

OCENA

rozprawy doktorskiej mgr Anny M. Kielbasa pt. „*Nowej generacji materiały odniesienia do analizy wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych w różnych matrycach środowiskowych i biologicznych*”

Materiały odniesienia stanowią podstawowe narzędzie w systemie sterowania jakością pracy laboratorium. Odgrywają istotną rolę we wszystkich elementach systemu zapewnienia jakości wyników analitycznych. Z pewnością są jednym z filarów w metrologii chemicznej – uznawane są za najlepsze narzędzie do zapewnienia spójności pomiarowej i jako ważny element walidacji metod.

Najlepszymi certyfikowanymi materiałami odniesienia byłyby materiały matrycowe możliwie najbardziej zbliżone parametrami do analizowanych próbek i o podobnym zakresie jakościowym i ilościowym badanych analitów. Rzeczywiste matryce oddają charakter/naturę badanych próbek, co jest niezwykle istotne w technikach badawczych, gdzie wstępne przygotowanie materiału do badań ma wpływ na wyniki analizy.

Dostępność na rynku certyfikowanych materiałów odniesienia jest ciągle niewystarczająca, a obecna generacja CRM nie pozwala na objęcie kontrolą całego procesu analitycznego. Należy podejmować prace nad nowymi materiałami, stosownie do aktualnych potrzeb, jednak biorąc również pod uwagę dostępność materiału.

Istnieje więc zapotrzebowanie na nowe materiały referencyjne, które będą oferowane laboratoriom prowadzącym badania lub kontrolę zanieczyszczeń poszczególnych elementów środowiska.

Praca doktorska mgr Anny Kielbasa, wykonana pod kierunkiem Pana Profesora Bogusława Buszewskiego wychodzi naprzeciw tym zapotrzebowaniom – dotyczy opracowania procedur analitycznych dla gleb i osadu dennego z obszaru Polski, tkanek ryb

(dorsza i śledzia) oraz tkanki ptaka (kormorana). Na rozprawę składa się 5 publikacji, zamieszczonych w pracy w postaci kopii, które poprzedzono rozdziałami:

1. Wprowadzenie
2. Problemy i zadania badawcze
3. Cele badawcze
oraz rozdziały kończące rozprawę
4. Podsumowanie i wnioski
5. Literatura.

Ponadto zamieszczono dane o dorobku naukowym Kandydatki i oświadczenia współautorów publikacji.

We „Wprowadzeniu” omówiono rolę i znaczenie materiałów odniesienia. Szczególną uwagę zwrócono na kryteria, jakie muszą być spełnione: jednorodność, trwałość oraz wyznaczenie precyzji, dokładności/niepewności z zastosowaniem procedur określonych przez metrologię chemiczną. Podkreślono złożoność i trudności w procesie produkcji materiałów odniesienia oraz ich certyfikacji.

W kolejnym rozdziale „Problemy i zadania badawcze”, który jest krótkim przewodnikiem po publikacjach określono zakres badań, który obejmował:

- charakterystykę badanych materiałów o matrycach biologicznych (tkanki ryb i ptaka) i środowiskowych (gleba z Dolnego Śląska i osad denny z dna Wisły w okolicach Włocławka)
- omówienie opracowanych procedur ekstrakcji WWA z badanych materiałów i przedstawienie ich zalet oraz przydatności na tle stanu wiedzy na świecie nt. wydzielenia tych związków z podobnych matryc
- przedstawienie parametrów, które charakteryzują próbki pochodzenia naturalnego i mają wpływ na jednorodność materiału, zawartość i stabilność zanieczyszczeń związkami organicznymi, w próbkach gleb i osadów dennych.

Szczegółowe opisy opracowanych procedur i metod analitycznych wraz z obszerną dyskusją wyników znajdują się w kopiach publikacji wydrukowanych w specjalistycznych czasopismach z listy filadelfijskiej. Każda z publikacji przed akceptacją do druku była oceniana przez 2–3 recenzentów, specjalistów z danych dziedzin. Po zapoznaniu się z pracami nie mam zastrzeżeń do wyników badań, jak również do przedstawionej wiedzy nt. organicznych zanieczyszczeń w próbkach biologicznych i środowiskowych.

W ramach przeprowadzonych badań zrealizowano następujące założenia/cele badawcze:

- Dokonano szczegółowego przeglądu literatury naukowej na temat CRM, w tym wymagań, jakie stawia się tego typu materiałom, ich produkcji oraz wykorzystaniu ich do oznaczania śladowych zanieczyszczeń różnego rodzaju. Takie studium literaturowe skutkowało bardzo dobrym teoretycznym przygotowaniem Doktorantki do prac eksperymentalnych, co znalazło odzwierciedlenie w dyskusji wyników badań nad nowymi materiałami odniesienia.
- Przebadano różne techniki ekstrakcji WWA z gleby i osadu dennego i wybrano optymalny sposób izolacji tych zanieczyszczeń z próbek. Stosowano ekstrakcję wspomaganą ultradźwiękami z zastosowaniem łaźni ultradźwiękowej, homogenizatora i przyspieszoną ekstrakcję za pomocą rozpuszczalnika (AES). Badano parametry procesu ekstrakcji – różne rodzaje rozpuszczalników i ich mieszaniny, czas ekstrakcji i co najbardziej istotne – odzyski analitów.
- Opracowano metody analityczne z zastosowaniem technik HPLC/FLD i GC/MS do oznaczania WWA w ekstraktach z badanych materiałów i przeprowadzono ich walidację.
- Opracowano i zoptymalizowano metody ekstrakcji WWA z użyciem techniki QuEChERS dla tkanek ryb (śledzia i dorsza) oraz dla pierwszego na rynku materiału odniesienia z tkanki kormorana. Technika ta jedynie z nazwy jest prostą i efektywną – zwykle wymaga badań nad jej przydatnością do konkretnych materiałów oraz do zastosowanej w dalszej kolejności techniki analitycznej. W przypadku badanych przez doktorantkę materiałów biologicznych należało uwzględnić obecność tłuszczu na różnych poziomach zawartości.
- Przeprowadzono badania jednorodności wewnątrzpakowaniowej oraz pomiędzy opakowaniami dla każdego z badanych kandydatów na materiały referencyjne i wyznaczono ich współczynniki zmienności. Po stronie przygotowującej nowe materiały odniesienia leży konieczność określenia stopnia ich jednorodności.
- Opracowane procedury wykorzystano również poprzez udział w badaniach międzylaboratoryjnych w celu określenia wartości certyfikowanych dla WWA.

Ambitne cele Doktorantki wymagały opracowania i walidacji nowych procedur analitycznych – zarówno na etapie przygotowania próbek, jak i na etapie analizy technikami HPLC/FLD i GC/MS. Na podkreślenie zasługuje fakt, że każdorazowo stosowano komercyjnie dostępne CRM, co jest warunkiem poprawnie prowadzonych badań. W wyniku przeprowadzonych obszernych badań eksperymentalnych Pani mgr Anna Kielbasa uzyskała duży zbiór danych, które pozwoliły określić optymalne warunki oznaczeń WWA w pięciu nowych materiałach odniesienia. Wykazano istotną zależność pomiędzy efektywnością wydzielania analitów, a właściwościami fizykochemicznymi matryc naturalnych, między innymi charakterystyką geologiczną i geochemiczną i zanieczyszczeniami antropogenicznymi. Opracowane procedury mogą być zastosowane w laboratoriach zarówno do badań rutynowych, jak i przy opracowywaniu nowych metod.

Oprócz dużej sprawności w wykorzystaniu nowoczesnych technik analitycznych Doktorantka wykazała się również poprawną interpretacją wyników i dyskusją na dobrym poziomie merytorycznym.

Podczas czytania rozprawy nasunęły mi się drobne uwagi, które dotyczą jedynie strony redakcyjnej, a nie merytorycznej:

1. Nie wiadomo dlaczego kopie publikacji zamieszczono w rozprawie w sposób dość przypadkowy (2016, 2017, 2015, 2017 i 2016), a nie w chronologicznej kolejności ich wydania. Można było ewentualnie prace stricte eksperymentalne poprzedzić przeglądem literatury, z wyraźnym komentarzem na temat potrzeb nowych procedur analitycznych dla charakterystyki materiałów odniesienia nowej generacji.
2. W rozprawie często stosowano termin: oznaczenie ilościowe. Oznaczenie jest zawsze ilościowe (*determination*), wystarczy samo oznaczenie.
3. Na stronie 14 jest: „Po sterylizacji radiacyjnej rozporcjonowano do bursztynowych butelek...”. Domyślam się, że Autorka miała na myśli butelki szklane o barwie bursztynu.
4. Na stronie 19 jest: „Do substancji nie humusowych należą cząsteczki organiczne takie jak węglowodany ... i cukry”.

Chciałabym podkreślić, że wyżej wymienione usterki tekstu nie wpływają na moją wysoką ocenę przedstawionej rozprawy.

Zrealizowane cele badawcze i ich wyniki wnoszą bezsprzecznie elementy nowości naukowej, co potwierdzają publikacje tych wyników (łącznie IF=10,053), 8 prezentacji na

konferencjach krajowych i zagranicznych oraz realizacja badań w ramach projektu naukowego INNOTECH – finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju.

Według mojej opinii, przedstawiona do oceny rozprawa doktorska mgr Anny Kiełbasa spełnia wymagania ustawowe, stawiane pracom doktorskim (Ustawa z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach i tytule naukowym z późniejszymi zmianami) i wnoszę do Wysokiej Rady Wydziału Chemii Uniwersytetu Mikołaja Kopernika o dopuszczenie Doktorantki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Równocześnie wnioskuję o wyróżnienie rozprawy.



Prof. dr hab. Irena Staneczko-Baranowska

Gliwice, 02.08.2017

Katedra Chemii Nieorganicznej, Analitycznej i Elektrochemii

Wydział Chemiczny

Politechnika Śląska

WNIOSEK

o wyróżnienie rozprawy doktorskiej mgr Anny M. Kielbasa pt. „*Nowej generacji materiały odniesienia do analizy wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych w różnych matrycach środowiskowych i biologicznych*”

Uprzejmie proszę o wyróżnienie rozprawy doktorskiej Pani mgr Anny Kielbasa, na którą składają się: 5 publikacji w indeksowanych czasopismach naukowych (IF=10,053), opracowanie nowych procedur analitycznych, wykorzystanych następnie w procesie certyfikacji badanych materiałów i przeprowadzenie po raz pierwszy obszernych badań dla nowych materiałów odniesienia przygotowywanych w Polsce.

Chciałabym również podkreślić duże zainteresowanie wynikami badań, zarówno na konferencjach w Polsce, jak i zagranicą (Szwajcaria, Czechy) oraz pozytywną ocenę ekspertów Narodowego Centrum Badań i Rozwoju, finansującego te badania, a którego wymagania odnośnie części merytorycznej projektów są bezsprzecznie duże.

