



Poznań, 14.07.2020 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Barbary Dawidziuk: „**Opracowanie metod analizy materiałów wybuchowych i produktów ich przemian w osadach dennych Morza Bałtyckiego**”

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska Pani mgr inż. Barbary Dawidziuk jest opisem rezultatów badań przeprowadzone przez Kandydatkę w Zakładzie Radiometrii i Monitoringu Skazań, na Wydziale Nowych Technologii i Chemii, Wojskowej Akademii Technicznej w Warszawie. Promotorem rozprawy jest Pan dr hab. inż. Stanisław Popiel, prof. WAT. Temat pracy wpisuje się w zagadnienia, którymi Zespół badaczy z grupy profesora Stanisława Popiela zajmuje się od szeregu lat odnosząc na tym polu wiele sukcesów. Zanieczyszczenie Morza Bałtyckiego amunicją i innymi materiałami militarnymi (bomby, gazy bojowe, pociski artyleryjskie i inne) jest olbrzymie i stanowi z upływem lat coraz większe zagrożenie dla całego ekosystemu. Z tego też powodu stały monitoring jest niezwykle ważnym i koniecznym czynnikiem dbania o bezpieczeństwo środowiska. Jednym z elementów takich działań jest stała analiza i monitorowanie zawartości uwalniających się do wód i osadów dennych materiałów wybuchowych i produktów ich przemian. Tym zagadnieniom – opracowaniu i walidacji nowych procedur analitycznych dotyczących materiałów wybuchowych - poświęcona jest praca doktorska Pani mgr inż. Barbary Dawidziuk.

Dane o pracy

Praca napisana bardzo starannie, poprawnym językiem zawarta jest na 155 stronach i obejmuje wszystkie niezbędne informacje wymagane od tego typu opracowań. Układ pracy



jest klasyczny i rozpoczyna się od **Wstępu**, po którym doktorantka przedstawia na 48 stronach (**Część Literaturowa**) w bardzo kompetentny i szczegółowy sposób przegląd danych literaturowych dotyczących głównych zagadnień, którym poświęcona jest praca: a więc charakterystyce materiałów wybuchowych i ich mieszanin (inicjujących, kruszących, miotających i pirotechnicznych) oraz procesów degradacji w środowisku wód Morza Bałtyckiego. Autorka sporo miejsca poświęciła na szczegółowe omówienie stosowanych, w tego typu badaniach sposobów przygotowania próbek do analizy z naciskiem na techniki ekstrakcyjne i mikroekstrakcyjne, wskazując na ich zalety jak i wady. Jest to bardzo kompetentne i wartościowe opracowanie wskazujące na bardzo dobre przygotowanie literaturowe Kandydatki do badań w tym zakresie. W podobny sposób opisane są w kolejnych podrozdziałach zagadnienia związane z analizą chromatograficzną (gazową i cieczową) z uwzględnieniem opisu wszystkich elementów procesu rozdzielania i detekcji.

Część literaturowa została oparta na bardzo licznych publikacjach (155) dobrze wyselekcjonowanych i stanowi bezcenne źródło informacji o stanie wiedzy w obszarze dotyczącym zagadnień, którymi kandydatka zajmowała się w swojej pracy badawczej.

Kolejna część pracy to **Założenia, zakres i cel rozprawy doktorskiej**, w którym Pani mgr inż. Barbara Dawidziuk w sposób bardzo szczegółowy (2 strony) wypunktowała zagadnienia, którymi zamierzała zająć się w swoich badaniach, a które można streścić w następujący sposób. Były to:

- opracowanie metody skażania osadu dennego, pobranego z miejsca nienarażonego na kontaminację materiałami wybuchowymi, wybranymi do analizy związkami z grupy materiałów wybuchowych i produktami ich rozkładu.
- Opracowanie metody analizy jakościowej i ilościowej wyselekcjonowanych analitów za pomocą chromatografii gazowej z tandemową spektrometrią mas:
- Opracowanie metody analizy jakościowej i ilościowej wybranych analitów za pomocą chromatografii cieczowej z tandemową spektrometrią mas.
- Porównania kilku metod przygotowania próbki, uwzględniając takie parametry jak: optymalizacja sposobu przygotowania próbki do analizy, dobór odpowiedniego



rozpuszczalnika do ekstrakcji, określenie czasu i krotności ekstrakcji, optymalizacja temperatury ekstrakcji i dobór metody osuszania ekstraktu.

- Wyznaczenia parametrów walidacyjnych opracowanych metod analitycznych:
- Wykorzystanie opracowanych metod analizy materiałów wybuchowych i produktów ich przemian do analizy rzeczywistych próbek środowiskowych.

Kolejny rozdział rozprawy (zawarty na stronach 64-122) to - **Część Doświadczalna**, w ramach którego Doktorantka opisuje w sposób bardzo dokładny procedury stosowane w prowadzonych badaniach, stosowane odczynniki i mieszaniny testowe, schematy układów ekstrakcyjnych, warunki przeprowadzanych analiz chromatograficznych oraz przygotowanie próbek do analizy, a także ocenę uzyskanych wyników. Wyniki są dobrze udokumentowane, przedstawione w postaci tabel i wykresów z kompetentnym komentarzem.

Ta najważniejsza część pracy napisana jest z dużym wyczuciem wagi poszczególnych etapów badań, potwierdzając jednocześnie wiedzę i doświadczenie Pani mgr inż. Barbary Dawidziuk w tym zakresie.

Rozprawę zamykają: **Podsumowanie i wnioski** – zawarte na 5-stronach - omawiające wyniki przeprowadzonych badań z naciskiem na rezultaty mające wartość nowości naukowej. Ostatni rozdział to **Spis literatury** obejmujący 164 publikacje, a należy przy tym zaznaczyć, że dobór cytowanych prac zawiera zarówno najnowsze doniesienia jak i wcześniejsze prace mające kluczowe znaczenie w danym obszarze badań. Są wśród nich także prace, w których mgr inż. Barbara Dawidziuk jest współautorką. Ponadto Autorka zamieściła **Spis dorobku naukowego** obejmujący publikacje, udział w projektach, a także liczący 40 pozycji aktywny udział w konferencjach naukowych krajowych i zagranicznych oraz jednostronicowe **Streszczenie i Abstract**.

Merytoryczna ocena pracy

Opracowanie i zastosowanie nowego podejścia do sposobu wydzielenia i zateżania i oznaczania materiałów wybuchowych i ich pochodnych w osadach dennych było zadaniem trudnym i ambitnym. Ilość danych literaturowych na ten temat jest obszerna ale brak jest w



wielu przypadkach systematycznych badań określających wpływ poszczególnych parametrów procesu na jego wydajność jak i wiarygodność. Te luki w naszej wiedzy mające znaczenie naukowe jak i praktyczne w znacznej mierze wypełniają wyniki badań, które przeprowadziła w ramach swojej rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Barbara Dawidziuk. Pozwoliły one na zaproponowanie trzech procedur (LC-APCI-MS/MS, LC-ESI-MS/MS i GC-EI-MS/MS), które po walidacji są w pełni wiarygodne w analizie próbek osadów dennych na zawartość materiałów wybuchowych i produktów ich degradacji. Jednocześnie Autorka w podsumowaniu zamieściła bardzo dokładny opis postępowania w trakcie przygotowania próbek jak i ich analizy. Ma to szczególną wartość dla przyszłych użytkowników, chcących korzystać z tych procedur. Dodatkowym walorem są bardzo niskie wartości oznaczanych analitów, rzędu ng na gram suchej próbki. Kolejną ważną informacją są dane określające, które anality można lub nie oznaczać daną procedurą.

Należy w tym miejscu podkreślić, że wszystkie wynikające z przeprowadzonych badań wnioski są bardzo dobrze opisane, udokumentowane i uwiarygodnione.

Podsumowanie

Jak wynika z wcześniej podanych informacji, podejście do rozwiązywanego zagadnienia było szerokie i wymagało od Doktorantki przyswojenia i opanowania warsztatu analitycznego we wszystkich aspektach procedury analitycznej: od poboru próbki, poprzez analizę próbki rzeczywistej, po opracowanie wyników i ich interpretację oraz walidację procedur analitycznych. Z zadań tych Pani mgr inż. Barbara Dawidziuk wywiązała się, udowadniając tym samym, że jest doświadczone, pełnym inicjatywy i umiejętności projektowania badań analitykiem. Wnioski wynikające z przeprowadzonych badań są bardzo szczegółowe i dobrze udokumentowane. Doktorantka potrafi także, w sposób przystępny i zarazem kompetentny, zaprezentować wyniki swoich badań, czego najlepszym przykładem jest jej rozprawa doktorska. Całość (mając na myśli stronę merytoryczną, formalną, graficzną i redakcyjną) oceniam bardzo pozytywnie i uważam, że uwzględnia i spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim.



Biorąc pod uwagę wyżej wymienione cechy i walory recenzowanej rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Barbary Dawidziuk stwierdzam, że zostały spełnione wszystkie wymagania „Ustawy o tytule i stopniach naukowych...” i wnoszę do Wysokiej Rady Dyscypliny Naukowej „Nauki Chemiczne” Wydziału Nowych Technologii i Chemii, Wojskowej Akademii Technicznej w Warszawie o dopuszczenie Kandydatki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.