



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V
BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

APLIKACE METAMASTKU V
ANORGANICKÝCH MATERIÁLECH

META-TALC APPLICATION IN INORGANIC MATERIALS

ZKRÁCENÁ VERZE DOKTORSKÉ PRÁCE

SUMMARY OF DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. Jan Bednárek

ŠKOLITEL

SUPERVISOR

prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.

BRNO 2019

KLÍČOVÁ SLOVA

Metamastek, mastek, mechanochemická aktivace, vibrační mlýn, attritor, kalcinace, izotermická kalorimetrie, anorganická pojiva

KEYWORDS

Meta-talc, talc, mechanochemical treatment, vibration mill, attritor, calcination, isothermal calorimetry, inorganic binders

BEDNÁREK, Jan. *Aplikace metamastku v anorganických materiálech*. Brno, 2019. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/122356>. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav chemie materiálů. Vedoucí práce Jaromír Havlica.

OBSAH

1	ÚVOD.....	4
2	TEORETICKÁ ČÁST.....	6
2.1	Fylosilikáty.....	6
2.1.1	Soustava $MgO-SiO_2$	6
2.2	Metakaolin	6
2.2.1	Kaolin.....	7
2.2.2	Zdroje a výroba metakaolinu	7
2.2.3	Využití metakaolinu jako pojivového materiálu.....	7
2.2.4	Alkalická aktivace	8
2.2.5	Reakce metakaolinu s kyselinou fosforečnou.....	8
2.3	Mechanochemie	8
2.3.1	Mechanochemická aktivace kaolinitu	8
2.3.2	Mechanochemická aktivace mastku	9
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	10
3.1	Příprava vzorků	10
3.1.1	Mechanochemická aktivace mastku	10
3.1.2	Kalcinace delaminovaného mastku.....	10
3.1.3	Sledování reaktivity připravených vzorků s roztoky aktivátorů	10
3.2	Analýza vstupních surovin a produktů.....	10
4	VÝSLEDKY A DISKUZE.....	12
4.1	Mechanochemická aktivace mastkové suroviny	12
4.1.1	Vliv na strukturu materiálu	12
4.1.2	Vliv mletí na morfologii materiálu.....	15
4.1.3	Výsledky termických metod	16
4.1.4	Orientační stanovení energie mletí	19
4.2	Kalcinace mechanochemicky upravené suroviny	20
4.2.1	Vliv kalcinace na fázové složení suroviny.....	20
4.2.2	Vliv kalcinace na chování při termické analýze.....	23
4.3	Reaktivita připravených roztoků	30
4.3.1	Reaktivita v zásaditém prostředí	30
4.3.2	Reaktivita v kyselém prostředí	32
5	ZÁVĚR.....	34
6	LITERATURA	37
7	ŽIVOTOPIS.....	40
8	SEZNAM PUBLIKACÍ	41

1 ÚVOD

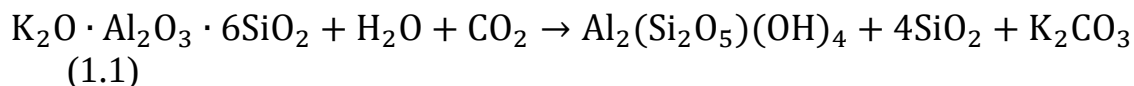
Přestože se pojem mechanochemické operace používá v literatuře ve stále větší míře, je pořád poměrně náročné kvalifikovaně popsat fyzikálně-chemické děje při destrukci krystalové struktury, jež byla zapříčiněna mechanickým atakem povrchu při mletí. Celý proces působí, jako by lokální přenos energie probíhal velmi intenzivně, avšak v řadě po sobě následujících velmi krátkých impulzů. Popis energetické bilance u mechanochemických reakcí je dále komplikován dalším významným parametrem – transportem energie do jádra mleté částice. Zde je třeba počítat s relaxací struktury, tím pádem její povrchová destrukce probíhá pouze částečně. K rozbití částice je potřebné, aby množství naakumulované energie dosáhlo určité hranice, a lze spekulovat, že pro úplnou destrukci je třeba, aby toto množství energie bylo shodné s energií částice.

V tomto bodě vyvstává poměrně důležitá otázka a to – co je produktem této destrukce? Co se týče popisu dodané energie, dle teorie mletí je nejschůdnější cestou popsat tuto energii pomocí zvětšení povrchu mleté látky, kterého se zásluhou této energie dosáhne. Z chemického hlediska je však nutno vzít v potaz, že konkrétně vrstevnaté materiály jsou na jisté úrovni anizotropní, tudíž bude docházet k přednostní destrukci jejich struktury po vrstvách (delaminace). Anizotropie nám u těchto materiálů komplikuje výpočet Gibbsovy energie a následné porovnání vypočtené hodnoty s daty získanými pomocí termochemických metod. Pro sestavení odpovídající relace je třeba prozkoumat transformaci mechanické energie do reakčního procesu a do tvorby nové struktury produktu.

Z chemického hlediska probíhá v dvojfázovém systému složeném z pevných částic a kapaliny nebo plynu chemická reakce v tenké vrstvě na povrchu částice, který má sám o sobě odlišné vlastnosti než vnitřní část pevného mletého media. Jistým východiskem pro popis změn hybností a energií, které se vymění během srážek mletých částic s agregáty mlecího zařízení nebo mezi sebou, by mohly být vhodné numerické modely. Pořád je však nutno brát v potaz komplikaci v podobě zhodnocení transportu energie od povrchu částice do jejího jádra. Je tedy zřejmé, že i když zahrneme do mechanismu mlecího procesu geometrické a fyzikální parametry dynamicky se měnícího systému, stále potřebujeme pro chemický popis informace o změnách struktury povrchu a vlivu teploty a tlaku, které nám popisují přeměnu v tepelnou energii a mohou nám umožnit hodnocení termodynamických parametrů reakce v teplotním a tlakovém poli.

Jistým ukazatelem efektivity procesu mletí může být charakterizace destrukce jednotlivých částic v průběhu mlecí operace. Z tohoto důvodu může být užitečné porovnání materiálů s různou tvrdostí. Nabízí se provést sledování destrukce částic třeba na materiálu s nízkou tvrdostí. Takovým materiálem je například přírodní mastek, který byl během geologických procesů vystaven značným teplotním a tlakovým extrémům. Taková přírodní surovina obsahuje vedle čistého mastku ($3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) často i další fáze, např. magnezit (MgCO_3), dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) nebo minerály skupiny chloritů. Přítomnost minerálů uhličitánů ve směsi materiálu může mít za následek, že při deformaci struktury materiálu dochází

k interakci s plynnou fází obsahující jak vodu (H₂O), tak oxid uhličitý (CO₂). V této úvaze vycházíme z analogie formování kaolinitu v kaolinu, kde dochází při transformaci živců v prvním kroku k tvorbě kyseliny uhličitě (H₂CO₃). „Katalytický účinek“ vody tak spočívá v efektivnějším zachytu atmosférického CO₂ za vzniku H₂CO₃, která interaguje s povrchy obsahujícími živce draselné (orthoklas K₂O·Al₂O₃·6SiO₂), sodné (albit Na₂O·Al₂O₃·6SiO₂) nebo vápenaté (anortit CaO·Al₂O₃·6SiO₂), schopné tvořit málo rozpustné hydráty, viz např. rovnice (1.1):



S problematikou destrukce materiálů při mletí je spojen výše zmíněný pojem tvrdost. Je definován jako mechanická vlastnost materiálu vyjadřující odpor vůči vnikání jiného tělesa do povrchu.

Vzhledem k náročnosti posouzení chemických procesů je vhodné začlenit do práce porovnání procesů probíhajících v kaolinitu (resp. kaolinu) a v masku. Snaha o takové hodnocení se projevuje i v názvu práce. Práce se zabývá procesem vzniku dehydratované fáze (metamasku) jakožto analoga metakaolinu, ačkoliv tento analog nebyl připraven termickým procesem, neboť by během termického zpracování došlo k okamžité rekrystalizaci masku na enstatit. V minulosti však byly publikovány práce, které se zabývaly strukturními změnami masku (hlavně z hlediska ztráty uspořádanosti struktury) v důsledku vysokoenergetického mletí. V rámci těchto prací byla publikována a patentována příprava „metamasku“ mechanochemickou aktivací maskové suroviny. Metamaskem se v této práci rozumí produkty mechanochemického rozkladu masku, případně maskových surovin, a následné kalcinace těchto produktů při vhodné teplotě [18]. Tato práce se tedy zabývá zhodnocením mechanického působení na formování analoga metakaolinu a prověřováním možností jeho potenciálního využití jak ve velkoobjemových technologiích, tak i pro přípravu speciálních materiálů. Nejdůležitějším očekávaným výsledkem by měl být příspěvek do oblasti teorie mechanochemických reakcí.

2 TEORETICKÁ ČÁST

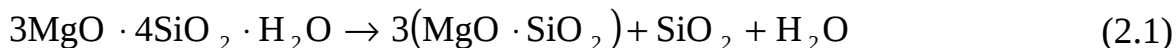
2.1 FYLOSILIKÁTY

Fylosilikáty tvoří důležité oddělení 9. třídy minerálů (silikátů), do nějž se řadí slídy, chlorit, serpentín, mastek a jílové minerály. [1] Základní stavební jednotkou všech fylosilikátů je tetraedr SiO_4 , který se třemi kyslíky propojuje do dvojrozměrných nekonečných sítí, kolmých na směr [001]. Základem struktury fylosilikátů je dvojrozměrně periodická síť tetraedrů SiO_4 , kde tři ionty O^{2-} každého z nich jsou sdíleny se sousedními tetraedry a takto propojené tetraedry jsou uspořádány do sítí o obecném vzorci $\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$. Nedílnou součástí struktury fylosilikátů jsou sítě oktaedrů $\text{M}(\text{O},\text{OH})_6$, které spolu sdílejí nejen vrcholy, ale i polovinu hran. Oktaedry jsou seskládány plochou oktaedru kolmo k [001], takže tři anionty kyslíku (nebo hydroxyly) tvoří spodní vrstvu, tři anionty tvoří horní vrstvu a mezi vrstvami jsou uloženy oktaedrické kationty, nejčastěji Al, Fe a Mg. [2]

2.1.1 Soustava MgO-SiO_2

Nejvýznamnějším minerálem soustavy MgO-SiO_2 je mastek, hydratovaný křemičitan hořečnatý s funkčním vzorcem $\text{Mg}_3(\text{Si}_2\text{O}_5)_2(\text{OH})_2$, tj. sumárně $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Má vrstevnatou strukturu podobnou jílovým minerálům, která odpovídá za dobrou štěpnost a makroskopicky vrstevnaté struktury některých odrůd. Hustota je $2,6 - 2,8 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$. Struktura mastku nedovoluje rozsáhlejší substituci jinými prvky.

Mastek ztrácí strukturní vodu při $700-900^\circ\text{C}$. Za vyšších teplot se odštěpuje část SiO_2 za vzniku metasilikátu $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ (viz rovnice (2.1)). [3]



Složení mastku je v blízkosti nejnižšího eutektika MgO-SiO_2 . První tavenina se tvoří v čistém minerálu při 1543°C . Pod touto teplotou jsou jedinými rovnovážnými fázemi metasilikát a cristobalit. MgSiO_3 sám taje inkongruentně při 1557°C za rozkladu na taveninu a forsterit [3] ($2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ [2]). Má tři modifikace: protoenstatit, klinoenstatit a enstatit (ortho-enstatit), jež lze rozlišit rentgenovou difrakcí, i když mají podobnou strukturu. [3]

2.2 METAKAOLIN

Metakaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) je pucolán získaný zahříváním jílu obsahujících kaolin při zhruba $600-900^\circ\text{C}$. Nad tímto teplotním rozmezím rekrystalizuje za tvorby mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) nebo spinelu (MgAl_2O_4) a amorfní siliky. [4] Metakaolin obvykle sestává z 50-55 % SiO_2 a 40-45 % Al_2O_3 . [5] Částice metakaolinu mají obvykle velikost v rozmezí $0,5-5 \mu\text{m}$, jsou tedy jemnější než částice cementu, ale hrubší než částice mikrosiliky. [4]

2.2.1 Kaolin

Hlavní složkou kaolinu je kaolinit, hydratovaný křemičitan hlinitý o přibližném složení $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Ostatní minerály tvořící kaolin jsou křemen, muskovitové slídy a rutil. [6] Teoretické složení kaolinitu je 46,54 % SiO_2 , 39,5 % Al_2O_3 a 13,96 % H_2O . [4] Siloxanová síť kaolinitu je složena z tetraedrů SiO_4 spojených do hexagonálních struktur. Tetraedrické báze jsou přibližně koplanární a apikální kyslíkové atomy jsou spojeny s oktaedrickou sítí obsahující hliníkové a OH skupiny (síť gibbsitového typu). Jílové minerály na bázi kaolinitu obsahují dva druhy hydroxylových skupin: vnější hydroxylové skupiny nebo též vnitřní povrchové hydroxyly, a vnitřní hydroxylové skupiny. Frost a van der Gaalst pojmenovali tyto skupiny jako OuOH a InOH . OuOH skupiny se nachází na vnější, nesdílené rovině, zatímco InOH skupiny jsou lokalizovány na rovině sdílené s apikálními kyslíkovými atomy tetraedrické sítě. [7]

2.2.2 Zdroje a výroba metakaolinu

Hlavními zdroji metakaolinu jsou kaolinové nebo papírenské kaly po příslušném zpracování. Za normálních podmínek je kaolin poměrně stabilní. Po zahřátí na 650-900 °C však ztrácí 14 % své hmotnosti v důsledku odštěpení hydroxylových skupin. Toto tepelné zpracování vede k rozbití struktury kaolinitu, takže vrstvy Al_2O_3 a SiO_2 se zvrásčí a ztrácí své uspořádání na delší vzdálenosti. Výsledným produktem dehydroxylace je metakaolin, vysoce reaktivní přechodná fáze, amorfni materiál s pucolánovou a latentně hydraulickou reaktivitou, použitelný v cementářských aplikacích. [4]

2.2.3 Využití metakaolinu jako pojivového materiálu

Metakaolin chemicky reaguje s hydratujícím cementem za tvorby modifikované pastovité mikrostruktury. Kromě toho přídavek metakaolinu zlepšuje zpracovatelnost, mechanické vlastnosti a trvanlivost betonu. Metakaolinový pucolán je definován jako silikátový materiál, který reaguje v přítomnosti vody s hydroxidem vápenatým za vzniku pojivových fází. Vedle toho jsou v poslední době využívány i alkalické materiály a geopolymery na bázi metakaolinu. [4]

Metakaolin nachází využití v mnoha betonářských produktech, např. vysokohodnotný, vysokopevnostní a lehčené betony, prefabrikované betony pro architektonické, stavební, průmyslové a konstrukční účely, vláknocementové a ferro-cementové produkty, betony vyztužené skleněnými vlákny nebo malty, štuky, opravné materiály či omítky nádrží. Mezi výhody využívání metakaolinu v betonářské technologii patří zvýšení pevností v tahu za ohybu a v tlaku, snížení propustnosti, zvýšení odolnosti vůči chemickým vlivům, zvýšení trvanlivosti snížením vlivu alkalicko-křemičité reakce, snížení smrštění v důsledku shlukování částic vedoucího ke zhutnění betonu, zlepšení zpracovatelnosti a dohotovení betonu, snížení tendence k tvorbě výkvětů nebo zlepšení dohotovitelnosti, barvy a vzhledu. [8], [9]

2.2.4 Alkalická aktivace

Mezi materiály mající potenciál snižovat environmentální zátěž průmyslu stavebních hmot patří i materiály na bázi alkalicky aktivovaného metakaolinu. Alkalická aktivace poskytuje pevné a trvanlivé pojivové materiály tvrdnoucí při teplotách nižších než 100 °C. Složení, struktura a vlastnosti reakčního produktu jsou silně ovlivněny měrným povrchem a složením původního kaolinu a typem a koncentrací aktivátoru. [10]

Alkalická aktivace metakaolinu je exotermní proces sestávající ze tří kroků – počátečního a velmi rychlého procesu rozpouštění, následovaného indukční periodou, během níž dochází k poklesu množství vyměněného tepla, a konečně exotermního kroku reakce, během něž dochází k vysrážení pojivového materiálu a po němž dochází k dalšímu poklesu vyměněného tepla. [11]

2.2.5 Reakce metakaolinu s kyselinou fosforečnou

Aktivací metakaolinu kyselinou fosforečnou vznikají poly(fosfo-siloxo) skupiny $-\text{Si}-\text{O}-\text{P}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-$. Tento materiál lze připravit zpracováním namíchané směsi při 60 °C po dobu 24 hod. Podle četných prací vykazují takto připravené materiály poměrně kvalitní mechanické vlastnosti. [12]

2.3 MECHANOCHEMIE

Počátkem minulého století zavedl W. Nernst klasifikaci jednotlivých chemických oborů podle druhu energie, která se na systém uplatňuje: termochemie, elektrochemie, fotochemie, aj. Název mechanochemie byl přiřazen reakcím iniciovaným mechanickou energií.

Mletí dvou pevných látek vyvolává sérii přeměn – mechanická energie rozbíjí krystalovou strukturu a vede ke tvorbě trhlin a nových povrchů. V místě styku povrchů se pevné látky deformují a dokonce dochází k bodovému zahřívání až lokálnímu tání, kde nastávají exocitace vibračních stavů molekul, což vede k přetrhání vazeb. Tyto procesy nastávají v periodách asi 10^{-7} s, v nichž neexistuje tepelná rovnováha.

Tato perioda, tzv. plazma fáze, je následována post plazma periodou o délce asi 10^{-6} s nebo delší, během níž dojde v důsledku relaxačních procesů k rozptýlení energie za dosažení Maxwell-Boltzmannovy distribuce. Tyto post plazmatické reakce jsou zodpovědné za mnoho vzniklých produktů. [13]

2.3.1 Mechanochemická aktivace kaolinitu

Mechanochemická aktivace vede k výrazným změnám ve struktuře kaolinitu (v důsledku zvětšujícího se množství mřížkových defektů), v povrchové energii a v chemické reaktivitě. [7] Schrader zjistil, že krystalová struktura je deformována hlavně podél osy *c* a naopak nejodolnější je podél osy *b*. [14] Takahashi a Kohler [47] zjistili, že dlouhodobé suché mletí (nad 36 hod) vede v důsledku kompletní destrukce kaolinitové struktury k tvorbě neuspořádané fáze a následně amorfního

materiálu. [15] Kristof a kol. pozorovali destrukci OH, AlOH, AlOSi a SiO vazeb v důsledku mechanické aktivace. [7] Rozpad krystalů kaolinitu odpovídá skutečné amorfizaci struktury charakterizované štěpením vazebných sil mezi shluky atomů a nevratným nahrazením atomových skupin. Produktem takovéto aktivace je xerogel s náhodnou strukturou obsahující vodu, který se vyvíjí v několika stupních přes mezistupně. [14]

Důsledkem mechanochemické aktivace je bodové zahřívání kaolinitu, což má za následek dehydroxylaci kaolinitu na styčných bodech mezi mlecím médiem a kaolinitovými vrstvami. Předpokládá se, že se tak děje, když jsou v průběhu mletí kaolinitové vrstvy zhutněny mezi mlecími koulemi z korozi-vzdorné oceli. To je důvod, proč se dehydroxylace kaolinitu zintenzivňuje s rostoucí dobou mletí. Teplota celého materiálu se možná zvýší pouze minimálně, zatímco zvýšení teploty na styku dvou kaolinitových vrstev bude intenzivní.

Představa migrace protonů v průběhu perkusního mletí a jejich kombinace s hydroxylovými skupinami je již delší dobu známá. Obecně přijímaná představa dehydroxylace kaolinitu je založena na interakci dvou hydroxylových skupin ve dvoukrokovém procesu za vzniku molekuly vody transferem protonu, kdy v mřížce zůstane chemicky vázaný kyslík v podobě superoxidového aniontu. Tento fenomén je znám jako prototropie. [16],[17] V počáteční fázi dochází k odštěpení protonů z hydroxylových skupin umístěných v rovině sdílené mezi tetraedrickou a oktaedrickou sítí, v pozdějších fázích podléhají prototropii i hydroxyly lokalizované na nesdílených rovinách oktaedrických sítí. [17]

2.3.2 Mechanochemická aktivace mastku

Endotermická dehydroxylace mastku nastává při 870–1 050 °C a vede k asi 4% úbytku hmotnosti. Rekrystalizace výsledné enstatitové ($\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$) fáze je prakticky okamžitá a je doprovázena separací fáze bohaté na SiO_2 , která při dalším zahřívání rekrystalizuje na cristobalit.

Delaminace a ztráta krystalinity způsobené tangenciálním napětím v mlýnech různého typu byly pozorovány mnoha autory. [18] Ptáček a kol. [18] se zabývali přípravou amorfni delaminované a dehydroxylované fáze vzniklé mechanochemickou aktivací mastku. Zatímco mechanismus dehydroxylace nebyl ovlivněn mechanickým zpracováním, chování a fázové složení vzorku během tepelného zpracování bylo odlišné oproti původnímu mastku. Plně delaminovaný a amorfizovaný mastek zpracovaný při teplotách nižších než 800 °C zůstal amorfni. Tato fáze byla pojmenována jako metamastek, analogicky ke vztahu mezi kaolinitem a metakaolinitem. [18]

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 PŘÍPRAVA VZORKŮ

Samotná příprava sestává ze dvou kroků – aktivace mastkové suroviny a následné kalcinace připraveného meziproductu.

3.1.1 Mechanochemická aktivace mastku

Vibrační mlýn VM4

Attritor Netzsch Attritor

Orientační stanovení energie mletí

- Bondova rovnice (vibrační mlán, attritor)
- Měření spotřeby elektrické energie (attritor)

3.1.2 Kalcinace delaminovaného mastku

700 °C; 750 °C a 800 °C

Nárůst teploty 300 °C/hod, výdrž 1 hod, ochlazení na 200 °C, dochlazení v exsikátoru

3.1.3 Sledování reaktivity připravených vzorků s roztoky aktivátorů

50% NaOH

50% KOH

20% Na₂CO₃

sodné vodní sklo

Ca(OH)₂

0,5M H₃PO₄

3.2 ANALÝZA VSTUPNÍCH SUROVIN A PRODUKTŮ

Optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-OES)

- stanovení prvkového složení vstupních surovin

Rentgenová difrakční analýza (XRD)

- sledování vlivu mechanochemické aktivace a následné kalcinace na fázové složení produktu

Simultánní termogravimetrická a diferenční termická analýza (TG-DTA)

- sledování vlivu mechanochemické aktivace na změny ve struktuře materiálu při zvýšených teplotách

Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací

- sledování rozpadu jednotlivých vazeb v surovině v průběhu mechanochemické aktivace

rentgenová fotoelektronová spektrometrie

- studium případných změn oxidačních stavů prvků v surovině

skenovací elektronová mikroskopie

- sledování vlivu mletí na mikrostrukturu suroviny s rozložení prvků v surovině

laserová analýza velikostí částic

- sledování vlivu mechanochemické aktivace a následné kalcinace na granulometrii suroviny

stanovení měrného povrchu metodou BET

- sledování změn měrného povrchu suroviny s dobou mletí a teplotou kalcinace

izotermická kalorimetrie

- sledování reaktivity připravených produktů s roztoky aktivátorů

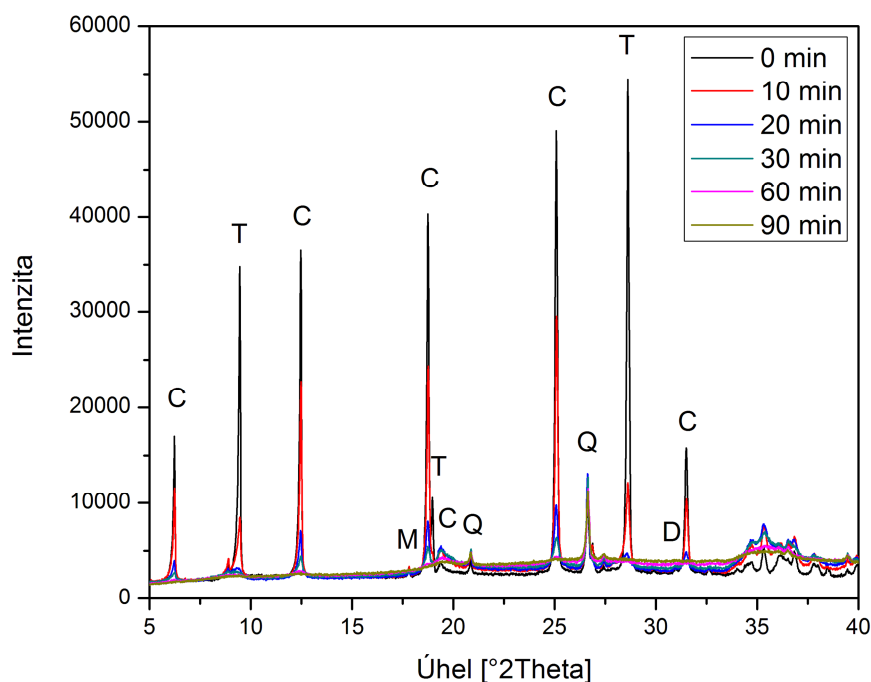
4 VÝSLEDKY A DISKUZE

4.1 MECHANOCHEMICKÁ AKTIVACE MASTKOVÉ SUROVINY

Dlouhodobé mletí mastkové suroviny ve vysokoenergetických mlýnech se výrazně projevilo na její struktuře, morfologii i výstupech z termické analýzy.

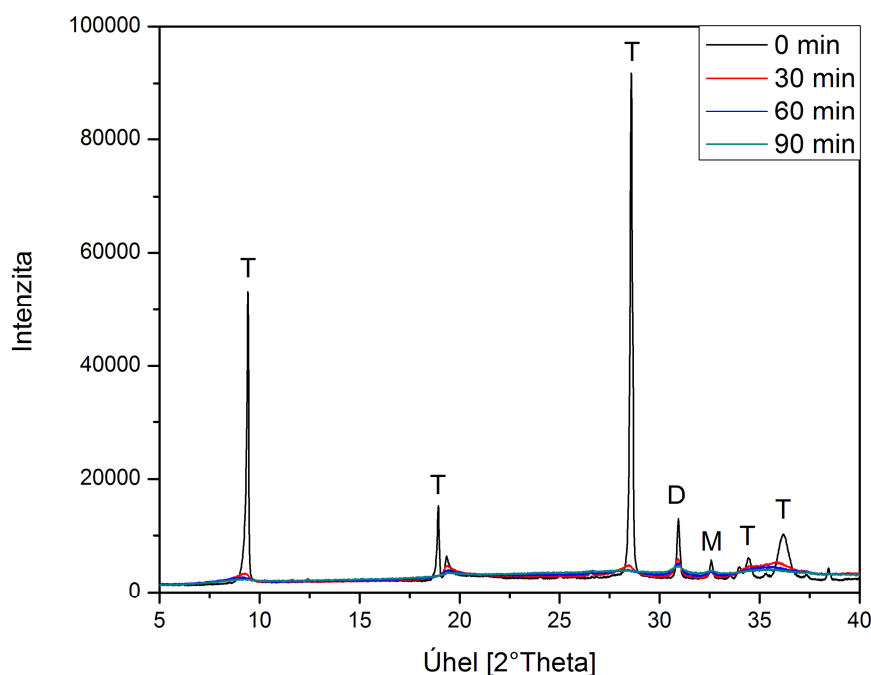
4.1.1 Vliv na strukturu materiálu

Snad nejvýrazněji ilustrují průběh mechanochemického procesu diagramy na Obr. 1, kdy při mletí mastkové suroviny H70 došlo k výraznému snížení krystalinity materiálu. Během mletí došlo ke značné redukci intenzity všech píků, příslušejících mastku (T), klinochloru (C) a muskovitu (M). Tento jev však nebyl pozorován v případě píků náležících křemenu. Ten díky své tvrdosti (Mohsova tvrdost 6-7), vyplývající z prostorového uspořádání sítě tetraedrů, mnohem snáze odolává tangenciálnímu napětí produkovanému mlecím zařízením než fylosilikátové fáze, jejichž vrstevnaté struktury jsou mletím snáze rozrušeny.



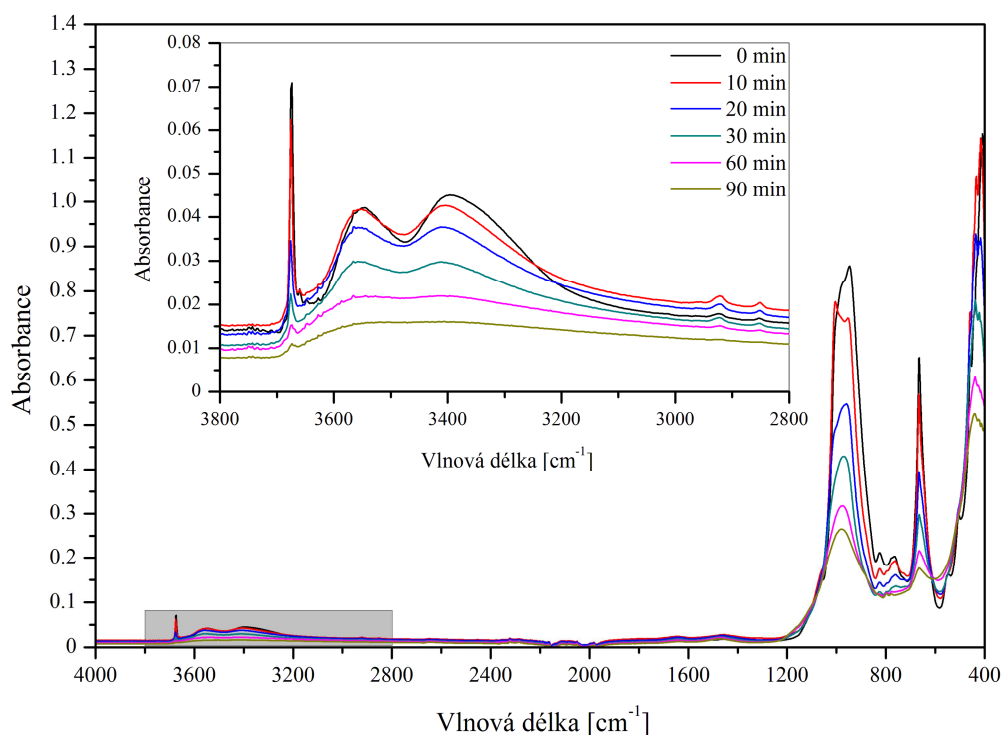
Obr. 1 Úbytek intenzity píků jednotlivých fází mastkové suroviny H70 v průběhu mechanochemické aktivace v promíchávaném mlýně Netsch Attritor (T – mastek, C – klinochlor, M – muskovit, Q – křemen)

V případě mechanochemické aktivace mastkové suroviny KT1 v časech 30 min; 60 min a 90 min rovněž došlo k výraznému rozbití krystalové struktury všech tří hlavních fází (Obr. 2). Ve srovnání se surovinou H70 se ukazuje, že díky výrazně vyššímu zastoupení mastku na úkor fází s vyšší Mohsovou tvrdostí měly produkty mechanochemické aktivace více amorfnní charakter.



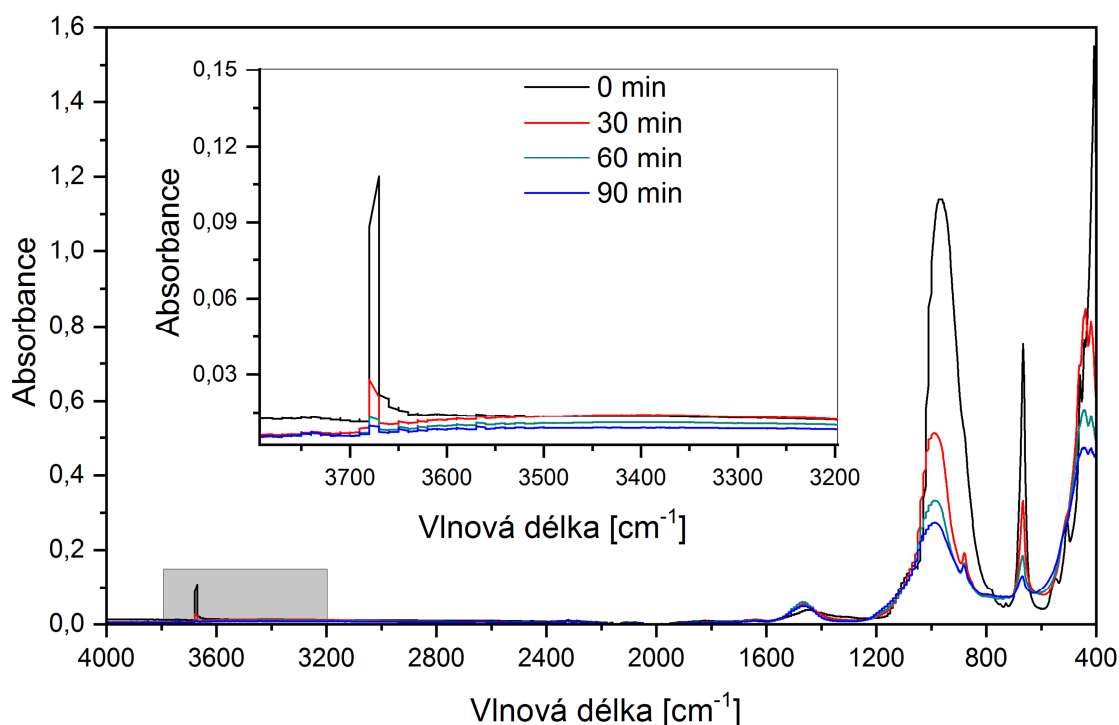
Obr. 2 Úbytek intenzity píků jednotlivých fází mastkové suroviny KT1 v průběhu mechanochemické aktivace v promíchávaném mlýně Netsch Attritor (T – mastek, D – dolomit, M – magnesit)

Diagram na Obr. 3 reprezentuje výsledky infračervené spektroskopie původní a mechanochemicky aktivované mastkové suroviny H70 v attritoru. Potvrzuje destrukci jednotlivých vazeb v obou hlavních fylosilikátových fázích. Rozpad brucitových vrstev je ilustrován úbytkem intenzity valenčních (3674 cm^{-1}) a deformačních pásů (665 cm^{-1}) Mg-OH a pásu Mg-O vazby (505 cm^{-1}). Pokles intenzit valenčních (947 cm^{-1}) a deformačních pásů (409 cm^{-1}) Si-O poukazuje na rozklad tetraedrických sítí. V průběhu mletí dochází i k přerušení vazeb Si-O-Mg (valenční pás 459 cm^{-1}), reprezentujících propojení tetraedrických a oktaedrických sítí. Z grafů můžeme rovněž pozorovat postupnou dehydroxylaci v podobě úbytků valenčních pásů mezivrstevných OH skupin (3546 cm^{-1} a 3396 cm^{-1}). V klinochlorové fázi dochází i k rozštěpení vazeb Al-O v tetraedrické síti (812 cm^{-1}) a vodíkových můstků (SiAl)O-OH (752 cm^{-1}) mezi vrstvou a mezivrstevnou brucitovou sítí. [18], [19]



Obr. 3 Infračervená spektra původní a mechanochemicky aktivované mastkové suroviny H70 v attritoru

Z grafu na Obr. 4 lze pozorovat zánik vazeb v mastkové surovině KT1 během mechanochemické aktivace suroviny v attritoru. Obdobně jako v případě suroviny H70 jsou patrné úbytky valenčních (967 cm^{-1}) a deformačních pásů Si-O (409 cm^{-1}) a také valenčních (3674 cm^{-1}) a deformačních (667 cm^{-1}) pásů Mg-OH. Naopak dochází k mírnému zvyšování intenzity píku příslušejícímu uhličitanovým skupinám (1441 cm^{-1}), což může do jisté míry naznačovat karbonataci produktů mechanochemické aktivace. [18], [20]



Obr. 4 Infračervená spektra původní a mechanochemicky aktivované mastkové suroviny KT1 v attritoru

4.1.2 Vliv mletí na morfologii materiálu

Během mletí docházelo vedle rozbití krystalové struktury a vazeb v materiálu také ke zmenšení velikosti jeho částic a zvětšení jeho měrného povrchu. Z údajů v Tab. 1 vyplývá, že při mletí ve vibračním mlýně docházelo sice k intenzivnějšímu zdrobňování částic suroviny, ale zároveň také k jejich výraznější aglomeraci. U attritoru naopak velikost částic s narůstající dobou mletí stále klesala. Pokles velikosti částic s dobou mletí u suroviny KT1 popisuje Tab. 2. Z ní lze vyčíst, že původní surovina byla jemnější oproti surovině H70, nicméně v průběhu mletí došlo víceméně k vyrovnání rozdílů ve velikostech částic obou surovin.

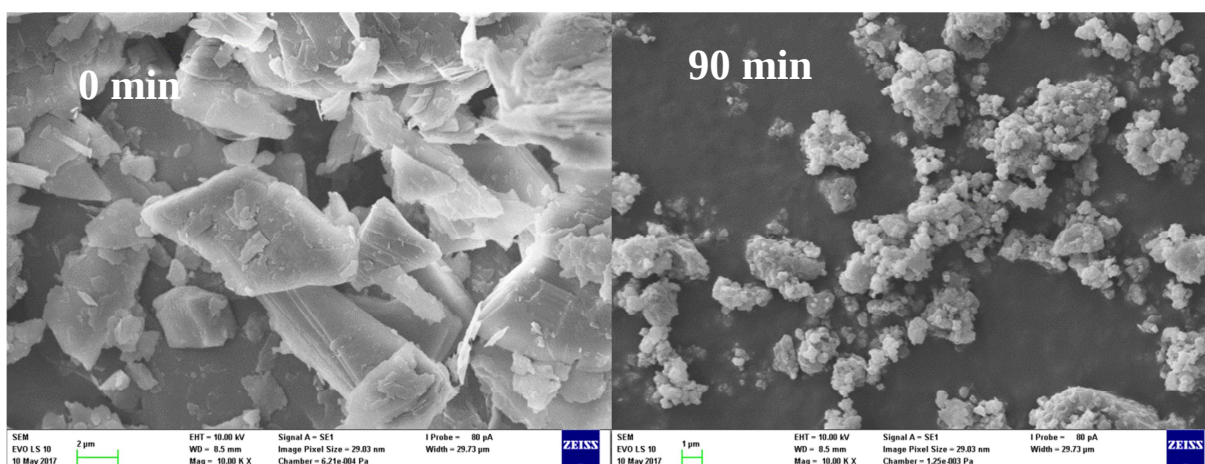
Tab. 1 Vliv doby mletí ve vibračním mlýně a v attritoru na velikost částic (d_{50}) mastkové suroviny H70

t [min]	VM4 [μm]	Attritor [μm]
0	15,89	15,89
10	3,95	6,61
20	5,03	4,19
30	5,40	3,64
60	7,78	3,23
90	3,28	1,47

Tab. 2 Vliv doby mletí v attritoru na velikost částic (d_{50}) mastkové suroviny KT1

t [min]	d_{50} [μm]
0	9,68
30	3,54
60	2,07
90	1,73

Snímky mikrostruktury původní suroviny a materiálu po mechanochemické úpravě v promíchávaném mlýně jsou zobrazeny na Obr. 5. V průběhu mletí docházelo k postupnému rozrušování původní lístkové struktury mastkové suroviny. Po 90 minutách mletí měly částice mechanochemicky upravené suroviny vzhled neuspořádaných aglomerátů.

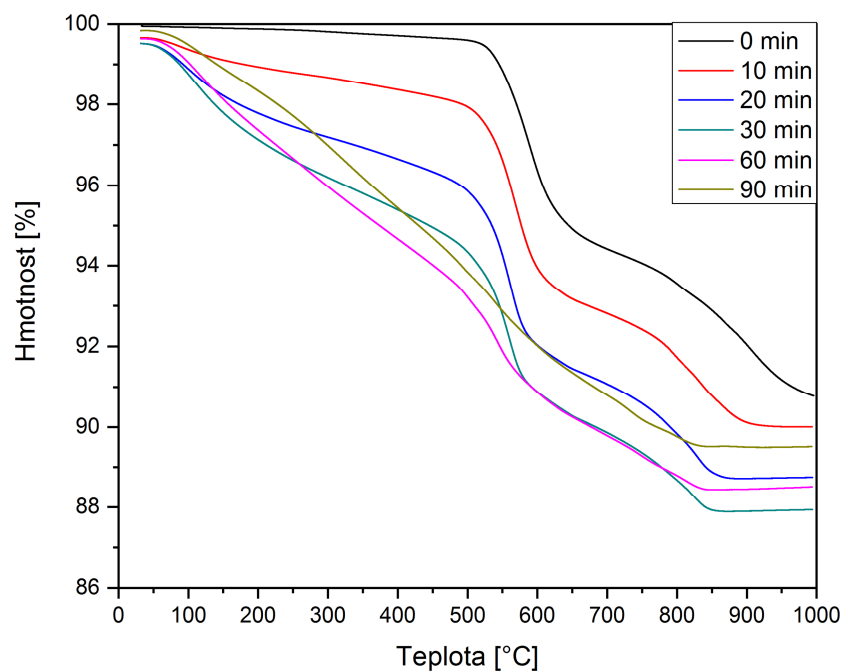


Obr. 5 Snímky vlivu mechanochemického zpracování v promíchávaném mlýně Netsch attritor na mikrostrukturu mastkové suroviny H70

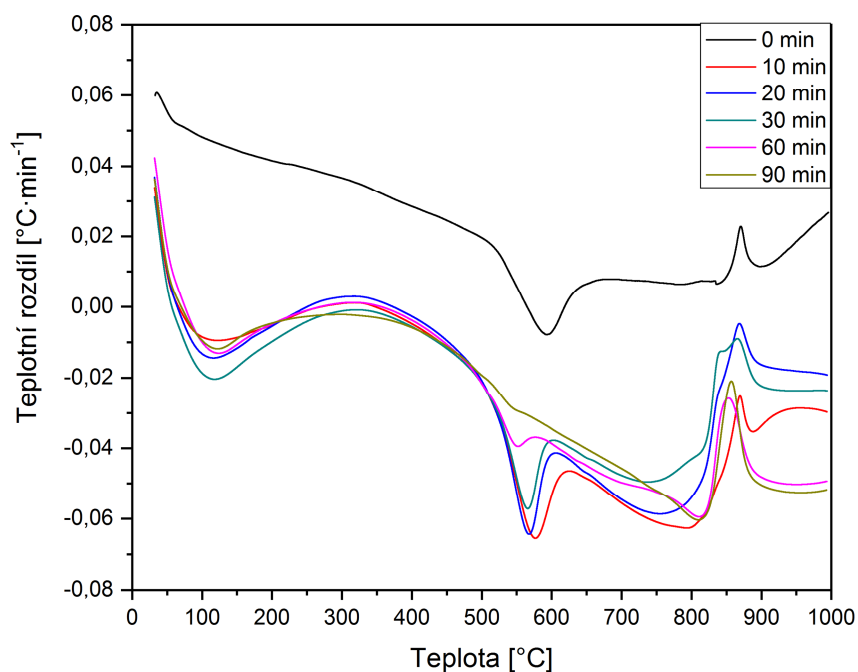
4.1.3 Výsledky termických metod

Jak je patrné z TG (Obr. 6) a DTA (Obr. 7) křivek, při mechanochemickém zpracování mastkové suroviny docházelo k dehydroxylaci suroviny za vzniku molekul vody, v souladu s případem mechanochemické aktivace kaolinitu. Nový zlom na TG křivce spolu s novými píky na DTA křivkách v oblasti kolem 100 °C indikují přítomnost fyzikálně vázané vody, která se při dané teplotě z materiálu odpaří. Postupný úbytek intenzity endotermního píku při 590 °C indikuje rozrušování oktaedrické sítě v mezivrstvi chloritové fáze v průběhu mletí, přičemž po 90 minutách je struktura této vrstvy prakticky kompletně rozbitá, jak ostatně dokazují již výše uvedené výsledky XRD analýzy. Mechanochemické zpracování vedlo i k rozšíření endotermního píku při cca 840 °C, odpovídajícího dehydroxylaci mastkové i klinochlorové fáze. Tento jev byl způsoben molekulami vody chemicky koordinovanými ve struktuře suroviny. Zvyšující se podíl amorfnní fáze a její transformace na krystalické vysokoteplotní produkty se na DTA křivce projeví

zintenzivněním exotermního píku při asi 900 °C. Zároveň došlo i k posunu vrcholu píku k nižším teplotám.



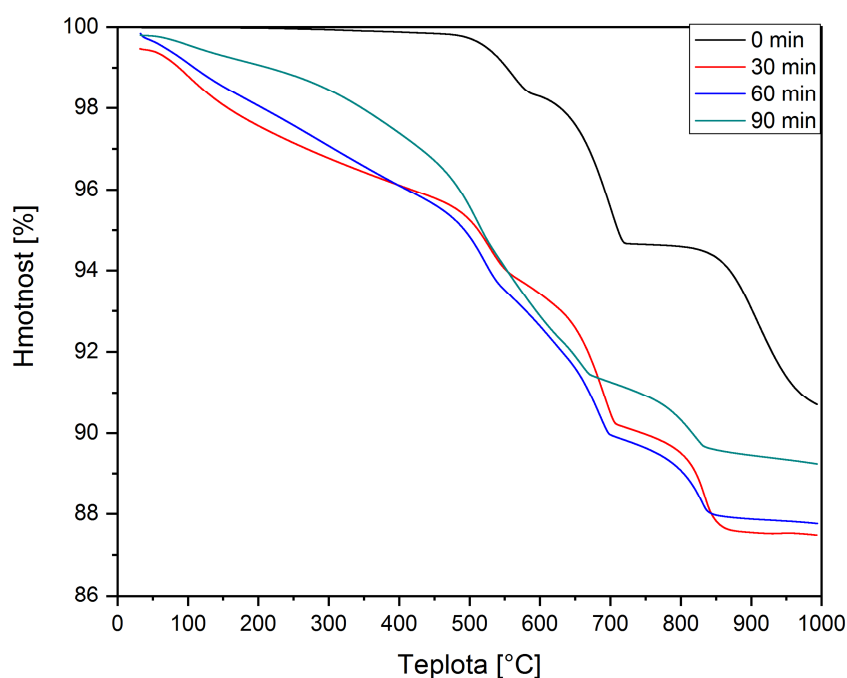
Obr. 6 Vliv doby mechanochemického zpracování na TG křivky mastkové suroviny H70



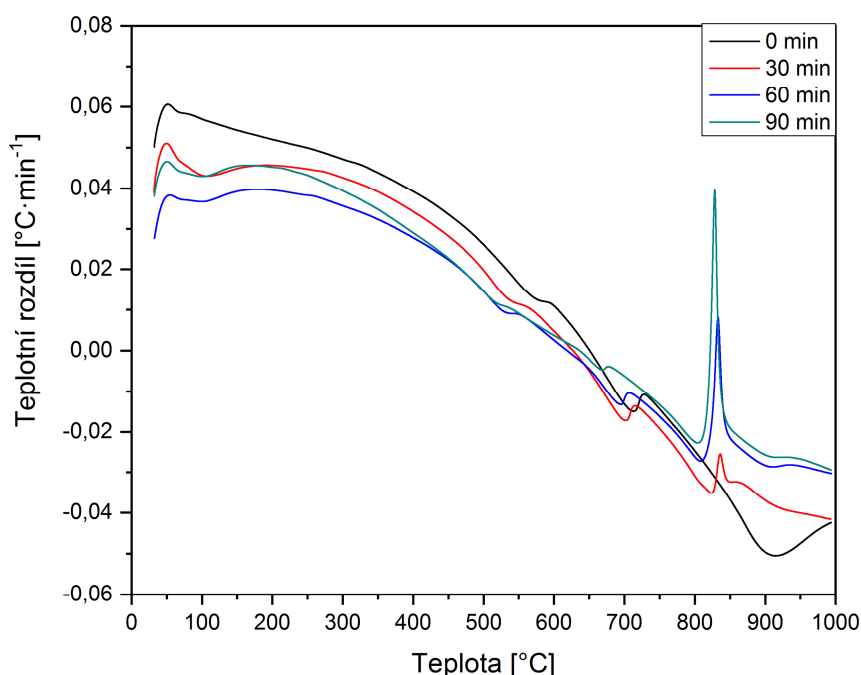
Obr. 7 Vliv doby mechanochemického zpracování na DTA křivky mastkové suroviny H70

Vliv mechanochemické aktivace na termickou stabilitu mastkové suroviny KT1 je uveden na Obr. 8 a Obr. 9. Obdobně jako u suroviny H70 dochází k uvolňování

molekul vody, které byly ve struktuře materiálu vázány fyzikálními nebo chemickými silami. Zvýšení povrchu v důsledku mletí vedlo k separaci efektů příslušejících uhličitanovým fázím, což posléze vedlo ke snížení teploty rozkladu dolomitové fáze. Podle klesající intenzity efektu náležejícího jejímu rozkladu lze usuzovat, že část původně dolomitického MgCO_3 se u mechanochemicky zpracovaného materiálu rozkládá již při teplotách odpovídajících rozkladu magnezitu. Nepředpokládáme-li změny chemického složení magnezitu nebo dolomitu, pak mohlo dojít k posuvu rovnovážné teploty rozkladu a pravděpodobně také posuvu teploty, při níž proces běží nejrychleji, v důsledku změn složení okolní atmosféry, tedy obsahu CO_2 . Je třeba také respektovat nové efekty na DTA křivkách suroviny, na nichž se po mechanochemické úpravě nově objevují jak endotermní efekt odpovídající dehydroxylaci mastkové fáze, tak i exotermní efekt příslušející krystalizaci vysokoteplotních produktů, přičemž u DTA křivky původní suroviny se tyto dva efekty překrývaly s počátkem rozkladu dolomitického CaCO_3 .



Obr. 8 Vliv doby mechanochemického zpracování na TG křivky mastkové suroviny KT1



Obr. 9 Vliv doby mechanochemického zpracování na DTA křivky maskové suroviny KT1

4.1.4 Orientační stanovení energie mletí

Z Tab. 3 lze vyčíst, že orientační hodnoty energie mletí se u obou použitých mlýnů i metod značně liší. Energie vynaložená za 60 min mletí je u vibračního mlýnu cca 10× vyšší nežli u attritoru, přičemž jak již bylo zmíněno výše, míra rozbití struktury výchozího materiálu je u obou mlýnů v daný časový úsek srovnatelná. Energie stanovená pomocí měření proudu při zátěži a napětí je zhruba 3× vyšší než v případě stanovení pomocí Bondovy rovnice. Metoda stanovení energie mletí pomocí Bondovy rovnice je ovšem navržena pro jemné mletí, v případě velmi jemného mletí, ultra jemného mletí nebo mletí doprovázeného mechanochemickými procesy již neposkytuje dostatečně přesné výsledky. Mnohem přesnější hodnoty tedy poskytuje výpočet energie mletí pomocí měření proudu při zátěži a napětí. Lze tedy konstatovat, že pro prakticky úplnou amorfizaci maskové suroviny je potřeba energie v hodnotách řádově stovek Joulů na gram mletého materiálu.

Tab. 3 Orientační hodnoty energie na 1 g mletého materiálu vynaložené při mletí po dobu 60 min

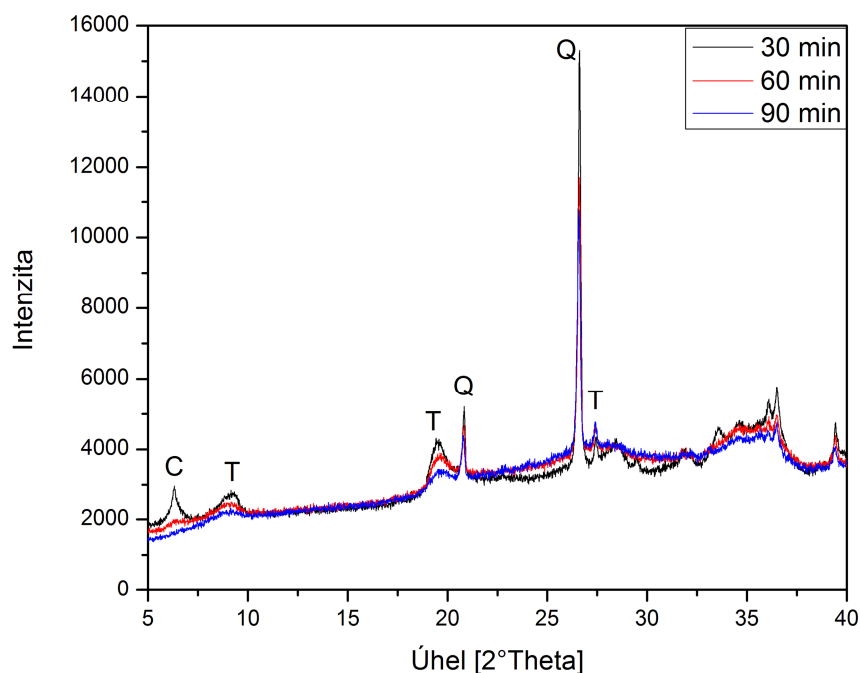
metoda	mlýn	energie mletí [J]
Bondova rovnice	VM4	1 883,67 – 2 152,77
Bondova rovnice	attritor	221,7 – 253,37
měření příkonu	attritor	632,06 – 711,07

4.2 KALCINACE MECHANOCHEMICKY UPRAVENÉ SUROVINY

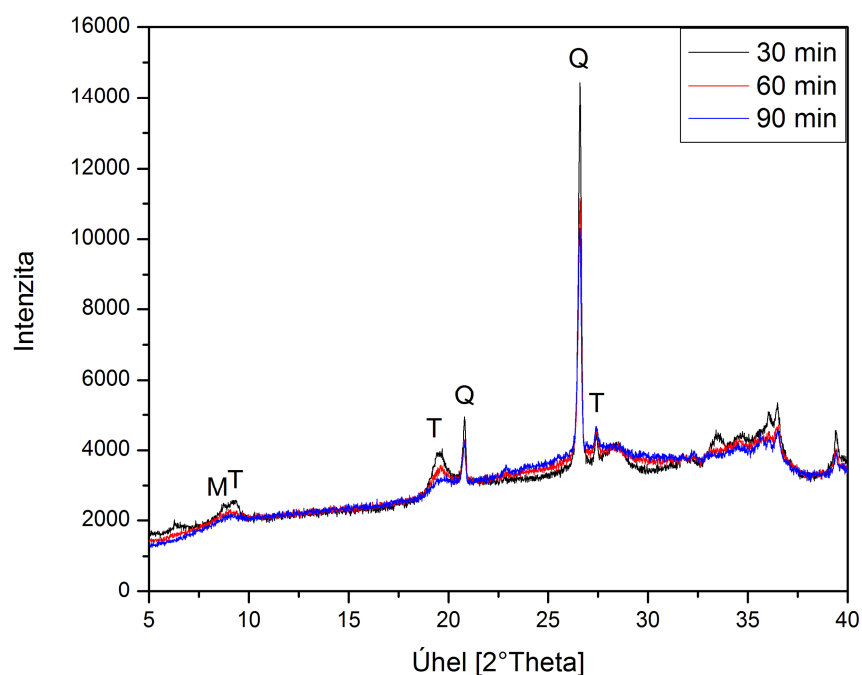
Kalcinace vzorků připravených mechanochemickou aktivací obou mastkových surovin po různou dobu měla další vliv na vlastnosti zkoumaných vzorků, a to z hlediska fázového složení, morfologie i chování při tepelném zpracování.

4.2.1 Vliv kalcinace na fázové složení suroviny

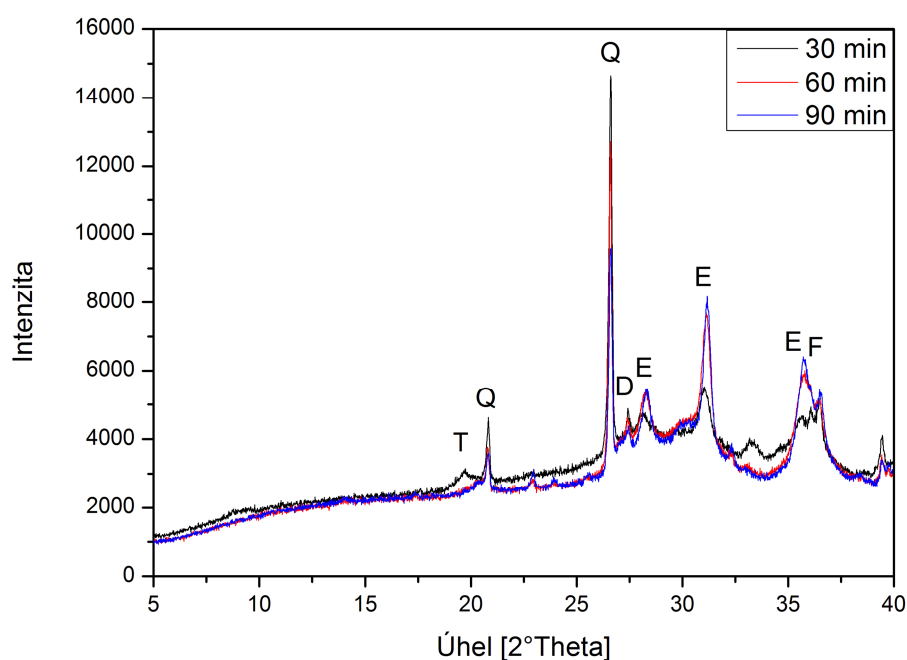
Fázové složení suroviny H70 po kalcinaci při 700 °C, 750 °C a 800 °C je zobrazeno na Obr. 10, Obr. 11 a Obr. 12. Z Obr. 10 lze pozorovat vymizení téměř všech klinochlorových píků, s výjimkou píku odpovídajícího částečně dehydratované fázi, přičemž u vzorků mletých po dobu 60 a 90 min při tepelném zpracování prakticky vymizí i tento pík. Při 750 °C vymizí pík při 6,23° u všech tří vzorků, tj. klinochlorová fáze byla kompletně dehydratována. Po kalcinaci na 800 °C sice zůstává u vzorku mletého po dobu 30 min částečně zachována mastková fáze, nicméně u všech vzorků již započala krystalizace vysokoteplotních fází – enstatitu, forsteritu a diopsidu (Obr. 12). Intenzity píků příslušejících těmto fázím jsou vyšší u vzorků mletých po delší časové intervaly. Vzorek mletý po dobu 30 min měl největší velikost částic, a tudíž u něj došlo k nejméně intenzivní přeměně tepelným zpracováním.



Obr. 10 Fázové složení mechanochemicky upravené suroviny H70 po kalcinaci při 700 °C (T – mastek, D – dolomit, Q – křemen. C - klinochlor)

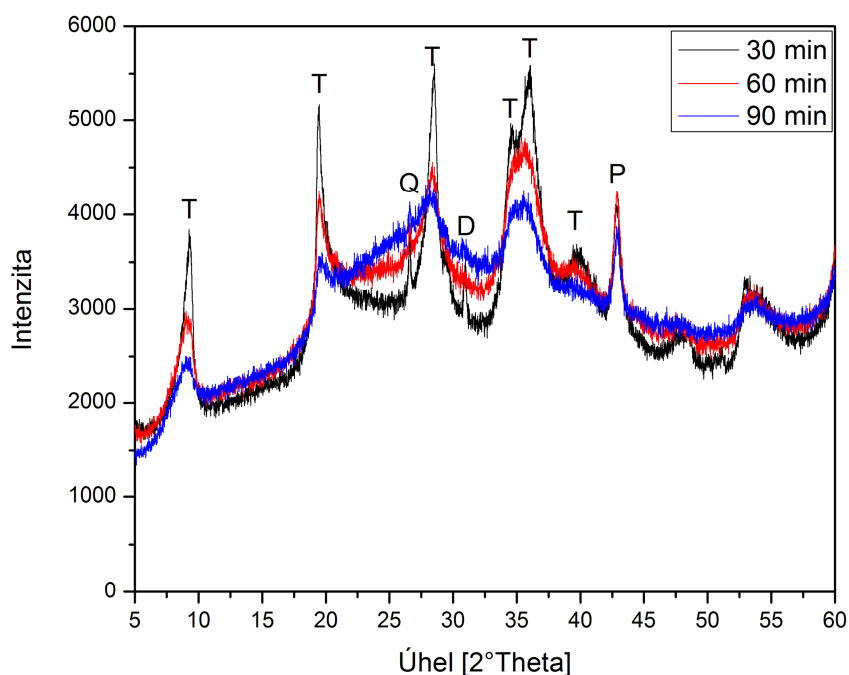


Obr. 11 Fázové složení mechanochemicky upravené suroviny H70 po kalcinaci při 750 °C (T – mastek, M – muskovit, Q – křemen)

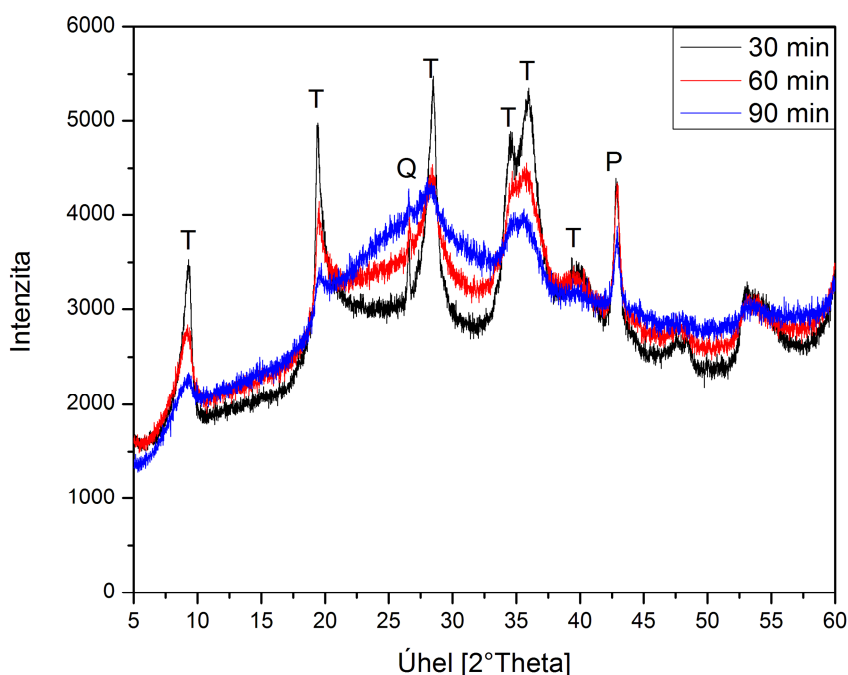


Obr. 12 Fázové složení mechanochemicky upravené suroviny H70 po kalcinaci při 800 °C (E – enstatit, F – forsterit, D – diopsit)

Z diagramů na Obr. 13 a Obr. 14 je zřejmé, že zahříváním směsi dochází při kalcinaci na 700 °C k rozkladu jedné z minoritních fází – magnezitu na periklas (MgO). Další nárůst teploty ukazuje, že při 750 °C dochází k vymizení píku dolomitu a také k mírnému snížení intenzit píků zbylého mastku.



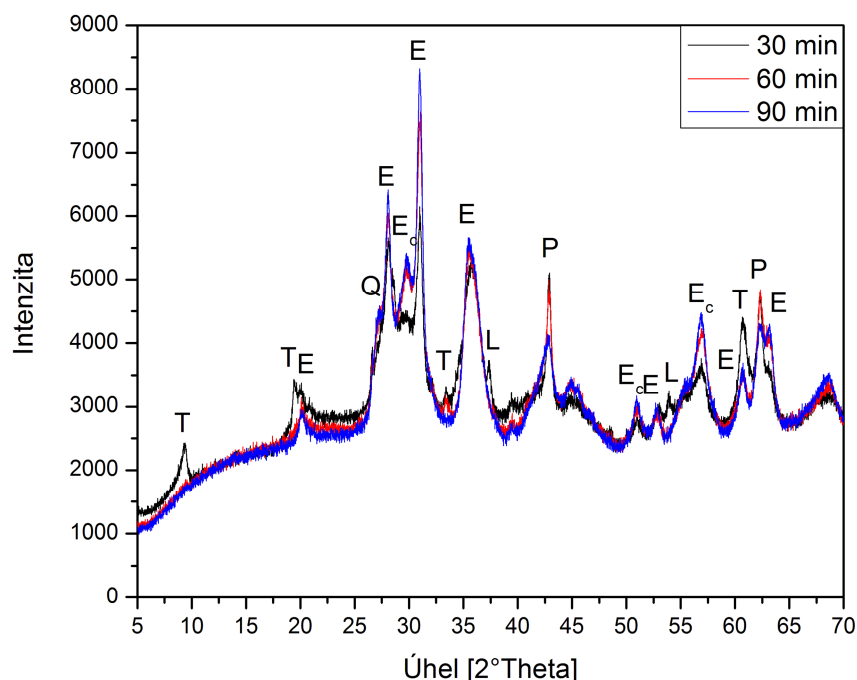
Obr. 13 Fázové složení mechanochemicky upravené suroviny KT1 po kalcinaci při 700 °C (T – mastek, Q – křemen, D – dolomit, P – periklas)



Obr. 14 Fázové složení mechanochemicky upravené suroviny KT1 po kalcinaci při 750 °C (T – mastek, Q – křemen, P – periklas)

Na difraktogramu produktu kalcinace při 800 °C (Obr. 15) lze pozorovat tvorbu vysokoteplotních produktů, tvořených převážně enstatitem. Získaný výstup dokumentuje, že při teplotách nad 800 °C mizí prakticky všechen mastek a dominuje enstatit. Současně se ztrácí amorfní charakter produktu a vznikají uspořádanější struktury. Opět došlo k zintenzivnění tvorby periklasu. Poměrně významný rozdíl lze nalézt v difraktogramech vzorku mletého po dobu 30 min a vzorků mletých po

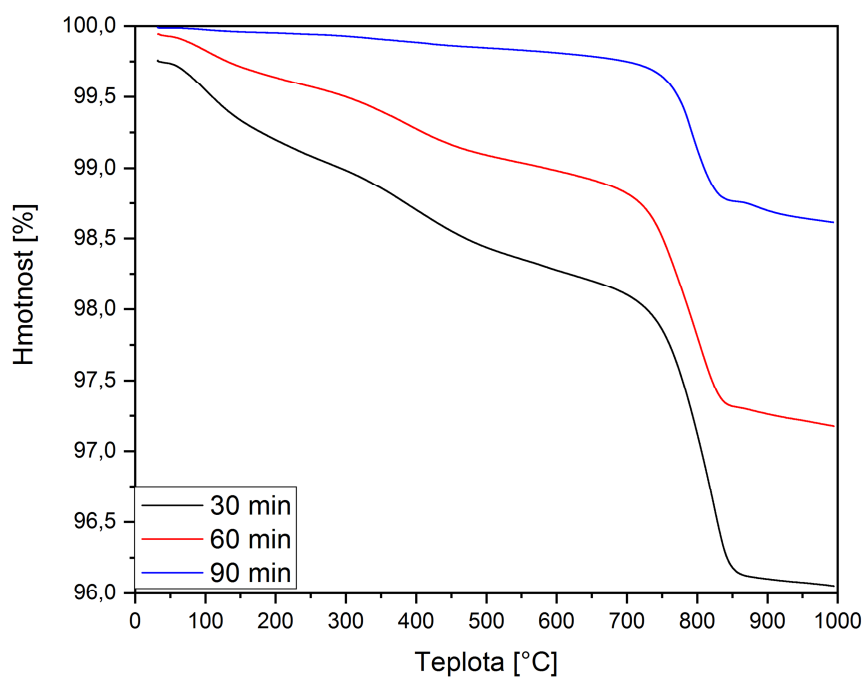
dobu 60 a 90 min. U prvního jmenovaného vzorku lze pozorovat pík volného vápna, vzniklého kalcinací dolomitu, zatímco u zbylých dvou lze namísto tohoto píku pozorovat pík v pozici 29,77°. Tento pík přísluší vápníkem modifikovanému enstatitu ($\text{Mg}_{0,916}\text{Ca}_{0,084}\text{SiO}_3$), což by indikovalo zabudování uvolněného volného vápna do struktury vzniklého enstatitu v podobě částečné náhrady fáze MgO fází CaO v rozsahu 8,4 %.



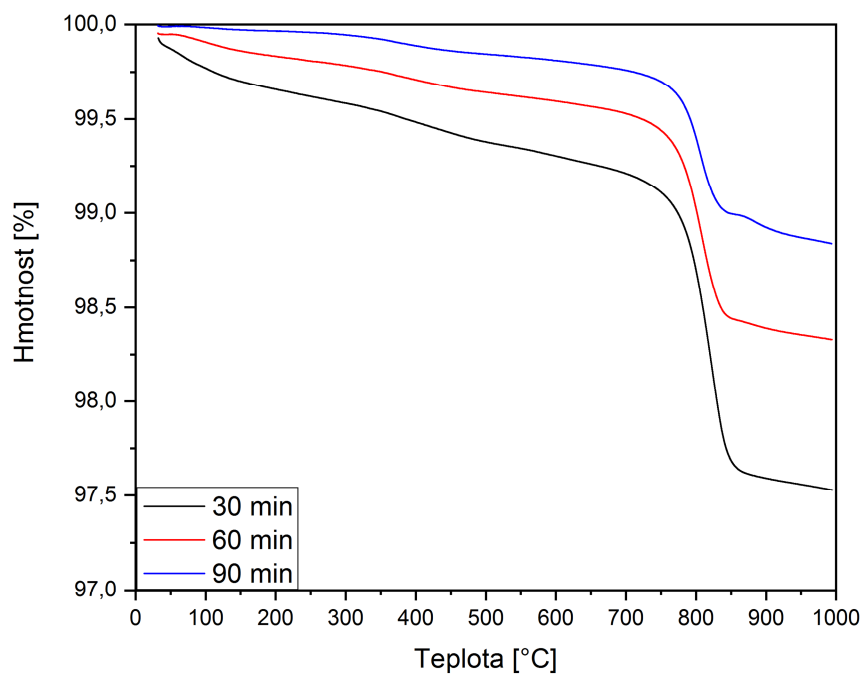
Obr. 15 Fázové složení mechanochemicky upravené suroviny KT1 po kalcinaci při 800 °C (T – mastek, E – enstatit, Q – křemen, E_c – modifikovaný enstatit, L – volné vápno, P – periklas)

4.2.2 Vliv kalcinace na chování při termické analýze

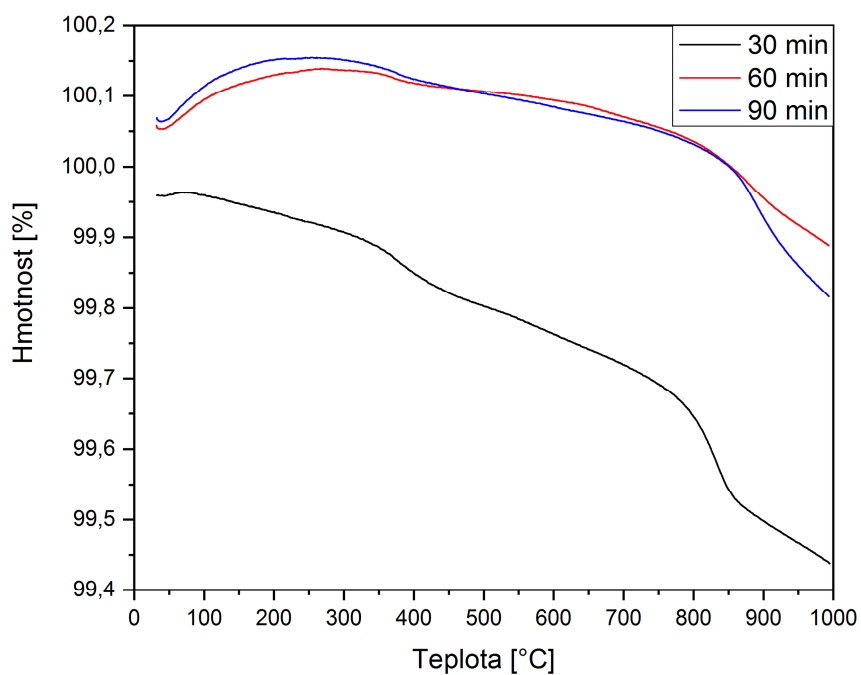
Z TG křivek mechanochemicky aktivovaných mastkových surovin H70 (Obr. 16, Obr. 17 a Obr. 18) lze usuzovat, že při kalcinaci byl odstraněn zbytek přítomné vody. U některých vzorků kalcinovaných při 800 °C mohlo dojít k oxidaci vzdušným kyslíkem, případně k jiné chemické reakci, která se projevila nárůstem TG křivky nad hodnotu 100 %. Z DTA (Obr. 19, Obr. 20 a Obr. 21) křivek lze pozorovat téměř kompletní rozklad mezivrstevné brucitové vrstvy v chloritické fázi po kalcinaci při 700 °C a 750 °C. Z diagramu na Obr. 21 lze vypočítat téměř úplné vymizení endotermního efektu odpovídajícího dehydroxylaci mastku a klinochloru. Při této teplotě došlo k výrazné rekrystalizaci amorfních fází na enstatit a další vysokoteplotní produkty (forsterit, diopsid).



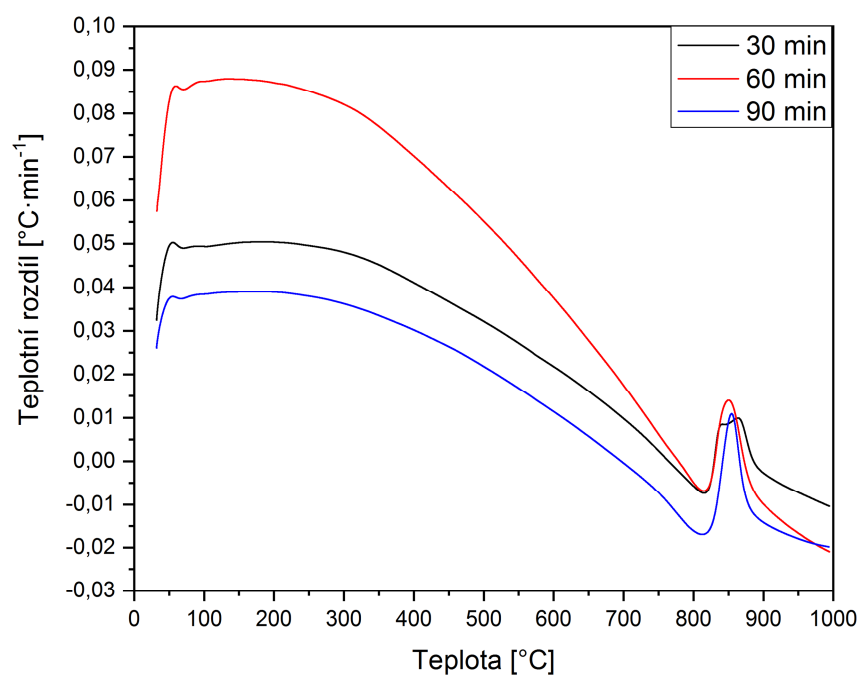
Obr. 16 TG křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny H70 kalcinované při 700 °C po dobu 1 hod



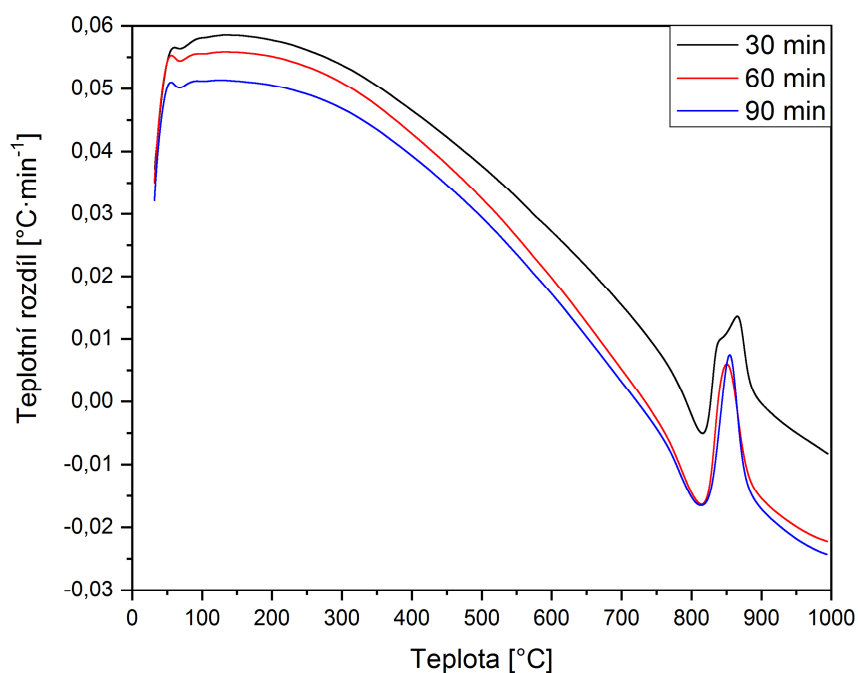
Obr. 17 TG křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny H70 kalcinované při 750 °C po dobu 1 hod



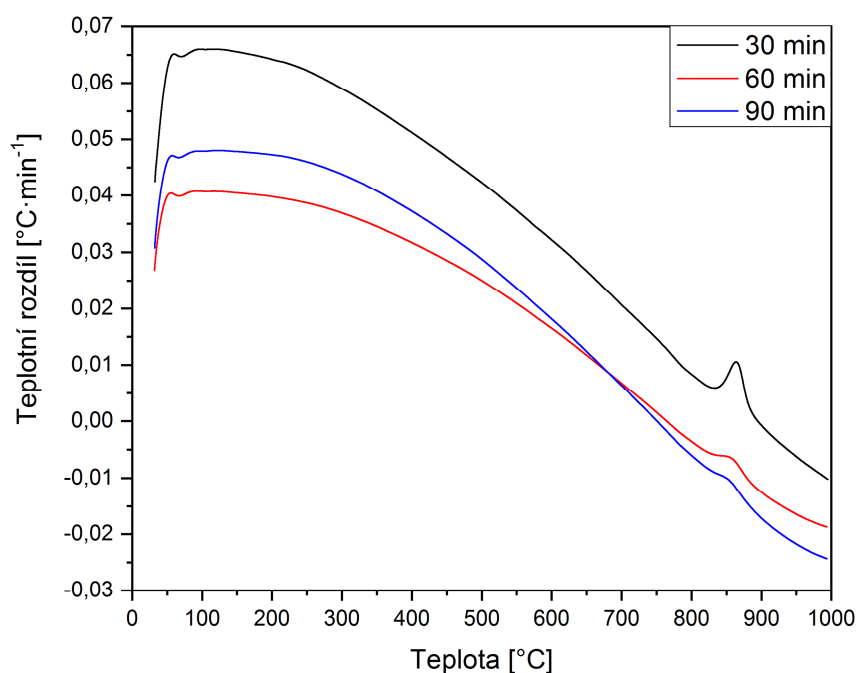
Obr. 18 TG křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny H70 kalcinované při 800 °C po dobu 1 hod



Obr. 19 DTA křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny H70 kalcinované při 700 °C po dobu 1 hod



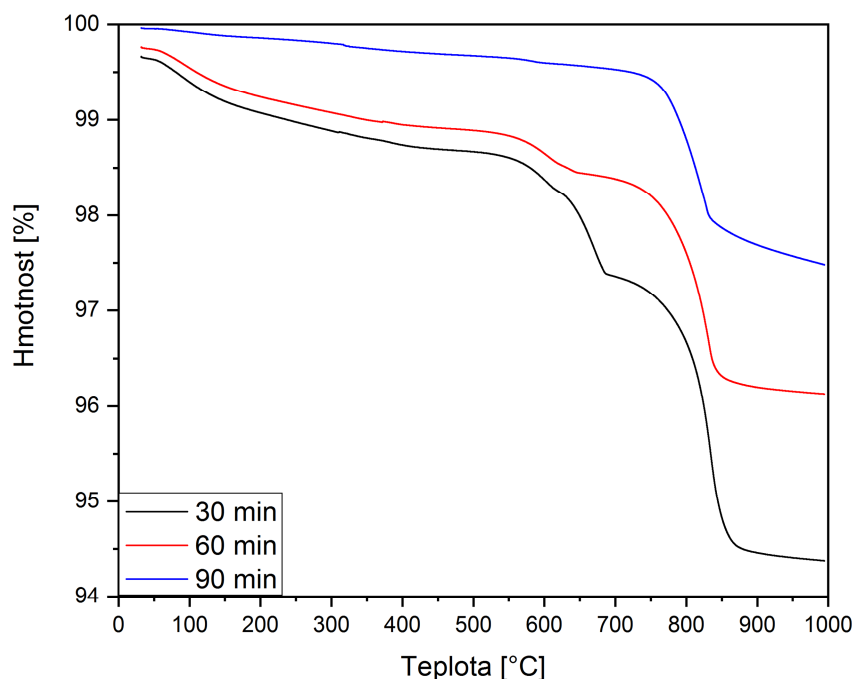
Obr. 20 DTA křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny H70 kalcinované při 750 °C po dobu 1 hod



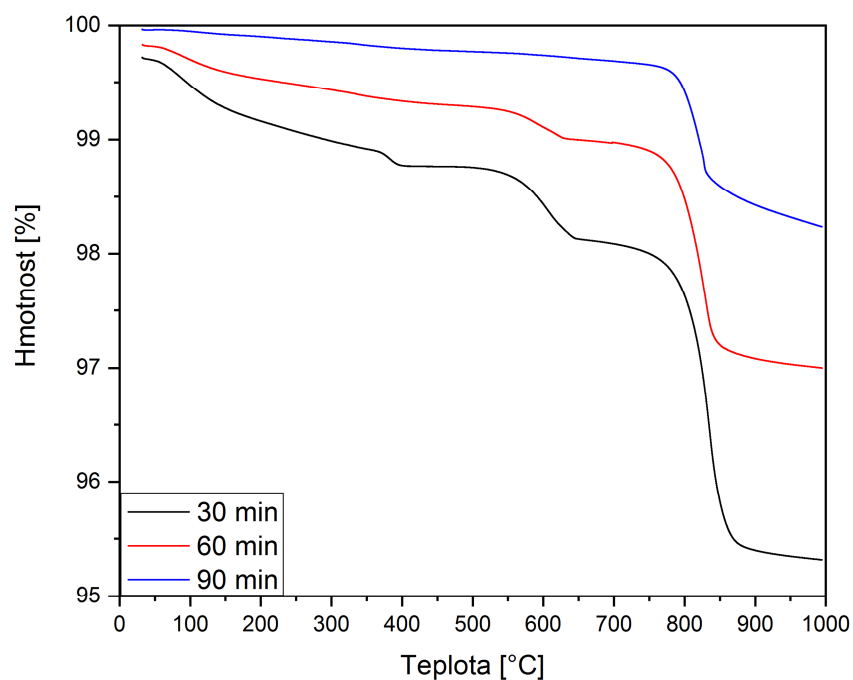
Obr. 21 DTA křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny H70 kalcinované při 800 °C po dobu 1 hod

Rovněž u mechanochemicky upravené suroviny KT1 došlo po kalcinaci k odpaření většiny vody vzniklé při mechanochemickém zpracování (Obr. 22, Obr. 23 a Obr. 24). Na DTA křivkách (Obr. 25, Obr. 26 a Obr. 27) lze pozorovat postupný úbytek mastkové fáze i fází uhličitánových. S výjimkou vzorku mletého po dobu 30 min již nejsou na DTA křivkách po kalcinaci na 700 °C (Obr. 25)

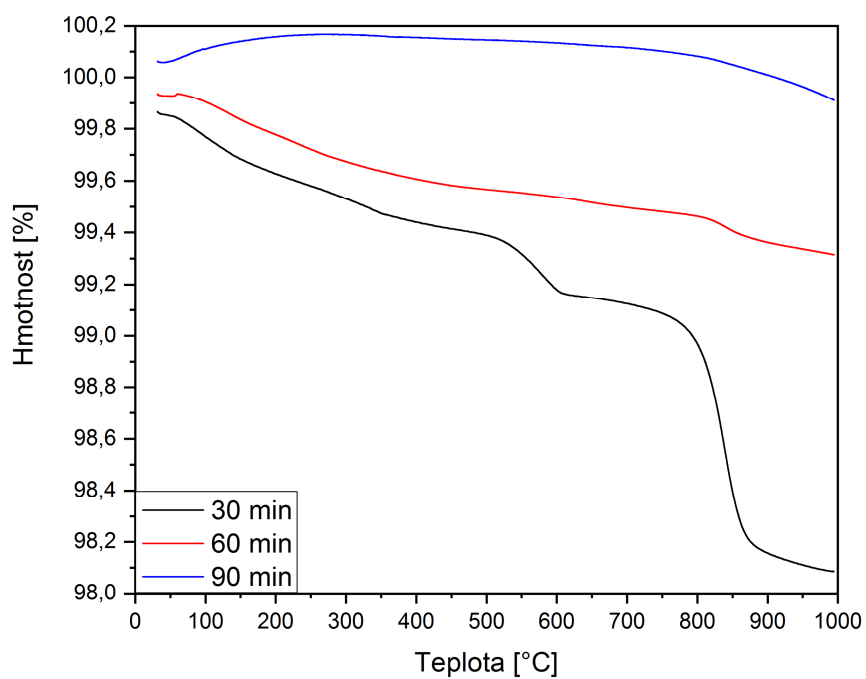
pozorovány píky příslušející rozkladu dolomitického MgCO_3 , při kalcinaci na $750\text{ }^\circ\text{C}$ (Obr. 26) již tento pík kompletně vymizel i na DTA křivce vzorku mletého po nejkratší časový interval. U DTA (Obr. 27) vzorků kalcinovaných při $800\text{ }^\circ\text{C}$ lze pozorovat pík rekrystalizace enstatitu pouze u vzorku aktivovaného po dobu 30 min, což značí, že u zbylých dvou vzorků byl již veškerý metamastek přeměněn na enstatit, případně modifikovaný enstatit.



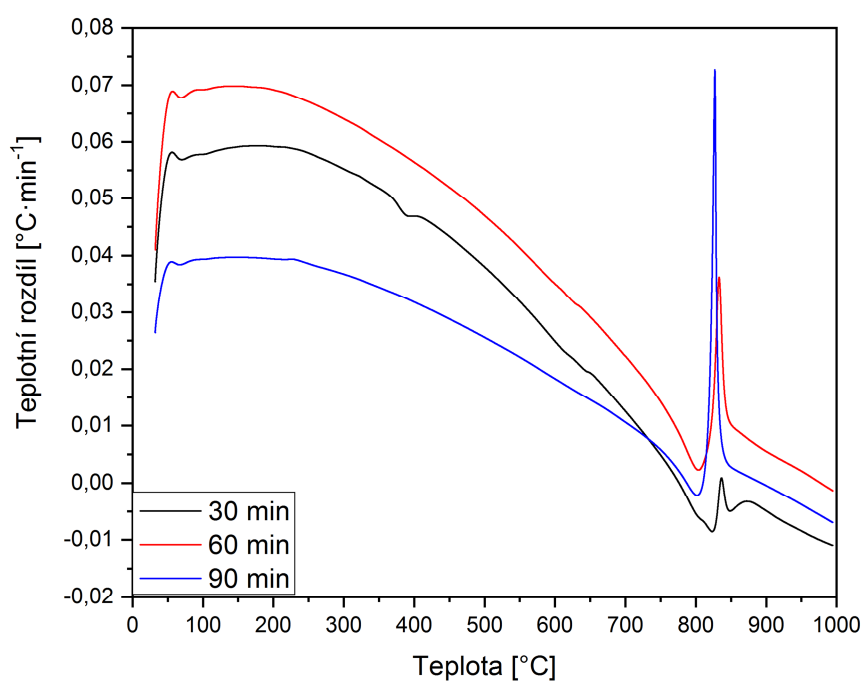
Obr. 22 TG křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny KT1 kalcinované při $700\text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 1 hod



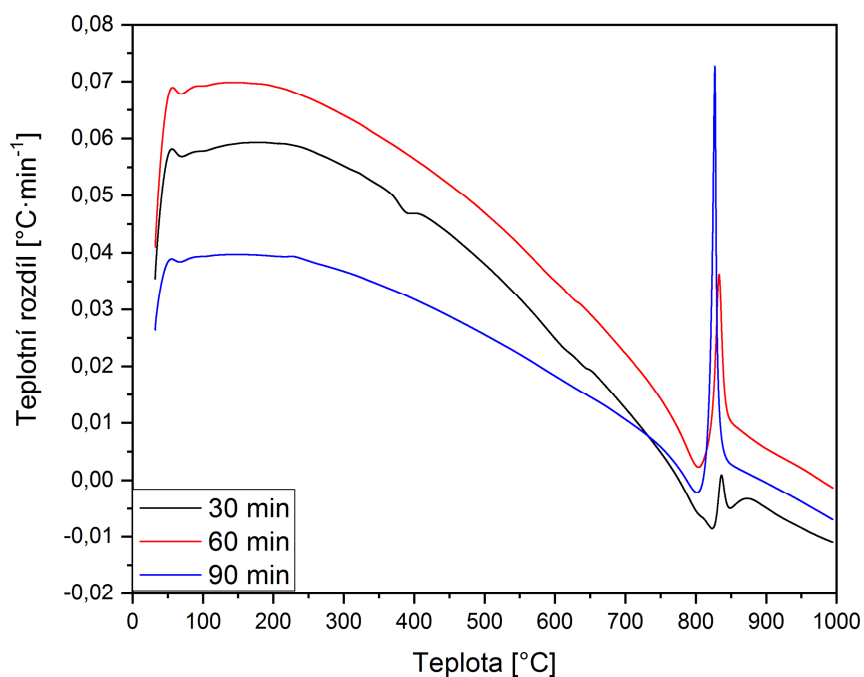
Obr. 23 TG křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny KT1 kalcinované při $750\text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 1 hod



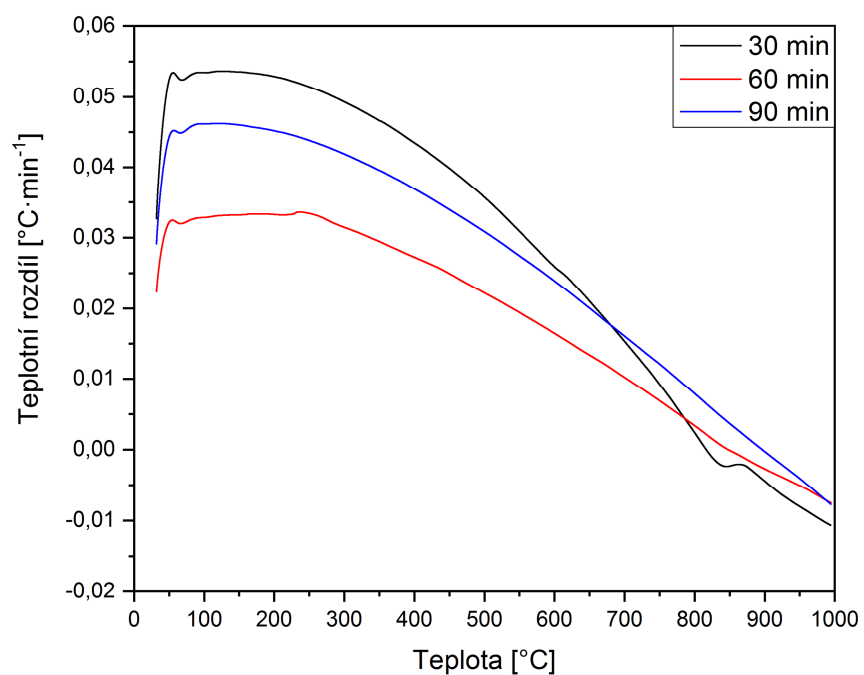
Obr. 24 TG křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny KT1 kalcinované při 800 °C po dobu 1 hod



Obr. 25 DTA křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny KT1 kalcinované při 700 °C po dobu 1 hod



Obr. 26 DTA křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny KT1
kalcinované při 750 $^{\circ}\text{C}$ po dobu 1 hod



Obr. 27 DTA křivka mechanochemicky aktivované mastkové suroviny KT1
kalcinované při 800 $^{\circ}\text{C}$ po dobu 1 hod

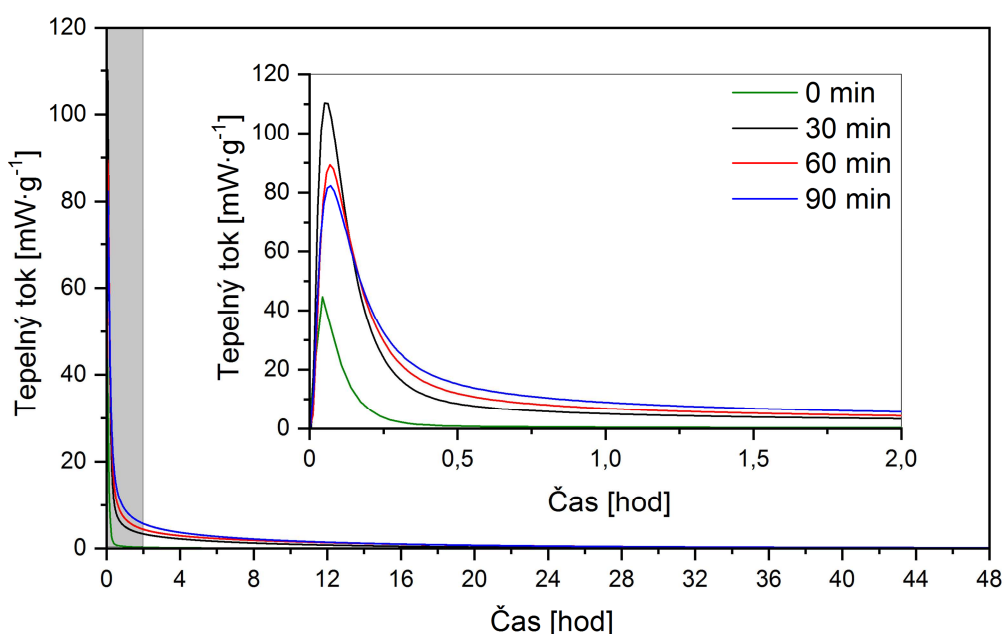
4.3 REAKTIVITA PŘIPRAVENÝCH ROZTOKŮ

4.3.1 Reaktivita v zásaditém prostředí

Jak ukazují následující diagramy, reaktivita metamastku je značně závislá na síle použité zásady.

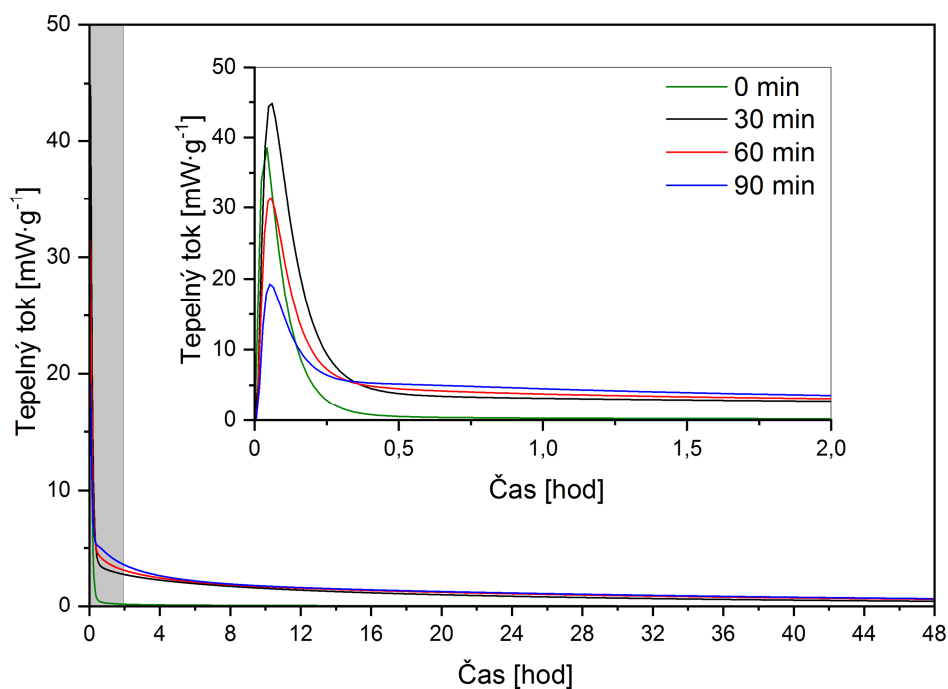
4.3.1.1 *Reakce s NaOH*

Hned v prvních minutách reakce mechanochemicky upravené mastkové suroviny s 50% roztokem NaOH (Obr. 28) lze pozorovat poměrně výrazný pík příslušející počátečnímu smáčení a rozpouštění materiálu v zásaditém prostředí. Tento pík není následován žádným dalším efektem, navíc z křivky celkového vývinu tepla v čase lze vyčíst výrazné zpomalení rychlosti alkalické aktivace po cca 10 hod. Reakce nekalcinované suroviny tedy probíhá poměrně rychle a je z výrazné části dokončena již v úvodních hodinách po smísení.



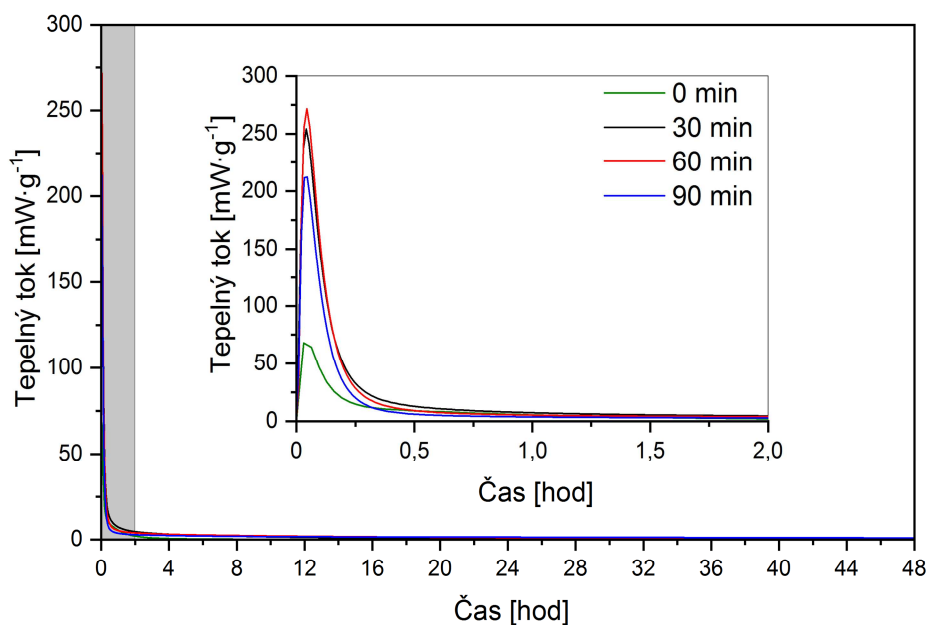
Obr. 28 Reaktivita mechanochemicky upravené mastkové suroviny H70 v prostředí 50% NaOH

Jak ukazuje Obr. 29, surovina kalcinovaná při 700 °C reaguje v prostředí NaOH mnohem pozvolněji. U všech tří křivek lze pozorovat opět pouze pík počátečního rozpouštění. Vzhledem k tomu, že teplo uvolněné po počátečním rozpouštění je nenulové, lze tento průběh hydratační křivky přisoudit pozvolnému rozpouštění a pomalé přeměně rozpuštěných částic na gel.



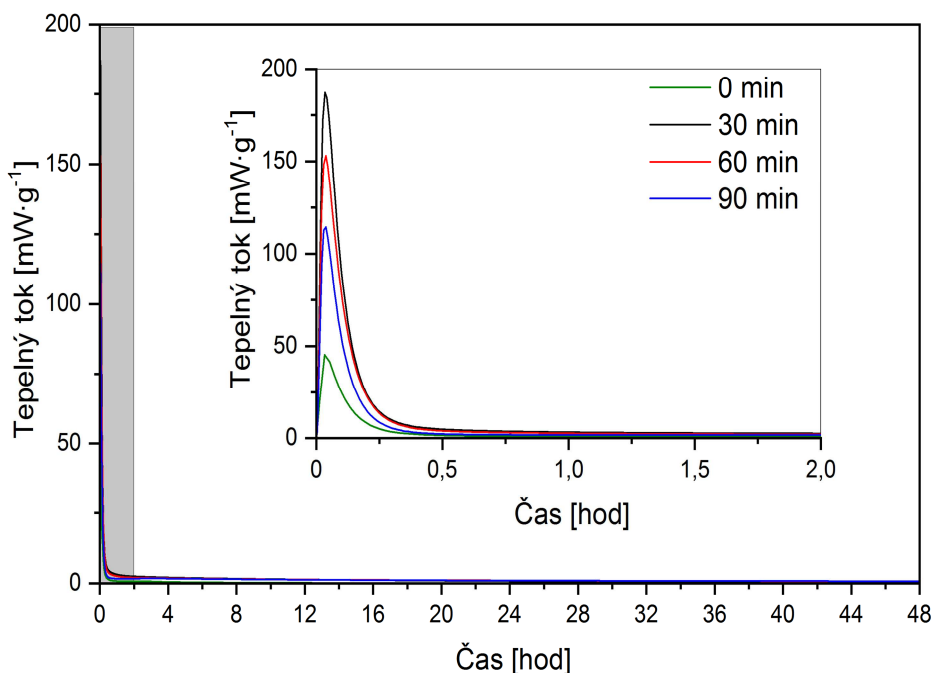
Obr. 29 Reaktivita mechanochemicky upravené mastkové suroviny H70 kalcinované při 700 °C v prostředí 50% NaOH

V porovnání se surovinou H70 nastává u suroviny KT1 (Obr. 30) výrazně vyšší vývin tepla v iniciační periodě, rovněž celkový vývin tepla je vyšší. Vývin reakčního tepla u vzorků mletých po dobu 60 a 90 min je navíc pozvolnější.



Obr. 30 Reaktivita mechanochemicky upravené mastkové suroviny KT1 v prostředí 50% NaOH (surovina aktivovaná po dobu a) 0 min; b) 30 min; c) 60 min; d) 90 min)

Obdobně jako u suroviny H70, i zde měla kalcinace při 700 °C vliv na průběh reakce metamastku s NaOH v podobě nižší intenzity vývinu tepla v iniciační periodě a celkově pozvolnějšího průběhu alkalické aktivace (viz Obr. 31). Obdobně jako u suroviny H70 byl na hydratačních křivkách suroviny KT1 kalcinované při 700 °C pozorován pouze pík počátečního rozpuštění, nicméně z křivky vývinu hydratačního tepla v čase lze opět usuzovat, že alkalická aktivace suroviny měla velmi pozvolný průběh.



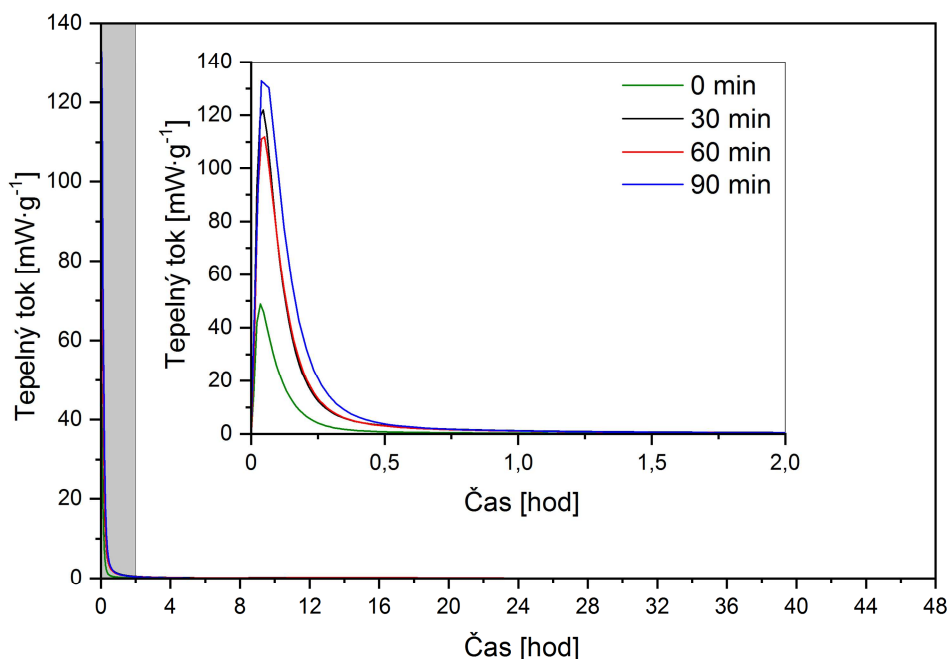
Obr. 31 Reaktivita mechanochemicky upravené mastkové suroviny KT1 kalcinované při 700 °C v prostředí 50% NaOH

4.3.2 Reaktivita v kyselém prostředí

Kvůli poměrně značnému počátečnímu vývinu tepla metamastku v prostředí H_3PO_4 musel být nakonec pro účely sledování průběhu hydratace a vývinu reakčního tepla na izotermickém kalorimetru použit velmi zředěný roztok o koncentraci $0,5 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$.

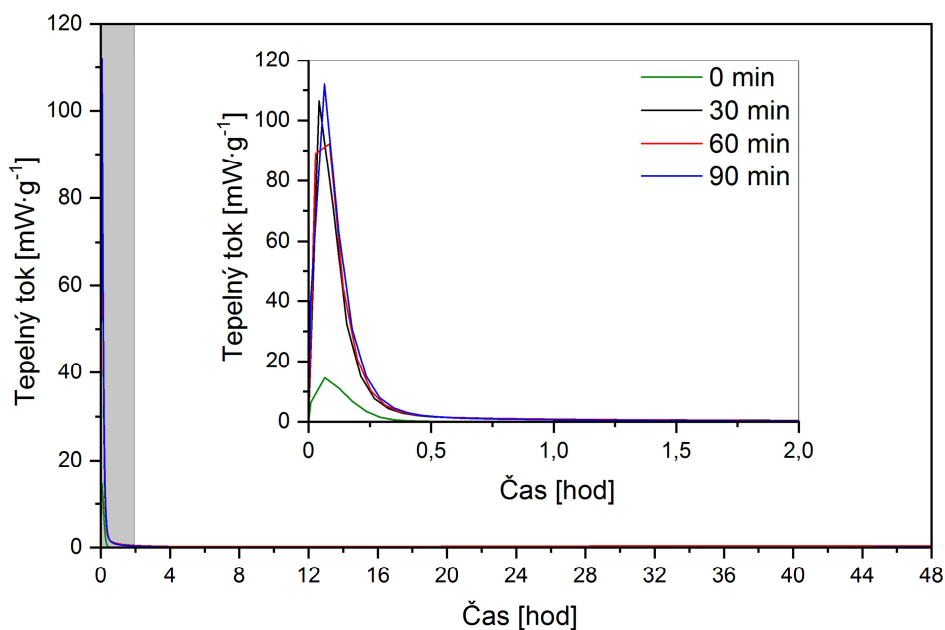
4.3.2.1 Reakce s H_3PO_4

Z grafů na Obr. 32 lze vypožorovat, že již v prostředí značně zředěné kyseliny fosforečné dochází k poměrně intenzivnímu vývinu tepla po vmísení metamastku připraveného ze suroviny H70. Nejnižší počáteční vývin tepla měl nemletý vzorek, který byl pouze kalcinován, nejvyšší intenzita píku počátečního rozpouštění byla naopak pozorována u vzorku mletého po dobu 30 min. U vzorků mletých po dobu 30 a 60 min byl na kalorimetrické křivce pozorován pík s vrcholem po asi 14 hod, příslušející patrně tvorbě kondenzačních produktů, zatímco u vzorku mletého po dobu 90 min byl tento pík výrazně oddálen a jeho vrchol zřejmě nastal až po několika dnech.



Obr. 32 Reaktivita mechanochemicky upravené mastkové suroviny H70
kalcinované při 700 °C v prostředí H_3PO_4

Reakce mechanochemicky aktivované suroviny KT1, kalcinované při 700 °C, probíhala výrazně pozvolněji než v případě suroviny H70 (viz graf na Obr. 33). Vrcholy píků kondenzace metamastku v prostředí 0,5 M H_3PO_4 nastaly až po cca 50 hod (surovina připravená mletím po dobu 30 a 60 min), u suroviny mleté po dobu 90 min dokonce až po cca 100 hod.



Obr. 33 Reaktivita mechanochemicky upravené mastkové suroviny KT1
kalcinované při 700 °C v prostředí H_3PO_4

5 ZÁVĚR

V rámci práce byly studovány možnosti přípravy metamastku, jakožto rentgen-amorfní delaminované a dehydroxylované mastkové fáze, a také byly na laboratorní úrovni ozkoušeny některé možnosti jeho následného uplatnění v technologiích anorganických pojiv. Kvůli nemožnosti přípravy této fáze prostou tepelnou dehydroxylací z důvodu okamžité rekrytalizace produktu na enstatit bylo nutné postupovat ve dvou krocích – provést delaminaci a dehydroxylaci suroviny prostřednictvím tzv. mechanochemické aktivace, v tomto případě mletí ve vhodném vysokoenergetickém mlecím zařízení, a následně kalcinace připravené suroviny, při níž byla odejmuta většina molekul vody vzniklých během výše zmíněné mechanochemické aktivace. V práci byly studovány dvě suroviny o odlišném chemickém i fázovém složení – chloritická mastková surovina H70 se zvýšeným obsahem Al_2O_3 , sestávající převážně z fází klinochloru, mastku a částečně i křemene a využívaná hlavně v keramických technologiích, a dolomitická mastková surovina KT1 o výrazně vyšším obsahu mastkové fáze, doprovázené fázemi dolomitu a magnezitu, využívaná např. jako plnivo v průmyslu barev a laků, papírenském průmyslu nebo při výrobě umělých hmot. Možnost uplatnění připraveného metamastku byla pozorována prostřednictvím sledování reaktivity v roztocích alkalických aktivátorů (NaOH , KOH , Na_2CO_3 , sodné vodní sklo), v suspenzi hydroxidu vápenatého a v roztoku kyseliny fosforečné.

Pro účely studia vlivu aplikované mechanické energie na strukturu, morfologii a vlastnosti mastkové suroviny H70, byla zvolena dvě různá mlecí zařízení – vibrační mlýn VM4 a promíchávaný mlýn Netzsch Attritor. Mastková surovina KT1 byla aktivována pouze v attritoru. Z výsledků XRD analýz vyplynulo, že postup, při němž bylo aktivováno 100 g suroviny v attritoru vykazoval nižší účinnost aktivace s ohledem na úbytek krystalinity produktu po 10 min mletí, nicméně při dlouhodobějším zpracování byla tato technologie o něco účinnější než mechanochemická aktivace 25 g téže suroviny ve vibračním mlýně. Z přítomných fází docházelo vlivem mechanochemického působení nejspíše k rozkladu fáze mastkové, poměrně ochotně byla rozbíjena i struktura fáze klinochlorové. Naopak zcela odolná byla fáze křemene díky stabilnější, prostorové síti tetraedrů. Štěpení vazeb obou hlavních fylosilikátových fází suroviny H70 probíhalo snáze v attritoru. Z FTIR-ATR analýzy vyplynulo, že nejspíše se ze sledovaných vazeb štěpily vazby Mg-OH přítomné jak v mastkové, tak i v klinochlorové fázi. Již od úvodních minut mletí docházelo k rychlejšímu štěpení vazeb při mletí suroviny v attritoru než při mletí ve vibračním mlýně. XPS analýza prokázala, že při mechanochemické aktivaci nedocházelo ke změnám chemických stavů jednotlivých prvků. Z hlediska morfologie docházelo při mechanochemickém zpracování k dezintegraci původně lístkové struktury mastkové suroviny a při delších časech mletí potom k tvorbě neuspořádaných agregátů. V průběhu mletí klesala velikost částic a zvyšoval se měrný povrch suroviny, nicméně vzhledem ke skutečnosti, že měrný povrch byl stanoven pomocí metody BET, docházelo při delších časech mletí v důsledku již zmíněné aglomerace rozemletých částic k poklesu jeho naměřených hodnot.

Intenzivnější aglomerace nastávala mezi 30 min a 60 min mechanochemické aktivace. Při zpracování suroviny KT1 bylo dosaženo vyšší hodnoty měrného povrchu po 30 min mletí než tomu bylo u suroviny H70. Dlouhodobé mletí ve vysokoenergetickém mlecím zařízení mělo rovněž výrazný vliv na chování materiálu při tepelném zpracování. Značná mechanická energie, dodaná mlecím zařízením, způsobila dehydroxylaci fylosilikátových fází a za vzniku molekul vody, které byly jak chemicky koordinovány ve struktuře upraveného materiálu, tak i fyzikálně adsorbovány na jeho povrchu. Fyzikálně vázaná voda se projevila na DTA křivkách přítomností endotermního efektu při zhruba 100 °C. Tento efekt při delších mlecích časech slábl, což indikovalo částečné odpaření takto vzniklé vody již v mlecí komoře, v níž došlo během mletí v důsledku disipace dodané energie ke znatelnému nárůstu teploty. Dehydroxylace fylosilikátových fází v průběhu mletí se projevila i snížením plochy příslušných endotermních efektů, stále se zvyšující množství amorfni fáze v materiálu pak mělo za následek nárůst intenzity exotermního efektu příslušejícího rekrystalizaci materiálu na vysokoteplotní produkty. Orientačním stanovením energie mletí bylo prokázáno, že potřebná množství dodané energie se pohybuje ve stovkách J na gram mastkové suroviny.

Kalcinace suroviny H70 vedla postupně k vymizení klinochlorové i mastkové fáze a jejich rekrystalizaci na vysokoteplotní produkty. Mastek rekrystalizoval na enstatit, klinochlor na enstatit a forsterit, a dolomit pravděpodobně reagoval s molekulami SiO_2 uvolněnými při rozkladu fylosilikátových fází za vzniku diopsidu. K postupné rekrystalizaci mastku na enstatit docházelo i u vzorku KT1, zde obsažený dolomit však v tomto případě přecházel na periklas a volné vápno, které se navíc u vzorků mletých po delší časové intervaly (60 a 90 min) zabudovávalo do struktury vznikajícího enstatitu a nahrazovalo v něm MgO v rozsahu 8,4 %. Velikost částic mechanochemicky upravené suroviny narůstala s teplotou kalcinace zprvu pouze minimálně, nicméně při rekrystalizaci vysokoteplotních produktů docházelo k výraznému zhrubnutí částic metamastku, které je tím intenzivnější, čím jemnější byly částice po mechanochemické aktivaci. Zvyšující se teplota kalcinace také měla za následek odpaření většiny chemicky vázané vody, která zůstala ve struktuře po mechanochemické aktivaci.

Reaktivita připravených vzorků metamastku byla značně závislá jak na způsobu přípravy vzorku (doba mechanochemické aktivace, teplota kalcinace), tak i na síle použité zásady. Obecně lze říci, že u vzorků, u kterých při kalcinaci nenastala krystalizace vysokoteplotních produktů, roste reaktivita s rostoucí dobou mletí. U vzorků kalcinovaných při 800 °C je naopak pozorován opačný trend, neboť při této teplotě již došlo k částečné transformaci amorfniho produktu na vysokoteplotní fáze (převážně enstatit), přičemž účinnost transformace byla tím vyšší, čím menší byla velikost částic suroviny po mechanochemickém zpracování. Z kalorimetrických křivek získaných sledováním reakce připravených vzorků v prostředí 50% roztoku NaOH lze usoudit, že s teplota kalcinace značně ovlivňuje proces alkalické aktivace jak z hlediska vývinu reakčního tepla, tak i s ohledem na samotný průběh procesu; zatímco u nekalcinovaných vzorků došlo patrně pouze k počátečnímu smáčení a

postupnému rozpouštění metamastku v hydroxidu, u vzorků kalcinovaných při 700 °C a 750 °C docházelo i k dalším jevům, pravděpodobně se mohlo jednat o zesítnění rozpuštěných specií a následnou tvorbu gelu. Jak již bylo zmíněno výše, další zvýšení teploty na 800 °C vedlo k poklesu reaktivity suroviny v důsledku krystalizace vysokoteplotních produktů. Vzorky připravené se suroviny KT1 byly mírně reaktivnější, což by nejspíše způsobeno vyšším zastoupením mastku jakožto suroviny nejsnáze podléhající mechanické deformaci a tím i transformaci na reaktivnější amorfni fázi. Reaktivita vzorků v ostatních použitých alkalických aktivátorech byla nižší, což mohlo být zapříčiněno silou zásady (KOH, Na₂CO₃, Ca(OH)₂), případně i přítomností některých aniontů a jejich reakce s hořečnatými či křemičitými speciemi připravených vzorků (Na₂CO₃, sodné vodní sklo). Velmi ochotně reagovaly vzorky metamastku kalcinované při 700 °C v prostředí velmi zředěné kyseliny fosforečné, kde mohlo docházet k tvorbě fosforečnanů hořečnatých a částečně monetitu, v případě vzorku H70 mohl namísto monetitu vznikat augelit.

Další výzkum by mohl být orientován jak na optimalizaci přípravy metamastku, tak i na jeho využití v pojivech a anorganických technologiích. V rámci úvodního kroku přípravy metamastku – mechanochemické aktivace – by bylo možné ozkoušet další typy vysokoenergetických mlýnů (např. planetový mlýn, průmyslové vysokoenergetické mlýny) nebo vliv teploty na průběh mechanochemické aktivace (s využitím attritoru s opláštěnou mlecí komorou, např. attritory ze série 1-S od společnosti Union Process), rovněž by mohl být uskutečněn výzkum realizovatelnosti tohoto procesu v kontinuálním módu namísto vsádkového (attritor, tryskový mlýn). Dále by mohla být provedena optimalizace velikosti mlecích koulí, případně jejich kombinace. U druhého kroku přípravy metamastku, tj. u kalcinace by mohly být ozkoušeny další teploty v rozmezí 700-800 °C, čímž by jednak byla nalezena optimální teplota kalcinace, navíc by bylo možné pečlivěji pozorovat rekrytalizaci produktu na vysokoteplotní fáze. Rovněž by bylo vhodné optimalizovat výdrž na teplotě kalcinace, případně i rychlost náběhu na kalcinační teplotu. Na výsledky získané měřením tepelného toku na izotermickém kalorimetru by bylo možné navázat jednat sledováním vlivu podmínek reakce (teplota, koncentrace aktivátoru) na reaktivitu metamastku, dále přípravou a charakterizací zkušebních těles, zvláště na bázi metamastku aktivovaného hydroxidem sodným a metamastku aktivovaného kyselinou fosforečnou. U připravených těles by bylo zajímavé sledovat jejich strukturu (vznik nových vazeb, případná tvorba nových krystalických fází, jejich mechanické vlastnosti (pevnost v tahu za ohybu, pevnost v tlaku), mikrostruktura), případně i další potenciální užitkové vlastnosti (žáruvzdornost, odolnost vůči vlhkosti, odolnost proti povětrnostním vlivům, odolnost proti pH).

6 LITERATURA

- [1] Phyllosilicates. *Earth & Environmental Sciences 211 (Mineralogy)* [online]. Tulane University, 2015 [cit. 2016-04-27]. Dostupné z: <http://www.tulane.edu/~sanelson/eens211/phyllosilicates.htm>
- [2] VÁVRA, V. a Z. LOSOS. *Učebnice mineralogie pro bakalářské studium na PřF Masarykovy univerzity* [online]. 2013 [cit. 2015-08-06]. Dostupné z: <http://mineralogie.sci.muni.cz/index.htm>
- [3] HLAVÁČ, J. *Základy technologie silikátů*. Praha: SNTL/ALFA, 1988.
- [4] RASHAD, A. Metakaolin as cementitious material: History, scours, production and composition – A comprehensive overview. *Construction and Building Materials* [online]. Elsevier, 2013, **41**: 303-318 [cit. 2015-11-10]. ISSN 0950-0618. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061812009543>
- [5] POON, C.-S, L LAM, S.C KOU, Y.-L WONG a R. WONG. Rate of pozzolanic reaction of metakaolin in high-performance cement pastes. *Cement and Concrete Research* [online]. 2001, **31**(9), 1301-1306 [cit. 2016-04-27]. DOI: 10.1016/S0008-8846(01)00581-6. ISSN 00088846. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0008884601005816>
- [6] MOULIN, E., P. BLANC a D. SORRENTINO. Influence of key cement chemical parameters on the properties of metakaolin blended cements. *Cement and Concrete Composites* [online]. 2001, **23**(6), 463-469 [cit. 2016-04-27]. DOI: 10.1016/S0958-9465(00)00093-7. ISSN 09589465. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0958946500000937>
- [7] FROST, R. L., É. MAKÓ, J. KRISTÓF, E. HORVÁTH a J.T. KLOPROGGE. Mechanochemical Treatment of Kaolinite. *Journal of Colloid and Interface Science* [online]. 2001, **239**(2), 458-466 [cit. 2016-02-09]. DOI: 10.1006/jcis.2001.7591. ISSN 00219797. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0021979701975915>
- [8] SIDDIQUE, R. a J. KLAUS. Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: A review. *Applied Clay Science* [online]. Elsevier, 2009, **43**(3-4): 392-400 [cit. 2015-11-06]. ISSN 0169-1317. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169131708002706>
- [9] DINAKAR, P., P. K. SAHOO a G. SRIRAM. Effect of Metakaolin Content on the Properties of High Strength Concrete. *International Journal of Concrete Structures and Materials* [online]. 2013, **7**(3): 215-223 [cit. 2015-11-30]. DOI: 10.1007/s40069-013-0045-0. ISSN 1976-0485. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s40069-013-0045-0>
- [10] RASHAD, A. Alkali-activated metakaolin: A short guide for civil Engineer – An overview. *Construction and Building Materials* [online].

- Elsevier, 2013, **41**: 751-765 [cit. 2015-11-11]. ISSN 0950-0618. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061812009877>
- [11] GRANIZO, M.L. a M.T. BLANCO. Alkaline activation of metakaolin an isothermal conduction calorimetry study. *Journal of Thermal Analysis* [online]. 1998, **52**, 957-965 [cit. 2016-04-27]. Dostupné z: http://download.springer.com/static/pdf/227/art%253A10.1023%252FA%253A1010176321136.pdf?originUrl=http%3A%2F%2Flink.springer.com%2Farticle%2F10.1023%2FA%3A1010176321136&token2=exp=1461754187~acl=%2Fstatic%2Fpdf%2F227%2Fart%25253A10.1023%25252FA%25253A1010176321136.pdf%3ForiginUrl%3Dhttp%253A%252F%252Flink.springer.com%252Farticle%252F10.1023%252FA%253A1010176321136*~hmac=ea4f92ce38822f7cc79e49b48dc7e97f98d0c30b4537e9cf0da1d2efff557417
- [12] TCHAKOUTÉ, H. K. a C. H. RÜSCHER. Mechanical and microstructural properties of metakaolin-based geopolymer cements from sodium waterglass and phosphoric acid solution as hardeners: A comparative study. *Applied Clay Science* [online]. 2017, **140**, 81-87 [cit. 2018-01-29]. DOI: 10.1016/j.clay.2017.02.002. ISSN 01691317. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169131717300601>
- [13] FERNÁNDEZ-BERTRAN, J.F. Mechanochemistry: an overview. *Pure Applied Chemistry* [online]. 1999, roč. 71, č. 4, s. 581-586 [cit. 2015-01-12]. Dostupné z: <http://pac.iupac.org/publications/pac/pdf/1999/pdf/7104x0581.pdf>
- [14] MAKÓ, É., FROST R. L., KRISTÓF J. a E. HORVÁTH. The Effect of Quartz Content on the Mechanochemical Activation of Kaolinite. *Journal of Colloid and Interface Science* [online]. 2001, **244**(2), 359-364 [cit. 2016-02-09]. DOI: 10.1006/jcis.2001.7953. ISSN 00219797. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0021979701979536>
- [15] CARMODY, O., J. KRISTÓF, R. L. FROST, É. MAKÓ, J. T. KLOPROGGE a S. KOKOT. A spectroscopic study of mechanochemically activated kaolinite with the aid of chemometrics. *Journal of Colloid and Interface Science* [online]. 2005, **287**(1), 43-56 [cit. 2016-02-09]. DOI: 10.1016/j.jcis.2005.01.060. ISSN 00219797. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S002197970500069X>
- [16] HORVÁTH, E., R. L. FROST, É. MAKÓ, J. KRISTÓF a T. CSEH. Thermal treatment of mechanochemically activated kaolinite. *Thermochimica Acta* [online]. 2003, **404**(1-2), 227-234 [cit. 2016-02-09]. DOI: 10.1016/S0040-6031(03)00184-9. ISSN 00406031. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0040603103001849>
- [17] MILLER, J. G. Prototropy in Kaolinite During Percussive Grinding. *Clays and Clay Minerals* [online]. 1970, **18**(6), 313-323 [cit. 2018-08-16]. DOI: 10.1346/CCMN.1970.0180603. ISSN 0009-8604. Dostupné z: [http://www.clays.org/journal/archive/volume 18/18-6-313.pdf](http://www.clays.org/journal/archive/volume%2018/18-6-313.pdf)

- [18] PTÁČEK, P., T. OPRAVIL, F. ŠOUKAL, J. HAVLICA, J. MÁŠILKO a J. WASSERBAUER. Preparation of dehydroxylated and delaminated talc: Meta-talc. *Ceramics International* [online]. 2013, **39**(8), 9055-9061 [cit. 2016-02-15]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2013.04.109. ISSN 02728842. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884213005117>
- [19] SMITH, M. M. a S. A. CARROLL. Chlorite dissolution kinetics at pH 3–10 and temperature to 275 °C. *Chemical Geology* [online]. 2016, **421**, 55-64 [cit. 2018-04-25]. DOI: 10.1016/j.chemgeo.2015.11.022. ISSN 00092541. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0009254115301133>
- [20] JI, J., Y. GE, W. BALSAM, J. E. DAMUTH a J. CHEN. Rapid identification of dolomite using a Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR): A fast method for identifying Heinrich events in IODP Site U1308. *Marine Geology* [online]. 2009, **258**(1-4), 60-68 [cit. 2018-08-01]. DOI: 10.1016/j.margeo.2008.11.007. ISSN 00253227. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0025322708003101>

7 ŽIVOTOPIS

Jméno a příjmení: Jan Bednárek
Adresa: Hlučínská 49/3, 747 05, Opava
Telefon: (+420) 606 913 452
Email: jan.bednarek@vsb.cz
Datum narození: 26. 3. 1989

Vzdělání:

2014-nyní Fakulta chemická Vysokého učení technického v Brně
Doktorské studium
Chemie, technologie a vlastnosti materiálů
2012-2014 Fakulta chemická Vysokého učení technického v Brně
Navazující magisterské studium
Chemie, technologie a vlastnosti materiálů
2009-2012 Fakulta chemická Vysokého učení technického v Brně
Bakalářské studium
Chemie, technologie a vlastnosti materiálů

Pracovní zkušenosti:

2019-nyní Institut environmentálních technologií, VŠB-TUO
Pracovník pro výzkum a vývoj
2014-2019 Centrum materiálového výzkumu, VUT v Brně
Pracovník laboratoře anorganických materiálů – Ph.D. student
2014 Alca Plast, s.r.o. Břeclav
Technolog lisovny

Pedagogická činnost:

Obecná a anorganická chemie I
Praktikum z anorganické chemie I
Praktikum z anorganické chemie II
Praktikum z chemického inženýrství I
Praktikum z chemického inženýrství II

Ostatní:

Jazykové dovednosti: čeština – rodilý mluvčí
angličtina – aktivně
němčina - aktivně

PC znalosti: Microsoft Office
Origin Lab

Další dovednosti: řidičský průkaz kategorie B

8 SEZNAM PUBLIKACÍ

Publikace uvedené v databázi Web of Science

ŠILER, P.; KOLÁŘOVÁ, I.; NOVOTNÝ, R.; MÁSILKO, J.; POŘÍZKA, J.; BEDNÁREK, J.; ŠVEC, J.; OPRAVIL, T. Application of isothermal and isoperibolic calorimetry to assess the effect of zinc on cement hydration. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2018, č. 133, s. 27-40. ISSN: 1388-6150.

BEDNÁREK, J.; PTÁČEK, P.; ŠVEC, J.; ŠOUKAL, F.; PAŘÍZEK, L. Inhibition of Hydrogen Evolution in Aluminium-phosphate Refractory Binders. In *ICEBMP 2016 - Elektronický sborník přednášek. Procedia Engineering*. Nizozemsko: Elsevier, 2016. s. 87-93. ISBN: 978-80-87397-23-7. ISSN: 1877-7058.

KOUTNÝ, O.; KRATOCHVÍL, J.; ŠVEC, J.; BEDNÁREK, J. Modelling of packing density for particle composites design. *Procedia Engineering*, 2016, č. 151, s. 198-205. ISSN: 1877-7058.

Ostatní publikace

BEDNÁREK, J.; PTÁČEK, P.; ŠOUKAL, F.; HAVLICA, J.; NOVOTNÝ, R.; MÁSILKO, J.; ŠILER, P. Reactivity of meta-talc in sodium hydroxide medium. In *International Conference Building Materials , Products and Technologies. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Českovice: IOP Publishing, 2018. s. 1-6. ISSN: 1757-899X.

ŠILER, P.; KOLÁŘOVÁ, I.; DOBIÁŠ, J.; NOVOTNÝ, R.; MÁSILKO, J.; ŠVEC, J.; BEDNÁREK, J.; JANČA, M.; OPRAVIL, T. *Differences in use of isothermal and isoperibolic calorimetry to assess the effect of zinc on hydration of cement blended with ground blast furnace slag and silica fume*. 7th Meeting on Chemistry and Life 2018. Book of abstracts. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Purkyňova 464/118, 612 00 Brno, 2018. s. 121-121. ISBN: 978-80-214-5488-0

ŠILER, P.; KOLÁŘOVÁ, I.; BEDNÁREK, J.; JANČA, M.; MUSIL, P.; OPRAVIL, T. The possibilities of analysis of limestone chemical composition. In *21st International Conference on Building Materials, Products and Technologies (ICBMPT 2018). IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Českovice: IOP Publishing, 2018. s. 1-6. ISSN: 1757-899X.

BÍLEK Jr., V.; BULEJKO, P.; KEJÍK, P.; HAJZLER, J.; MÁSILKO, J.; BEDNÁREK, J.; TKACZ, J.; KALINA, L. Potential use of blast furnace slag for filtration membranes preparation: A pilot study. In *International Conference Building Materials, Products and Technologies. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Bristol: IOP Publishing, 2018. s. 1-6. ISSN: 1757-8981.

ŠILER, P.; POŘÍZKA, J.; BEDNÁREK, J. *Souhrnná zpráva projektu Optimalizace možností využití vápence z Lesního lomu v Líšni*. Brno: 2017. s. 1-55.

BEDNÁREK, J.; NOVOTNÝ, R.; ŠOUKAL, F.; TVRDÍK, L. The preparation of heat insulating moulded refractories. In *6th Conference on Chemistry and Life, 2015. Materials Science Forum*. Švýcarsko: Trans Tech Publications Inc., 2016. s. 39-44. ISSN: 0255-5476.

SOLNÝ, T.; MÁŠILKO, J.; ŠVEC, J.; KRATOCHVÍL, J.; PAŘÍZEK, L.; BEDNÁREK, J. Study of Surface Treatment of Freshly Fabricated Concrete Roof Tiles. *Advanced Materials Research, (online)*, 2015, roč. 1124, č. 1662- 8985, s. 76-82. ISSN: 1662- 8985.

BEDNÁREK, J.; ŠOUKAL, F.; NOVOTNÝ, R.; LANG, K. The Application of Air-Entraining Admixtures for the Development of Heat Insulating Moulded Refractory Concretes. In *Ecology and New Building Materials and products. Advanced Materials Research*. Switzerland: Trans Tech Publications, 2014. s. 141-144. ISSN: 1022-6680.

ABSTRAKT

Tato práce se zabývá možností přípravy a charakterizací rentgeno-amorfní delaminované a dehydroxylované mastkové fáze – tzv. metamastku, který by mohl najít využití jako výchozí surovina pro přípravu hořečnato-křemičitých analogů geopolymerů. V průběhu práce byly sledovány změny struktury a morfologie mastkové suroviny. Pro účely práce byly využity dvě různé mastkové suroviny – chloritická a dolomitická. Celý proces přípravy metamastku a jeho reaktivity byl studován pomocí četných instrumentálních technik, jako jsou rentgenová difrakce, simultánní termogravimetrická a diferenční termická analýza, infračervená spektroskopie, skenovací elektronová mikroskopie nebo laserová analýza velikostí částic.

Metamastek lze připravit mechanochemickou aktivací mastkové suroviny a následnou kalcinací produktu aktivace. Mechanochemická aktivace vede k rozbití původní krystalické struktury suroviny a k přetržení většiny vazeb, čímž vzniká prakticky amorfní a delaminovaný produkt. Většina hydroxylových skupin je převedena na molekuly vody, které zůstávají adsorbované nebo koordinované ve struktuře suroviny. Během kalcinace dojde k odstranění těchto molekul ze struktury produktu aktivace.

ABSTRACT

This thesis is focused at possibilities of preparation and characterization of XRD-amorphous delaminated and dehydroxylated talc phase – meta-talc, which can have its potential application and a starter material for a preparation of magnesium-silicate analogues of geopolymers. Changes in structure and morphology of talc ore were observed during this work. For the purposes of this research, two various talc ores – chloritic and dolomitic were examined. Whole process of meta-talc preparation was examined with whole scale of instrumental techniques such as X-ray diffraction, simultaneous thermogravimetric a differential thermal analysis, infrared spectroscopy, scanning electron microscopy or laser analysis of particle size.

Meta-talc can be obtained via mechanochemical activation of talc ore with subsequent calcination. Mechanochemical treatment lead to destruction of original crystal structure and breaking of original bonds, i.e. the product of this treatment was almost amorphous and delaminated. Most of hydroxyl groups were converted to molecules of water which remained adsorbed or coordinated in ore structure. These molecules were removed during calcination step.