

Oponentský posudek k disertační práci

Autor disertační práce : Ing. Roman K N Í Ž E K
Obor doktorského studia : 3106V008 - Textilní technika
Studijní program : P3106 – Textilní inženýrství
Školitel : prof. RNDr. Oldřich Jirsák, CSc.

Název disertační práce :

Teoretická a experimentální analýza struktury a vlastností polopropustných membrán pro oděvní účely

Tato disertační práce měla za cíl prostudovat a popsat vývoj nanovláknenné membrány pro sportovní a outdoorové oblečení za účelem zvýšení komfortních vlastností těchto oděvů. Výstupem pak byla nejen podrobná teoretická rešerše, ale především nově vyvinutá nanovláknenná membrána s předem jasně definovanými vlastnostmi a z ní vyrobené dvou a třívrstvé lamináty pro oděvní účely. Konkrétní cíle a úkoly jsou přesně specifikovány v kapitole 1.

Disertační práce obsahuje teoretickou část v kapitolách 2-5, silnou praktickou část obsahující výsledky měření v kapitolách 6-8, závěr a zhodnocení výsledků a nových poznatků v kapitolách 9-10. Práce je srozumitelně členěna a dá se v ní dobře orientovat.

V kapitole 3 je v přehledu popsán náhled na komfort textilií a definována jednotlivá hodnotící kritéria pro jejich posuzování jako *propustnost textilií pro vodní páry* - porovnány i ukazatele MVTR a Ret, popsán přenos tepla a vlhkosti včetně rozsáhlého aparátu výpočtů jednotlivých typů přenosu, *propustnost textilií pro vzduch* a *hydrostatická odolnost textilií*. Pro tyto tři charakteristiky jsou také stanoveny optimální hodnoty pro nově vyvíjené textilie. Samostatná podkapitola je věnována vrstvenému oblékání s popisem materiálů vhodných pro transportní, izolační a ochrannou vrstvu a rozdělením na jednotlivá roční období. Popis funkcí jednotlivých vrstev je naprosto přesný, přesto panuje nejasnost pojmů především u obchodníků s outdoorovým oblečením, kteří jsou v práci citováni (thermo; micro; funkční prádlo).

V kapitole 4 je popsán přehled průmyslově vyráběných nanovláknenných membrán a byla provedena i patentová rešerše této oblasti. Nejčastěji jsou používány hydrofobní (mikroporezní) a hydrofilní (neporézní) membrány. Z provedené rešerše vyplynula nutnost

zabývat se vývojem nanovlákněné membrány včetně jejího spojení s dalším textilním materiálem (tkanina, pletenina) při dosažení odpovídající hydrostatické odolnosti.

Přehled kroků potřebných k vývoji nanovlákněné membrány je zobrazen v kapitole pět. Jsou popsány doposud známé typy výroby nanovlákněných vrstev (elektrostatické zvlákňování – Nanospider i Spin Line a odstředivé zvlákňování - Forcespinning). Dále jsou popsány jednotlivé polymery vhodné a nejčastěji používané pro výrobu membrán – polyuretan a polyamid a i zde byl podrobně popsán současný stav poznání. Podkapitola 5.3 se věnuje hydrofobizaci nanovlákněné vrstvy za účelem zvýšení její hydrostatické odolnosti. Jako nejvhodnější byly vybrány úpravy na bázi silikonu a fluorkarbonu. Podrobně je popsána plazmatická úprava nízkovakuovou plazmou, která byla následně realizována v experimentální části – viz 5.4.

Doktorand v této kapitole také popisuje jednotlivé typy laminátů-dvouvrstvý, dvou a půl vrstvý, třívrstvý, Z-Liner a věnuje se i procesům potřebným pro vznik laminátů, to jest nánosování a podlepování – opět s detailním popisem těchto operací včetně parametrů a dostupného technologického zařízení. I zde byla provedena rešerše aktuálního stavu laminace nanovlákněných vrstev.

V experimentální části postupoval autor podle schématu popsaného v kapitole pět. Je zde oddělena výroba vzorků na TU v Liberci a následně poloprovozní výroba v průmyslových podmínkách. Jsou definovány i měřicí přístroje pro stanovení parametrů (paropropustnost, prodyšnost, hydrostatická odolnost, hydrofobita, úhel smáčení a odolnost v praní) a způsoby statického vyhodnocení dat (μ , test shody středních hodnot, jedno a dvoufaktorová analýza rozptylu). Nanovlákněná vrstva byla vyrobena z PU a PAD na všech třech dostupných technologiích popsaných v teoretické části. Byla vyřazena technologie Spin Line (nerovnoměrná vrstva) i odstředivé zvlákňování (vysoká objemnost vrstvy). Dle mého názoru doktorand dobře stanovil rozsah vyráběných membrán v rozmezí 1-5 gr/m² za účelem vhodné funkčnosti a optimálních nákladů. Následně byla provedena hydrofobizace nanovlákněné vrstvy na fuláru, postřikem a nízkovakuovou plazmou. Byla testována také různá koncentrace a doba smáčení použitých impregnačních roztoků na bázi silikonu a fluorkarbonu. I zde je velmi dobrý popis podmínek provádění experimentu z hlediska nastavení jednotlivých parametrů. Nejlepších výsledků bylo dosaženo plazmatickou úpravou na membráně z PA6 hydrofobizované fluorkarbonem. Závěrečnou operací byla laminace ve firmách Interlana a Lacom a vytvoření a testování dvouvrstvého a třívrstvého laminátu při kombinaci nánosování a podlepování.

Výsledkem této velmi rozsáhlé a pečlivě provedené experimentální činnosti byl návrh konkrétních materiálů a použitých technologií pro získání finálního produktu. Oceňuji především to, že autor odzkoušel všechny dostupné způsoby technologií a použitých materiálů, které navzájem porovnal a vybral nejlepší variantu, kterou realizoval v plánovaném experimentu v poloprovozních průmyslových podmínkách.

Za naprosto nový lze tedy považovat vyvinutý dvou a třívrstvý laminát vyrobený na Nanospideru z PA6, plazmaticky upravený flurokarbonem, který dosahuje stanovených vlastností a lze jej použít pro oděvní účely v oblasti sport a outdoor.

Za inovativní také považuji studium a popis v jednotlivých fázích experimentu včetně vyvození jasných a praktických závěrů. Z práce je vidět, že autor si tuto problematiku plně osvojil a že v tomto oboru aktivně a cílevědomě pracuje. Auto také svojí prací aktivně přispěl k rozvoji tohoto oboru.

Bohatá je také publikační činnost autora uvedená v příloze, zahrnující publikace v odborných časopisech, knihách a sborníky z konferencí. Velmi významná je také oblast ochrany duševního vlastnictví, kde je Ing. Knížek autorem jedenácti patentů a užitných vzorů!

K formální a jazykové úpravě mám následující drobné připomínky :

- Strana 31 – 2x se vyskytuje věta „U sportovních oděvů (např. dresů).....“ ;
- Strana 60 převijícími a odvíjícími se válci;
- Strana 69..... poslední odstavec - autor uvádí v textu podlepování, jde však o nánosování, jak vyplývá z kontextu;
- Strana 110..... „.....se nejednalo o neupravenou vrstvu – **správně mělo být jednalo se o neupravenou vrstvu, atd.,**

Tyto a ostatní malé chyby lze označit za drobné překlipy a nemají žádný vliv na vysokou odbornou úroveň celé práce. V práci je také odpovídající množství tabulek s výsledky a fotodokumentace. Pouze bych doporučil u vyhodnocování a porovnávání jednotlivých parametrů a technologií použít sloupcové grafy pro větší přehlednost dosažených výsledků.

Na doktoranda mám následující otázky:

- Jaká bude cenová konkurenceschopnost nově vyvinutého dvou a třívrstvého laminátu ve srovnání s komerčně dodávanými materiály bez nanovláken (odborný odhad) ?

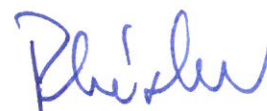
- Jakým způsobem lze zvýšit odolnost laminátu při praní aby bylo dosaženo požadovaného počtu cyklů údržby (10 a více) ?

Disertační práci jako celek považuji za vysoce inovativní a přínosnou po teoretické i praktické stránce. Cíle stanovené v zadání disertační práce byly zcela splněny. Výstupy z disertační práce pozitivně ovlivní teoretickou oblast (oceňuji četné publikace v odborných knihách, časopisech a na konferencích) tak i výrobní a experimentální praxi (navržené průmyslové užité vzory a patenty).

Závěr :

Doporučuji disertační práci k obhajobě.

V Ústí nad Orlicí 17. dubna 2016



Ing. Jiří Procházka

Oponentní posudek
disertační práce Romana Knížka
Teoretická a experimentální analýza struktury a vlastností polopropustných
membrán pro oděvní účely.

Předložená disertační práce popisuje technickoingenýrské řešení a vývoj oděvní textilie, obsahující nanovláknennou membránu. Zvolené téma je zřejmě aktuální a významné pro rozvoj oboru. Vzhledem k tomu, že nejsem odborník na textilní materiály pro oděvnictví, posuzoval jsem práci především z obecných hledisek a obecných požadavků na disertační práci.

Hned v úvodu posudku konstatuji, že práce je uspořádána velmi chaoticky a nepřehledně. Není zachováno obvyklé členění disertačních prací na 1. Úvod, 2. Přehled dosavadních poznatků, 3. Cíl práce, 4. Experimentální část, 5. Výsledky a diskusi a 6. Závěr. Informace o dosavadních poznatcích i popisy experimentálních postupů jsou roztroušeny po celé práci vždy k jednotlivým částem technického řešení, což velmi ztěžuje orientaci čtenáře a zamlžuje, co disertant dělal sám a co se rutinně dělá někde v provozu či na jiných pracovištích, co je známé a co je nové. Práce je napsána dosti nedbale a obsahuje velké množství překlepů, špatných formulací a chyb, u některých se dále zastavím.

1. Seznam symbolů je neúplný, neboť v textu je uvedeno množství dalších symbolů a zkratk, z nichž řada není vysvětlena ani v místě, kde se vyskytují. Již tento Seznam, umístěný na úplném začátku práce, obsahuje překlepy např. prcházející – procházející, Reynoldsova čísla – Reynoldsovo číslo, polyuretan – polyurethan, polyvinylidenefluoride – polyvinylidenfluorid, polydimethylsiloxane – polydimethylsiloxan, termoplastický polyuretan – polyurethan. Disertační práce je práce vědecká, a proto by v chemických názvech mělo být důsledně užíváno „th“, např. methyl, ethanol, polyurethan. Na některých místech práce je to tak používáno, jinde nikoliv.
2. Cíl práce by měl být uveden až po přehledu poznatků, z něhož má vycházet. Cíl práce na str. 15 je formulován velmi vágně – „vyvinutí laminované textilie s nanovláknennou membránou a s vhodnými komfortními vlastnostmi“. Jak je míněn obrat že „prakticky neexistuje téměř žádný výrobce na světě“?
3. Kapitola „2. Přehled současného stavu problematiky“ v rozsahu dvou stran je naprosto nedostatečná, mohla by snad rozšířit „Úvod“, je napsána spíše jako příspěvek do populárně naučného časopisu. Je pravdou, že současný stav problematiky je dále uváděn na několika místech pod různými názvy vždy k jednotlivým řešeným problémům, avšak tento způsob je pro disertační práci nevhodný.
4. Podobným stylem je psána i kapitola „3. Komfort textilií“, kde se autor několikrát odkazuje sám na sebe (citace [1]). Tato kapitola je zaplněna množstvím informací, které s vlastním řešením souvisejí jen částečně, nebo vůbec. Zřejmě byly opisovány prakticky celé kapitoly příslušných literárních zdrojů. Např. část o ustáleném vedení tepla v tyči na str. 22 je celá okopírována i se symboly a vzorci z Wikipedie, odkaz není uveden. Podobně není zřejmý důvod detailního popisu proudění tekutin a kritérií

podobnosti tepelné konvekce, když ve vlastní experimentální práci se tento přístup neobjevuje. Na str. 29 má být zřejmě Fickova zákona, nikoliv Fricova. Podkapitola „3.4 Vrstvené oblékání“ opět připomíná příspěvek do populárně naučného časopisu.

5. Dalším příkladem pochybného přístupu disertanta k sepisování disertační práce je podkapitola 5.2.1 Polyuretany (správně polyurethany). Tato kapitola je doslovně (avšak s mnoha chybami) opsána z monografie Polymery, přičemž zde uvedené citace [19] a [20] se týkají úplně jiné problematiky. Je zde opsáno prakticky vše o polyurethanech, hlavně o pěnách a elastomerech, které se disertace vůbec netýkají. Relativní reaktivita *prim* a *sec* OH je 1:0,3 nikoliv 1:0,03. Co znamenají čísla u názvů polyisokyanátů (3.3/1), (3.3/2), (3.3/3)? Při opisování se zřejmě přehlédl o řádek, takže nedokončená věta „... přichází na trh jako směs s obsahem 2,4 izomer.“ by měla končit „...s obsahem 2,4 izomeru 80% (b.t. 13,5 °C) nebo 65% (b.t. 5 °C); zbytek je 2,6 izomer.“ Doslovně je opsána i část o polyolech, avšak opět se špatným literárním odkazem [20], který se podle názvu článku týká transportních vlastností porézních membrán.
6. Na str. 52 je nesprávně „laktánů“ místo „laktamů“, úsměvná je věta „Jako základní surovina pro výrobu vláken z polyamidu 6 se používá fenol, který se mění na cyklohexanol, následuje cyklohexanon, cyklohexanonoxim a pak Beckmannův přesmyk na kaprolaktam“. V podstatě to je pravda, avšak jako výchozí v tomto řetězci by mohl být i kumen nebo benzen BTX frakce z katalytického reformování nebo samotná ropa. Formulace „Polymerací vzniká směsí kaprolaktamu s vodou a ohříváním na 220°C v inertní atmosféře. Surový hydrolytický polyamid obsahuje vždy volný 6-kaprolaktam, který se musí zbavit vypíráním granulí vodou...“ je nesrozumitelná a jazykově nesprávná. Na následující straně 53 bije do očí slovo „hydrolytického polyamidu 6“ místo „hydrolytického“, „do zvláknovacích trysk“ místo „trysek“. Rovněž věta „Kromě již zmíněného PU se při výrobě nanovláknenných membrán použil PA 6.“ nezní příliš česky.
7. Vlastní experimentální práce zřejmě začíná kapitolou 6., která je však nečekaně nazvána „Analýza výroby nanovláknenné membrány“, a která je opět rozmělněna popisem zkušebních metod a nesystematickým popisem různých operací na laboratorním zařízení a na zařízeních firem Nanovia, SPUR a Kertak. Není v silách oponenta se podrobně zabývat všemi nedokonalostmi práce, proto uvádím jen některé. Např. v kapitole „6.2. Výroba nanovláknenné vrstvy“ na str. 81 má být zřejmě „Larithane 1086“ místo „14806“, na str. 82 v podkapitole „6.2.2 Polymerní roztok PA6“ je popis přípravy roztoku polyamidu nejasný, navíc je uvedeno, že byl rozpouštěn polyamid 9T, nikoliv PA6. Směs 56 % kyseliny octové a 34 % kyseliny mravenčí není 100 %, Jaké byly skutečné koncentrace použitých kyselin? Polyamid 9T je chybně a nedostatečně specifikován, jedná se ve skutečnosti o aromaticko-alifatický polyamid na bázi kyseliny tereftalové a 1,9-nonandiaminu.
8. V disertační práci by u všech použitých surovin a materiálů měl být uveden dodavatel a přesná specifikace materiálu podle technické dokumentace od dodavatele (složení, molekulová hmotnost, bod tání krystalické fáze, teplota skelného přechodu amorfní fáze apod.). Všechny potřebné údaje ke všem použitým surovinám, materiálům a chemikáliím by měly být soustředěny v kapitole „Experimentální část“. V této kapitole by měly být rovněž soustředěny informace o všech použitých postupech, strojích a zařízeních, zkušebních přístrojích, tkaninách a zkušebních metodách.

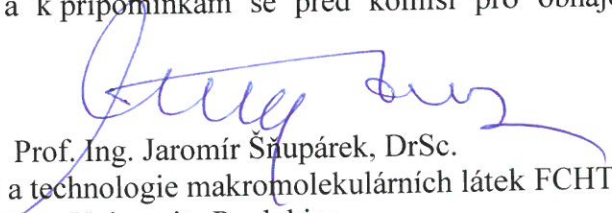
Z jakého materiálu byla vyrobena textilie Spunlace od fy DuPont? 100% PL? Zkratka PL není vysvětlena. Z obrázku 34. nic nevyplývá, je to plst?

9. Jak je to s těmi hypotézami? Na str. 85 je jak pro H_0 , tak pro H_1 uvedeno $\mu_{sl} = \mu_{sl}$.
10. Je třeba pozitivně hodnotit množství vzorků nanovlákných vrstev, které disertant statisticky vyhodnotil a porovnal. Výsledky dalších operací, tj. hydrofobizace a laminování jsou uvedeny v mnoha tabulkách a přílohách, ze kterých však není zcela zřejmé, které materiály byly podrobeny příslušným operacím.
11. Opět chybí specifikace co je Lukofix T 40 D, co je katalyzátor C 48, co je Nuva FDS. Legenda k tabulkám 10 – 15 je 4x zkopírována s chybami – v každé legendě je 3x „čsa“ místo „čas“. Čas je v m (metrech)?
12. Marně jsem hledal specifikaci použitých podkladových a podšívkových tkanin, až na str. 111 jsem našel zmínku o syntetické tkanině z PA a na poslední stránce popisu experimentů (str. 113) je neobratně sděleno že „Pro ověření této teorie se použila tkanina PA/CO 50%/50%.“ O jakou teorii jde? Byla tato tkanina použita i v jiných pokusech? Je totiž jiná než ta, která je uvedena na str. 111. Pro specifikaci podšívky stačí říci, že je to podšívká? Jsou to utajované informace?
13. Kapitola „9. Diskuse výsledků“ není žádnou diskusí, nýbrž pouhou rekapitulací provedených prací a dosažených výsledků, a to jen s velmi obecným závěrem, že „V disertační práci se docílilo velmi dobrých a zajímavých výsledků...“. Určitou snahu o diskusi nalezených dat lze nalézt na několika místech v předcházejících kapitolách.
14. „Seznam použité literatury“ není zpracován jednotně, časté jsou neúplné citace časopisů, špatně přiřazená čísla v textu, chyba je i ve jménu školitele ([35] Jirsík). Proč v seznamu publikací autora v odborných časopisech jsou v položce 5. citování autoři formou Tereza, H., Vladimír, B., Roman, K., atd.? V seznamu užitečných vzorů a patentových přihlášek zase nejsou uvedeni žádní autoři (je jediným autorem disertant?).

Závěr

Přes silné výhrady, které mám k iritujícímu způsobu zpracování disertační práce po stránce formální i věcné, po nahlédnutí do Studijního a zkušebního řádu TUL konstatuji, že práce svým způsobem obsahuje všechny požadované náležitosti podle čl. 21 odst. 3 a) až i). Práce také zřejmě přispívá k rozvoji oboru, má charakter vývojové práce a dokumentuje relativně přímočarý vývoj laminované tkaniny s polopropustnou membránou, přičemž dosažené kvalitativní parametry textilie jsou příznivé a naplňují tak cíl práce. Disertant prokázal znalosti a technickou erudici v oboru, je spoluautorem několika publikací v odborných časopisech, užitečných vzorů a patentových přihlášek, proto doporučuji, aby bylo umožněno Ing. Romanu Knížkovi práci obhajovat a k připomínkám se před komisí pro obhajobu vyjádřit.

2016-03-31


Prof. Ing. Jaromír Šňupárek, DrSc.
Ústav chemie a technologie makromolekulárních látek FCHT
Univerzita Pardubice