



dr hab. inż. Marianna Czaplicka prof. Pol. Śl.
Politechnika Śląska, Wydział Chemiczny
Katedra Chemii Analitycznej

Gliwice 8 maja 2011

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Bartosza Kowalskiego pt.
**„Oznaczanie wybranych leków z różnych grup terapeutycznych w wodach
powierzchniowych z zastosowaniem technik chromatograficznych”**

promotor pracy: prof. dr hab. Irena Staneczko – Baranowska

Celem rozprawy doktorskiej mgr inż. Bartosza Kowalskiego było opracowanie metod chromatograficznych pozwalających na monitorowanie stopnia zanieczyszczenia wód powierzchniowych wybranymi farmaceutykami. Analiza raportu Europejskiej Agencji Środowiska (European Environmental Agency – EEA) prezentowana na spotkaniu komisji EUREAU ds. wody, które odbyło się w Barcelonie w lutym 2010 r wskazała na konieczność opracowania Środowiskowego Symbolu Jakości (Environmental Quality Symbol – EQS) dla farmaceutyków. Wyniki dostępne w skali UE wskazują, że w środowisku obecnych jest szereg farmaceutyków, w tym najczęściej diklofenak, karbamazepina i środki kontrastowe do prześwietleń. Prezentowana rozprawa wpisuje się w aktualny trend badań jakości środowiska, zarówno w aspekcie opracowania metod analitycznych o granicach wykrywalności i oznaczalności na poziomie śladowym i ultraśladowym, jak i dostarcza wstępnych informacji o skali zanieczyszczenia farmaceutykami wód powierzchniowych w Polsce.

W rozprawie Doktorant skoncentrował uwagę na ilościowym oznaczaniu wybranych farmaceutyków z czterech grup terapeutycznych tj. niesteroidowych leków przeciwzapalnych, β -blokerów, kortykosteroidów oraz leków przeciwdrgawkowych.

W części teoretycznej Doktorant przedstawił aktualny stan wiedzy z zakresu metod oznaczania leków w środowisku wodnym metodami wysokosprawnej chromatografii cieczowej oraz chromatografii gazowej. W formie tabelarycznej zebrał procedury przygotowania próbek do analizy, warunki analizy oraz precyzje metod.

Część literaturowa została opracowana na podstawie 154 pozycji literaturowych, głównie angielskojęzycznych.

Część doświadczalna pracy obejmuje dwa obszary badawcze: (i) opracowanie i walidację metodyk oznaczania wybranych farmaceutów z zastosowaniem wysokosprawnej chromatografii ciekowej (HPLC) oraz techniki szybkich analiz chromatograficznych (Ultra HPLC) dla roztworów modelowych o określonym składzie, (ii) weryfikację opracowanych metodyk na podstawie analizy próbek rzeczywistych. Badania w ramach pierwszego obszaru badawczego prowadzono z zastosowaniem różnych detektorów, tj. detektora spektrofotometrycznego UV z matrycą diodową i detektora fluorescencyjnego. W ramach pracy przebadano również wpływ różnych składów fazy ruchomej oraz faz stacjonarnych o zróżnicowanych właściwościach fizykochemicznych na rozdzielanie analitów. Jako kryterium poprawności metody przyjęto: dobre rozdzielenie leków i krótki czas analizy. Przyjęte kryteria są niezmiernie istotne w przypadku wdrożenia opracowanych metod do badań z zakresu monitoringu środowiska. Realizacja tej części pracy pozwoliła na opracowanie metodyk jednoczesnego oznaczania leków z różnych grup terapeutycznych występujących równolegle w próbkach. Jedną z opracowanych metod pozwala na oznaczenie leków z trzech grup terapeutycznych: niesteroidowych leków przeciwzapalnych, β -blokerów oraz kortykosteroidów przy użyciu jednego układu chromatograficznego, co stanowi niewątpliwie aspekt nowości. W drugim obszarze badawczym przydatność opracowanych metodyk została zweryfikowana na podstawie analiz próbek rzeczywistych charakteryzujących się skomplikowaną matrycą. Realizacja badań w tym obszarze wymagała wprowadzenia do procedury analitycznej etapów wydzielania i wzbogacania analitów. W tym celu Doktorant wykonał serię badań, w których ekstrahował anality metodami ekstrakcji do fazy stałej (badaniami objęto różne typy wypełnień) oraz przy pomocy dysków ekstrakcyjnych. Jako kryterium przydatności typu ekstrakcji przyjęto wartość odzysku. Rezultatem realizacji tego obszaru badawczego było opracowanie metodyk analitycznych umożliwiających oznaczanie wybranych farmaceutyków w próbkach wód powierzchniowych o objętości 1 l, a odzysk analitów osiągał wartość powyżej 90 %. Ponadto na podstawie analiz próbek pobranych z różnych rejonów Polski uzyskano wstępne informacje o poziomie zanieczyszczenia środowiska wodnego w Polsce wybranymi lekami.

Niemniej jednak, Doktorant nie ustrzegł się błędów edycyjnych i językowych.

W części literaturowej brak jest odniesień numerów tabel w tekście, uwaga ta dotyczy głównie tabel 2.1 i 2.2, w których zestawiono procedury wydzielenia farmaceutyków z wód i metody ich oznaczania. W tabeli 2.2 przedstawiono metodyki oznaczania leków w wodach metodami chromatografii gazowej, Doktorant zwrócił uwagę, że procedury oznaczania leków za pomocą tej metody wymagają derywatywacji analitów, jednak w żadnym przypadku nie podał nazw stosowanych odczynników derywatyzujących. W tej części pracy używane są również akronimy nie wyjaśnione w tekście, np. ekstrakcja POCIS, ekstrakcja HF-LPME, bądź też najpierw stosowany jest akronim, a później pełna nazwa np. ekstrakcja SBSE (str19), wyjaśnienie akronimu strona 32.

W rozdziale Cel pracy występują błędy językowe, poszczególne akapity rozdziału pisane są w czasie przeszłym oraz przyszłym, co może budzić u czytelnika wątpliwości czy Doktorant wykonał badania, czy zostaną one dopiero wykonane.

Błędy stylistyczne pojawiają się również w innych rozdziałach niniejszej pracy, np. „technika Ultra HPLC-UV w badaniach do równoczesnego oznaczania mieszanin leków”, czy nie lepiej brzmi „technika Ultra HPLC-UV w badaniach równoczesnego oznaczania mieszanin leków”? Ponadto czytając tekst pracy miejscami odnosi się wrażenie, że Doktorant myli pojęcia kolumny i wypełnienia kolumny – fazy stacjonarnej, np. str 50 „Jako fazy stacjonarne stosowano dwie kolumny chromatograficzne....”.

W moim odczuciu przy opisie wyznaczania zakresu liniowości metody brak jest informacji o stężeniach analitów w roztworach, na podstawie których wyznaczono zakres liniowości. Sądzę również, że przykładowe, graficzne przedstawienie zależności stężenia w funkcji odpowiedzi detektora byłoby celowe.

Reasumując, opracowane w ramach pracy nowe metodyki oznaczania farmaceutyków w próbkach wód powierzchniowych przy zastosowaniu techniki HPLC i Ultra HPLC stanowią istotny wkład w rozwój chemii analitycznej, a opracowana procedura równoczesnego oznaczania 10 leków jest nowatorska w tym zakresie. Opracowane metody stanowią doskonałe narzędzie w badaniach jakości środowiska, zwłaszcza pod kątem ich wykorzystania w monitoringu wód powierzchniowych. Uzyskane, w ramach pracy, dane dotyczące poziomu stężeń leków w wodach

powierzchniowych pobranych z różnych punktów obszaru Polski stanowić mogą przyczynek do stworzenia sieci monitoringu jakości wód. Na uwagę zasługuje również dorobek Doktoranta z zakresu tematyki niniejszej rozprawy, jest on współautorem 3 artykułów opublikowanych w czasopismach o zasięgu międzynarodowym o łącznym IF równym 3,717 oraz współautorem 8 doniesień konferencyjnych.

W mojej ocenie rozprawa doktorska przygotowana przez mgr inż. Bartosza Kowalskiego posiada walory poznawcze. Doktorant wykazał umiejętność planowania i prowadzenia prac badawczych.

Uważam, że praca wykonana przez mgr inż. Bartosza Kowalskiego spełnia wymagania stawiane pracom przy ubieganiu się o stopień naukowy doktora i wnioskuję o dopuszczenie Doktoranta do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

M. Czapla