



Katedra
Chemii
Analitycznej

Prof. dr hab. inż. Piotr Konieczka
Katedra Chemii Analitycznej
Wydział Chemiczny
Politechnika Gdańska
e-mail: piotr.konieczka@pg.edu.pl

Gdańsk, 26 lipca 2017

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr Anny Marii Kielbasy pt.:

"Nowej generacji materiały odniesienia do analizy wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych w różnych matrycach środowiskowych i biologicznych"

Promotor pracy: Prof. dr hab. Bogusław Buszewski

Tematyka pracy dotyczy certyfikowanych materiałów odniesienia, które stanowią niezbędne narzędzie w systemie zapewnienia i kontroli jakości wyników pomiarów. Jako przedmiot badań Doktorantka, zgodnie z tytułem dysertacji, wybrała materiały, w których właściwości będące parametrami je charakteryzujące, dla których podano wartości certyfikowane, stanowią anality z grupy wielopierścieniowych węglowodorów analitycznych.

Opiniowana rozprawa doktorska liczy 102 strony i składa się z Wprowadzenia, określenia problemów i zadań badawczych, podania celów badań, załącznika zawierającego publikacje naukowe współautorstwa Doktorantki, które są podstawą dysertacji, Podsumowania i wniosków. Na końcu pracy umieszczono ponadto Spis cytowanej literatury, streszczenia w języku polskim i angielskim, spis dorobku naukowego mgr Anny Marii Kielbasy oraz oświadczenia współautorów Jej prac naukowych.

Pierwszą moją wątpliwością jest już sam tytuł rozprawy. Zastanawia mnie stwierdzenie: „Nowej generacji materiały odniesienia...”. Nie bardzo jestem w stanie zrozumieć zaproponowany przez Doktorantkę podział CRM na materiały nowej

Prof. dr hab. inż. Piotr Konieczka
Katedra Chemii Analitycznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska
e-mail: piotr.konieczka@pg.edu.pl

Wpłynęło dnia 3.08.2017 Strona 1 z 4
dr Katarzyna Białowioz

Podpis Białowioz

i starej generacji – bo taki należałoby wyciągnąć wniosek z tytułu dysertacji. Prosiłbym o komentarz w tej kwestii. Cóż bowiem stanowi podstawę do takiego stwierdzenia? Czy nie wystarczyłoby stwierdzenie: Nowe materiały odniesienia....”?

Doktorantka opiera swoją rozprawę na 5 opublikowanych pracach naukowych. Skoro w tytule pracy wyspecyfikowana jest grupa analitów, których dotyczy dysertacja, nie znajduję uzasadnienia, w by wśród prac będących podstawą rozprawy umieszczona została praca dotycząca oznaczania analitów z grupy PCB. Przecież, w zupełności wystarczyło pozostawić 4 z wymienionych prac. Być może istnieją inne przesłanki, niezauważone przeze mnie, które uzasadniają jednak wybór i tej pracy. Doktorantka co prawda tłumaczy to na stronie 19 dysertacji, jednak już w opublikowanej pracy nie znajduję żadnego odzwierciedlenia takiego przełożenia. Proszę o komentarz.

Ponieważ wymienione prace zostały już opublikowane w recenzowanych czasopismach, zatem zostały już poddane ocenie. Z tego powodu, należałoby przyjąć założenie, że moja recenzja powinna ograniczyć się jedynie do treści rozdziałów: Problemy i zadania badawcze, Cele badawcze oraz Podsumowanie i wnioski. Jednak z racji tego, iż dysertacja wpisuje się w szeroko pojętą tematykę jakości wyników pomiarów analitycznych, biorąc pod uwagę podstawowe zasady metrologii, szczególnie chemicznej, muszę odnieść się do pewnych niejasności w prezentowaniu wyników zestawionych w tych pracach.

1. W pracy umieszczonej w podrozdziale jako 4.2., podawane są w Tabelach 2 i 7 (str. 37 i 39 dysertacji) i 3, 4 i 6 (str. 38 i 39) wartości odzysku w % oraz dodatkowo wartości odchyłeń standardowych SD. Dziwi mnie fakt, że wartości SD przedstawione w tych tabelach tak bardzo odbiegają od siebie – w Tabelach 2 i 7 są na poziomie kilku (domyślać się mogę jedynie, że są to wartości w %) natomiast w kolejnych Tabelach na poziomach poniżej wartości 1 – często 0,1). W jakich jednostkach podawane są te wartości? Tak niskie wartości SD zestawione w Tabelach 3, 4 i 6 mogą świadczyć o wręcz doskonałej powtarzalności uzyskanych wyników.
2. W tej samej pracy w Tabeli 5 (str. 38) zestawione są wartości LOD i LOQ, oszacowane dla techniki HPLC/FLD. Z kolei w Tabeli 8 (str. 39) zestawiono wartości wyników oznaczeń analitów z grupy WWA uzyskane dla

badanych kandydatów na CRM. Skoro wartość LOQ dla np. benzo(a)antracenu wynosi 0,096 ng/g (Tabela 5) to jak wytłumaczyć wyniki oznaczenia tego związku w próbkach tkanki śledzia (0,0752 ng/g) i tkanki dorsza (0,063 ng/g)? Bardzo proszę o wyjaśnienie.

3. Prosiłbym także o komentarz dotyczący sposobu prezentacji (zapisu) wartości liczbowych LOD, LOQ i SD. W pracy umieszczonej w podrozdziale 4.2 wartości te podawane są z dwiema cyframi znaczącymi, podczas gdy w pracach umieszczonych w podrozdziałach 4.3 i 4.4, w większości przypadków z trzema cyframi znaczącymi. Jaki jest powód tej niekonsekwencji? Który z zapisów jest zdaniem Doktorantki metrologicznie uzasadniony?

Wracając do pozostałych rozdziałów rozprawy, rażą mnie także żargonowe stwierdzenia pojawiające się w tych rozdziałach, a także pewne nieścisłości:

str. 12 „...materiałów odniesienia z matryc...”

str. 12 „...producenci (...) oferują dość ograniczony wybór materiałów odniesienia do tkanek,”

str. 17 „...SD od 11%...”, czy to faktycznie jest wartość odchylenia standardowego? Czy jednak współczynnika zmienności (CV)?

str. 17 „Niestety obydwie metody nie dały satysfakcjonujących wyników...”

str. 18 „...wskazują, że najlepszą metodą ekstrakcji...”, najlepszą????

str. 18 „...w ekstrakcie tkanki śledzia...”

str. 22 „...materiały referencyjne...”

str. 22 „...zastosowanych metod ekstrakcyjnych...”, metoda czy technika? Proszę o wyjaśnienie różnicy.

str. 22 „...optymalizację techniki QuEChERS...” Jakie z narzędzi statystycznych były przez Doktorantkę wykorzystywane w procesie optymalizacji? A może wykonano jedynie wyznaczenie optymalnych parametrów procesu ekstrakcji? Nie znalazłem informacji na ten temat w załączonych pracach.

str. 83 „zwiększenie w sposób znaczący stanu wiedzy”, Czy to jest wniosek? Czy to stwierdzenie nie jest zbyt na wyrost?

Brakuje mi także w pracy informacji dotyczącej zgodności otrzymanych przez Doktorantkę wyników oznaczeń analitów z grupy WWA w ramach badań

certyfikacyjnych (porównania międzylaboratoryjne) z wartościami certyfikowanymi.

W ramach realizacji pracy mgr Anna Maria Kielbasa rozwiązała cały szereg problemów badawczych. Do Jej podstawowych osiągnięć należy zaliczyć:

1. opracowała metody ekstrakcji analitów z grupy WWA z próbek środowiskowych i biologicznych z zastosowaniem technik QuEChERS, HPLC/FLD i GC/MS,
2. określiła jednorodność dla, wytworzonych w ramach projektu MODAS, nowych CRM,
3. zastosowała opracowane procedury analityczne w badaniach certyfikacyjnych wytworzonych CRM.

Wymienione powyżej uwagi nie zmieniają mojej pozytywnej oceny merytorycznej pracy.

Praca w mojej ocenie spełnia aktualne wymagania merytoryczne i formalne Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. Nr 65, poz. 595, z późn. zm.), z dnia 14 marca 2003 r.; wnoszę więc o dopuszczenie mgr Anny Marii Kielbasy do kolejnych etapów przewodu doktorskiego.

 **WYDZIAŁ CHEMICZNY**
Katedra Chemii Analitycznej
Politechnika Gdańska

prof. dr hab. inż. Piotr Konieczka