

Opponensi vélemény

Horváth Szabolcs

RETENCIÓS FOLYAMATOK VIZSGÁLATA LINEÁRIS- ÉS NEMLINEÁRIS
FOLYADÉKKROMATOGRÁFIÁBAN

című Ph.D. értekezéséről

A Horváth Szabolcs kutatómunkáját a Pannon Egyetem Mérnöki Karának Analitikai Kémia Intézeti Tanszékén végezte Dr. Horváth Krisztián egyetemi docens témavezetésével, egy hazai és nemzetközi szinten egyaránt elismert kutatócsoport tagjaként.

Dolgozatában a Jelölt szerteágazóan vizsgálja a retenciós és anyagátadási folyamatokat fordított fázisú lineáris- és nemlineáris folyadékkromatográfiában, majd az itt használt matematikai modelleket kiterjeszti az ioncsere kromatográfiára is.

Analitikai és preparatív folyadék kromatográfiás elválasztások optimalizálásához, a folyadékkromatográfiás töltetek fejlesztéséhez a kromatográfiás oszlopban lejátszódó fizikai és kémiai folyamatok leírása elengedhetetlen. A Jelölt a jól ismert kromatográfiás modellek alkalmazásával, és azok továbbfejlesztésével gyakorlati szempontból is hasznos eszközöket teremt, amelyek felhasználhatóak új típusú kromatográfiás töltetek tervezéséhez, illetve az adszorpciós izotermák leírásához. Kijelenthető, hogy az értekezés témája újszerű, benne bemutatott eredmények minden bizonnyal komoly érdeklődésre tartanak számot a tématerület akadémia és ipari kutatói részéről is.

A dolgozat felépítése logikus, kifejezetten jól szerkesztett, terjedelme ideálisnak mondható, tartalmazza mindazon fejezeteket, amelyek egy természettudományos disszertációban elvárhatóak. A fejezetek hossza egymáshoz viszonyítva arányos. A fogalmazása általánosságban véve szabatos, kerüli a felesleges anglicizmust, helyesírási hibát, elütést csak elvétve tartalmaz. Az ábrák, táblázatok illetve a dolgozatban szereplő egyenletek jól szerkesztettek, az ábra aláírások megfelelően részletesek jól szolgálják a bemutatott eredmények megértését. Az egyenletek és irodalmi hivatkozások számozása, valamint a rájuk történő hivatkozások pontosak. Véleményem szerint a dolgozat formai megjelenése kiváló.

A dolgozat első fejezete tartalmazza az Irodalmi összefoglalót, amiben a jelölt összefoglalja azokat a legfontosabb elméleti tudnivalókat és alkalmazott módszereket (kromatográfiás és izoterma modellek, folyadékkromatográfiás töltetek fizikai és kémiai tulajdonságai) melyekre a dolgozat további részében támaszkodik. Az irodalmi rész mind terjedelmében mind tartalmilag logikusan felépített, könnyen követhető, kiváló összefoglalása annak az elméleti tudásnak, ami szükséges a dolgozat megértéséhez. A dolgozatban található hivatkozások formailag megfelelőek, azok száma (143), és az Irodalmi összefoglaló minősége is jól bizonyítja a Jelölt felkészültségét az adott tématerületen.

A jelölt magabiztosan támaszkodik az irodalomból megismert korábbi tudományos eredményekre, azok alapján logikusan választja meg a dolgozat célkitűzéseit.

A második, Kísérleti rész fejezetben a Jelölt röviden, de kielégítő részletességgel mutatja be a kísérletekhez használt anyagokat, eszközöket és módszereket, jól összefoglalva az egyes feladatok megoldásához alkalmazott kísérleti paramétereket is. A használt vizsgálati módszerek újszerűek, a segítségükkel végzett kutatómunka színvonala magas, az általuk kapott eredmények minden bizonnyal megbízhatónak mondhatóak.

A dolgozat 3. fejezetében kerülnek ismertetésre a PhD munka során elért főbb eredmények, illetve az azokból levonható következtetések. Az egyes alfejezetek jól hivatkozzák az ott bemutatott eredmények megértéséhez szükséges irodalmi áttekintésben feldolgozott elméleti háttérrel. Az elért eredményeket a Jelölt magas színvonalon dolgozza fel, azt minden esetben összeveti az irodalmi adatokkal, ezzel is igazolva a következtetések helyességét. Kiemelendő, hogy az Eredmények fejezet egyes témaköreinek következtetéseit röviden összefoglalja az adott alfejezet végén, ami jelentősen javítja az értekezet követhetőségét.

Következtetéseit a Jelölt 4 tézispontban foglalta össze, ami szerint,

1. A kétrétegű folyadékkromatográfiás állófázis szemcsék akkor biztosítanak nagyobb elválasztási hatékonyságot a hagyományos héjszerkezetű fázisokkal szemben, ha a külső réteg visszatartása, illetve pórus diffúziója nagyobb, mint a belső rétegé. Ily módon a kétrétegű szemcse szerkezet az oszlop hatékonyságát 15-20%-kal növelheti.
2. Gradiens elúciós módban negatív – azaz az oszlop vége felé haladva csökkenő – szemcse méret gradienssel rendelkező oszlopok az extra sávkompressziós hatásnak köszönhetően, a szemcse méret gradiens profiljától függően ~1-4% hatékonyságnövekedést mutatnak, összehasonlítva azonos permeabilitású konstans szemcse mérettel rendelkező oszlopokkal. A határoló szemcse méreteket optimalizálva ez az előny tovább növelhető ~5-8%-ra.
3. Az izotermák meghatározására fejlesztett, izoterma egyenlet mentes inverz módszer, amelyben az izoterma egyenlet helyett az izoterma pontokra illesztett spline deriváltját használjuk a Martin-Synge algoritmus tömegmérleg egyenletében, a frontális analízisével összevethető pontossággal alkalmazható izotermák meghatározására.
4. Ioncsere kapacitás gradienst eluens koncentráció gradienssel kombinálva hatékonyságnövekedés érhető el az azonos analízis idejű konstans ioncsere kapacitással rendelkező oszlophoz képest. Ez a hatékonyságnövekedés az ionok retenciós idő különbségének növekedésén, valamint sáv szélességének csökkenésén keresztül nyilvánul meg.

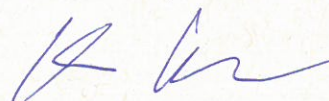
Az eredményekből levont következtetések helytállóak, megalapozottak, a Jelölt munkája messzemenően megfelel a PhD értekezések követelményeinek. A dolgozat négy első szerzős közleményen alapul, a publikációk száma és minősége is igazolja a bemutatott eredmények tudományos értékét.

A dolgozattal kapcsolatos kérdéseim :

1. A kétrétegű tömörmagvú állófázisok tervezésénél a jelölt javasolja különböző felületborítottságú rétegek használatát és állófázis szemcsén belül. A Jelölt véleménye szerint ez befolyásolhatja-e a kromatográfiás csúcs alakját, szimmetriáját?
2. Dolgozatában a Jelölt megemlíti, hogy a Phenomenex oszlopgyártó cég rendelkezik kétrétegű tömörmagvú szemcsékkel töltött oszloppal. Az ezen az oszlopon mérhető hatékonyság mennyire egyezik a számítások során becsült hatékonysággal? A Jelölt tapasztalatai után a gyártó által készített töltet paraméterei mennyire közelítik meg az ideális paramétereket?
3. A Jelölt véleménye szerint a szemcseméret gradienssel rendelkező folyadékkromatográfiás oszlopok esetén, az oszlop mentén nem lineárisan változó nyomásesés befolyásolhatja-e a nagymolekulák retenciós viselkedését és csúcsszélesedését?
4. Miből lehet következtetni arra, hogy a butil-benzoát adszorpciós energiaeloszlásának két maximumát a szabad szilanol és C18-as csoportok jelenléte okozza és nem a bi-BET izotermára jellemző többrétegű adszorpció, vagy a szerves oldószer felületi dúsulása?

Az értekezést megismerve megállapítom, hogy a dolgozat témaválasztása korszerű és indokolt, jelentős új tudományos eredményeket tartalmaz. A Jelölt megfelelő tudományos és szakmai felkészültséggel rendelkezik, kutatásainak eredményeit érthető és jól követhető formában interpretálja. A dolgozatban bemutatott tézispontok elfogadhatóak a Jelölt új tudományos eredményeiként. Mindezek figyelembevételével javaslom az értekezés nyilvános vitára bocsájtását, és sikeres védelem esetén a doktori cím odaítélését.

Pécs, 2023.06.10



Lambert Nándor Csaba

egyetemi adjunktus

Pécsi Tudományegyetem

Analitikai és Környezeti Kémia Tanszék

