



Poznań, 22.08.2013 rok

Recenzja rozprawy doktorskiej Pani magister Sylwii Lipieckiej zatytułowanej  
**„Oznaczanie azbestu w próbkach środowiskowych z wykorzystaniem mikroskopii  
optycznej”**

Przedstawiona do oceny praca doktorska mgr Sylwii Lipieckiej została wykonana w Zakładzie Chemii Analitycznej Wydziału Chemii UAM pod kierunkiem prof. Włodzimierza Urbaniaka. Poświęcona jest ona oznaczaniu azbestu w próbkach środowiskowych z wykorzystaniem mikroskopii optycznej. Azbest, minerał określany często mianem „niezwykłego” ze względu na swoje unikalne właściwości, był stosowany w wielu technologiach, zarówno w przemyśle, jak i w wyrobach użytku powszechnego. W latach osiemdziesiątych ubiegłego wieku udokumentowane zostały jego rakotwórcze właściwości. Współcześnie azbest uznany jest za jeden z najbardziej rozpowszechnionych czynników rakotwórczych w środowisku. W Polsce jest on substancją prawnie zaliczoną do pierwszej kategorii substancji rakotwórczych dla człowieka. Wprowadzenie w 1997 roku „Ustawy o zakazie stosowania wyrobów azbestowych” rozwiązało problemy związane z ekspozycją zawodową w przemyśle przetwórstwa surowca, oraz zapobiegło dalszemu stosowaniu wyrobów zawierających azbest. Pozostały jednak problemy obecności dużych ilości wyrobów azbestowych, które ulegając degradacji, stanowią źródło ciągłej emisji włókien do środowiska. Zasadnicze znaczenie dla oceny stopnia zagrożenia zdrowia ludzi ma więc określenie zawartości włókien w różnych matrycach (woda, gleba, powietrze). Poziom stężenia włókien stanowi podstawę do oszacowania ryzyka następstw zdrowotnych działania azbestu.

Biorąc pod uwagę powyższe fakty podjęcie przez Autorkę rozprawy tematyki dotyczącej oznaczania azbestu uważam za w pełni uzasadnione i ważne.



Celem pracy doktorskiej mgr Sylwii Lipieckiej było opracowanie i optymalizacja sposobu oznaczania włókien azbestowych w próbkach środowiskowych, głównie wodnych oraz glebowych, z wykorzystaniem mikroskopu optycznego z modułem kontrastu fazowego, wyposażonego w kamerę cyfrową oraz odpowiednie oprogramowanie komputerowe.

Drugim ważnym zadaniem było wykorzystanie zaproponowanej przez Doktorantkę procedury analitycznej do oznaczania włókien azbestowych w próbkach rzeczywistych.

Przedstawiona do oceny praca jest obszernym opracowaniem liczącym 291 stron, zawierającym 76 rysunków oraz 48 tabel. Tytuł rozprawy został sformułowany poprawnie i odpowiada przedstawionym wynikom badań. Praca została napisana w języku polskim, w układzie klasycznym. Kolejność rozdziałów jest poprawna; obejmują one wstęp, część literaturową (podzieloną na pięć podrozdziałów) oraz część doświadczalną. W ramach tej ostatniej przedstawiono cel pracy. Następnie opisano aparaturę wykorzystywaną w badaniach oraz opisano metodykę tych badań. W kolejnym podrozdziale opisano uzyskane wyniki, przeprowadzono ich dyskusję oraz podano wnioski wyciągnięte na podstawie badań. Pracę kończy streszczenie (w języku polskim i angielskim), oraz wykazy załączników, publikacji i wystąpień. Całość pracy zwieńczona jest bibliografią, która liczy 241 pozycji.

Licząca ponad dziewięćdziesiąt stron część literaturowa stanowi bardzo dobre wprowadzenie do zagadnień poruszanych w rozprawie. W rozdziale tym Autorka szczegółowo omawia zagadnienia związane z azbestem, a więc przedstawia charakterystykę (obejmującą rodzaje, budowę, właściwości, zastosowanie) tego naturalnie występującego minerału, jego wpływ na zdrowie człowieka, oraz obowiązujące przepisy prawne. Kolejne dwa podrozdziały są poświęcone zanieczyszczeniu środowiska i oznaczaniu azbestu. Cytowana w tej części pracy literatura obejmuje 230 pozycji i uwzględnia najważniejsze publikacje związane z tematyką pracy. Godnym podkreślenia jest fakt cytowania przez Doktorantkę szeregu patentów. Podsumowując część literaturową można powiedzieć, że została ona w logiczny sposób zaplanowana i przedstawiona. Zawiera dobrze dobrane i odpowiadające tematyce rozprawy rozdziały, wskazując na dobre przygotowanie mgr Sylwii Lipieckiej do zaplanowanych przez Nią badań.





W części eksperymentalnej pracy Doktorantka umieściła niezbędne informacje dotyczące używanych odczynników, materiałów i aparatury, opisała procedury przygotowania próbek gleb i wody do analizy oraz metodykę oznaczeń mikroskopowych.

Etap przygotowania próbki zajmuje co najmniej połowę czasu realizacji całej procedury oznaczania, może być również jednym z głównych źródeł błędów. Skrócenie czasu tego etapu i prostota metodyki, zwiększenie selektywności wydzielania analitów, poprawa parametrów analitycznych oznaczeń (dokładność i precyzja, granica wykrywalności i oznaczalności) to główne cechy, jakimi powinien się charakteryzować etap przygotowania próbki. Świadoma tego Pani mgr Sylwia Lipiecka uwzględniła wyżej wymienione czynniki (w miarę możliwości) w swoich eksperymentach, mających na celu optymalizację warunków oznaczenia azbestu. W związku z brakiem na rynku dostępnych wzorców poszczególnych typów azbestu, w pierwszej kolejności została wykonana analiza jakościowa, mająca na celu identyfikację stosowanych w dalszych eksperymentach włókien azbestu chryzotylowego. Następnie Doktorantka skoncentrowała się na optymalizacji metody oznaczania włókien azbestowych w wodzie oraz glebie. W przypadku próbek wodnych zbadano właściwości termiczne włókien azbestu chryzotylowego oraz porównano je z innymi powszechnie występującymi w środowisku materiałami (celuloza, włókna szklane), wyznaczono gęstość objętościową wykorzystywanych w badaniach włókien azbestu oraz porównano różne sposoby przygotowania preparatów mikroskopowych w celu oznaczenia stężenia azbestu w próbkach wodnych. W przypadku oznaczania zawartości azbestu w glebie analizowano odciek z gleby. Zastosowanie surfaktantu sprzyja zwiększeniu ilości wymywanych włókien z fazy stałej do wodnej, w związku z tym w celu optymalizacji procedury zbadano wpływ rodzaju środka powierzchniowo czynnego na wynik prowadzonych oznaczeń. Ponadto wyznaczono optymalne warunki prowadzenia termicznej obróbki próbek gleb.

Wartościowym osiągnięciem jest wykorzystanie zaproponowanej przez Doktorantkę procedury analitycznej do oznaczania włókien azbestowych w próbkach rzeczywistych (oznaczono stężenia azbestu w próbkach ścieku pochodzącego z produkcji diafragm oraz gleby pobranej z sąsiedztwa budynku z dachem pokrytym płytami azbestowo-cementowymi).



Wychodząc naprzeciw nowym regulacjom prawnym, rozszerzającym zakres wymagań dotyczących analiz włókien respirabilnych, między innymi także o glinokrzemiany, Autorka zaproponowała również istotne rozszerzenie opisanych w pracy badań, mające na celu zastosowanie opracowanej procedury oznaczania zawartości struktur glinokrzemianowych w materiale powstałym z przetwarzania katalizatorów. Jest to problem o podobnym znaczeniu jak oznaczanie azbestu, ma też podobne implikacje zdrowotne i dlatego jest warty zainteresowania.

Przedstawione w pracy ciekawe i wartościowe rezultaty badań potwierdzają możliwość zastosowania opracowanej przez Doktorantkę procedury oznaczania azbestu do analizy włókien tego minerału w próbkach wodnych i glebach na poziomie stężenia granicznego dla substancji niebezpiecznej w preparacie, które wynosi 0,1%.

Po lekturze tekstu stwierdzam, że Pani mgr Sylwia Lipiecka w pełni zrealizowała cele jakie sobie postawiła w rozprawie doktorskiej. Praca świadczy o tym, że jej Autorka jest w pełni ukształtowanym chemikiem analitykiem, potrafiącym zdefiniować aktualne cele badań, zrealizować je i krytycznie ocenić uzyskane rezultaty.

Przedstawiona do recenzji praca jest estetyczna od strony edytorskiej. Z obowiązku recenzenta pragnę zwrócić uwagę na pewne jej niedostatki. Przede wszystkim, w tak obszernej pracy powinno się zawrzeć wykaz symboli i skrótów. Po drugie, Autorka nie ustrzegła się pewnych niezręcznych sformułowań, na przykład:

- „...najistotniejsze znaczenie **industrialne**” – znacznie poprawniej i naturalniej brzmi „znaczenie przemysłowe” (str.18),
- „szacunkowa **konsumpcja azbestu**” – trudno powiedzieć, że azbest się konsumuje, poprawniej brzmi „szacunkowe zużycie azbestu” (str. 57 i 59); przypuszczalnie jest to nieszczęśliwe tłumaczenie z języka angielskiego słowa „consumption”,
- „...stopniowe zmniejszanie się ilości **ściąganego** z zagranicy minerału” - poprawniej „importowanego minerału” (str. 59),
- „... **ilości zliczonych** włókien” – jest to dość powszechny błąd językowy, słowo „ilość” stosuje się tylko do rzeczowników niepoliczalnych, poprawnie powinno być „liczba





zliczonych włókien”, a jeszcze lepiej po prostu „liczba włókien”; błąd ten powtarza się w pracy (np. str. 166 i kolejne).

- str. 149 – liczby zliczonych włókien z Tabeli 17 dla próbki 1 i 2, zaprezentowane na Rys. 41, są przestawione,
- str. 184 Rys. 54 to graficzna prezentacja wyników zawartych w Tabeli 28, a nie 27, jak jest w podpisie, podobnie str. 184 Rys. 54 – wyniki z Tabeli 28, a nie 27, str. 235 Rys.75 – wyniki z Tabeli 47, a nie 46, Rys. 76 wyniki z Tabeli 48, a nie 47, str. 209 Rys. 67 nie odnosi się raczej do wyników z Tabeli 34.
- na str. 193 i 197 dwie różne tabele o tym samym numerze 32.

Opisy przedstawionych w pracy rysunków: Rys. 12 (str. 35) i Rys. 20 (str. 76) są mało czytelne i pozostawione w języku angielskim, podczas gdy praca jest zredagowana w języku polskim.

Moje wątpliwości budzą Rys.61, 64, 67, które zgodnie z podpisem zamieszczonym pod nimi mają być, cytuję (dla Rys. 61, pozostałe podobnie): „...Wykres przedstawiono w postaci zależności ilości zliczonych włókien do wartości granic dokładności oznaczenia, dla uzyskanych wartości i wyznaczonych na ich podstawie średnich...”. Wykresy są zależnościami ilości (poprawnie – „liczby”) włókien od liczby zliczonych włókien. Z matematycznego punktu widzenia jest to zależność  $x=f(x)$ , która nie jest funkcją i jako taka nie może być reprezentowana w postaci wykresu. Czym się różni liczba włókien od liczby zliczonych włókien?

Wymienione przeze mnie w recenzji uwagi nie wpływają na moją pozytywną ocenę pracy. Doktorantka ma wszelkie cechy dobrego badacza. Stwierdzam, że wyniki badań przedstawione i omówione przez mgr Sylwię Lipiecką upoważniają do wniosku, że zrealizowała Ona założone cele pracy. Autorka wykazała się znajomością tematu i umiejętnością interpretacji wyników zaplanowanych eksperymentów. Rozprawa jest źródłem cennych danych, które zostały częściowo upublicznione w czasopismach naukowych, a także zaprezentowane w formie komunikatów na konferencjach krajowych i zagranicznych.



Godnym podkreślenia jest fakt, że efektem pracy mgr Sylwii Lipieckiej jest uzyskany patent „Sposób oznaczania azbestu”.

Stwierdzam, że przesłana mi do recenzji praca doktorska mgr Sylwii Lipieckiej odpowiada warunkom określonym w art.13 ustawy z dnia 14 marca 2003 roku o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. Nr 65, poz.595, z późn. zm.). Wnoszę więc o dopuszczenie Pani mgr Sylwii Lipieckiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Iwona Rykowska