



Prof. dr hab. Krystyna Pyrzyńska
Uniwersytet Warszawski, Wydział Chemii
Pracownia Chromatografii i Analityki Środowiska
Pasteura 1, 02-093 Warszawa, e-mail: kryspyrz@chem.uw.edu.pl



27.12.2016

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr Moniki Anny Marcinkowskiej
pt. „Wielopierwiastkowa analiza specjacyjna wody zaawansowaną techniką
sprzężoną HPLC/ICP-DRC-MS”

Praca doktorska mgr Moniki Marcinkowskiej na temat zastosowania wysokosprawnej chromatografii cieczowej połączonej ze spektrometrią mas z jonizacją w plazmie sprzężonej indukcyjnie (HPLC/ICP-DRC-MS) do wielopierwiastkowej analizy specjacyjnej próbek wody jest kontynuacją i rozszerzeniem badań prowadzonych w Pracowni Analizy Spektroskopowej Pierwiastków Wydziału Chemii Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu pod kierunkiem prof. dr hab. Danuty Barańkiewicz. Rozprawa doktorska została przedstawiona w postaci spójnego tematycznie cyklu artykułów opublikowanych w czasopiśmie naukowym.

W krótkim wstępie swojej rozprawy Doktorantka przedstawiła zagadnienia związane z toksycznością badanych form chromu, arsenu i antymonu oraz problemy związane z wykorzystaniem techniki sprzężonej HPLC/ICP MS do oznaczania form specjacyjnych kilku pierwiastków w ramach jednej procedury analitycznej. Osobny rozdział poświęciła kontroli i zapewnieniu jakości wyników analitycznych.

Przedstawiony cykl 5 opublikowanych artykułów naukowych jest bardzo spójny tematycznie. Doktorantka rozpoczęła go od pracy przeglądowej, w której przedstawiła opisane w literaturze problemy związane z doбором optymalnych warunków rozdzielania dla form specjacyjnych kilku pierwiastków jednocześnie, a także sposoby eliminacji interferencji spektralnych przy detekcji ICP MS na skutek tworzenia się jonów wieloatomowych lub podwójnie naładowanych przy tym samym stosunku m/z co analizowany pierwiastek. W kolejnych pracach przedstawiła proces optymalizacji parametrów pracy układu sprzężonego

HPLC/ICP-DRC-MS, który obejmował zarówno ustalenie najlepszych parametrów pracy chromatografu cieczowego, jak i spektrometru mas wraz z dynamiczną komorą reakcyjną. Umożliwiło to zaproponowanie dwóch procedur rozdzielania i oznaczania form specjacyjnych As(III) i As(V) oraz Cr(VI) w różnych zakresach stężeń analitów. W dalszej części badań rozszerzono gamę analitów o formy specjacyjne Sb(II) i Sb(V). Dla proponowanych procedur przeprowadzono pełną walidację wyznaczając granice wykrywalności i oznaczalności, zakres liniowości, precyzję i poprawność. Spójność pomiarową zapewniono wykorzystując metodę dodatku wzorca do próbki rzeczywistej. Oszacowano także wartość niepewności rozszerzonej na podstawie uzyskanych danych odzysku i powtarzalności. Opracowaną procedurę zastosowano w analizie 35 próbek rzeczywistych wody butelkowanej przeznaczonej do spożycia przez ludzi na poziom stężeń As(VI, As(III), Sb(V), Sb(III) oraz Cr(VI), zwracając uwagę na kolor i materiał opakowania oraz kwasowość próbek.

W końcowym rozdziale Doktorantka krótko posumowała uzyskane wyniki. Jednak warto byłoby moim zdaniem zamieścić kilka słów na temat porównania tych wyników z danymi literaturowymi, które tak skrupulatnie przedstawiono w pracy przeglądowej.

Cykl artykułów wchodzących w skład rozprawy doktorskiej mgr Moniki Marcinkowskiej został opublikowany w czasopiśmie o zasięgu międzynarodowym o bardzo wysokim (jak na chemie analitycznej) współczynniku oddziaływania (IF). Każda z tych prac została już oceniona przez 2-3 niezależnych recenzentów, więc nie ma potrzeby powtarzać tej procedury. Jednak czytając całość nasuwają się pewne pytania i chciałabym prosić o wyjaśnienie pewnych kwestii.

1. W pracach 2-4 do rozdzielania form specjacyjnych pierwiastków zastosowano chromatografię jonowymienną, natomiast w pracy 5 do rozdzielania form specjacyjnych Cr(III) i Cr(VI) chromatografię par jonowych w układzie faz odwróconych. Jakie były założenia przy wyborze tych rodzajów chromatografii ?
2. Matryca badanych próbek rzeczywistych, jaką była woda przeznaczona do spożycia przez ludzi, nie była zbyt skomplikowana. Ciekawa jestem opinii Doktorantki o możliwości zastosowania proponowanych procedur analizy specjacyjnej oznaczanych pierwiastków do innych naturalnych próbek ciekłych.
3. Jak w każdej ocenianej pracy można się doszukać pewnych niejasności i uchybień. Mnie zastanowiło określenie „osiągi analityczne spektrometru” na str. 19. Brak także wyjaśnienia skrótu DCR, choć skrót HPLC (znacznie częściej stosowany nie tylko przez

specjalistów od chromatografii) jest wyjaśniony. Może się „czepiam”, ale uważam, że cytowanie załącznika I na str. 15 i 16 jest niepotrzebne.

Wymienione powyżej uwagi nie zmieniają mojej wysokiej oceny merytorycznej pracy, która zawiera obszerny materiał doświadczalny. Autorkę zaś cechuje skrupulatność i pomysłowość w rozwiązaniach eksperymentalnych. Zaproponowane procedury analityczne z wykorzystaniem techniki sprzężonej HPLC/ICP MS rozszerzają znacznie możliwości oznaczania form specyjalnych kilku pierwiastków w ramach jednej procedury analitycznej. Uważam, że przedstawiona do recenzji praca mgr Marcinkowskiej w pełni spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim, które zostały określone w art. 13 Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym z dnia 14 marca 2013 roku wraz z późniejszymi zmianami. Wnoszę więc do Rady Wydziału Chemii UAM o dopuszczenie mgr Moniki Marcinkowskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

