

Oponentský posudek disertační práce

Autor: **Ing. Tomáš Kalous** (FT TU v Liberci)

Název: **Studium technických možností střídavého elektrického zvlákňování**

Oponent: **doc. RNDr. Jan Jirsák, Ph.D.** (PřF UJEP v Ústí n. L.)

Práce Ing. Kalouse pojednává o elektrickém zvlákňování pomocí střídavého napětí, což je zajímavá metoda se značným technologickým potenciálem, která je probádána o dost méně, než tradiční stejnosměrná varianta. Proměnlivý VN signál zavádí do procesu electrospinningu další úroveň komplexity, která přináší nové možnosti „ladění“ procesu, ale i implementační problémy. V předložené práci čítající 84 stran, 69 obrázků a 20 tabulek autor prokázal, že se v technických aspektech procesu dobře orientuje a je schopen posunout hranici poznání v oblasti střídavého zvlákňování vlastním výzkumem. Práce má dle mého názoru výrazný technologický přínos. Popisuje sofistikovaná technická řešení o jejichž původnosti svědčí i patent udělený autorovi v loňském roce. Mám-li ovšem práci posuzovat jako fyzikální chemik a badatel základního výzkumu, shledávám u ní jisté rezervy.

Vlastní publikační aktivita kandidáta je nadprůměrná: 5 článků s dobrým IF a 4 patenty. Nutno ovšem podotknout, že ani u jednoho z těchto výsledků není Ing. Kalous prvním autorem. Na Web of Science jsem též našel 7 článků Ing. Kalouse v konferenčních sbornících (z let 2015–2017), z nichž u tří je uveden jako první autor.

Nejdříve se vyjádřím k největším kladům práce, přestože k tomu, jako teoretik, nejsem úplně kompetentní – jedná se totiž o technická řešení vyvinutá a realizovaná autorem práce. Z výsledků práce je patrná značná schopnost autora přizpůsobit existující řešení novým podmínkám či vytvářet řešení zcela nová. Obdiv si jistě zaslouží autorem vyvinutá (a patentovaná) přeplavovaná elektroda se šroubovou pumpou, ale zaujmou i zdánlivé maličkosti, jako např. modifikace rotačního viskozimetru pro měření vodivých roztoků v elektrickém poli. Obdivuhodná je též šíře znalostí a dovedností, které si autor musel osvojit, aby mohl provést související laboratorně-technické úkony či uskutečnit a vyhodnotit doprovodná měření. Ke svým experimentům si doktorand ve většině případů vybral vhodné metody a snažil se je aplikovat i interpretovat co nejsprávněji. Oceňuji snahu autora budovat si interdisciplinární vhled na základě studia literatury i vlastních úvah.

O poznání menší nadšení budí styl, jakým je autorova výzkumná a vývojová činnost prezentována v samotném textu disertace. Nejenže práce obsahuje mnoho jazykových i technických chyb, ale ani její struktura ne zcela odpovídá standardům vědecké prezentace. Již základní členění je přinejmenším netradiční, neboť postrádá obvyklou výsledkovou část. Výsledky jsou promísены s použitými metodami v experimentální části, přičemž metody jsou mnohdy popsány nedostatečně – např. se čtenář vůbec nedozví, jakým způsobem byly pořízeny snímky na obr. 21 nebo jak byla měřena distribuce průměrů vláken. Cíle práce jsou stanoveny vágně a příslušný odstavec je stylisticky

„kontaminován“ nástinem obsahu práce. Rozpačitý dojem budí i četné nepodložené a neozdrojované hypotézy, často na ne zrovna vhodných místech. Světlym bodem je poměrně relevantní výběr literatury (celkem 57 odkazů), byť by si bibliografie zasloužila více recentních zdrojů.

Po odborné stránce mi, coby fyzikálnímu chemikovi, nejvíce vadí způsob, jakým jsou popsány vlastnosti a interakce amidové vazby. Autor se odchyluje od etablovaných poznatků chemické vědy terminologicky i věcně. Hypotéza o významu můstkové elektrostatické interakce polymerních řetězců přes divalentní oxoanion není dle mého názoru ničím podepřená. V tomto bodě bych chtěl kritiku trochu vyvážit oceněním autorovy snahy se vůbec nějaké molekulární podstaty dobrat, což je velmi důležité a chvályhodné. Autor se pro odpovědi na své otázky odvážně vydal do oblasti, ve které nebyl školen, a poctivě se snažil nalézt pravdu na základě vlastního studia. Jsem přesvědčen, že pár konzultací s libovolným chemikem by autorovy úvahy bývalo usměrnilo do přijatelné podoby.

Závěr:

Předkládaná práce po praktické stránce splňuje požadavky na doktorskou disertaci, zejména pro svůj přínos k využití technologie elektrického zvlákňování (nejsem ovšem technolog, takže by toto moje stanovisko nemělo být považováno za vyjádření experta z oboru). Z vědeckého hlediska jsem ovšem v práci shledal vážné nedostatky, které její hodnotu jakožto vědecké publikace výrazně snižují. Jisté je, že kandidát prokázal schopnost aktivně se podílet na tvůrčí činnosti svého pracoviště a že cíle vytyčené v práci splnil. Po pečlivém zvážení všech uvedených skutečností práci **doporučuji k obhajobě**.

V rámci obhajoby by měl autor zodpovědět následující dotazy:

1. Kdo a přesně jakým způsobem pořizoval snímky z elektronového mikroskopu?
2. Jak jste se vypořádal s možnou hydrolýzou/degradací roztoků PA?
3. Jak silné elektrické pole (ve vztahu k přiloženému napětí) očekáváte uvnitř vodivého roztoku mezi deskami při měření viskozity?
4. Jak byl měřen průměr vláken a kým bylo měření provedeno? Jak byla stanovena příslušná směrodatná odchylka a interval spolehlivosti?
5. Jaký byl Váš podíl na vývoji a výrobě jednotlivých „domácích“ zařízení a aparatur použitých ve Vaší disertaci?

20. 3. 2020 v Mělníku

doc. RNDr. Jan Jirsák, Ph.D.

.....

OPONENTNÍ POSUDEK DISERTAČNÍ PRÁCE

Student: **Ing. Tomáš Kalous**
Oponent: **prof. Ing. Roman Čermák, Ph.D.**
Téma: **Studium technických možností střídavého elektrického
zvlákňování**

Polymerní materiály mají díky své makromolekulární povaze unikátní schopnost tvořit při zpracování vlákenné útvary, které vykazují celou řadu mimořádných vlastností. Na prvním místě lze bezpochyby uvést pevnost plynoucí z anizotropního uspořádání polymerních řetězců, díky čemuž mohou být vlákenné útvary organizovány do mechanicky velmi odolných výrobků, jako jsou lana, tkaniny nebo pleteniny. Další zajímavou vlastností je měrný povrch vlákenných útvarů, který roste se snižujícím se průměrem vláken. V tomto ohledu vynikají netkané textilie z nanovláken, které mají např. vynikající filtrační schopnosti. Průmyslové zpracování polymerních materiálů do tkaných, pletených či netkaných textilií je oblast, kde Technická univerzita v Liberci a její Fakulta textilní vykazují jednoznačnou dominanci v kontextu České republiky a významnou pozici ve srovnání světovém. Student Ing. Tomáš Kalous si pro svou disertační práci vybral téma navazující na dosavadní úspěchy Fakulty textilní při studiu a zejména pak průmyslové realizaci elektrospinningu, tedy zvlákňování polymerních materiálů za použití vysokého elektrického napětí. Tuto oblast se rozhodl obohatit o znalosti při práci se střídavým vysokým napětím, jelikož těžiště doposud publikovaných prací leží v použití vysokého napětí stejnosměrného.

Členění disertační práce je tradiční – obecný úvod a cíle disertační práce následuje teoretická část, za níž je zařazena rozsáhlá experimentální část s komentovanými výsledky, poté diskuse a vše je shrnuto v závěru, včetně přínosu pro vědecké poznání a praxi a dalšího možného směru rozvoje studované oblasti. Vyjma anglického abstraktu je práce napsána v jazyce českém, a to na velmi dobré úrovni s nízkým výskytem překlepů, gramatických chyb (student však neochvějně opakuje hručku „vyplívá“) a neobratných formulací. Co se grafického zpracování týče, nelze se vyhnout kritice obrazového doprovodu textu. Jednotlivé obrázky jsou co do kvality velmi rozdílné a mnohé špatně čitelné, což nepomáhá celkovému pochopení textu.

Teoretickou část tvoří pět podkapitol. Hned první vysvětluje fundamentální rozdíly mezi použitím stejnosměrného a střídavého zdroje vysokého napětí při elektrospinningu. Důkladnému popisu zvlákňování pomocí stejnosměrného vysokého napětí je věnována druhá podkapitola, která přináší i vysvětlení a popis průmyslových řešení vyvinutých na Fakultě textilní. Třetí podkapitola se již věnuje teoretickému vysvětlení a popisu východisek pro elektrospinning prováděný za použití střídavého zdroje vysokého napětí. Další dvě podkapitoly se věnují molekulárním předpokladům zvlákňování v elektrickém poli. Nejprve jsou ve čtvrté podkapitole detailně diskutovány nekovalentní mezimolekulární interakce polymerních řetězců a jejich úloha při zvlákňování, včetně popisu experimentálních metod pro jejich kvantifikaci. A konečně pátá podkapitola přináší informace o možnostech řízení mezimolekulárních interakcí v polymerním roztoku za použití anorganických a organických kyselin. Celá teoretická část je napsána poměrně srozumitelně a řádně odcitována. Student jednoznačně dokázal, že se v dané problematice výborně orientuje a je schopen zkompileovat přehledný text.

Rozsáhlá experimentální část má třináct podkapitol a představuje těžiště celé disertační práce. První podkapitola si všímá praktických rozdílů mezi stejnosměrným a střídavým elektrospinningem roztoku polyamidu 6. Ve druhé podkapitole student přináší popis vývoje zařízení pro elektrospinning ve střídavém poli, které umožňuje produkci nanovláknenné vrstvy v poloprovozním objemu. Jelikož je pro úspěšné zvlákňování ve střídavém napětí důležitý elektrický vítr, který unáší vznikající nanovláknennou vlečku, třetí podkapitola se věnuje možnostem jeho měření. Popisná čtvrtá podkapitola přináší informace od výrobců základních experimentálních materiálů pro přípravu zvlákňovacích roztoků – polyamidu 6 a kyseliny mravenčí a octové. V páté podkapitole je popsáno kontinuální zvlákňování polyamidu 6. Další dvě podkapitoly už přinášejí popis zvlákňování roztoků polyamidu 6 modifikovaných různou koncentrací kyseliny sírové, metansulfonové, para-toluensulfonové, fosforečné a dusičné. Jelikož nejlepšími zvlákňovacími výsledky bylo dosaženo při aditivaci roztoku polyamidu 6 kyselinou sírovou a metansulfonovou, přinášejí další dvě podkapitoly reologická měření na těchto roztocích, a to i za použití vysokého napětí. Desátá podkapitola se věnuje rozdílům v elektrospinningu při použití sinusového a obdélníkového signálu. Elektrické vodivosti připravených roztoků polyamidu 6 se věnuje podkapitola jedenáctá. V rozsáhlé dvanácté podkapitole jsou charakterizovány připravené nanovláknenné vrstvy z různých roztoků polyamidu 6

měření distribuce průměrů vláken. Poslední třináctá podkapitola přináší informace o praktických výstupech ze střídavého elektrospinningu spočívající v povrstvování příze různého charakteru, v některých případech za současné aplikace aktivního uhlí. Celá experimentální část je sepsána s vhodnou mírou detailu, který dává možnost jednotlivé experimenty jednoznačně zopakovat.

Diskuse a závěr práce přináší shrnutí hlavních výsledků, ale také perspektivy studia v dané oblasti, které student vidí zejména v dalším zdokonalování konstrukce samotného zvlákňovacího zařízení, studiu aditiv polymerních roztoků, stabilizaci vzniklých nanovláknenných vrstev proti nežádoucím fyzikálně chemickým změnám a reologii polymerních roztoků ve vysokonapěťovém poli.

K celé práci mám následující dotazy a komentáře:

1. Na několika místech je v práci použit, poněkud zmatečně, pojem zapletenina. V kontextu polymerní fyziky by tento pojem měl být využíván výhradně pro fyzikální interakci mezi dvěma polymerními řetězci, ke které dochází opravdu zapletením a tudíž je charakteristická pro makromolekulární látky. Oproti tomu Van der Waalsovy síly, které se uplatňují i u polymerů, jsou nekovalentními interakcemi obecně mezi dvěma molekulami. Student by na tento rozdíl měl myslet při přípravě obhajoby.
2. Připustíme-li organizaci polymerních řetězců v elektrickém poli, děje se tak výhradně na úrovni konformačních změn, nikoliv konfiguračních. Opět bych doporučil tento fakt vzít v potaz při obhajobě.
3. Jelikož je snahou vysvětlovat rozdíly v kvalitě zvlákňovacích procesů u různých roztoků polyamidu 6 na bázi molekulární, bylo by vhodné znát molekulární charakteristiku experimentálního materiálu (průměry molekulových hmotností a její distribuce).
4. Obecně se domnívám, že provedená charakterizace experimentálních roztoků pomocí reologických a vodivostních měření nepřinesla vysvětlení, co je příčinou rozdílů v kvalitě zvlákňovacího procesu. Bylo by vhodné navrhnout při obhajobě, jak by bylo možné v tomto ohledu práci rozvinout.
5. Statistické zpracování výsledků měření průměrů jednotlivých vláken připravených vrstev vykazuje základní chyby spočívající v ignorování pravidla zaokrouhlení směrodatné odchylky na jednu platnou číslici a průměru na stejný počet platných číslic. Navíc, chování připravených vrstev bude nejspíš řízeno nejčastěji zastoupenými vlákny spolu se šířkou distribuce

průměrů ostatních vláken. V tomto ohledu by měla být interpretace naměřených dat poopravena při obhajobě.

6. V práci je diskutována nízká stabilita nanovlákných vrstev. Domnívám se, že kromě uvedených důvodů by rychlé stárnutí v atmosféře vzduchu mohlo být způsobeno prostým faktem, že stabilizační balík, který materiál obsahoval od výrobce, nebyl převeden spolu s polymerem z roztoku do nanovláken.

Zkuste navrhnout, jak by se případně tento problém dal vyřešit.

Zmíněné dotazy a komentáře se nesnaží zpochybnit kvalitu předložené disertační práce, nýbrž pomoci studentovi v přípravě obhajoby. Závěrem mohu jednoznačně konstatovat, že doporučuji přijmout práci k obhajobě.

Ve Zlíně, 14. 6. 2020



Roman Čermák