

Posudek
Na disertační práci Ing. Kateřiny Kopecké

Studium exfoliace vrstevnatých látek a jejich uplatnění v nanokompozitech

Předložená disertační práce se zabývá přípravou, modifikací a využití některých typů vrstevnatých látek se zvláštním zaměřením na průběh exfoliace. Výsledky získané v rámci řešení této disertace byly již zveřejněny v několika impaktovaných časopisech.

Cílem předložené disertační práce bylo zejména optimalizovat exfoliaci fosfonát-fosforitanů vápenatých a podvojných vrstevnatých hydroxidů. Bylo použito několik způsobů exfoliace a navržen způsob charakterizace připravených materiálů. Předložená disertace také byla zaměřena na praktické aspekty dispergace vrstevnatých materiálů jako plniv do polymerních matic a studium vlastností těchto kompozitních materiálů.

Lze konstatovat, že Ing. Kopecká odvedla velké množství experimentální práce a získala zajímavé a nové výsledky. Disertační práce je napsána přehledným způsobem s řadou ilustrativních obrázků a doplněna souhrnými tabulkami.

K disertační práci mám následující poznámky a dotazy k diskusi při obhajobě:

- 1) V disertační práci se často vyskytují termíny exfoliace a delaminace ve stejném významu. V odborné literatuře někteří badatelé rozlišují exfoliaci a delaminaci. Jaký je názor autorky na rozdíly/shody mezi exfoliací a delaminací?
- 2) Autorka uvádí přípravu grafenu exfoliací. Který byl první materiál připravený pomocí exfoliace (delaminace)?
- 3) Na straně 27 uvádí autorka – Na difrakci lze pohlížet jako na odraz paprsků rentgenového záření na rovinách krystalové mřížky. Tento výrok dle mého soudu není správný.
- 4) Je škoda, že autorka nevyužila více metodu transmisní elektronové mikroskopie k charakterizaci studovaných materiálů. Uvedené příklady v disertaci jsou pohledem „shora“ zatímco pohled „ze strany“ chybí. Přitom tento pohled by přinesl zajímavý náhled do studované problematiky.
- 5) V závěrech autorka uvádí, že mikroskopie atomových sil (AFM) je jediná metoda, která přináší důkaz o přítomnosti vrstev s nanometrovou tloušťkou. S tímto závěrem nesouhlasím.
- 6) Jako důležitý bod pro diskusi bych doporučil stručné srovnání výhod a nevýhod různých způsobů exfoliace z hlediska jejich účinnosti. Např. použití ultrazvuku přináší často rozbití nebo minimálně poškození původního materiálu, což může vést k nepřesným závěrům.

Na základě prostudování disertační práce mohu prohlásit, že práce Ing. Kateřiny Kopecké je velmi kvalitní a splňuje všechny podmínky stanovené pro disertační práce v daném studijním programu. **Disertační práci proto jednoznačně doporučuji k obhajobě.**

V Praze, 5. 8. 2022


Prof. Ing. Jiří Čejka, DrSc.


POSUDEK DOKTORSKÉ DIZERTAČNÍ PRÁCE

Ing. KATEŘINY KOPECKÉ

„Studium exfoliace vrstevnatých látek a jejich uplatnění v nanokompozitech“

doc. Ing. Jonáš Tokarský, Ph.D.

Předkládaná dizertační práce je velmi komplexní, zahrnuje přípravu několika typů vrstevnatých materiálů (struktury na bázi fenylfosfonátu a podvojně vrstevnaté hydroxidy), jejich charakterizaci po přípravě s cílem potvrdit získání požadované struktury, jejich exfoliaci/delaminaci a kontrolu výsledků tohoto procesu, dále zapracování materiálů do polymerní matrice a charakterizaci výsledných fólií.

Přestože práce pokrývá celé toto široké spektrum činností, jejím středobodem je důležité téma exfoliace a delaminace vrstevnatých materiálů, kterému je v literatuře věnována nestejnorodá pozornost, a to v závislosti na typu vrstevnatého materiálu. Přínosem je tato práce zejména v oblasti fosfonátů, jejichž exfoliace či delaminace byla popsána, dle databáze Web of Science (červenec 2022), v zanedbatelném množství článků v porovnání s jinými vrstevnatými materiály: grafit (~ 10000 článků) > jílové minerály (~ 6000 článků) > LDH (~ 1000 článků) = fosfáty (~ 1000 článků) > fosfonáty (~ 40 článků). Zde je tedy možné spatřovat hlavní novum práce.

V jednotlivých kapitolách, jejichž sled odpovídá dílčím činnostem, jak jsou uvedeny v sekci *Cíle práce*, autorka uvádí podrobný, a přesto nikoliv rozvláčný, popis svého pracovního postupu, který je hojně podpořen získanými daty.

Teoretická část práce dokládá, že se autorka v tématu dobře orientuje a je schopna je srozumitelně vysvětlit. I přes celkově kladný dojem z této části práce mám dvě připomínky:

1) Dizertační práce obsahuje výsledky více druhů analýz (a více je jich též uvedeno v kap. 3.2.), než kolik jich je popsáno v kap. 2.4. (viz dotazy na autorku).

2) Na str. 28 v kap. 2.4.1.3 autorka píše:

„U běžných měření práškových vzorků tedy stačí před měřením vzorek nasypat a opatrně upěchovat do držáku. Je třeba dbát na to, aby nasypání a upěchování nenarušilo náhodnost uspořádání krystalů a aby vlivem přednostní orientace nedošlo ke zvýraznění některých reflexí na úkor jiných, což by samozřejmě vedlo ke zkreslení získané informace.“

Toto tvrzení není zcela přesné, neboť u destičkovitých materiálů se při popsaném způsobu měření nelze nikdy přednostní orientaci zcela vyhnout. Nejsou-li destičky navzájem propojeny (jako např. na obrázku 28), bazální reflexe budou vždy výraznější, a to z důvodu tvaru destiček, který sama autorka popisuje na str. 16 takto: *„Pomocí exfoliace je možné připravit z původního objemového (bulkového) materiálu deskovité útvary, jejichž tloušťka se pohybuje pod 100 nm. Získané destičky mají vysoký poměr podélnosti, neboť laterální rozměry mohou dosahovat i několika mikrometrů.“* Chce-li se autorka vyhnout *„zvýraznění některých reflexí na úkor jiných“*, pak by bylo vhodnější použít např. kapiláru a destičkovitý materiál nesypat volně, ale využít amorfější a flexibilní nosič, který destičky udrží v náhodných orientacích (např. pavučina).

Popisům syntéz vrstevnatých látek a experimentů věnovaných exfoliacím nelze nic vytknout, naopak je nutno kladně hodnotit dostatečnou podrobnost informací, která umožňuje postupy zreprodukovat.

Diskuze získaných výsledků je bohatá, přesto věcná, a plně dokládá autorčinu schopnost nejen zhostit se vědecké práce v laboratoři, ale rovněž interpretovat získaná data a vyvodit z nich přiměřené závěry.

K samotným výsledkům a jejich diskuzi nemám výhrady, pouze se domnívám, že práci by neuškodil kompletní přehled hodnot G' a T_g pro všechny testované vzorky, nikoliv pouze pro vzorky s LDH (tabulka 34). Deklarované cíle práce byly splněny. Vyvinutá metodika pro vyhodnocení úspěšnosti exfoliačního procesu se jeví jako funkční a implementovatelná do praxe.

Závěr práce sice stručně rekapituluje její obsah, v případě stěžejní části (druhý odstavec) však postrádá konkrétní informace. Autorka zde píše: „Ukázalo se, že pro některé materiály je efektivnější a vhodnější použít ultrazvuk, zatímco pro jiné je dobrých výsledků dosaženo pouze střížnými silami.“ Domnívám se, že slova „některé“ a „jiné“ měla být nahrazena konkrétními materiály. Odkázáním čtenáře na dřívější kapitoly větou „Vyhodnocení pro jednotlivé materiály je uvedeno v příslušné části výsledků.“ se vytrácí samotný smysl Závěru, totiž poskytnout čtenáři sumarizaci konkrétních výsledků na jednom místě. Podobně neurčitá je rovněž poslední věta Závěru, kde autorka píše: „U podvojných vrstevnatých hydroxidů je nutné zdůraznit, že vyvinutý proces exfoliace je pro zapracování těchto plniv do polymerních systémů stěžejní...“. I zde by bylo vhodné proces více konkretizovat.

Práce se dobře čte. Jazyková úroveň autorky je velmi dobrá. Přesto lze v textu nalézt několik překlepů, s ohledem na délku práce jde však o zanedbatelné množství: „Interkaláty kyseliny 2-fenyl-5-benzimidazol-sulfonové“ (str. 45); „Získané produkty byl odfiltrován...“ (str. 45); „amioethanol“ (str. 87); „ultratraxu“ (str. 88 a Seznam obrázků); „na proti tomu“ (str. 91); „částice fosfonáty-fosforečnanu“ (str. 93); „při 1 % ním plnění ... a při 0,1 % ním plnění“ (str. 94). Dalšími drobnými nedostatky jsou nekonzistentní pojmenování homogenizéru – *ultraturrax* (např. str. 48 či 81) vs. *Ultraturrax* (např. str. 18 či 89) či nekonzistentní označení analýzy – *UV/Vis* (např. str. 40 či 104) vs. *UV/VIS* (str. 95). Obsah práce by měl zahrnovat všechny kapitoly, tedy i ty na čtvrté hierarchické úrovni (např. 2.4.1.1., 3.5.1.1. atd.) Popisky svislých os obrázků 58 a 66 by měly být totožné a osobně se domnívám, že obrázky v kapitolách 3. a 4. mohly být větší. Linie označující místa měření výškových profilů, které jsou zobrazeny na obrázcích 45 a 48, chybí na obrázku 49. Nic z výše uvedeného však nesnižuje odbornou kvalitu předkládané práce.

Prosím o zodpovězení následujících dotazů.

- 1) Kap. 2.4. *Základní charakterizační techniky* popisuje XRD, SEM, EDX, AFM a DLS. V kap. 3.2. *Použité experimentální techniky* je však zmíněno více analýz: XRD, AFM, SEM+EDX, TEM, TG, OM, DLS, UV/Vis a DMA. Proč autorka do kap. 2.4. nezahrnula rovněž TEM, TG, OM, UV/Vis a DMA?
- 2) V tabulce 32 je pro vzorek CaPhP-HPO₄_3:1 v acetonu uvedeno –T. Znamená to, že ačkoliv vzorek do 1 h zcela sedimentoval, přesto byl u něj po 24 h pozorován Tyndallův jev?
- 3) Proč na obrázku 58 není záznam pro epoxid s mikročásticovým plnivem?
- 4) Jaký je autorčin názor na možnost exfoliace studovaných struktur pomocí opakovaného zmrazení a zahřátí?

Předkládaná dizertační práce odpovídá nárokům na tento typ práce kladeným, dokládá doktorandčiny znalosti v příslušné oblasti i její schopnost samostatné tvořivé činnosti při řešení vědeckých problémů.

Práci *doporučuji* k obhajobě.


14. 7. 2022
doc. Ing. Jonáš Tokarský, Ph.D.