

Katedra  
Chemii  
Analitycznej

Prof. dr hab. inż. Piotr Konieczka, prof. zw. PG  
Katedra Chemii Analitycznej  
Wydział Chemiczny  
Politechnika Gdańska  
e-mail: [piotr.konieczka@pg.edu.pl](mailto:piotr.konieczka@pg.edu.pl)

Gdańsk, 23 stycznia 2019

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr Igi Zuby pt.:

**"Podstawowa procedura pomiarowa odniesienia oznaczania chromu metodą radiochemicznej neutronowej analizy aktywacyjnej (RNAA) i jej zastosowanie w procesie certyfikacji materiałów odniesienia dla nieorganicznej analizy śladowej"**

**Promotor pracy: dr hab. Halina Polkowska-Motrenko, prof. nadzw. IChTJ**

Najbardziej pożądanym „produktem” jest informacja. Wiele decyzji, sądów, wniosków jest podejmowanych na podstawie wyników różnego rodzaju pomiarów, w tym analitycznych. Celem każdego postępowania analitycznego jest otrzymanie wyniku jak najbardziej zbliżonego do idealnej wartości – zwanej często wartością prawdziwą. Wartość ta istnieje, lecz niestety nigdy nie jest znana. Możliwe jest jedynie jej mniej lub bardziej dokładne oszacowanie. Zadanie to jest tym trudniejsze im poziomy oznaczanych związków są coraz niższe, a same anality występują w matrycach o bardziej skomplikowanym składzie. Narzędziami, które pozwalają na otrzymywanie, przybliżonych do tej doskonałej wartości, wyników są zarówno podstawowe (definitywne, bezpośrednie) procedury pomiarowe jak i certyfikowane materiały odniesienia. Doktorantka podjęła się, w realizowanej pracy doktorskiej,

zatem bardzo aktualnego zadania - opracowania podstawowej procedury analitycznej do oznaczania zawartości chromu. W tym celu wykorzystywała potencjalną podstawową technikę analityczną – radiochemiczną neutronową analizę aktywacyjną. Dodatkowo, w celu zwiększenia miarodajności otrzymywanych wyników pomiarów, porównane zostały one z wynikami otrzymanymi w trakcie kampanii certyfikacyjnej CRM.

Opiniowana rozprawa doktorska liczy 115 stron i składa się ze Streszczenia (w języku polskim i angielskim), Wstępu, Części literaturowej, Celu pracy, Części doświadczalnej, Wyników i dyskusji, Podsumowania. Na końcu pracy umieszczono ponadto Spis cytowanej literatury oraz wykaz opublikowanych prac Doktorantki.

Część teoretyczna pracy to dokładny opis – poparty danymi literaturowymi – właściwości fizykochemicznych chromu, źródeł jego występowania, wpływu na organizmy żywe, metod oznaczania jego związków. W tej części pracy Doktorantka dokładnie opisuje technikę RNAA, podaje charakterystykę podstawowej techniki pomiarowej oraz certyfikowanych materiałów odniesienia.

W kolejnym rozdziale mgr Iga Zuba formułuje cel pracy – opracowanie podstawowej procedury pomiarowej odniesienia oznaczania chromu w próbkach o matrycach biologicznych z wykorzystaniem techniki RNAA.

Część eksperymentalna (badawcza) rozpoczyna się od podania pełnej charakterystyki stosowanych w badaniach odczynników chemicznych, certyfikowanych materiałów odniesienia oraz wykorzystywanej aparatury badawczej. W tej części pracy Doktorantka bardzo dokładnie opisuje stosowane procedury badawcze dotyczące wyznaczania statycznych współczynników podziału, badań kinetyki procesu wymiany jonowej, warunków promieniowania w reaktorze jądrowym a przede wszystkim oznaczania zawartości chromu w próbkach o matrycy biologicznej.

W rozdziale V Doktorantka przedstawia wyniki badań, będących podstawą zrealizowanej pracy doktorskiej. Zaprezentowane są one zarówno w postaci wykresów (krzywe elucji, widma promieniowania, wyniki badań certyfikacyjnych dla kandydatów na CRM), tabel (np. wartości odzysków) jak i schematów opracowanych procedur pomiarowych.

Kwintesencją pracy jest Rozdział VI., w którym Doktorantka podsumowuje, a właściwie zestawia zrealizowane w ramach pracy doktorskiej zadania badawcze.

Moim zdaniem zdecydowanie trafniejszym tytułem rozdziału byłby tytuł Wnioski. W tym rozdziale znajdujemy wypunktowane osiągnięcia naukowe Doktorantki, które z całą pewnością można uznać za elementy nowości naukowej, czy nawet bardziej dosadnie „wkład w rozwój nauki”, czyli podstawę zakwalifikowania przeprowadzonych badań jako spełniających wymagania stawiane pracom doktorskim. Podkreślić chciałbym merytoryczną i logiczną poprawność sformułowanych wniosków.

Z obowiązku Recenzenta chciałbym jednak zwrócić uwagę na pewne drobne niedociągnięcia i prosić o wyjaśnienie pewnych kwestii.

#### Uwagi merytoryczne

1. W wielu miejscach pracy, także i w samym jej tytule, Doktorantka stosuje, moim zdaniem żargonowe stwierdzenie: „...oznaczanie...metoda...”. Czy jest ono poprawne?
2. W tabelach 14, 15, 16, 17, 18 przedstawiane są wartości liczbowe wraz z wartościami niepewności. Różne są jednak sposoby zapisu zestawionych wartości. Skąd te różnice?
3. W tabeli 27 i tabeli 30 podane wartości dla CRM MODAS-3 w mg/kg, w tabeli 29 w ng/g i na wykresie 31 w ng/g. W pierwszych dwóch przypadkach są to wartości na poziomie ok. 1 mg/kg, a w przypadku tabeli 29 ok. 900 ng/g podczas gdy na wykresie 31 ok. 1 ng/g. Wartość z certyfikatu to wartość taka jak w tabeli 29. Proszę wyjaśnić te różnice.
4. Skąd takie różnice w liczbie cyfr znaczących w danych zestawionych w tabeli 30? Są tam wartości podawane nawet z 7 cyframi znaczącymi!!!!
5. Str. 91 – czy termin granica detekcji jest poprawny? W jaki sposób podaje się wartości LOD (liczba cyfr znaczących), skoro są to wartości szacowane?
6. Co jest poprawnym separatorem części dziesiętnej w przypadku prac polskojęzycznych (zestawione dane w tabeli 29)?

#### Pozostałe uwagi (redakcyjne)

1. W pracy brakuje spisu wykorzystywanych skrótów i akronimów. Jego umieszczenie na pewno ułatwiłoby czytanie pracy.
2. Str. 14 zamiast żargonowego „...na podstawie tabeli...” powinno być „...na podstawie danych zawartych w tabeli...”.
3. Str. 36 Tabela 10 – w jakich jednostkach są podane wartości niepewności?


4. Str. 42 – wartość certyfikowana stężenia żelaza podana jest jako:  
 $1,740 \pm 86 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$  ??? Jaką rolę w takim zapisie ma separator części dziesiętnej - ,?

5. Str. 99 – czy wzór (16) jest poprawny????

W ramach realizacji pracy mgr Iga Zuba przede wszystkim opracowała, spełniając wymagania wstępne, procedurę pomiarową odniesienia oznaczania chromu z zastosowaniem techniki radiochemicznej neutronowej analizy aktywacyjnej. To jest na pewno bardzo istotne i zasługujące na podkreślenie osiągnięcie Doktorantki. Realizacja postawionego celu badawczego zakończyła się pełnym sukcesem. Na pewno doświadczenie eksperymentalne Doktorantki wymaga dodatkowo podkreślenia.

Wymienione powyżej uwagi krytyczne 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 Igi Zuby do kolejnych etapów przewodu doktorskiego.**

 **WYDZIAŁ CHEMICZNY**  
Katedra Chemii Analitycznej  
Politechnika Gdańska  
*P. Konieczka*  
prof. dr hab. inż. Piotr Konieczka