Bírálat Kristófné Makó Éva „Mechanokémiai és interkalációs kutatások” című MTA doktori értekezéséről

Áttekintő értékelés

Az MTA doktora fokozat megszerzéséért benyújtott dolgozat közel három évtizedes kutatómunka eredményeit mutatja be. A Szerző a munkát elsősorban a kaolinit, a dolomit és (kisebb mértékben) a halloysit mechanokémiai aktiválására és interkalációs módosítására fókuszálta. Az értekezés a Szerző tudományos pályájának meghatározó eredményeit mutatja be. A mű témaválasztása korszerű és nemzetközileg is releváns, mivel a mechanokémiai módszerek, a környezetbarát anyagtechnológiák, a nanostrukturált agyagásvány-rendszerek és az alternatív kötőanyagok kutatása napjaink anyagtudományának kiemelkedően fontos területei közé tartoznak. Nem titkolt (bár expliciten nem kimondott) célkitűzésként jelenik meg, hogy az eredmények megfelelő továbbfejlesztést követően a gyakorlatba is közvetlenül átültethetők legyenek. A dolgozat komoly értéke, hogy együtt tárgyalja a mechanokémiai szerkezetmódosítást, a kristályszerkezeti változások vizsgálatát, az interkalációs reakciókat, a savas kioldási folyamatokat, valamint a cement- és geopolimertechnológiai alkalmazásokat.

A dolgozatot a Szerző az MTA Kémia Tudományok Osztályához nyújtotta be. Bár bírálóként ennek elemzése nem feladatom, mégis fontosnak tartom megjegyezni, hogy a Szerző tudománymetriai paraméterei meghaladják (helyenként többszörösen is) a tudományterületen elvárt követelményeket. Összesen több mint 60 referált publikáció társszerzője, ezek közül 29 közlemény képezi az értekezés anyagát, utóbbiak túlnyomó többségükben a kutatási terület vezető folyóirataiban megjelent színvonalas munkák. Az egyéb tudománymetriai mutatók szempontjából (független hivatkozások száma > 1200, H-index > 20, utánpótlás nevelésben való részvétel, sikeres pályázati tevékenység) szintén kedvező a kép. Ennek alapján kijelenthető, hogy Kristófné Makó Éva elérkezett a kutatói pályafutásának ahhoz a pontjához, amikor időszerűvé vált az eddigi eredmények összegzése egy MTA doktori értekezés formájában.

A dolgozat szerkezete, formai és tartalmi elemei

Az értekezés összességében megfelel az MTA doktori művekkel szemben támasztott formai és tartalmi követelményeinek. A dolgozat szerkesztése igényes, tipográfiai hibát csak elvétve találni benne. Külön tetszetős, hogy a mondatokat szép magyarsággal fogalmazta meg a Szerző és a magyar kémiai helyesírás szabályait is következetesen betartja. A dolgozat terjedelme az irodalomjegyzék nélkül 81 oldal, a megszokottnál talán kicsit lakonikusabb. Az eredmények szemléltetésére a Szerző 23 ábrát és 4 táblázatot szőtt bele a szövegbe. Az ábrák minősége túlnyomó többségében megfelelő, kissé furcsállottam, hogy az első ábrára a dolgozat 32. oldaláig kellett várni. A dolgozat 125 irodalmi hivatkozással zárul, feltűnő, hogy a hivatkozások közel fele 2000 előtti, ötöde 1980 előtti és mindössze 9 olyan hivatkozást találtam, ami 10 évnél nem öregebb.

A dolgozat szerkezete megfelel az ilyen jellegű értekezéseknél megszokott gyakorlatnak. A dolgozat címe az én ízlésemnek túlságosan kilúgozott, nem tartalmaz elég konkrétumot. A bevezetés és irodalmi áttekintés 21 oldal, nem csak világosan kijelöli a kutatási területet, hanem tömören, mégis megfelelő mélységben tárgyalja a mechanokémiai aktiválás és az interkaláció

legfontosabb előzményeit. Hiányérzetem maradt a tételes célkitűzésekkel illetve munkahipotézisekkel kapcsolatban – ennek megszerkesztése véleményem szerint nem lett volna túlságosan nagy kihívás, hiszen egy tematikáját tekintve koherens, könnyen súlypontozható és nagyon jól „kottázható" anyag állt a Szerző rendelkezésére. Az alkalmazott vizsgálati módszerek ismertetése kellően részletes, külön kiemelendő, és a mű kétségtelen erőssége a széles módszertani háttér. A Szerző a vizsgált problémák elemzéséhez számos korszerű anyagszerkezet vizsgálati technikát alkalmazott, köztük röntgendiffrakciót, elektronmikroszkópiát, infravörös spektroszkópiát, termoanalitikai módszereket, elemanalitikai és mechanikai vizsgálatokat, amiket korszerű számításos kémia módszerekkel is kiegészített. A kutatási eredményeket 46 oldalon mutatja be a Szerző, külön tárgyalva a mechanokémiai aktiválás és az interkaláció szerkezetmódosító hatását (ld. alább). A dolgozat 5 oldalas, a tézisfüzettel írottakkal fedésben lévő összefoglalással zárul.
A dolgozathoz mellékelt tézisfüzetben a Szerző eredményeit 7 fő tézispontban foglalta össze, a fő tézispontokat 3-5, az értelmezést segítő al-tézisponttal egészített ki. A tézispontok mindegyikét elfogadom új tudományos eredményként.

A legfontosabbnak ítélt eredmények
A Szerző *in situ* nagyhőmérsékletű XRD vizsgálatokkal igazolta, hogy a mechanikai deformáció a dolomit termikus bomlási mechanizmusát jelentősen módosítja, és a bomlási folyamat különálló lépésekre válik szét. Jelentős eredmény és újszerű közelítés a kvarc adalékolásának vizsgálata, amely megmutatta, hogy az abrazív összetevők a dolomit amorfizációját hatékonyan gyorsíthatják.

A Szerző értékes adatokat gyűjtött kristályszerkezeti deformáció és amorfizáció folyamatának értelmezésére a kaolinit mechanokémiai aktiválásának vizsgálata során. Eredményei alapján a mechanokémiai átalakulások nem csupán szemcseméret-csökkenéssel magyarázhatók, hanem lényeges szerkezeti átrendeződésekkel is együtt járnak.

A dolgozat egyik újszerű megközelítése a mechanokémiai aktiválás és az interkaláció kapcsolatának feltárása. A Szerző kimutatta, hogy a növekvő fajlagos felület ellenére a jelentős szerkezeti károsodás csökkentheti az interkalációs reakciók hatékonyságát. Ez fontos felismerés, amely hozzájárul a rétegszilikátok módosítási folyamatainak jobb megértéséhez.

Figyelemre méltó a mechanokémiailag aktivált kaolin savas kioldhatóságának vizsgálata. A Szerző bizonyította, hogy megfelelő mechanikai előkezeléssel a kaolinit alumínium-oxid tartalma igen nagy hatékonysággal oldható ki, miközben nagy fajlagos felületű nanopórusos szilícium-dioxid nyerhető, ami katalizátorhordozók és speciális porózus anyagok előállítása szempontjából is jelentős.

A dolgozat egyik legérdekesebb része a puccolános aktivitás növelésével kapcsolatos kutatás. A geopolimer rendszerekben végzett vizsgálatok meggyőzően bizonyítják, hogy az optimálisan aktivált kaolin mechanokémiai úton legalább a hagyományos termikus aktiválással előállított metakaolinnal összemérhető, bizonyos esetekben azt meghaladó teljesítményt mutat. Ez tudományos és technológiai szempontból egyaránt jelentős eredmény.

Az interkalációs kutatások különösen széles spektrumot ölelnek fel. A kaolinit különböző interkalációs komplexeinek előállítása, a hagyományos oldatos eljárások korszerűsítése, valamint a nanotekercsek képződésének tanulmányozása a dolgozat nemzetközi szinten is figyelemre méltó részét képezi. A Szerző több esetben olyan reakcióutakat és technológiai egyszerűsítéseket mutat be, amelyek hozzájárulhatnak az interkalációs folyamatok hatékonyabb alkalmazásához.

Átfogó felvetések a nyilvános védésre

1. A dolgozat olvasása során hiányérzet maradt bennem a közel három évtizedet átfogó munka általánosan megfogalmazható munkahipotéziseivel és az ehhez kapcsolódó tételes célkitűzésekkel kapcsolatban. Kérem a Szerzőt, hogy erre a nyilvános védés során térjen ki.
2. A dolgozat érdemi részében tekintélyes mennyiségű és mélységű eredmény került bemutatásra, de végig az volt az érzésem, hogy a Szerző nagyon sok helyen az eredmények empirikus ismertetésére szorítkozott és adós maradt azzal, hogy az eredményeket szélesebb kontextusba helyezze, szintetizálja és hogy rámutasson az ezekhez köthető általános összefüggésekre.
3. Az előző kérdéshez szorosan kapcsolódóan, az értekezés nagy hangsúlyt fektet az eredmények részletes ismertetésére, ugyanakkor hiányoltam azok összevetését a friss (de akár a régebbi) szakirodalmi eredményekkel. Egyrészről fontos lenne bemutatni, hogy a dolgozat egyes konkrét megállapításai mennyiben mutatnak túl a nemzetközi szakirodalom addigi eredményein, másrészről azt is jó lenne tudni, hogy az eredmények hogyan ágyazódtak be a nemzetközi szakirodalomba, milyen visszhangot kaptak? A nagyszámú független hivatkozás alapján biztos vagyok abban, hogy a szakma műhelyei nem mentek el szótlanul a Szerző által a terület legkiválóbb folyóirataiban publikált eredményei mellett.
4. A dolgozatban több helyen felmerül az eredmények technológiai alkalmazhatóságának kérdése. Ugyanakkor az ipari méretű léptéknövelés problémáját a Szerző nem vagy csak érintőlegesen tárgyalta. Például (de ez csak egy kiragadott példa) a mechanokémiai aktiválás esetében ennek érintése már csak azért is fontos lenne, mivel a laboratóriumi gyakorlatban alkalmazott malmok és az ipari berendezések működési feltételei jelentősen eltérhetnek.

Konkrét, a dolgozat részleteihez kapcsolódó kérdések a nyilvános védésre

1. A dolomitra kapott mechanokémiai kísérletek eredményeit összevetve más karbonátásványokra nyert eredményekkel, megállapítható-e valamilyen általánosítható összefüggés?
2. A szakirodalomban a dolgozatban bemutatott kutatási területeken, leginkább a mechanokémiai területen, a leggyakrabban alkalmazott kaolin az Eckalite, ami kis túlzással tekinthető a kaolinok arany sztenderdjének. Bár a munkában több (szám szerint hat), különböző forrásból származó, így több tulajdonságában lényegesen eltérő kaolin vizsgálatára került sor, az Eckalite nem szerepel ezen a listán. Volt ennek valamilyen konkrét oka?
3. Az őrlésekhez különböző anyagokból (korund, rozsdamentes acél és ZrO_2) készült tégelyeket és golyókat használtak. Minek alapján döntötték el azt, hogy egy adott méréssorozathoz melyiket választják? Ha jól láttam, ugyanarra a rendszerre a különböző anyagokból készült tégelyeket, ill. golyókat csak kivételes esetben hasonlították össze. Ennek mi volt az oka?

4. A kaolinit tetraéderes és oktaéderes rétegei a 42. oldalon leírtak szerint radikálisan megváltoztak az amorfizáció során, erre a következtetésre XRD és FT-IR mérések alapján jutottak. Mely XRD és FT-IR paraméterek változásai engedtek erre következtetni? A jelenség részletesebb vizsgálatára kézenfekvő módszer lehetett volna (a tudomásom szerint) a kutatóhelyen rendelkezésre álló MAS-NMR (mind a Si mind az Al szempontjából). Voltak-e ilyen irányú próbálkozásaik? Az irodalomban találhatóak-e erre a kérdésre vonatkozó információk?
5. A munka során kaolinit- és halloysit tartalmú minták interkalációs viselkedését hasonlította össze. Hogyan tudta megkülönböztetni egymástól az egyes mintákban egymás mellett egyidejűleg jelenlévő kétfajta vegyületet? Az interkaláció szempontjából a halloysit és a kaolinit viselkedése között milyen eltéréseket figyelt meg? Az együttes jelenlét mennyire zavarta a mérések értékelését? Van-e arra elvi lehetőség, hogy tiszta halloysittal végezzenek interkalációs vagy bármilyen, a dolgozat szempontjából releváns kísérleteket?
6. Véleménye szerint a kísérletek eredményeként kapott puccolános aktivitás növekedésében mi játszik meghatározóbb szerepet: a szerkezet amorfizációja vagy a részecskeméret-csökkenés?
7. A dolgozat 64. oldalán az ammónium-acetát részleges bomlását említi, amelyet az interkaláció során alkalmazott hőmérséklet csökkentése lelassított. Pontosan milyen bomlási folyamat játszódik le ezekben a rendszerekben és milyen kísérleti eredmények vezették el a Szerzőt ennek a bomlásnak a feltételezéséhez?

Összegzés és javaslat

Összességében megállapítom, hogy Kristófné Makó Éva MTA doktori értekezése mind alapkutatási, mind alkalmazott kutatási szempontból fontos és jelentős tudományos eredményeket foglal össze. Az értekezés korszerű módszertani háttérrel rendelkezik, és számos új megállapítással gazdagítja a mechanokémiai aktiválás és a kaolinit interkaláció kutatási területét. A bemutatott eredmények megfelelnek az MTA doktori címmel szemben támasztott tudományos követelményeknek. **A doktori mű nyilvános vitára bocsátását támogatom, és sikeres védés esetén a doktori cím odaítélését javaslom.**

Szeged, 2026. November 10.



……

Dr. Sipos Pál

hivatalos bíráló