

AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA
IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE

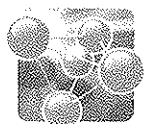
Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki

KIEROWNIK KATEDRY CHEMII ANALITYCZNEJ
dr hab. inż. Bogusław Baś, prof. AGH

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr Joanny Wasąg zatytułowanej
„Procedury oznaczania śladowych stężeń Ga(III), In(III) i Ti(IV)
w próbkach wód naturalnych metodą adsorpcyjnej voltamperometrii
stripingowej z wykorzystaniem różnych elektrod pracujących”**

Recenzowana praca doktorska została wykonana w latach 2014 - 2018, w Zakładzie Chemii Analitycznej i Analizy Instrumentalnej, pod kierownictwem naukowym dr hab. Małgorzaty Grabarczyk, prof. nadzw. UMCS. W Zespole, którego założycielem był wybitny naukowiec Profesor Kazimierz Sykut, niestrudzony badacz procesów elektrodowych, twórca wielu przełomowych konstrukcji czujników i urządzeń pomiarowych dla elektrochemii, wielki propagator instrumentalnych metod elektroanalitycznych, zwłaszcza polarografii i voltamperometrii. Praca mgr Joanny Wasąg wpisuje się dokładnie w ten nurt badawczy i dotyczy opracowania nowych, voltamperometrycznych procedur oznaczania śladów galu(III), indu(III) i tytanu(IV) w wodach powierzchniowych, praktycznie bez ich wstępnego przygotowania. Odpowiednio wysoką czułość, i niski wpływ matrycy na rejestrowany sygnał analityczny Doktorantka osiągnęła stosując błonkowe elektrody pracujące, wytwarzane *in-situ* na bazie bizmutu, ołowiu oraz ciekłych amalgamatów srebra. Praca ma charakter aplikacyjny a zarazem interdyscyplinarny, doskonale łączy elementy chemii ogólnej z inżynierią materiałową, elektrochemii z analizą śladów, przetwarzania sygnałów z analizą statystyczną. Uważam, że tematyka podjęta w doktoracie mgr Joanny Wasąg jest aktualna i w pełni uzasadniona.

Rozprawa doktorska mgr Joanny Wasąg została przedłożona jako jednotematyczny cykl siedmiu artykułów naukowych, opublikowanych w prestiżowych czasopismach z bazy *Journal Citation Reports* (JCR), który poprzedza krótkie, 42-stronicowe wprowadzenie w problematykę doktoratu -jeżeli uwzględnić bibliografię i spis publikacji. Spis literatury obejmuje dobrze wybrane pozycje, przede wszystkim artykuły naukowe, zarówno te o fundamentalnym znaczeniu, jak i najnowsze pozycje z ostatnich lat. Z satysfakcją stwierdzam, że Doktorantka dokonała właściwego wyboru, a podjęta na podstawie cytowanych pozycji dyskusja potwierdza umiejętność krytycznej analizy dostępnej wiedzy.



Wimic

Akademia Górniczo-Hutnicza | Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki
Katedra Chemii Analitycznej
al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków,
tel. +48 12 617 24 73, fax +48 12 634 12 01, kom. 604 616 574
e-mail: bas@agh.edu.pl, www.agh.edu.pl, galaxy.uci.agh.edu.pl/~kca/

W dalszej części dysertacji Doktorantka zamieściła wydruki artykułów naukowych, przedłożonych jako podstawa Jej rozprawy doktorskiej, które ukazały się w następujących czasopismach: *Talanta* (IF 4.162, 2 prace), *Electroanalysis* (IF 2.851, 1 praca), *Analytical Methods* (IF 1.900, 1 praca) oraz *Journal of The Electrochemical Society* (IF 3.259, 3 prace). Cykl ten, jest zbiorem ściśle powiązanych tematycznie publikacji, co stanowi wymóg Ustawy, jest też przykładem logicznego, kompleksowo opracowanego projektu badawczego, zrealizowanego przez Doktorantkę. W dysertacji zamieszczony jest także życiorys i dorobek naukowy mgr Joanny Wasąg, z wykazem wszystkich Jej publikacji, rozdziałów w książkach, wystąpień konferencyjnych, projektów badawczych oraz informacje o działalności dydaktycznej, odbytych stażach i szkoleniach.

Wszystkie artykuły naukowe stanowiące podstawę doktoratu mgr Joanny Wasąg są dwuautorskie, stąd do dysertacji dołączono w formie suplementu stosowne oświadczenia o procentowym udziale wnoszonym przez ich współtwórców. Zgodnie z zaleceniami Centralnej Komisji ds. Stopni i Tytułów oświadczenia rzeczowo określają wkład Doktorantki i Jej Promotorki w powstanie publikacji. Na ich podstawie mogę stwierdzić, że indywidualny wkład mgr Joanny Wasąg w część doświadczalną pracy, stanowiącą istotę przeprowadzonych badań, oraz interpretację i dyskusję wyników jest znaczący. W dwóch artykułach Doktorantka jest pierwszym autorem, w pozostałych była zaangażowana na każdym z etapów ich powstawania począwszy od koncepcji pracy, przez wykonanie badań, interpretację wyników i przygotowanie artykułu.

Doceniam zwięzłe i rzeczowe przedstawienie celu prowadzonych badań. Zgodnie z podaną przez Doktorantkę informacją na stronie 7, celem rozprawy doktorskiej było: „*opracowanie nowych procedur oznaczania indu, galu i tytanu w próbkach wód naturalnych metodą adsorpcyjnej woltamperometrii strippingowej z wykorzystaniem różnych elektrod pracujących jako alternatywy dla toksycznych elektrod rtęciowych.*” Równie trafny i cenny, z perspektywy dokonania obiektywnej oceny osiągnięć Doktorantki na tle innych badaczy, był tabelaryczny sposób zestawienia parametrów analitycznych różnych procedur oznaczania galu, indu i tytanu, na przestrzeni ostatnich dwudziestu lat.

Reasumując, z uznaniem odnoszę się do koncepcji i sposobu opracowania rozprawy. Chociaż stanowi ją cykl publikacji to materiał przedstawiony w części wprowadzającej dowodzi spełnienia wymagań Ustawy w zakresie dobrego rozeznania literatury i opanowania odpowiedniego zakresu wiedzy, i jasno uzasadnia celowość podjętych badań z tej tematyki. Tym samym, mgr Joanna Wasąg wykazała, że osiągnęła odpowiedni poziom wiedzy w reprezentowanej dyscyplinie nauki.

Znaczenie podjętej tematyki

W licznych doniesieniach literaturowych można odnaleźć szereg spektroskopowych i elektrochemicznych procedur oznaczania galu(III), indu(III) i tytanu(IV), diametralnie zróżnicowanych pod względem skomplikowania warsztatu, procesu analizy i osiągniętych

rezultatów. W ich gronie wyróżnia się szczególnie woltamperometria stripingowa (SV), o najwyższej czułości, precyzji i dokładności, oraz najniższej granicy wykrywalności ww. metali, nie mniej osiągniętych jedynie dzięki kroplowym elektrodom rtęciowym, które stosowano w układach detekcji sygnału. W tym świetle, badania mgr Joanny Wasąg prowadzone z wykorzystaniem metalicznych i amalgamatowych elektrod błonkowych należy uznać za nowatorskie i dobrze wpisane w aktualny kierunek rozwoju współczesnej elektroanalizy chemicznej i strategii monitorowania środowiska.

Osiągnięcia pracy

Przechodząc do podsumowania osiągnięć należy podkreślić, że celem recenzji rozprawy doktorskiej nie jest ocena dorobku naukowego Doktorantki, wyrażonego jako liczba publikacji, ale przede wszystkim ocena osiągnięcia naukowego, będącego rezultatem przeprowadzonych przez nią badań. Dlatego z dużą uwagą zapoznałem się z koncepcją planu wszystkich eksperymentów, ich przebiegiem oraz wynikami opisanymi w poszczególnych pracach. Szczególnie wnikliwie oceniłem te artykuły, w których nazwisko Doktorantki jest wymieniane na pierwszym miejscu.

Co godne podkreślenia, Doktorantka konsekwentnie odnosi wyniki swoich badań do rezultatów prezentowanych w literaturze naukowej, dokonując przy tym szczegółowej analizy porównawczej. Takie podejście bardzo ułatwia recenzentowi ocenę wyników uzyskanych przez Autorkę w kontekście wcześniejszych i aktualnych badań prowadzonych w obszarze tematyki pracy doktorskiej.

Na uwagę zasługuje także szerokie spektrum zaplanowanych i przeprowadzonych prac eksperymentalnych. Do najważniejszych osiągnięć naukowych mgr Joanny Wasąg, które niewątpliwie stanowią elementy nowości naukowej zaliczam:

- 1) Opracowanie i dostosowanie metodologii wytwarzania *in-situ* elektrod błonkowych: ołowiowej (PbFE) i bizmutowej (BiFE), do optymalnych warunków oznaczania Ga(III), In(III) i Ti(IV) w próbkach wód środowiskowych, o złożonej matrycy organicznej.
- 2) Opracowanie siedmiu nowych, oryginalnych procedur oznaczania śladowych ilości Ga(III), In(III) i Ti(IV) metodą adsorpcyjnej woltamperometrii stripingowej, z wykorzystaniem kupferronu (Ga, In) i kwasu chloranilowego (Ti) jako kompleksonów.
- 3) Propozycję zastosowania żywicy Amberlite XAD-7, jako efektywnego adsorbenta substancji powierzchniowo-czynnych oraz kwasów humusowych i fulwowych, na etapie wstępnego przygotowania próbek wód do analizy woltamperometrycznej.

Ocena końcowa

Praca doktorska mgr Joanny Wasąg stanowi znaczący wkład w dziedzinie preparatyki i przygotowania próbek, elektroanalizy śladów metali oraz interpretacji sygnałów. Posiada szereg walorów poznawczych, związanych z projektowaniem i wytwarzaniem nowych czujników woltamperometrycznych, bazujących na metalicznych elektrodach błonkowych.

Aspektem praktycznym pracy jest aplikacja opracowanych procedur do oznaczania śladów galu(III), indu(III) i tytanu(IV) w wodach powierzchniowych rzek i zbiorników wodnych z obszaru województwa lubelskiego. Praca jest zredagowana starannie i napisana w miarę poprawnym językiem, bez rażących błędów i zwrotów żargonowych.

Analizując rezultaty badań Doktorantki, należy podkreślić bardzo duży wkład pracy własnej w przygotowanie elektrod błonkowych, ich charakterystykę, i co równie ważne, prawidłowy wybór metod badawczych. Takie podejście do zgłębiania problemu, będące standardem dla prac doktorskich wywodzących się z kręgu polskiej szkoły polarografii, stworzonej przez Profesora Wiktora Kemulę i rozwijanej przez Profesorów Kazimierza Sykuta, Mieczysława Korolczuka i Małgorzatę Grabarczyk, gwarantuje wysoki poziom pracy, a jedynie ta pozwala na stawianie ambitnych celów. Należy również zauważyć, że samo podjęcie tematyki projektowania i wytwarzania elektrod błonkowych, o powtarzalnych i odtwarzalnych parametrach metrologicznych, wciąż pozostaje bardzo ważnym i nader trudnym wyzwaniem w dziedzinie elektroanalizy chemicznej.

Rozprawę doktorską mgr Joanny Wasąg oceniam bardzo wysoko, bowiem świadczy ona o pracowitości i wnikliwości badawczej Doktorantki, nabytej przez nią umiejętności samodzielnego rozwiązywania problemów metodologicznych i doświadczalnych, a także dużej swobodzie poruszania się w bardzo trudnych obszarach analityki śladów, elektrochemii i metrologii sygnałów. Niewątpliwie Doktorantka z powodzeniem zrealizowała trudny i ambitny projekt badawczy. Co więcej, ze względu na wysokie walory aplikacyjne przeprowadzonych badań (tj. opracowanie nowych wiarygodnych metod oznaczania śladów Ga(III), In(III) i Ti(IV) metodą woltamperometrii strippingowej z użyciem nie rtęciowych elektrod błonkowych, udowodnienie możliwości ich zastosowania w praktyce laboratoryjnej), uważam tę pracę za wyróżniającą.

Reasumując, mgr Joanna Wasąg jest współautorem 7 artykułów naukowych z tzw. Listy filadelfijskiej, o łącznym IF = 22.852, 1 recenzowanej publikacji spoza listy, 5 rozdziałów w monografiach zbiorowych, oraz 21 wystąpień konferencyjnych (4 prezentacje ustne, 17 posterów) o zasięgu krajowym i międzynarodowym.

Uwagi i komentarze do pracy

Recenzowanie pracy doktorskiej opartej na cyklu jednotematycznych publikacji to super komfortowa sytuacja dla recenzenta, gdyż prezentowane wyniki, ich interpretacja, dyskusja i stawiane wnioski były już przedmiotem wnikliwej oceny innych, kompetentnych osób i środowiska naukowego. Nie mniej z obowiązku recenzenta proponuje kilka punktów do dyskusji:

- 1) Moim zdaniem, wprowadzenie do rozprawy doktorskiej powinno zawierać zwięzłe streszczenie pracy w języku polskim i angielskim.
- 2) Skoro praca jest napisana w języku polskim, może należało każdy z zamieszczonych w niej artykułów poprzedzić krótkim komentarzem w języku polskim.

- 3) Rozdział pierwszy dysertacji pt. „*Woltamperometria stripingowa jako metoda oznaczania pierwiastków śladowych*” jest napisany w sposób nader lakoniczny, dlatego uważam, że czytelnik dobrze nieobeznany w woltamperometrii, nie zgłębi do końca istoty badań Doktorantki i problemów, z jakimi zapewne się borykała.
- 4) Publikacje, na których opiera się rozprawa są dwuautorskie, dlatego należało się pokusić o bardziej szczegółowe wykazanie, co w każdej z prac stanowi osiągnięcie Doktorantki a co Jej Promotorki, gdyż to w zasadniczej mierze powinno być oceniane.
- 5) Rozprawa jest napisana w języku polskim, ale jego styl budzi pewien niedosyt. Mimo zapewne skrupulatnie przeprowadzonej korekty tekstu, odnajduję szereg niezręczności i pomyłek, których w recenzji nie zwykłem przytaczać, ale przekazuje je Autorce celem przemyślenia i wykorzystania w przyszłości.

Reasumując, w odniesieniu do meritum pracy trudno sformułować jakiegokolwiek zastrzeżenia merytoryczne, wszystkie sygnalizowane przeze mnie uwagi dotyczą zagadnień znikomej rangi. Natomiast lektura pracy upewnia mnie w przekonaniu, że Doktorantka obok niewątpliwie posiadanej pasji badawczej potrafi dobrze prezentować swoje wyniki. Uważam, że praca wnosi nowe istotne informacje do istniejącej wiedzy. Należy także pamiętać, że tematyka pracy dotyczy trudnych i złożonych problemów, a interpretacja wyników wymaga obszernej wiedzy.

Wniosek końcowy

Przesłaną do recenzji pracę oceniam bardzo wysoko. Zakres badań, ich realizacja, interpretacja wyników i przedłożone wnioski wskazują na bardzo dobre przygotowanie mgr Joanny Wasąg do prowadzenia działalności naukowej. Tym samym uważam, że praca doktorska pt. „*Procedury oznaczania śladowych stężeń Ga(III), In(III) i Ti(IV) w próbkach wód naturalnych metodą adsorpcyjnej woltamperometrii stripingowej z wykorzystaniem różnych elektrod pracujących*” **spełnia wymagania odpowiednich przepisów prawnych i zwyczajowych stawianych pracom doktorskim i wnioskuję do Rady Wydziału Chemii Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie o dopuszczenie Pani mgr Joanny Wasąg do dalszych etapów przewodu doktorskiego.**

Ponadto, biorąc pod uwagę szeroki zakres podjętych badań, ich interdyscyplinarność i aktualność, potwierdzoną współautorstwem 7 publikacji w prestiżowych czasopismach, a także sposób zgłębiania problemów i aplikacyjny charakter badań przedkładam Wysokiej Radzie Wydziału Chemii Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej **wniosek o wyróżnienie rozprawy doktorskiej** Pani mgr Joanny Wasąg.

Kraków, 22.05.2018

