

Jakab Miklós doktori (PhD) disszertáció

Dr. Balázi Katalin bírálataira adott válaszok

Tisztelt Dr. Balázs Katalin!

Köszönöm a doktori disszertációmra válaszul küldött bírálatot.

A bírálatban szereplő kérdésekre a válaszaim a következők:

1. Mivel magyarázza a Jelölt, hogy a golyósmalomban előállított fritt és a különböző adalékolt bevonat szemcsemérete 20-36 μm , míg a bolygómalomban előállított anyagok szemcsemérete 1-2 μm , miközben a két őrléssel előállított anyag szemcséinek a nedvesítési szöge megegyezik. Mivel magyarázható ez a jelenség?

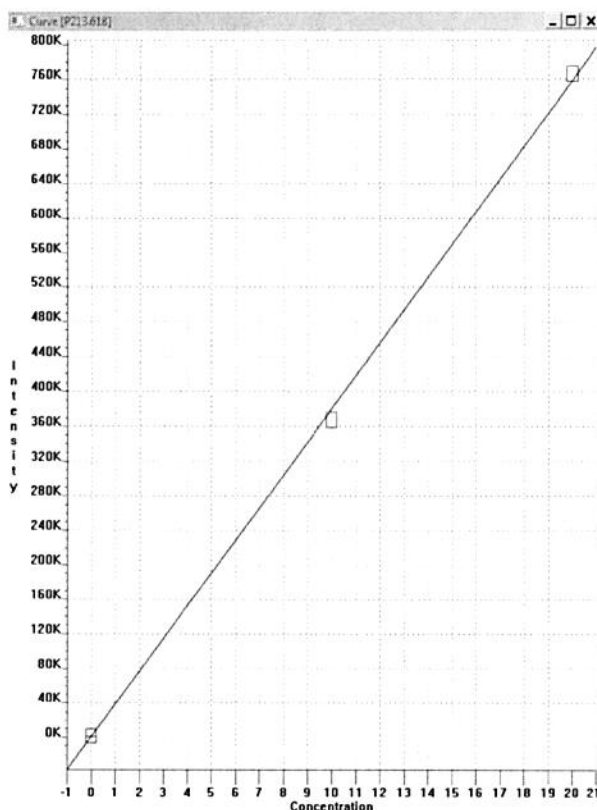
A golyósmalomban történő őrlés során porcelánból, míg a bolygómalomban való őrléskor cirkónium-dioxidból készült tégelyt használtam. Feltételezem, hogy a golyósmalomban az őrlés során olyan szennyezők kerültek a rendszerbe (nátrium, kalcium), amelyek hatására kis mértékben ugyan, de csökkenhet a nedvesítési szög a kisebb átlagos szemcsemérettel rendelkező alapanyagokhoz képest. Az energiadiszperzív röntgenanalízis szerint a golyósmalomban őrlött frittben a Si:Na atomszázalékos aránya 4,93, míg a bolygómalomban őrlött alapanyagé 3,60. Feltételezem, hogy ez a minimális nátrium tartalom többlet okozhatja az eltérő nedvesítési szög értéket.

A mérés során mindegyik esetben ~ 3 mm élhosszúságú, kocka alakú próbatestet préseltem és a mérési körülmények is azonosak voltak. Jelen esetben a $1,5^\circ - 4,4^\circ$ mértékű változás nem befolyásolja jelentősen az üveg olvadék viselkedését.

2. Az ICP módszerrel mért foszfor kioldódás vizsgálatánál megfigyelhető, hogy 28 nap elteltével csökken a szimulált testfolyadékban a foszfor tartalom. Ez nincs összhangban az XRF módszerrel mért eredménnyel. Mivel magyarázható meg az eltérés?

Az ICP módszerrel történő méréshez olyan kalibráló oldat került felhasználásra, amely tisztán foszfort tartalmazott (a továbbiakban látható a kalibrációs görbe). A kutatási munka során olyan oldatban kívántam a foszfor mennyiségének változását tanulmányozni, amely a foszfor mellett az alábbi elemeket tartalmazta: Na, K, Mg, Ca, Cl, P, S. Az ehhez hasonló komplex rendszerekben a foszfor pontos mennyiségének meghatározása bizonytalan. Ez a fő oka annak, hogy két különböző módszerrel vizsgáltam a próbatestekből kioldódó kalcium és foszfor mennyiségét. A vizsgálati eredményekből látható, hogy az esetek többségében az XRF és ICP

módszerrel mért adatok hasonló tendenciát mutatnak, vagyis 28 nap elteltével csökkent a testfolyadék Ca és P tartalma, ami arra enged következtetni, hogy megindult az apatit kristályosodása a felületen. Ezt a jelenséget pásztázó elektronmikroszkópos képalkotással igazoltam.



3. Az egylépcsős előállítás esetében az apatit a szimulált testfolyadékban stabilabb, annak ellenére is, hogy kisebb kristályosodást mutat a kétlépcsős módszerrel előállított hidroxipatitnál. Lehet erre befolyással a magnetit szemcsék agglomerálódása?

Feltételezésem szerint a szimulált testfolyadékban történő eltérő viselkedésnek az oka, ahogy Zilm és munkatársai is leírták (továbbá Baikie et al.; valamint Pogossova et al.), a Mn^{2+} , Fe^{3+} és Co^{2+} ionok ioncsere útján képesek beépülni az apatit rácsszerkezetébe. Az eltérő oldódásra feltehetően nagyobb hatással van a beépülés során megváltozott kristályszerkezet, mint a magnetit szemcsék esetleges agglomerációja.

Baikie, T., Pramana, S. S., Ferraris, C., Huang, Y., Kendrick, E., Knight, S. K., Ahmad, Z., White, T. J. (2009) Polysomatic apatites. *Acta Cryst*, B66, 1-16

Pogosova, M. A., Provotorov, D. I., Eliseev, A. A., Jansen, M., Kazin, P. E. (2015) Synthesis and characterization of the Bi-for-Ca substituted copper-based apatite pigments. *Dyes and Pigments*, 13, 96-101

Zilm, M. E., Chen, L., Sharma, V., McDannald, A., Jain, M., Ramprasad, R., Wei, M. (2016) Hydroxyapatite substituted by transition metals: experiment and theory. *Roy Soc of Chem*

Tisztelettel és köszönettel:



Jakab Miklós