

BÍRÁLAT

Kónya Zoltán

"ÖSSZETETT NANOSZERKEZETEK KÉSZÍTÉSE, JELLEMZÉSE ÉS NÉHÁNY FELHASZNÁLÁSI LEHETŐSÉGE"

című doktori értekezéséről.

A nanoszerkezetű anyagok kutatásának rohamos fejlődését és látványos eredményeit különleges tulajdonságainak felismerése alapozta meg, és jelenleg már új, ígéretes gyakorlati alkalmazások által motivált. Ezek a kutatások az utóbbi évtizedben azért is kaphattak nagy lendületet, mivel a nanométeres mérettartományú anyagi rendszerek előállításának módszerei, vizsgálatukhoz pedig a modern anyagkutatás eszközei már egyre szélesedő körben rendelkezésre álltak. Kónya Zoltán értekezése is ezekre a pillérekre épül. **Az értekezés témaválasztását ezért korszerűnek, jövőbe mutatónak tartom.**

A dolgozat tartalmi része 139 oldalból áll és hat fejezetre tagozódik, melyből lényegében két fejezet mutatja be Kónya Zoltán kutatómunkájának eredményeit. A dolgozatban az egy oldalas *Bevezetés-t* az *Irodalmi áttekintés* (26 oldal), a *Célkitűzések* (fél oldal) és a *Kísérleti rész* (9 oldal) c. fejezetek követik. A dolgozat lényegi tartalmi része, az (5.) *Eredmények és értékelésük* (94 oldal) c. fejezetben található. A dolgozatot az *Összefoglalás* (9 oldal) c. fejezet, továbbá az irodalomjegyzék (417 tétel), az értekezés alapját képező saját közlemények jegyzéke (59 tétel) és a köszönetnyilvánítás zárja.

Kritikai észrevételek, értékelés.

Külsőalak, szerkesztés, nyelvezet. A dolgozat megjelenése esztétikus, nagyszámú színes ábrával, grafikonnal illusztrált, a feliratok magyar nyelvűek. Ahhoz, hogy a nagy volumenű tartalom 150 oldalba beférjen, a szöveges rész eléggé zsúfolt lett, továbbá a mikroszkópi felvételeket annyira kicsik, hogy méret-felirataik sok esetben az olvashatóság határa alá kerültek. Ehhez járul még a közlendőket illusztráló 182 számozott ábra, melyek sokszor 4-8-12 rész-ábrából állnak, valamint a 27 táblázat.

A disszertáció szerkesztése hagyományosnak tekinthető. Ugyanakkor a Jelölt legtöbbször a tudományos közleményekben követett tárgyalásmódot alkalmazza és az eredményekkel együtt tárgyalja az irodalmi ismereteket. Az ilyen szerkesztés disszertációk esetén zavaró, mert nem különülnek el egyértelműen az irodalomból idézettek a Szerző saját eredményeitől. A dolgozat szerkezete túlzottan széttagolt. Az irodalmi rész 22, a kísérleti rész 11, az eredmények pedig a négy nagyobb fejezeten belül 40 számozott alfejezetre tagoltak.

A dolgozat világosan, a szakmai szövegek stílusában megfogalmazott. Néhány helyen sajnos előfordulnak ismeretlen betű-szavak, magyarázat nélküli rövidítések, továbbá sajtóhibák vagy a magyar szakmai nyelvben nem széleskörűen elfogadott kifejezések is (szilika, templát, lógó kötések, kontrollálható, adszorbeáltunk stb.). Viszont nem tekinthető sajtóhibának, inkább figyelmetlenségnek a Celsius fok és a Kelvin váltakozó alkalmazása az egész dolgozatban. A legkirívóbb esetben, ez egy mondaton belül is előfordul (pl. a 30. oldalon). Ugyanitt olvasható az is, hogy 298 K-en végzett művelet után a mintát szobahőmérsékletre hűtötték. Az apróbb hibák felsorolásától eltekintve megemlítem még, hogy az Irodalomjegyzékben a 28. és 29. számú idézetek megismétlődnek a 250. és 251. számok alatt.

Értékelés fejezetenként.

1. Bevezetés. Nagyon általános, nem vezeti rá az olvasót az elvégzett kutatásokra.

2. Irodalmi áttekintés. Elismerésre méltó a Jelölt törekvése a korábbi ismeretek széleskörű bemutatására. A leírtakból (is) kitűnik, hogy a dolgozatban szereplő kutatásoknak számos előzménye megjelent a szakirodalomban. Ezért különösen hiányolható az irodalmi áttekintés kritikai hangvétele, a publikált ismeretek jelentőségük szerinti értékelése, a hiányzó ismeretek feltárása. Az egyes dolgozatoknak a felsorolása, adatainak feleslegesen pontos, receptszerű ismertetése inkább zavaró, mintsem a lényegre irányító.

3. Célkitűzések. Félreértést véltem felfedezni a fejezet címében és a leírtakban. Pl. az első bekezdésben a Jelölt indoklás nélkül egyszerűen közli, hogy az értekezésben 1D és inverz 1D típusú objektumokkal foglalkozik részletesebben. Majd így fogalmaz "Doktori munkám általános célja tehát az egydimenziós és inverz egydimenziós nanoszerkezetekkel végzett kísérleteink és eredményeink bemutatása (a következő részletesebben kifejtett pontokon keresztül)". Ezt követi a vizsgált anyagi rendszerek 10 pontból álló taxatív felsorolása, pl. "többfalú szén nanocsövek előállítása és vizsgálata", stb. Szó nem esik a témaválasztás indokairól, arról, hogy miért éppen ezekre az anyagi rendszerekre és ezekre a kutatási irányokra, vizsgálatokra esett a választása, mit akart a már meglévő ismeretekhez hozzátenni.

Általánosan elmondható, hogy a felsorolt u.n. „célok”, mind az anyagi rendszerek, mind pedig a módszerek tekintetében nagyon széles kört foglalnak magukba. Egyetlen közös vonásuk az, hogy mind nanoméretű anyagi rendszerekkel foglalkoznak.

4. Kísérleti rész. Arányait tekintve a nanoszerkezetek előállítása lehetett volna részletesebb, míg pl. a hővezetés-mérés rövidebb. Kifogásolható az is, hogy a leírtakban keveredik a kétféle szén-prekurzor alkalmazása, valamint az, hogy nem esik szó a szén nanocsövek alkalmazott tisztítási folyamatáról, annak ellenére, hogy ez az irodalmi részben kiemelt hangsúlyt kapott. A mechanikai vizsgálatoknál a felsorolt 26 (!) szabvány helyett elegendő lett volna azt megemlíteni, amit végül is alkalmazott.

5. Eredmények és értékelésük.

A fejezet, érthetetlen módon, irodalmi ismeretekről szóló bekezdéssel kezdődik.

5.1. Egyfalú szén nanocsövek előállítása és vizsgálata. Legalább itt meg kellett volna említeni, hogy melyik szén-prekurzorból növesztette ezeket. A javasolt mechanizmus leírásánál a szénhidrogén exoterm bontása nem triviális, részletezése indokolt lett volna. Jelentős eredménye ezeknek a vizsgálatoknak az, hogy a Jelölt javaslatot tett egy új növekedési mechanizmusra.

5.2. Többfalú szén nanocsövek előállítása és vizsgálata. Az 5.2.1-3. fejezetekben a Jelölt a különféle egy és kétfémes katalizátorok szerepéről értekezik. A kutatások egyik fontos eredménye, hogy kimutatta a kétfémes katalizátorok nagyobb hatékonyságát, mellyel lehetővé válhat nagyobb mennyiségű nanocső készítése. Sajnos több pontatlanság található a leírtakban. Pl. a 3. táblázat %-os adatainál hiányzik a vonatkoztatási adat (bevitt szén? katalizátor?) megemlézése. A mintegy kilenc különféle oxid, hidroxid, karbonát típusú hordozó szerepéről általános érvényű megállapítások csak az után tehetők, hogy azoknak a növesztés körülményei között kialakuló felületi állapotát részleteiben ismernénk. Ez nem következik, pl. a 41. old. alján olvasható mondatból, ahol is CoFe/Al₂O₃-katalizátor alkalmazásáról, majd pedig előnyként arról tesz említést, hogy az alumínium-hidroxid könnyen eltávolítható.

A 46. ábrán (43. old.) bemutatott XP spektrumokból nem következik, hogy ötvözet képződik. A fémek a nyilvánvalóan oxidos állapotából azok ötvöződésére nem lehet következtetni. (Továbbá a 45. oldalon a Co oktaéderes helyekre –tehát oxidrácsba– történő beépüléséről esik szó a Mössbauer vizsgálatok alapján is.)

Az **5.2.4. fejezet** a többfalú szén nanocsövek előállítását mutatja be mezopórusos anyagokban. Ezeknek a kutatásoknak fontos eredménye, hogy igazolták a szén nanocsövek képződésének lehetőségét katalizátor nélkül és rámutattak a befogadó fázis savas jellegének szerepére a grafitizáció folyamatában. Sajnos itt is több pontatlanság található: pl. hiba került a 10. táblázat adataiba, valamint tévesen szerepel a nitrogén és hélium atmoszféra a TG vizsgálatok ábráinál, ill. a szövegben.

Az **5.2.5. fejezet** a többfalú szén nanocsövek módosítását tárgyalja. A felhasználás egyik valóban sarkalatos kérdése a nanocsövek felületének célirányos módosítása. Ezért is kiemelkedően fontosnak tartom ezeket az eredményeket. Egyik érdekes eredménye ezeknek a munkáknak a nanocsövek egymáshoz kapcsolása, kettős és hármas elágazások kialakítása. Továbbá az is, hogy gázmolekulákat őrlés közben, vagyis mechanokémiai aktiválással, kovalens kötéssel tudnak a felülethez kapcsolni, ami a nanocsövek több alkalmazásának is első lépése lehet.

Nem szól a dolgozat a módosítás mértékéről, a kapcsolt molekulák mennyiségéről, de feltételezem, hogy ezekre vonatkozóan születtek adatok. A 74. oldalon a Jelölt állítja, hogy az őrléskor a csövek törése a hibahelyeken megy végbe és a felszakadó C-C kötésekkel létrejövő gyökök reagálnak a gázmolekulákkal. Lehet-e a bekötött molekulák mennyiségéből a hibahelyek mennyiségére, az aprózódásra, az újabban előálló végek számára becslést tenni? Ehhez kapcsolódva kérdezem azt is, hogy a semleges közegben végzett őrléskor bemutatott deformációk, pl. csővégek laposodása, mennyire tekinthetők egyedinek, esetlegesnek, illetve statisztikailag is alátámasztott megfigyelésnek?

Ez utóbbi, felületmódosítási témához is kapcsolódik az **5.2.6. fejezet**, mely néhány felhasználási területet mutat be. Az amino-csoportokkal funkcionizált nanocsövek epoxi-csoporttal való kovalens kapcsolódása szilárdság növelő lehet, de amint az eredményekből látható, a képződő nanokompozitok mechanikai tulajdonságait más tényezők is befolyásolják. A kompozitok vizsgálatából kapott eredmények a gyakorlati felhasználás vonatkozásában fontosak ugyan, de összességükben is csak kezdeti megfigyeléseknek tekinthetők.

Az **5.3. Szervetlen nanoszerkezetek előállítása, vizsgálata és módosítása** c. pont szilícium-oxid, vanádium-oxid és titanát nanocsöveket tárgyal. Ezek közül a legjelentősebb a titanát nanocsövekkel foglalkozó rész. Az előállítás körülményeinek szisztematikus változtatásával megfigyelt szerkezeti változások igen meggyőzőek. Kiemelkedő eredménynek tartom a titanát nanocsövek kötegekké, majd nanoszálakkal történő transzformációjának bemutatását és plauzibilis értelmezését. Kérdésem, hogy követték-e a Na-tartalom változását? Stöchiometrikusnak (pl. $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$) tekinthetők-e a minták? A Raman spektrumok széles sávjait látva kérdezem, hogy a kiszélesedés a hosszútávú rendezettség hiányának, vagy az összetétel heterogenitásának tudható-e be?

Érdekes eredménye a munkának a titanát nanocsövek ioncserélő tulajdonságának kimutatása, és ezt kihasználva, felületük módosítása Mg-sztearáttal a polimerekbe való kompozitálás elősegítésére. Kérdésem, hogy milyen az arány az ioncserével bevitt Mg és a megkötött sztearát mennyisége között? Van-e lehetősége kompakt, Langmuir-Blodgett típusú monoréteg kialakítására?

Tézisek. A disszertációhoz mellékelt téziszfüzet az új tudományos eredményeket négy csoportban mutatja be, úgymint: egyfalú és többfalú szén nanocsövek, szervesetlen nanoszerkezetek és katalízis komplex nanoszerkezetekkel. Ez a négy csoport 36 számozott pontból áll és átfogja a dolgozatban bemutatott eredményeket. Az egyes pontok pontos tartalmi, és többségükben szó szerinti, átfedésben vannak a disszertáció végén található *Összefoglalás* egyes bekezdéseivel. Meg kellett állapítanom, hogy az egyes pontok, sajnálatosan, nem tézisszerűen átfogó, szabatos megállapításokat tartalmaznak. Több pont, így a 3.2. pontban az 1-2, a 3-4, 5-6 és 7-8 alpontok, a 3.3. pontban a 3-7 és 8-10 alpontok összevonásával, a lényeges megállapítások súlya és áttekinthetősége növekedett volna. Nem értelmezhetők, és ezért nem fogadhatók el a tézisek között olyan kifejezések, mint pl. „*a hordozó komoly hatással volt*” (3.1.i.) vagy „*a fémeken túl a hordozónak is komoly szerepe van*” (3.2.ii.) stb. Sajnálatos továbbá, hogy a téziszfüzet tudományos eredményekről szóló 3., 4. és 5. oldalának alján, több tézist is érintő befejezetlen mondatok találhatók.

Kritikai észrevételeimet, amelyek döntően a Disszertáció szerkezeti felépítésére, a leírtak nyelvi és a tézisekben is előforduló szakmai pontatlanságaira vonatkoznak, azért tartottam fontosnak a bírálatban példákkal is bemutatni, hogy a Jelölt a jövőben ezeket elkerülve, eredményeit magas színvonalon tudja közvetíteni e fontos tudományterület iránt érdeklődőknek, kollégáinak, egyetemi hallgatóknak, doktoranduszoknak. A disszertáció tudományos értékét tekintve megállapítható, hogy jelentős új tudományos eredményeket tartalmaz és néhány célirányos próbálkozás is történt az előállított nano-anyagok szerkezeti alkalmazása (polimer kompozitok) és funkcionális alkalmazása (katalizátorok) területén.

Az értekezés alapján Kónya Zoltánt széleskörű anyatudományi ismeretekkel rendelkező, kiválóan felkészült kutatónak ismertem meg. Számos új, a tudományterületet jelentősen gazdagító eredményt ért el több nanoméretű anyagi rendszer, kiemelten a szén és a titanát nanocsövek szintézise, növekedési mechanizmusa és szerkezeti jellegzetességeinek feltárása, valamint a nanocsövek atomi szintű felületmódosítása területén, melyek meghatározó jelentőségűek azok ipari méretű előállításához és ezáltal felhasználásuk megalapozásához is. Kutatásainak eredményeit több társszerzővel együtt 59 dolgozatban közölte, melyek rangos nemzetközi folyóiratokban jelentek meg és élénk érdeklődést váltottak ki a tudományterület művelőinek körében, amit e közleményekre kapott mintegy 1500 hivatkozás is bizonyít.

A fentiek alapján Kónya Zoltán értekezésének nyilvános vitára tűzését javaslom, és sikeres védelem esetén a MTA Doktora cím odaítélését támogatom.

2010. október 6.

Dr. Bertóti Imre
a kémiai tudomány (MTA) doktora