

Oponentský posudek disertační práce

Cellulose dissolution: Comparison of two non-derivatizing solvent systems and the effect of additives

Autor práce: **Mgr. Nikolay Kotov**

Školitel: RNDr. Jiří Dybal, CSc.

Konzultant: Mgr. Adriana Šturcová, Ph.D.

Mgr. Nikolay Kotov se ve své disertační práci zabývá změnami ve struktuře celulózy při rozpouštění v rozpouštědlech 1-butyl-3-methylimidazolium chloridu (bmimCl) a *N,N*-dimethylacetamidu (DMAc) s přísávkem LiCl, popřípadě s přísávkem vody či kopolymeru „Pluronic“ pomocí metod vibrační spektroskopie, WAXS a NMR.

Práce se sestává z cca 145 stran textu s minimálním množstvím překlepů. Text obsahuje úvod do problematiky, ze kterého je patrné výborné seznámení N. Kotova s literaturou týkající se daného tématu. Následuje kapitola „Materials and Methods“ se stručným výčtem použitých metod přípravy vzorků a seznamu materiálů. Následuje 110 stran výsledků a diskuzí ve 3 kapitolách. V první kapitole se N. Kotov zabýval studiem bmimCl a DMAc v čistém stavu, případně ve směsi s vodou v různých teplotních režimech, další kapitola se týká studia směsi celulóza/rozpouštědlo a poslední kapitola se zabývá studiem systémů celulóza/Pluronic/rozpouštědlo. Na závěr práce je uvedena kapitola shrnující dosažené výsledky. Práce obsahuje velký objem původních experimentálních dat, z nichž část byla již publikována ve dvou pracích v impaktovaných časopisech (IF cca 4) a dostatek výsledků umožňující sepsání několika dalších publikací. Jistým formálním nedostatkem práce je ne zcela přehledný způsob prezentování naměřených dat.

Formální nedostatky práce:

1. Pro nadpisy jednotlivých kapitol od 2. úrovně a rovněž i pro popisky obrázků byl zvolen stejný font jako pro hlavní text, což znesnadňuje orientaci v práci. Kapitoly jsou rovněž poměrně dost obsáhlé a v rámci jedné sub-kapitoly se objevují výsledky získané různými metodami a postupně diskutované (příkladem je kapitola 3.3.3 nazvaná „Raman spectroscopy“, která čítá 16 stran textu a zahrnuje nikoli jen výsledky získané Ramanovou spektroskopií, ale rovněž i pomocí metody WAXS a podobně).
2. Značení vzorků v textu práce se liší od publikace, na kterou se autor několikrát v textu odvolává (v textu poněkud záhadné označení: A04, A3, A5, A24; publikace: A1, A2, A3, A4 – zkratka A3 tedy v každé práci označuje jiný vzorek).
3. Spektra jsou v některých případech prezentována v malých obrázcích a tudíž v méně přehledných formátech (např. Figure 4, 18, 31). Případně v nich nejsou označeny pásy diskutované v textech (např. str. 73 text nad obrázky a příslušný obrázek 18 B). Ve spektrech směsi celulóza/rozpouštědlo nejsou rozlišeny pásy příslušející celulóze a rozpouštědla.
4. Hledání tabulek, na něž se autor v textu odkazuje, je v řadě případů detektivní úkol – Tabulka 1 je v textu poprvé zmiňována na straně 30, uvedena na straně 41; tabulka 4 zmiňována na straně 66, uvedena na straně 86, tabulka 5 je citována dříve než tabulka

4, tabulky 7 a 8 zmiňovány na straně 87 a uvedeny na stranách 92 a 96... Navíc tabulka 5 uvádí složení ternárních směsí, ale obsahuje pouze dvě složky.

5. Největší problém jsem měla při sledování teplotní historie jednotlivých vzorků a diskutovaných výsledků v kapitole 4. Byly zde zvoleny 3 různé teplotní režimy rozdělené dále do 9 kroků (tabulka strana 66). Zároveň bylo studováno 5 vzorků (tabulka strana 86). Vzorky však nebyly studovány ve stejných teplotních režimech a krocích, ale často různý vzorek v různých režimech a krocích, což bylo zřejmě způsobeno obtížnou časovou koordinací jednotlivých metod. Výsledkem je pak pro čtenáře např. těžko pochopitelný obrázek 23 na straně 91 v kombinaci s tabulkou 7 na straně 92: uvedená data se týkají 3 odlišných teplotních režimů pro 3 různé směsi. WAXS experimenty byly provedeny pro režim 1, kroky 5 a 8, Ramanova spektra měřena pro směsi B1 a B3 v režimu 2 (v jednom případě pro 4 kroky, ve druhém pro 7 kroků). Vzorek B5 byl naproti tomu studován v režimu 3, který se od obou předchozích velmi odlišoval.

Pro čtenáře by bylo snazší sledovat popsané změny pomocí konkrétních formulací v diskuzi (např. struktura M byla pozorována, byl-li vzorek ponechán při teplotě -25°C po dobu minimálně 5 dní, při kratší době byla pozorována jen amorfni fáze atd.), nikoli pomocí odkazů na teplotní režimy a jednotlivé kroky. Domnívám se, že tento problém nastal proto, že tato část výsledků ještě nebyla publikována a nebylo ji tedy možno sepsat s určitým „nadhledem“. Následkem toho pak tato část disertace poněkud působí dojmem postupného vyhodnocení dat laboratorního deníku a nikoli sumarizací naměřených a vyhodnocených výsledků a jejich závislostí zakončených závěrečnou ucelenou diskuzí.

Dotazy k práci:

1. Autor se často v práci zmiňuje o změně tvaru jednotlivých pásů, ale nikde pro charakterizaci změn ve spektru nevyužil rozložení složených pásů do jednotlivých vibračních pásů, což program OMNIC umožňuje. Proč?
2. Byl nějakým způsobem kontrolován obsah vody ve vzorcích (kapitola 3) při měření pomocí ATR krystalu vzhledem k postupným teplotním krokům (DMAc je uváděn jako silně hydrofobický)? Bylo by možné na základě tvaru a posunu pásů rozpouštědla sestavit kalibrační křivku pro obsah vody v rozpouštědlech?
3. Jak by bylo možné vysvětlit přechod krystalových forem M0-M-M0 pozorovaných pro vzorek A04 (tabulka 3, str. 59)? Co je příčinou tohoto přechodu, jaký vliv měla doba a teplota na kterou byl vzorek ochlazen?

Vzhledem k tomu, že výsledky práce jsou součástí 2 publikací ve kvalitních odborných časopisech a s ohledem na velké množství dalších experimentálních dat a bohatou diskuzi naměřených dat s literaturou, i přes uvedené nedostatky ve stylu sepsání práce, doporučuji předloženou dizertační práci Nikolaye Kotova k obhajobě jako podklad pro udělení vědecké hodnosti Ph.D.

V Praze, 8. 5. 2018

RNDr. Ivana Šloufová, Ph.D.