

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr Rafała Gajosa
*Teoretyczne i praktyczne aspekty techniki ortogonalnej elektrochromatografii
planarnej ciśnieniowej z ciągłym i okresowo przerywanym dostarczaniem
mieszanki substancji rozdzielanych*

Recenzowana rozprawa napisana została pod kierunkiem pana profesora Tadeusza Dzidy oraz pani dr hab. Beaty Polak. Poświęcona jest ona bardzo ważnym, z chromatograficznego punktu widzenia, badaniom mechanizmów rozdzielania tzw. wielowymiarowego, w tym wpływowi na nie pola elektrycznego. Ponadto omawiana jest w niej możliwość prowadzenia ciągłych pomiarów chromatograficznych. Warto podkreślić aktualność tematyki rozprawy, jej potencjalne znaczenie praktyczne oraz fakt jej wykonania w znanym na Świecie ośrodku zajmującym się chromatografią, w szczególności chromatografią cienkowarstwową. W tym miejscu, oprócz wyżej wymienionych, należy przypomnieć olbrzymi wkład naukowy wniesiony w tę tematykę, w szczególności, przez prof. Edwarda Soczewińskiego, a wcześniej przez prof. Andrzeja Waksmundzkiego.

Pod względem formalnym recenzowana praca liczy 90 stron tekstu, włączając w to rysunki, schematy, zdjęcia oraz bibliografię (146 pozycje). Integralną częścią rozprawy są załączone kopie 5 publikacji.

W części literaturowej (wstępie) autor omówił podstawowe techniki chromatograficzne, ze szczególnym uwzględnieniem chromatografii i elektrochromatografii (elektroforezy) planarnej oraz możliwości zastosowania w nich preparatywnego rozdzielania dwuwymiarowego.

W tej części rozprawy jest kilka drobnych nieścisłości czy przejęzyczeń. Autor często (np. na str. 9) używa pojęcia „separacja”, rzadziej (str. 13) „izolacja”. Prawidłowo powinno być „rozdzielanie”.

Na str. 10 autor napisał, że zastosowanie detektorów elektrochemicznych „*jest ograniczone do związków dysocjujących lub takich, które ulegają reakjom redoks*”. Stwierdzenie to jest niejasne. Istnieją dwie definicje detekcji elektrochemicznej. W węższym ujęciu, mierzony jest w nim prąd faradejowski. Dysocjacja związków nie jest tu konieczna. W szerszym znaczeniu, mierzony jest dowolny parametr elektroanalityczny. Przykładowo, w detektorze dielektrometrycznym (chyba obecnie niedostępnym komercyjnie) nie jest konieczna ani dysocjacja ani reakcja elektrochemiczna.

W elektrochemii znane są pojęcia buforu i elektrolitu podstawowego. Autor powinien wyjaśnić, co rozumie pod pojęciem „bufor podstawowy” (str. 14 i 15). Równie niejasnym pojęciem jest „skuteczność pola elektrycznego”. Zamiast „dozownik pętlowy” powinno być „dozownik pętlicowy” (str. 24). Takich niezręcznych sformułowań jest jeszcze kilka. Mimo to chciałbym zauważyć, że rozprawa napisana jest, pod względem redaktorskim i językowym, bardzo poprawnie.

Autor kilkakrotnie stwierdził (np. na str. 16, 31 i 39), że elektroforeza „nie może być stosowana do rozdzielania związków wykazujących taką samą ruchliwość elektroforetyczną”. Oczywiście, że związki takie mogą być rozdzielane, jeśli w fazie ruchomej oddziałują (lub reagują) ze związkami zmieniającymi ich ruchliwość (współczynnik dyfuzji i/lub ich wypadkowy ładunek).

W Wynikach doktorant opisał wpływ wielu parametrów na rozdzielczość zaproponowanego układu chromatograficznego. W układzie ciągłym gdy wszystkie składniki próbki dotrą do końca płytki rozdzielanie chromatograficzne nie wpływa na rozdzielczość układu. Dlatego autor zaproponował przerywane dostarczanie próbki. Skomplikowało to znacznie dodatkowo układ pomiarowy. Przy opisie uzyskanych wyników autor czasami używa bardzo mało precyzyjne, nienaukowe sformułowania. Przykładowo (str. 47), nie wiem co oznacza „dobra sprawność”. Natomiast „dość dobra sprawność” jest zupełnie niezrozumiała. Podobnie – „względnie niska wartość wysokości półki”. Ponadto, sprawność układu nic nie „zapewnia” półce, jest do niej odwrotnie proporcjonalna ($N = L/H$).

Na str. 97 (publ. 1) rozprawy dyskutowany jest wpływ rozpuszczalnika organicznego (metanolu) na rozdzielczość układu. Zmiany lepkości roztworu i jego stałej dielektrycznej nie przekraczają 50%. Większych zmian należy oczekiwać dla potencjału elektrokinetycznego (wpływ na grubość płaszczyzny poślizgu). W tej dyskusji zabrakło mi omówienia wpływu

metanolu na dysocjację badanych związków. Największe zmiany odchylenia zaobserwowano dla najsłabszego kwasu, dla którego zmiany dysocjacji są największe. W podobny sposób można wytłumaczyć wpływ pH na odchylenie.

Zgodnie z *Ustawą o stopniach naukowych i tytule naukowym* celem recenzji jest stwierdzenie przede wszystkim czy rozprawa doktorska wnosi element nowości naukowej w danej dyscyplinie naukowej, a także czy autor dysponuje odpowiednią wiedzą teoretyczną i umie prowadzić badania naukowe. Stwierdzam, że pomimo wspomnianych drobnych błędów i niedoskonałości (nie znalazłem żadnego błędu merytorycznego), po części zresztą dyskusyjnych, *rozprawa* stanowi oryginalny wkład w opracowanie dwuwymiarowej elektrochromatografii preparatywnej. Autor wykazał się dobrą znajomością tematu i umiejętnością samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr Rafała Gajosa *Teoretyczne i praktyczne aspekty techniki ortogonalnej elektrochromatografii planarnej ciśnieniowej z ciągłym i okresowo przerywanym dostarczaniem mieszaniny substancji rozdzielanych* spełnia wymogi określone w Ustawie o stopniach i tytule naukowym z dnia 14 marca 2003 roku, wg Dz. U. Nr 65, poz. 595, wraz z późniejszymi zmianami, oraz ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. Wnoszę o przyjęcie rozprawy doktorskiej *Teoretyczne i praktyczne aspekty techniki ortogonalnej elektrochromatografii planarnej ciśnieniowej z ciągłym i okresowo przerywanym dostarczaniem mieszaniny substancji rozdzielanych* oraz dopuszczenie mgr Rafała Gajosa do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Recenzowana rozprawa poświęcona została bardzo ważnym i szeroko dyskutowanym w środowisku chromatograficznym problemom rozdzielen wielowymiarowych i ciągłych. W szczególności istotną nowością jest zastosowanie w nich elektrochromatografii. W moim przekonaniu stanowi istotny i oryginalny wkład w rozwój rozdzielen preparatywnych i mikropreparatywnych. Doktorant jest współautorem pięciu publikacji z tzw. Listy Filadelfijskiej. We wszystkich jest pierwszym autorem. Sumaryczna ilość punktów, wg. punktacji MNiSzW, wynosi 390, zgodnie z poniższą Tabelą. Rozprawa spełnia więc wszystkie wymagania Regulaminu wyróżniania rozpraw doktorskich na WF UM, do jej wyróżnienia.

Składam wniosek o wyróżnienie rozprawy doktorskiej mgr Rafała Gajosa *Teoretyczne i praktyczne aspekty techniki ortogonalnej elektrochromatografii planarnej ciśnieniowej z ciągłym i okresowo przerywanym dostarczaniem mieszaniny substancji rozdzielanych*.

Journal of Chromatography A	– 100 PK, 3 artykuły – 300 PK,
Journal of Planar Chromatography	– 20 PK,
Journal of Separation Science	– 70 PK,
Suma	– 390 PK.



Bronisław K. Głód