

ИЗВЕШТАЈ О ОЦЕНИ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ  
Мр Роберт Рекецки

<b>I ПОДАЦИ О КОМИСИЈИ</b>
<p>1. Датум и орган који је именовео комисију <b>12.09.2014 Наставно-научно веће Технолошког факултета Универзитета у Новом Саду</b></p> <p>2. Састав комисије са назнаком имена и презимена сваког члана, звања, назива уже научне области за коју је изабран у звање, датума избора у звање и назив факултета, установе у којој је члан комисије запослен:</p> <p>1. Др Јоњауа Раногајец, ред. проф., Неорганске технологије и материјали, 19.11. 1996. Технолошки факултет, Универзитет у Новом Саду,</p> <p>2. Др Ева Лончар, ред. проф., Аналитичка хемија, 11.01.2002., Технолошки факултет, Универзитет у Новом Саду</p> <p>3. др Душан Лазар, ванд. проф., Експериментална физика кондензоване материје, 20. 02. 2014, Природно-математички факултет, Универзитет у Новом Саду</p>
<b>II ПОДАЦИ О КАНДИДАТУ</b>
<p>1. Име, име једног родитеља, презиме: <b>Роберт, Шандор, Рекецки</b></p> <p>2. Датум рођења, општина, држава: <b>06.01.1971., Сента, Р. Србија</b></p> <p>3. Назив факултета, назив студијског програма дипломских академских студија – мастер и стечени стручни назив <b>Технолошки факултет, Неорганске технологије и материјали, магистарске студије, магистар</b></p> <p>4. Година уписа на докторске студије и назив студијског програма докторских студија -</p> <p>5. Назив факултета, назив магистарске тезе, научна област и датум одбране: <b>Технолошки факултет, „Пројектовање микроструктуре керамичког система“, Неорганске технологије и материјали, 24.10.2003.</b></p> <p>6. Научна област из које је стечено академско звање магистра наука: <b>Неорганске технологије и материјали</b></p>
<b>III НАСЛОВ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:</b>
<b>АКТИВАЦИЈА ПРОЦЕСА СИНТЕРОВАЊА КОД СИЛИКАТНИХ СИСТЕМА ПРОМЕНОМ АТМОСФЕРЕ ПЕЧЕЊА</b>

#### **IV ПРЕГЛЕД ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:**

Навести кратак садржај са назнаком броја страна, поглавља, слика, шема, графикона и сл.

Докторска дисертација садржи: 92 стране, 56 слика, 16 табела, 71 литературна навода и 8 поглавља (**Циљ рада, Увод, Теоријски део, Експериментални део, Резултати, Дискусија, Закључак и Литература**).

Циљ докторске дисертације је био изучавање деловања редукционе атмосфере у процесу печења глиненог црепа, први пут рађено са опекарском сировином веома комплексног хемијског и минералшког састава. У ту сврху дат је детаљан литературни преглед развоја микроструктуре глиненог црепа печењем како у оксидационој тако и у редукционој атмосфери. Разматране су особине и понашање гвожђа у глиненим минералима који чине основу сировине за производњу глиненог црепа. Такође, приказане су савремене методе за анализу таквих комплексних материјала. Експерименти су урађени на лабораторијском (модел системи) и индустријском нивоу. Треба истаћи да су узорци анализирани и применом фотоелектронске спектроскопије и Месбауерове спектроскопије, методама које су још недовољно примењене у области силикатне индустрије што самој дисертацији даје посебну тежину. У резултатима су описане конкретне особине модел и индустријских система печени у оксидационој и редукционој атмосфери на дефинисаним температурама. Кроз дискусију резултата истакнуто је значење квалитета стакласте фазе, добијене печењем у редукционој атмосфери, у погледу финалних особина силикатних производа (боја, порозност и отпорност на дејство мраза) те су објашњене промене на нивоу микроокружења гвожђа које су биле одговорне за добијане карактеристике.

#### **V ВРЕДНОВАЊЕ ПОЈЕДИНИХ ДЕЛОВА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:**

**Циљ рада** дефинише област којом се бави докторска дисертација, мотивацију као и основне циљеве.

**Увод** јасно представља значај атмосфере печења у погледу развоја микроструктуре силикатних система са посебним нагласком на глинену цреп. Након кратког приказа свих недостатака печења силикатних система у оксидационој атмосфери, указане су потребе изучавања дејства редукционе атмосфере на појаву стакласте фазе и њених карактеристика као и на настајања кристалних фаза, анортита и фасита. Указано је и на потребу коришћења савремене технике у погледу карактеризације финалне микроструктуре печених система.

**Теоријски део** даје увид у особине и понашања гвожђа у глиненим минералима те разматра радове везане за анализу фаза које садрже гвожђе, с обзиром да је гвожђе главни актер формирања посебне микроструктуре глиненог црепа у редукционој средини. Указано је на потребу и могућности Месбауерове технике када је у питању комплексан систем као што је опекарска глина те на понашање тетраедарског гвожђа о коме се мање зна у поређењу са октаедарским. Једно посебно подпоглавље овог дела разматра утицај састава атмосфере печења на мултикомпонентни састав глина, који може да варира у широком опсегу уз нерегуларну расподелу величине честица. У овом делу су разматране реакције глиненних минерала са карбонатима уз присуство/одсуство алкалних састојака. Дате су промене фазног састава опекарског система за време печења те указано на фазе које настају. Део везан за редукциону атмосферу указује на неочекиване последице до којих може доћи захваљујући агресивном деловању гвожђе(II)-оксида као топителја. Када је у питању опекарска глина, указано је и на утицај органских материја у присуству редукционе атмосфере и високих температура. Као што је већ речено, технике испитивања су од посебног значаја те једно подпоглавље теоријског дела обихвата технике које су још увек недовољно коришћене у технологији силикатних материјала комплексне минерологије. Теоријски део детаљно даје приказ нових сазнања у области мултикомпонентних силикатних система, која су касније коришћена у дискусији добијених резултата.

**Експериментални део** садржи две битне целине: модел и индустријске системе. На основу минеролошког састава сировине и квалитета атмосфере печења дефинисане су температуре изотермског печења, модел (700, 800, 900, 100 и 1060 °C) и индустријских система (1040 °C) те су анализирани њихове карактеристике; технолошке и структурне. Режији печења су дефинисани на основу резултата дилатометријских анализа, а квалитет атмосфере и температура печења су били одговорни параметри у процесу формирања микроструктуре и жељених технолошких карактеристика. У овом делу дат је приказ основних метода коришћених за карактеризацију структуре и микроструктуре: енергетска дисперзиона спектроскопија (EDS), рентгенска дифракција (XRD), Fourier-трансформисана инфрацрвена спектроскопија, (FT-IR), Месбауерова

техника и ренгенска фотоелектронска спектроскопија (XPS). За сваку методу дати су основни услови при којима је метода коришћена.

**Резултати** су приказани у четири подпоглавља: Карактеризација сировине, Технолошке карактеристике печених лабораторијских узорака у функцији атмосфере печења, Карактеристике индустријских узорака у функцији квалитета атмосфере печења, Месбауерова и XRD анализа у функцији атмосфере печења. Добијени подаци прецизно указују на предности редукионог печења (5% CO/N<sub>2</sub>) у односу на оксидациону атмосферу када је у питању печење силикатних система. Испитане су технолошке карактеристике, текстура, структура и микроструктура. Дат је упоредни приказ резултата Месбауерове технике и XRD анализе за индустријску смешу печену у две атмосфере у дилатометру са дефинисаним режимом на следећим температурама: 700, 800, 900, 100 и 1060 °C. Добијени резултати прате постављени циљ и јасно исказују карактеристике сировине као и система печених у две атмосфере.

**Дискусија** издваја резултате који утврђују квалитет микроокружења гвожђа у функцији температуре и атмосфере печења што је основа бољег повезивања земноалкалних оксида (добити термичким разлагањем карбоната) са алумосиликатима (настали дехидроксилизацијом глиненних минерала). Кроз дискусију су издвојени Месбауерови параметри за узорке печене у оксидационој и редукионој атмосфери те је дефинисана температура (800 °C) на којој је дошло до продирања редукујуће атмосфере што је довело до интензивирања редукије тровалентног гвожђа (његова количина је смањена са 37,3 на 14,7%). Променом микроокружења гвожђа настају нове фазе које су се показале значајне за финалне особине производа. Кроз добијене резултате и саме дискусије дат је одговор на постављени циљ докторске дисертације.

**Закључак** је правилно изведен на основу најважнијих резултата докторске дисертације.

**Литература** садржи јасан и прецизан приказ коришћених актуелних и савремених литературних навода.

## **VI СПИСАК НАУЧНИХ И СТРУЧНИХ РАДОВА КОЈИ СУ ОБЈАВЉЕНИ ИЛИ ПРИХВАЋЕНИ ЗА ОБЈАВЉИВАЊЕ НА ОСНОВУ РЕЗУЛТАТА ИСТРАЖИВАЊА У ОКВИРУ РАДА НА ДОКТОРСКОЈ ДИСЕРТАЦИЈИ**

Таксативно навести називе радова, где и када су објављени. Прво навести најмање један рад објављен или прихваћен за објављивање у часопису са ISI листе односно са листе министарства надлежног за науку када су у питању друштвено-хуманистичке науке или радове који могу заменити овај услов до 01. јануара 2012. године. У случају радова прихваћених за објављивање, таксативно навести називе радова, где и када ће бити објављени и приложити потврду о томе.

### **Радови публиковани у међународним часописима**

#### **M22 Радови у истакнутим међународним часописима**

1. R. Rekecki, E. Kuzmann, Z. Homonnay, J. Ranogajec (2013): Mössbauer and X-ray study of the firing process for production of improved roofing tilec, *Hyperfine Interactions*, 217, (1-3), 27-35.
2. Rekecki, R., Ranogajec, J., Oszkó, A., and Kuzmann, E. (2014): Effects of Firing Conditions on the Properties of Calcareous Clay Roofing Tiles, *J. Mater. Civ. Eng.*, 26, (1), 175–183.

#### **M 52 Радови у часопису националног значаја**

1. Р. Рекецки, Ј. Раногајец, Е. Кузманн (2011): Утицај атмосфере печења на процесе консолидације током печења код Кањишке глине, *Изградња*, **65**, (9-10), 519-525.
2. Р. Рекецки, Ј. Раногајец, Е. Кузманн (2014): Анализа фазних промена карбонатне глине током печења методама Месбауерове спектроскопије и дифракцијом X-зрака, *Изградња*, **68**, (9–10), 76-82.
3. Р. Рекецки, П. Кермеци, М. Оноди, Ј. Балинт, С. Војнић-Барна: Анализа обликовања пресованог црепа” *Изградња*, **68** (9–10), 55-58, 2014
4. Р. Рекецки, П. Кермеци, Ј. Балинт, Ж. Кермеци: Могућности селективне експлоатације сировине на неким од копова Тондацх групе, *Изградња*, **68** (9–10), 45-50, 2014

Саопштења са међународног скупа штампано у изводу:

#### **М 34 Саопштење са међународног скупа штампаног у изводу**

1. Р. Рекецки, Ј.Раногајец: Effects of the firing atmosphere on the microstructure and material properties in heavy clay bodies, SM 2009 School of Ceramics, Novi Sad, 2009, 84.

Квалитет објављених радова, искуство усмених излагања на међународним конференцијама из обалсти керамичких материјала, познавање савремених инструменталних техника испитивања материјала, током израде тезе али и током научног и стручног рада, доказује квалитете Мр Роберта Рекечког што га квалификује за одбрану докторске дисертације.

#### **VII ЗАКЉУЧЦИ ОДНОСНО РЕЗУЛТАТИ ИСТРАЖИВАЊА**

На основу добијених резултата изведени су следеће закључци:

Силикатни системи (узорци опекарске глине) печени у редукционој атмосфери (5% CO/N<sub>2</sub>) показују појаву течне фазе на нижој температури (730 °C) у односу на узорке печене у оксидационој атмосфери (800 °C). Интензивирана је дехидроксилација глинених минерала као и дензификација целокупног система на максималној температури 1060 °C у односу на конвенционални начин термичког третмана.

Побољшане технолошке карактеристике, апсорпција воде, отпорност на мраз, указују на важну улогу CO у редукционој атмосфери. Установљено је да са 5 %v/v редукционо печење има битан утицај на финалне особине производа.

Установљено је да садржај карбоната у сировинској смеси изнад 21%, а температура испод 1040 °C, доприносе губитку значаја редукционе атмосфере у погледу побољшања технолошких карактеристика финалног производа.

Применом редукционог печења констатован је висок степен витрификације, повећан садржај секундарних кристалних фаза и већи удео затворених пора у односу на систем печен у оксидационој атмосфери. Констатовано је да је однос Fe<sup>2+</sup>/Fe укупно одиграо важну улогу у процесу синтеровања. Течна фаза образована у редукционој атмосфери интензивно напада земно-алкалне оксиде настале разградњом карбоната те настају калцијум-алумосиликати. Формирана течна фаза квалитетније попуњава поре.

Резултати 57Fe Месбауерове спектроскопије упоредно анализирани са дилатометријским резултатима указују на чињеницу да печењем у редукционој атмосфери, прво гвожђе се преводи из суперпарамагнетичне компоненте (честице оксидроксида нано величине) у двовалентно гвожђе чији значајни део учествује у формирању магнетита. Доказано је да се процес редукције гвожђа из микроокружења глинених минерала интензивира разградњом ових фаза. Гвожђе(II) делом улази у алумосиликате, а делом остаје у некристалној фази након термичког третмана.

#### **VIII ОЦЕНА НАЧИНА ПРИКАЗА И ТУМАЧЕЊА РЕЗУЛТАТА ИСТРАЖИВАЊА**

Експлицитно навести позитивну или негативну оцену начина приказа и тумачења резултата истраживања.

Сви резултати у докторској дисертацији су приказани јасно и прецизно у облику графичких зависности и табеларних података. Дато је веома студиозно и прецизно тумачење добијених резултата који су упоређивани са литературним подацима. Током рада употребљене су нове инструменталне технике у анализи модел/лабораторијских и индустријских система. Доказано је да се процес редукције гвожђа из микроокружења глинених минерала интензивира разградњом ових фаза и да добијена гвожђе(II) форма у редукционој атмосфери током печења делом улази у алумосиликате, а делом остаје у некристалној фази.

#### **IX КОНАЧНА ОЦЕНА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:**

Експлицитно навести да ли дисертација јесте или није написана у складу са наведеним образложењем, као и да ли она садржи или не садржи све битне елементе. Дати јасне, прецизне и концизне одговоре на 3. и 4. питање:

1. Да ли је дисертација написана у складу са образложењем наведеним у пријави теме

	Докторска дисертација је написана у складу са образложењем наведеним у пријави теме.
2.	Да ли дисертација садржи све битне елементе  Комисија је утврдила, на основу укупне оцене дисертације, да она садржи све битне елементе и да су у потпуности остварени постављени циљеви истраживања.
3.	По чему је дисертација оригиналан допринос науци  Оригинални допринос се огледа у примени редукционе атмосфере печења код мултикомпонентног силикатног система као што је опекарска глина. Урађена је корелација технолошких параметара, структуре и микроструктуре са температуром печења и квалитета атмосфере у дилатометру и полуиндустријској пећи. По први пут је рађено редукционо печење опекарске сировине са веома нестабилним и комплексним минералешким саставом. У научној литератури приказани су резултати добијени печењем у редукционој атмосфери, али за веома једноставне силикатне системе као што је каолинитска глина, чији се минералешки састав по комплексности не може упоредити са опекарском глином која је основ урађених експеримената у овој докторској дисертацији. Да је ова дисертација оригиналан допринос науци и интересантна широј научној јавности потврђују и 2 објављена радова у међународним часописима са добијеним резултатима дисертације.
4.	Недостаци дисертације и њихов утицај на резултат истраживања  Недостаци ове докторске дисертације нису уочени.
<b>X</b>	<b>ПРЕДЛОГ:</b>
	На основу укупне оцене дисертације, Комисија предлаже:
-	да се докторска дисертација прихвати, а кандидату одобри одбрана.

др Ева Лончар, ред. проф., председник Комисије, Технолошки факултет,  
Универзитет у Новом Саду

др Јоњауа Раногојец, ред. проф. , ментор, Технолошки факултет,  
Универзитет у Новом Саду

др Душан Лазар, ванд. проф., Природно-математички факултет,  
Универзитет у Новом Саду