

prof. Dr. Ing. Martin Palou
Ústav stavebnictva a architektúry SAV
Dúbravská cesta 9
812 37 Bratislava

Oponentský posudek k doktorské práci

Autor doktorské práce: Ing. Jan Bednárek
Název doktorské práce: Aplikace metamastku v anorganických materiálech
Školitel/Vedoucí práce: prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.

Disertační práce byla vypracována v doktorském studijním programu „Chemie, technologie a vlastnosti materiálů“ ve studijním oboru „Chemie, technologie a vlastnosti materiálů“

Všeobecné konstatování

Disertační práce se zabývá procesem vzniku dehydratované fáze (metamastku) pomocí mechanochemického procesu jako důsledku vysokoenergetického mletí a tepelného zpracování mastku. Mastek je hydratovaný křemičitan hořečnatý, jehož složení lze popsat jako $3\text{MgO}\cdot 4\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$ nebo $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$. Obdobně je kaolin hydratovaný křemičitan hlinitý, jehož složení lze popsat jako $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, patří do skupiny fylosilikátů a oba minerály mají vrstevnatou strukturu. Tato analogie byla základem pro inspiraci disertační práce pána Ing. Bednářka. Práce má 152 stran včetně literatury a příloh. Práce je strukturována do logicky uspořádaných 6 kapitol (1-Úvod, 2-Cíl práce, 3-Teoretická část, 4-Experimentální část, 5-Výsledky a diskuze, 6- Závěry) se souborem publikací uvedených na konci „Zkrácené verze doktorské práce“.

Teoretická část obsahuje dostatečně rozsáhlou rešerši zaměřenou na strukturu fylosilikátů a na posouzení fyzikálně-chemických procesů probíhajících během mechanochemické aktivace kaolinitu. Doktorská práce se podrobně věnuje studiu soustavy $\text{MgO}\text{-SiO}_2$, kde se mastek nachází. Autor popisuje význam mastku pro výrobu elektrotechnické keramiky, poukazuje na nevhodnost přípravy metamastku konvenční metodou tepelného zpracování a zdůraznil význam mechanoaktivace, což by mohl být způsob, jak získat bezvodou amorfní fázi. Velká část je věnovaná kaolinu a metakaolinu. Je podrobně rozpracovaný význam metakaolinu jako složky pojivového alkalického materiálu a geopolymérů. Cílem rozsáhlého popisu mechanismů alkaloaktivních reakcí je hledání analogii a možnosti využití metamastku jako pojivové složky.

Metodologie syntézy metamastku, stejně jako metakaolinu je založená na principu mechanochemických procesů nebo mechanoaktivace, které vedou k delaminaci struktury kaolinitu nebo mastku během intenzivního mletí. Dochází tady k výrazným změnám ve struktuře kaolinitu i mastku, co umožňuje přípravu amorfní delaminované a částečně dehydroxylované fáze. Práce je napsána přehledně, je logicky členěná, stylisticky a typograficky velmi správně zpracovaná, i po formální stránce a ukazuje autorův dobrý nadhled nad předmětem disertační práce.

Aktuálnost tématu dizertační práce

Práce vychází z aktuálních poznatků světové literatury (97 odkazů) a uvádí přínos mechanochemického procesu na změnu struktury a morfologie mastkové suroviny při přípravě rentgen-amorfní delaminované a dehydroxylované mastkové fáze, přičemž mohl

disertant čerpat výsledky z rozsáhlých studií o struktuře a tepelném rozkladu kaolinu a následně využití metakaolinu v různých oborech vědy a techniky, hlavně v technologiích anorganických pojiv. Plně delaminovaný a amorfizovaný mastek zpracovaný při teplotách nižších než 800 °C zůstává amorfní. Tato fáze byla pojmenována jako „metamastek“, analogicky ke vztahu mezi kaolinitem a metakaolinitem. „Metamastkem“ se v této práci rozumí produkty mechanochemického rozkladu mastku, případně mastkových surovin, a následná kalcinace těchto produktů při vhodné teplotě. Proto se tato práce zabývá zhodnocením mechanického působení na formování analoga metakaolinu a prověřováním možností jeho potenciálního využití jak ve velkoobjemových technologiích, tak i pro přípravu speciálních materiálů.

Z vědeckého hlediska je vysoká aktuálnost tématu disertační práce pro transfer/využití poznatků z kinetiky a termodynamiky mechanochemického procesu přípravy metakolinu z kaolinu na syntézu jeho analoga metamastku z mastku. Aktuálnost tématu je i v tom, že autor studoval hydratační reakce metamastku za účelem využití jako stavebního materiálu.

Splnění stanovených cílů

Předložená disertační práce se zabývá studiem procesů probíhajících během mechanochemického zpracování mastkové suroviny a je zaměřena na sledování vlivu doby a podmínek tohoto zpracování na strukturu, morfologii a teplotní chování aktivovaného materiálu.

Cíle disertační práce, byly v plném rozsahu splněny. Důkazem splnění cílů disertační práce je i to, že disertant prokázal poměrně dobrou publikační aktivitu, tj. 3 práce evidované v databázi Web of Science a 9 v sbornících z konferencí a seminářů.

Řešení problému a výsledky disertace – Přínos doktoranda

Jako oponent, chci zdůraznit náročné a silné stránky experimentální práce a nepochybně originalitu a autenticitu výsledků práce disertanta bez plagiátorských podezření, ačkoli kontrola originality práce nebyla přiložena.

Kapitola "Experimentální práce" je věnována analýze vzorků mastkové suroviny a charakterizaci jejich termického rozkladu v rozsahu teplot do 1 000 °C. Vzorky se liší chemickým a mineralogickým složením.

Na přípravu rentgen-amorfní delaminované a dehydroxylované mastkové fáze metamastku byla použita metoda mechanochemické aktivace mastkové suroviny a následně kalcinace produktu aktivace v muflové peci při různých teplotách 700 °C, 750 °C a 800 °C. Pro účely práce byly využity dvě různé mastkové suroviny – chloritická a dolomitická.

Jedním z hlavních cílů práce bylo stanovení pucolonové aktivity vzorků metamastku pomocí vodivostního kalorimetru, přičemž jako aktivátory byly použity $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Na}(\text{OH})$, KOH , Na_2CO_3 , vodní sklo a H_3PO_4 .

Části kapitoly „Výsledky a diskuze“ byly věnovány přehledu dosažených výsledků a jejich interpretacím. Práce přináší významné nové poznatky, co se týče poklesu krystaliniky a změn morfologie mastkové suroviny s dobou mletí ve vibračním mlýně a v případě využití attritoru (Obr.33 a 34, Obr. 37 a 38). Cenné informace o termické stabilitě přinesly obr. 53-58 ilustrující změny struktury po mechanochemické aktivaci a před procesem na Obr.33-34 a také jsou zajímavé výsledky fázové analýzy uvedené v diagramech na Obr. 59-64. Výsledky získané různými metodami jsou komplementární, konzistentní a dobře interpretované.

Charakterizace a studium vlastností materiálů připravených pomocí mechanochemické aktivace za různých podmínek, hodnocení a interpretace experimentálních výsledků a publikace představují významný vědecký přínos doktoranda.

Zvolená metoda zpracování

Konstatuji, že postup práce byl promyšlený z hlediska realizace a zpracování experimentálních výsledků. Bylo použito dostupné unikátní přístrojové vybavení (Optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem- ICP-OES, rentgenová difrakční analýza -XRD, simultánní termogravimetrická a diferenční termická analýza- TG-DTA-EGA, infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací -FTIR, skenovací elektronová mikroskopie -SEM, vodivostní kalorimetr a jiné).

Význam pro praxi nebo rozvoj vědního oboru

Práce se zabývá zhodnocením mechanického působení na formování analoga metakaolinu a prověřováním možností jeho potenciálního využití jak ve velkoobjemových technologiích, tak i pro přípravu speciálních materiálů. Celý proces přípravy metamastku a jeho reaktivity, a také dosažené výsledky včetně publikací jsou velkým přínosem pro obor „Chemie, technologie a vlastnosti materiálů“.

Formální úprava disertační práce a její jazyková úroveň

Celkově jsem spokojen se zpracováním, náplní a se splněním stanovených cílů dizertační práce, ale nejsem schopen posuzovat jazykovou úroveň disertanta a spoléhám se na hodnocení vedoucího práce (prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.), který určitě podrobně kontroloval práci i po gramatické stránce.

Připomínky a dotazy k disertační práci

Navzdory vysokému hodnocení dizertační práce mám následující připomínky a dotazy:

1. Co považujete za nejdůležitější příspěvek do oblasti teorie mechanochemických reakcí?
2. Co považujete za nejdůležitější příspěvek do oblasti kinetiky, termodynamiky a mechanismů mechanochemických reakcí?
3. Výsledky analýzy reaktivity v zásaditém prostředí stanovené pomocí vodivostního kalorimetru jsou stručné a chybí podrobnější popis produktů pucolánové reakce.

Závěr

Ing. Jan Bednárek prokázal nepochybně tvůrčí schopnosti v oboru „*Chemie, technologie a vlastnosti materiálů*“, neuvěřitelnou pracovitost, schopnost velmi solidního zhodnocení literárních údajů i vlastních experimentálních výsledků včetně interpretace a publikační činnosti ve světovém jazyce. Jeho dizertační práce splňuje podmínky uvedené v § 47 odst. 4 zákona.

Navzdory všem svým výše uvedeným připomínkám doporučuji, aby předložená dizertační práce byla přijata k obhajobě a aby v případě, že Ing. Jan Bednárek svou disertační práci úspěšně obhájí, doporučuji, aby mu byl podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách) - udělen akademický titul „doktor“ (ve zkratce „Ph.D.“ uváděné za jménem).

Bratislava, 13. listopadu 2019, Prof. Dr. Ing. Martin Palou