

Katedra  
Chemii  
Analitycznej

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

Gdańsk, 20 sierpnia 2020

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Edyty Budzyńskiej pt.:

**"Wpływ mechanizmów jonizacji analitów na efektywność ich detekcji w trybie ujemnym spektrometrii ruchliwości jonów"**

**Promotor pracy: dr hab. inż. Jarosław Puton, prof. WAT**

Do jednego z głównych trendów rozwojowych analityki chemicznej należy niewątpliwie oznaczanie analitów na coraz niższych poziomach zawartości w próbkach o złożonym składzie matrycy. W tym celu prowadzone są liczne badania, w wyniku których pojawiają się nowe rozwiązania zarówno metodologiczne jak i aparaturowe. Niewątpliwie w ten nurt wpisuje się tematyka rozprawy doktorskiej mgr inż. Edyty Budzyńskiej.

Opiniowana rozprawa doktorska liczy 129 stron i składa się ze Wstępu, Części literaturowej, Części doświadczalnej, Podsumowania i wniosków.

Na początku pracy znajduje się ponadto Spis akronimów, symboli i oznaczeń a na jej końcu umieszczono Spis cytowanej literatury, Spis rysunków i tabel, zestawienie dorobku naukowego Doktorantki oraz Streszczenia (w języku polskim i angielskim).

Układ pracy jest zatem dość typowy, chociaż moim zdaniem Cel i zakres pracy powinien być umieszczony w osobnym rozdziale, a nie stanowić podrozdział Części doświadczalnej.

Na Część literaturową składają się opis techniki spektrometrii ruchliwości jonów oraz jej zastosowań w analityce, podstaw teoretycznych jonizacji chemicznej. Część literaturowa została przygotowana na podstawie 157 pozycji literaturowych, z których ponad połowę stanowią prace opublikowane w ostatnich 20 latach.

Część doświadczalna (badawcza) rozpoczyna się od określenia celu i zakresu badań. Doktorantka wymienia poszczególne zadania badawcze, których realizacja składa się na część doświadczalną opiniowanej rozprawy doktorskiej. W kolejnych podrozdziałach opisywane są pełne charakterystyki stosowanych w pomiarach odczynników i aparatury, parametry stosowanych procedur analitycznych. W osobnym podrozdziale następuje prezentacja otrzymanych wyników. Zwieńczeniem rozprawy jest rozdział Podsumowanie i wnioski, w którym w bardzo analitycznej formie Doktorantka odnosi się zarówno do realizacji założeń i celu badań jak i formułuje wnioski szczegółowe.

Zdecydowana ich większość jest tym fragmentem badań, który niewątpliwie spełnia z nadkładem wymóg „nowości naukowej” rozpraw doktorskich.

Mgr inż. Edyta Budzyńska, po bardzo szczegółowej analizie najnowszej literatury naukowej, dokonała wyboru tematyki pracy doktorskiej. Obiektem Jej zainteresowań została spektrometria ruchliwości jonów w wersji jonizacji ujemnej. Podjęła w związku z tym badania mające na celu określenie mechanizmu tej jonizacji dla wybranej grupy związków wraz z oszacowaniem wpływu warunków prowadzenia jonizacji na wielkość sygnału analitycznego. Zarówno zaplanowanie badań jak i sposób ich realizacji nie budzą najmniejszych zastrzeżeń. Doktorantka wykorzystwała liczne techniki analityczne w celu potwierdzenia miarodajności otrzymanych wyników. O jakości uzyskanych wyników świadczy fakt opublikowania ich w czasopismach o zasięgu międzynarodowym z tzw. „listy filadelfijskiej” (*Talanta, Trends in Analytical Chemistry*).

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

Uwagi merytoryczne

1. W przypadku wykresów kalibracyjnych – rysunki 13-17 - brakuje mi jasno zdefiniowanego kryterium, które było brane pod uwagę by twierdzić o stabilności źródeł permeacyjnych. Czy w tym przypadku brano pod uwagę jedynie wartość współczynnika determinacji? Czy przy rozkładach punktów

pomiarowych takich jak np. na rysunku 13 (tetrachlorometan<sup>02</sup>, chlorek benzylu <sup>03</sup>) można wnioskować postępując się wartością współczynnika determinacji?

2. Czy tytuł rozdziału 2.4.2. „Materiały niebezpieczne” jest poprawny, skoro w jego treści pojawiają się informacje o związkach chemicznych?
3. Czy poprawne jest stwierdzenie „próg detekcji”? Skoro dalej używany jest termin granica wykrywalności.
4. Co Doktorantka miała na myśli pisząc na stronie 57 „...czystej wody”? Czyli jakiej?
5. Separatorem części dziesiątej jest w języku polskim przecinek (,). W wielu niestety miejscach Doktorantka używa niekonsekwentnie znaku kropki (.).
6. Czym była podyktowana liczba cyfr znaczących w przypadku podawania temperatury wrzenia wybranych do badań związków – dane w tabeli 4? Czy faktycznie stężenia podane na wykresach na rysunku 46 były wyznaczane z taką dokładnością by podawać w ich zapisie aż 5 cyfr znaczących (np.: 63118 ppm)?
7. Czy wniosek dotyczący różnic w intensywnościach sygnałów dla trichlorometanu sformułowany na stronie 78 (pod rysunkiem 33) odpowiada prawdzie?
8. Czy w przypadku zjawisk zachodzących w kolumnie chromatograficznej używamy terminu „rozdział” (strona 63)?
9. Dlaczego w przypadku niektórych wykresów ich opisy są w języku angielskim?
10. Brak konsekwencji w nazewnictwie chemicznym – w tabeli 1 jest dwutlenek azotu a już w tabeli 2 ditlenek.
11. Czy jednostką ciśnienia cząstkowego jest ppm – tytuł tabeli 3?
12. Wniosek szczegółowy nr (7) „Domieszka wody może zwiększyć lub zmniejszyć czułość detekcji dla niektórych analitów” – a czy może być jeszcze inna zmiana czułości? Taki wniosek można by w przysłowiowe „ciemno” wysnuć bez przeprowadzenia badań.


Pozostałe uwagi (redakcyjne)

1. Na niektórych rysunkach, na których zamieszczono po kilka wykresów, brak jest ich oznaczeń, choć przywoływane są one w tekście pracy – np.: rysunki 27-29.

2. W wyjaśnieniu do wzoru (41) pojawia się symbol  $k_B$ , który nie pojawia się we wzorze.
3. Styl kilku zdań w pracy jest niezrozumiały: ostatnie zdanie na stronie 39, drugie zdanie pod rysunkiem 10, ostatnie zdanie na stronie 33.
4. W podpisie pod rysunkiem 10 pojawia się słowo „...aronu...”.
5. Strona 45 „...elektrony oddziałują...”, czyli co robią?

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 inż. Edyty Budzyńskiej do kolejnych etapów przewodu doktorskiego.**

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