitole 4.1 náležící pod kapitolu 4 Shrnutí výsledků disertační práce.
Ze snímků z rastrovacího elektronového mikroskopu nelze určit chemické složení organických látek, tedy nelze analyzovat přítomnost organických tuků na organickém podkladu na bázi celulózy.

10) Je možné, že chemické sloučeniny na povrchu vláken (tuky, vosky) přispívají ke zvýšení pohyblivosti makromolekulárních segmentů a přejímají funkci maziva? – strana 194. Prosím o vysvětlení, zda je toto tvrzení možné akceptovat.

11) Který typ z použitých vláken je z hlediska porovnání všech hodnocených parametrů možné považovat za ideální.

12) Je možné vytvořit souborný přehled, ze kterého by bylo zřejmé, které experimenty byly provedeny a které výsledky jsou nejlepší.

Hlavní cíl disertační práce zaměřený na technologii zpracování a hodnocení navržených třífázových systémů a kinetiku přechodů 1. řádu byl splněn. Zvolený postup řešení studované problematiky je adekvátní uvedené problematice, výsledky experimentů jsou řádně zpracovány. Autor disertační práce je spoluautorem řady odborných publikací, udělených užitných vzorů a přihlášek patentů na národní i mezinárodní úrovni.

Ing. Martin Seidl v předložené práci prokázal odpovídající teoretické znalosti vztahující se ke zpracovávanému tématu a schopnost samostatně řešit zadanou problematiku. Výsledky byly diskutovány, z diskuse vycházejí závěry, přínosy práce a doporučení pro další výzkum. Disertační práce má odpovídající stavbu a dobrou grafickou úroveň.

Předložená práce vyhovuje požadavkům kladeným na disertační práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů a podle studijního a zkušebního řádu Technické univerzity v Liberci ze dne 23. září 2009.
Po jejím úspěšném obhájení doporučuji udělení akademického titulu Ph.D.

Disertační práci pana Ing. Martina Seidla doporučuji k obhajobě.

V Liberci, 11. 11. 2015

doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.

POSUDOK DIZERTAČNEJ PRÁCE

Názov práce:

Výzkum vlivů technologie přípravy a složek třífázových polymerních kompozitů plněných přírodními vlákny na zpracovatelnost a kinetiku fázových přechodů prvního řádu

Meno doktoranda: Ing. Martin Seidl

Meno vedúceho : Prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld.

Oponent: doc.Ing.Antonín Náplava,CSc.

Organizácia, kde sa práca vypracovala: Liberecká Univerzita, Fakulta strojní

1. Aktuálnosť práce

Téma dizertačnej práce je veľ mi aktuálna. Plastov sa používa viac, ako železa aj farebných kovov dokopy, samozrejme keď zoberieme ako parameter objem, nie hmotu.

Keď všetko prerátame na trojrozmerný priestor, a nebudeme sa pozerať na hmotnosť, podľa SI sústavy , tak potom je plastov oveľa viac ,ako všetkých kovov

Veď napríklad v bežnom aute, osobnom je 125-150 kg plastových súčiastok, keby to bolo zo železa, tak je to krát 7,7 = takmer 1000kg, aké by len boli tie autá ťažké, pomalé, zabárali by sa v lete do vozovky a mali by veľkú spotrebu.

2.Splnenie cieľa a metódy spracovania

Splnenie cieľa bolo vyplnené na takmer 100%, čo bol zadefinované, bolo splnené. **Metódy spracovania dizertácie** zodpovedajú danému problému riešenia. Na základe zvolených metód sa dosiahli primerané výsledky. Doktorand využil progresívne metódy hodnotenia vlastností na báze DSC,TG a ďalších metód. Reologické vlastnosti s využitím ITT síce charakterizujú tok taveniny, no nehovoria nič o tom ako sa bude systém správať v reálnej technologickej situácii. Tu je treba merať tokové krivky na LCR !

3.Výsledky dizertačnej práce

Celková koncepcia práce je na veľmi dobrej úrovni a okrem teoretických princípov prináša aj zaujímavé poznatky pre „composites material properties and technology" ,kde sa ešte stále stavia viac na praktických ako na „sofistikovaných systémoch". Analýza získaných informácií je na dobrej úrovni, bolo čerpané z domácich aj zahraničných zdrojov, čo sa aj primerane premietlo do spracovania teoretickej a praktickej časti dizertácie. **Praktická aplikovateľnosť práce** je jednoznačná, výsledky preukázali, že kompozity na

báze prírodných vlákien s využitím kompatibilizátorov umožňujú dosiahnuť technologicky zaujímavé parametre a možno nielen navrhovať nový produkt, no ja optimalizovať jestvujúcu technológiu, pripravenú ešte „klasickým" spôsobom. Logika a štylistická úprava práce je na dobrej úrovni, čo možno konštatovať aj o „grafickej úprave".

Výsledky a nové poznatky preukázali, že využitím prírodných vlákien, hoci s PP sú nekompatibilné, použitím špeciálnych kompatibilizátorov, možno dosiahnuť zaujímavé aplikačné vlastnosti produktov, čoho dôkazom je aj celý rad prihlášok patentov.

4.Teoretické znalosti a význam pre vedný odbor

Doktorand spracoval poznatky z literatúry na dobrej úrovni z celého sveta. Výber a triedenie prameňov bolo optimálne, zo zdrojov extrahoval zásadné informácie, ktoré pomohli k celkovej dobrej úrovni vlastnej dizertačnej práce. Vyvodenie vlastných záverov z literatúry je primerané zvolenej téme, a je v súlade so zadaním dizertácie.

Ďalší rozvoj pre vedu aj techniku pozostáva v tom, že bolo preukázané, ako možno pripraviť na prvý pohľad neznášanlivé zložky, do zaujímavého systému, využitím kompatibilizátorov. Bolo by veľmi zaujímavé vypočítať parametre rozpustnosti použitého PP a vláknitých systémov.

Predložená dizertačná práca spĺňa nároky kladené na tento druh prác a preto ju

doporučujem prijať k obhajobe pred štátnou skúšobnou komisiou

a udeliť titul Ph. D.

Pripomienky k dizertačnej práci:

- práca je príliš rozsiahla, najmä v úvodnej časti obsahuje veľa známych faktov a dala by sa zostručniť. Napríklad na SjF STU, sa počet strán pohybuje cca 120, a ďalšie sa rieši prílohami.
- S.62, okrem uvedených faktorov, ako geometria, objemový podiel, povrch a zmáčavosť by bolo zaujímavé stanoviť „parametre rozpustnosti" daných polymérov. Príklad výpočtu podľa kolektívu autorov z MtF STU (Polakovič ai.) poukazuje na vysokú mieru neznášanlivosti systému., možno porovnať parametre rozpustnosti PP a celulózy nasledovne:

$$\sigma = (HSE)^{1/2} = [(L - RT)/V]^{1/2}$$

kde HSE je "hustota súdržnej energie" [$(cal/cm3)^{1/2}$]
L je vyparovacie teplo
V mólový objem
R konštanta
T teplota

Zmes celulozy a PP

Celulóza ($C_6H_{10}O_5)_n$, + PP

$\sigma = \rho \Sigma G / M$

σ celuloza = 1,50 (6x310)+ 4(x70)+6x (28) / 162 = 14,24

σPP = 0,917(133+ 28+ 214)/ 42 = 8.187

$\sigma PP < \sigma Cel$ Δ= 6,053 nekompatibilné

Možno konštatovať, že na základe stanovených parametrov rozpustnosti, výpočtom podľa jednotlivýcn štruktúrnych skupín, porovnaním hodnôt, tieto nevykazujú rozdiel v rámci 1 jednotky, čo je predpokladom kompatibility zmesi.Stanovená hodnota 6,053 je veľmi vysoká a predikuje nutnosť použitia kompatibilizačného systému.

- S.66, aké zariadenie sú „ míchací mlýny“, nejedná sa náhodou o miešacie kalandre ???.
- S.67 , treba podčiarknuť, že jednozávitovkové extrudéry sú vhodné iba pre malé koncentrácie plnív do 10%, na vyššie stupne sú jednoznačne použitelné iba dvojzávitovky
- S.68, plnivo je optimálne prídávať cca v 1/3 do taveniny, čo je dôležité najmä u vláknitých, aby nedochádzala ku skracovaniu dľžky plniva
- S.72 - 80, sú zbytočne rozsiahle, stačili iba vlastnosti vlákien
- S.84, rotačné viskozimetre nie sú pre plasty vhodné, jednoznačne sú lepšie LCR, prípadne laboratórne extrúdery
- S.125-138, hodnotenie ITT umožňuje naozaj iba nástin reologického správania sa, pretože údaje ITT sú iba jedným miestom na tokovej krivke. Tu by som chcel poukázať na prácu Vášho kolegu Běhálka
- S.197, na vyjadrenie vplyvu koncentrácie plniva by bolo výhodnejšie použiť stlpcový diagram
- S.218-222, veľmi pozitívne hodnotím publikačné aktivity, ako aj patentové prihlášky
-

Otázky k dizertačnej práci:

1. Využili sa poznatky „dizertácie“ aj na realizáciu konkrétnych výrobkov, a kde????

V Trnave, dňa 9.novembra 2015.

doc.Ing.Antonín Náplava,CSc.

oponent