

РЕЦЕНЗИЯ

на дисертационния труд “Определяне на хинолони в храни с животински
произход чрез течна хроматография с флуоресцентно детектиране и
масспектрометрия”, представен за придобиване на образователната и научна
степен “доктор”

по научната специалност 4.2 “Химически науки (Аналитична химия)”
от Надежда Атанасова Стоилова

Рецензент: проф. дхн Васил Симеонов, Факултет по Химия и Фармация,
Софийски Университет “Св. Кл. Охридски”

Биографични данни за докторант Надежда Стоилова:

Надежда Стоилова е родена през 1976 г. Завършила е средното си образование в СОУ „Св. Патриарх Евтимий” в гр. Пловдив през 1994 г. Висшето си образование е получила в Химическия факултет на Пловдивския Университет „Паисий Хилендарски” в периода 1994 – 2000 г. като магистър по химия (специалност химик – органик) и учител по химия и химична технология. От 2005 г. до 2009 г. е задочен докторант в катедра Аналитична химия на ХТМУ, където е отчислена с право на защита. Участвала е в множество курсове по следдипломно обучение в страната и чужбина, свързани главно с метрологични проблеми в аналитичната химия или за езиково обучение. Била е и хоноруван преподавател по Аналитична химия в ХТМУ. В момента е началник отдел „Развитие на нови методи и анализ на ветеринарно-медицински препарати” в Българската Агенция по безопасност на храните (БАБХ). Консултант е и член на изследователски екипи в Балканфарма, Разград и Биовет, Пещера.

Наукометрични показатели на докторанта:

Общият брой на включените в дисертационния труд по списък на дисертанта публикации е 5. Две от статиите са публикувани в международни списания с импакт фактор – Acta Chromatographica (0.485) и Food Analytical

Methods (1.802). Други две статии са публикувани на английски език в български научни списания, за които няма сведения за присъден импакт фактор по справка в ISI Web of Knowledge (Journal Citation report). Петата статия е публикувана на руски език в сравнително ново руско списание по ветеринарна медицина, също без импакт фактор. В научните си трудове Надежда Стоилова има за съавтор научния си ръководител проф. Г. Стоев в два от петте труда, доц. А. Сурлева (в два от пет) и М. Петкова в един от трудовете. В две от статиите Стоилова е единствен автор. Дисертантът е първи автор и в останалите три публикации. Колкото и относителен показател да е разположението на съавторите в един научен труд (практически всички автори са равностойни), все пак по прието негласно споразумение приносът се отчита често и с позицията в списъка от авторите. В този смисъл може да се твърди, че докторантът има много съществен принос в осъществяване на извършените изследвания. По три от публикуваните статии (в Food Analytical Methods, Trakia Journal of Sciences и Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy) са открити и представени на рецензента общо 16 цитирания за сравнително кратък срок от публикуването на трудовете. По тези цитирания имам някои забележки. Общоприето е да се започва с авторите на статията, в която се цитира трудът, а после да се посочват останалите библиографични данни – заглавие, списание, том, година, страници. В приведените данни има много излишна информация. Добре е цитирането да става по системите Scopus или Google Scholar. Не е ясно защо цитати 5 и 6, както 8 и 9 на труд 5 са представени само с данни за китайско списание (без автори и страници), като други подони цитирания са далеч попълни. Вероятно статиите са на китайски език. Моя проверка в Scopus и Google Scholar показва, че броят на цитатите отговаря приблизително на заявените. Правя тази забележка не в ущърб на докторанта, а като съвет за коректно цитиране на намерените данни, още повече че няма изискване за брой цитирания при представяне на дисертационен труд за образователна и научна степен «доктор». Иначе откритите цитати са много добър допълнителен атестат за актуалността и качеството на проведените изследвания. Н. Стоилова е докладвала резултати от дисертацията си на една международна конференция в Торун, Полша.

Дисертационният труд не само покрива, но и надхвърля препоръчителните изисквания за наукометрични показатели от правилника за

приложение на Закона за развитие на академичния състав в Р България на ХТМУ.

Същност и приноси на дисертационния труд:

Представеният ми за рецензиране дисертационен труд е написан на 154 страници. Трудът е разделен на няколко основни раздела, наречени Раздел 1 - Увод и литературен обзор, цел и задачи на дисертационния труд; Раздел 2 – това по същество е експерименталната част, посветена на разработване на метод за определяне на хинолони в различни матрици; Раздел 3 – традиционно се приема като част от дисертацията, занимаваща се с анализ на експерименталните резултати и дискусия; Раздел 4 – основни приноси; Раздел 5 – използвана литература. Последните два раздела са приложения, свързани с изясняване на използваните съкращения, както и списък с публикации, на които се базира дисертацията. В раздела за литературни източници са цитирани 169 литературни източника, в дисертацията са използвани 8 фигури и 11 таблици.

Всяко изследване, което е свързано с разработване, оптимизиране и приложение на нови аналитични методи, използвани за определяне на важни за практиката аналити, особено в сферата на медицината (хуманна и ветеринарна), може да се приеме за актуално. Веднага трябва да се отбележи комплексността на поставената цел: едновременно определяне на 9 вида хинолони в храни от животински произход, като методът да е приложим за разнообразни по вид и сложност матрици. Задачата е свързана с контрол на качеството на храни от животински произход, тъй като хинолоните са широко използвани антимикробни препарати за третиране на болести по животните и за стимулиране на растежа им. Всяка остатъчно количество от тях в продукцията на храни изисква грижлив и коректен анализ. Внимателното дефиниране на целта на работата и обектите на изследванията убеждава колко сериозно проучване на проблема е извършено, за да се подбере подходяща аналитична стратегия за пробоподготовка (екстракция) и метод на определяне (в случая течна хроматография с флуоресцентна детекция на естествената флуоресценция на хинолоните).

Важен елемент на едно аналитично изследване е процесът на оптимизиране на отделни етапи на аналитичния процес – ще подчертая отново –

както в етапите на пробоподготовка, така и при етапа на измерване на крайния аналитичен сигнал. Затова в работата много убедително се дискутират съществените при оптимизацията входни фактори като брой екстракции, вид и обем на екстрахиращия агент, ефективност на разтворители и др. По-нататък се подлагат на изследване типовете хроматографски колони и мобилни фази, програма за елуиране. Всички оптимизационни стъпки целят в крайна сметка подобряване на крайния аналитичен сигнал (хроматографския пик), както и оптимално разделяне на всички участващи в комплексната система аналити.

Всяка нова и оригинална аналитична процедура, разработена и оптимизирана на базата на моделни разтвори, изисква задължително валидиране, което е впрочем задължителен елемент на всяко моделно изследване. Надежда Стоилова се е справила блестящо с тази отговорна задача, като е провела валидиране за девет различни матрици при задължителна оценка на традиционните метрологични параметри на аналитичната процедура като специфичност, линеен обхват, аналитичен добив, прецизност, критична граница и способност за откриване на конкретен аналит. От представените резултати се вижда убедително, че валидирането доказва възможностите на новата аналитична процедура по определяне на хинолони в проби от животински произход чрез течна хроматография с флуоресцентна детекция и маспектрометрия.

Основните приноси на дисертационния труд според рецензента могат да се обобщят по следния начин:

- Разработване на оригинална аналитична методика за определяне на хинолони чрез течна хроматография след двустепенна екстракция в различни видове хранителни продукти от животински произход;
- Оптимизация на ефекта на различни фактори, свързани с пробоподготовката и измерване на аналитичния сигнал;
- Валидиране на създадената аналитична процедура съгласно европейски и световни здравни директиви;
- Възможност за рутинно използване на метода и превръщането му в елемент от акредитационната програма на БАБХ.

Предвид казаното дотук за приносните моменти в дисертационния труд, може да се обобщи, че научните постижения на докторанта са с характер на новост в науката и приложение на научните постижения в практиката.

Забележки и коментари

Посоченото по-горе отразява значимостта на цялостното изследване по темата. Както към всяко друго научно изследване, и тук могат да се направят някои забележки и коментари:

1. Цитиранията в литературния обзор не са представени еднотипно – понякога годината е преди том, другаде – след него; някои цитати са посочили целия обем страници, другаде се дава само начална страници и т.н.
2. В последно време специално внимание се отделя не само на оптимизиране и валидиране на дадена аналитична процедура, но и на степента на нейната „зеленост“ (greenness). Това се отнася особено за методи, при които се използват много органични разтворители. Създадени са и съответни оценъчни скали за «зеленост». Как може да се оцени новата процедура по този важен показател?
3. В литературния обзор открих, че се цитира труд, използващ метод на многовариационната статистика (Parafac, по същество многомерен факторен анализ) за анализ на комплексен хроматографски сигнал. По принцип хроматографията разчита много на хеометрията при различни системни изследвания. Вашите резултати са фактически многомерни (различни аналити като променливи и различни матрици като обекти) и биха били отличен изходен материал за хеометрична интерпретация. Препоръчвам Ви да потърсите и такъв поглед към резултатите си.
4. При представяне на параметрите на валидиране на метода за различни матрици на някои места (напр. Таблица 10, редове 6 и 7) имате малък наклон и висока стойност за отрез. По принцип това може да означава ниска чувствителност и високо ниво на шум. Правили ли сте проверка по статистически път за значимостта на тази параметри (отклонение

съответно от 1.00 и от 0)? Има ли значение това при интерпретация на валидацията?

Заключение:

На оценката на рецензента е представен дисертационен труд, свързан с изключително важен аналитичен проблем с конкретно практическо приложение, свързано с оценка на качеството на храни от животински произход. Създадена е, оптимизирана и валидирана оригинална аналитична методика за едновременно определяне на 9 хинолона в различни матрици. Търсенето на лесно осъществими, подлежащи на гъвкаво оптимизиране и на коректна метрологична оценка методи е винаги интересна и предизвикателна аналитична задача. Качеството на публикуваните работи и значителния начален брой цитати по тях са убедително доказателство за стойността на изследванията на докторанта. Самата дисертация е написана стегнато и в много добър научен стил. От всичко казано дотук мога да заявя, че ще гласувам с убеждение „за” присъждане на образователната и научна степен „Доктор” на Надежда Атанасова Стоилова.

София, 20.06.2015 г.

Рецензент

/проф. дхн В. Симеонов/