



Prof. UAM dr hab. Anetta Ziola-Frankowska

Poznań, 15.01.2025

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż.
Piotra Ścigalskiego pt. „Nowe materiały sorpcyjne do izolowania ksenobiotyków
organicznych i nieorganicznych z matryc środowiskowych”**

Recenzja została opracowana zgodnie z uchwałą nr 3/499 Senatu Politechniki Bydgoskiej im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich na posiedzeniu w dniu 27 listopada 2024 i zawiadomieniem nr 3/RNCS.520.19.2024 otrzymanym od Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Chemiczne dr hab. Przemysława Kosobuckiego, prof. PBŚ.

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Piotra Ścigalskiego stanowiąca podstawę o uzyskanie stopnia doktora w dziedzinie nauk ścisłych i przyrodniczych w dyscyplinie nauki chemiczne, została wykonana w Zakładzie Analityki Żywności i Ochrony Środowiska, pod kierunkiem promotora dr hab. Przemysława Kosobuckiego, prof. PBŚ na Wydziale Technologii i Inżynierii Chemicznej Politechniki Bydgoskiej im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich.

Problematyka badawcza przedstawiona w dysertacji dotyczy wykorzystania materiałów sorpcyjnych i technik izolacyjnych do oznaczeń wybranych organicznych i nieorganicznych ksenobiotyków w warunkach modelowych i dla próbek środowiskowych. Należy podkreślić, że tematyka rozprawy doktorskiej jest aktualna i wpisuje się w badania zarówno poznawcze, jak i aplikacyjne, czego efektem są publikacje naukowe powstałe w wyniku uzyskania odpowiedzi na postawione cele badawcze przez Doktoranta.

Recenzowana dysertacja ma formę monotematycznego cyklu publikacji w skład, którego wchodzi artykuły naukowe oznaczone jako P1-P4 opublikowane w latach 2020-2024 w takich czasopismach jak: *Molecules* (P1, P4), *Environmental Science and Pollution Research* (P2) i *Materials Today* (P3). Warto podkreślić, że w przedstawionym cyklu mgr inż. Piotr Ścigalski jest w dwóch pracach pierwszym autorem a sumaryczny IF²¹ wszystkich czterech prac wynosi 14.2, co daje średnio 3.55 na publikację. Ponadto, niektóre z tych prac były już cytowane ponad 70rotnie, co potwierdza ich aspekt naukowy i aplikacyjny. Na podstawie oświadczeń można stwierdzić, że udział mgr inż. Piotra Ścigalskiego związany był z opracowaniem koncepcji i metodologii badań, opracowaniem wyników i ich interpretacji wraz z formułowaniem wniosków na podstawie dyskusji ze współautorami publikacji, opracowaniem i wykonaniem ekstrakcji i oznaczeniem wybranych ksenobiotyków w próbkach o zróżnicowanej matrycy.

Oceniana rozprawa doktorska mieści się na 109 stronach maszynopisu w skład, którego wchodzi: streszczenie w języku polskim i angielskim, spis treści, wprowadzenie wraz ze wstępem teoretycznym, cele badawcze pracy, uzasadnienie spójności tematycznej prac z cyklu (P1-P4), podsumowanie, spis literatury, kopie publikacji oraz spisu dorobku naukowego: aktywność naukowa, publikacje (wszystkie) i wystąpienia konferencyjne.

W ostatniej części (13 stron) zamieszczone zostały oświadczenia wszystkich współautorów wraz z precyzyjnym opisem ich udziałów w pracach z cyklu.

Podjęta przez Doktoranta tematyka badawcza związana jest z wykorzystaniem materiałów sorpcyjnych do izolacji wybranych ksenobiotyków z różnych matryc środowiskowych, co jest w obecnych czasach, biorąc pod uwagę postępujący rozwój cywilizacyjny niezmiernie istotne. Efektem tego jest obserwowany w świecie zwiększający się trend poziomu stężeń ksenobiotyków w środowisku przyrodniczym człowieka. Dlatego, tak istotne jest pozyskiwanie nowych rozwiązań umożliwiających identyfikację i usuwanie tych substancji, tak, aby jak najbardziej ograniczyć stopień ich rozprzestrzeniania się w poszczególnych komponentach środowiska.

Rozprawa doktorska zaczyna się od wprowadzenia i omówienia typowych metod ekstrakcji i rodzaju materiałów sorpcyjnych wykorzystywanych do izolacji ksenobiotyków. Przedstawiony krótki wstęp teoretyczny, wprowadza w podjętą problematykę badawczą przez Doktoranta. Szkoda, że w opis ten nie został również przedstawiony pod kątem problemów analitycznych związanych z wykorzystaniem tych metod ekstrakcji i materiałów sorpcyjnych do izolacji różnego typu zanieczyszczeń. Zwłaszcza, że jednym z głównych osiągnięć Doktoranta jest uzyskanie nowego materiału sorpcyjnego. Zabrakło omówienia znaczenia materiałów sorpcyjnych, ich rodzaju czy możliwości zastosowań, biorąc pod uwagę, że informacje te zostały zawarte w publikacji P1.

W następnym rozdziale, Doktorant przedstawił hipotezę badawczą i sprecyzował cztery cele naukowe swoich prac badawczych, które obejmowały:

- 1) przygotowanie i przeprowadzenie charakterystyki fizykochemicznej nowego materiału o strukturze kopolimeru dendrymerycznego metyloaminy i eteru 1,4 –dibutanodiolodiglicydylowego osadzonego na powierzchni nośnika krzemionkowego;
- 2) przygotowanie i dokonanie charakterystyki fizykochemicznej spinelowych związków koordynacyjnych o własnościach magnetycznych;
- 3) przeprowadzenie optymalizacji metody izolacji oraz metody identyfikacji wybranych ksenobiotyków w wodzie;
- 4) sprawdzenie skuteczności stosowanych i otrzymanych materiałów sorpcyjnych do izolowania wybranych ksenobiotyków z próbek wód powierzchniowych.

W kolejnej części dysertacji, mgr inż. Piotr Ścigalski przedstawił charakterystykę publikacji naukowych wchodzących w cykl tematyczny, omawiając zrealizowane cele badawcze w tych pracach. W tej części dysertacji, zabrakło krótkiej dyskusji uzyskanych wyników z dotychczas prowadzonymi badaniami, co z pewnością podkreśliłoby wkład Doktoranta w powstawanie poszczególnych prac oraz jednoznacznie wskazałoby na nowe podejście analityczne podjęte w tych badaniach. Ponadto, Doktorant nie zamieścił, bardziej dokładnego opisu najważniejszych efektów prac badawczych, z tych publikacji, żeby podkreślić, jakie znaczenie miały jego prace zarówno w aspekcie analitycznym czy poznawczym w podjętej tematyce wykorzystania dyspersyjnej ekstrakcji do fazy stałej i różnych typów sorbentów do izolacji wybranych związków. Niemniej jednak, uzyskanie weryfikacji postawionej przez niego hipotezy oraz realizacja z założonych celów badań, pozwala na stwierdzenie, że Doktorant ma potencjał na samodzielne prowadzenie badań, ich planowanie i realizację, co jest niewątpliwie istotne w rozwoju kariery naukowej oraz współpracy z innymi ośrodkami badawczymi. Opis cyklu czterech prac, kończy podsumowanie, w którym Doktorant przedstawił najważniejsze osiągnięcia z publikacji

w cyklu: P1-P4, stanowiące podstawę o uzyskanie stopnia doktora w dziedzinie nauk ścisłych i przyrodniczych w dyscyplinie nauki chemiczne .

Podsumowując, stwierdzam, że postawiony cel pracy został zrealizowany, a otrzymane wyniki mają istotny aspekt naukowo-poznawczy. Doktorant wykonał szereg prac z zakresy analiz chromatograficznych, ekstrakcyjnych czy związanych ściśle z syntezą nowego materiału, co świadczy o zdolnościach szerokiego podejścia do podejmowanych zadań badawczych i dobrym warsztacie praktycznym. Nie mam wątpliwości, że badania prowadzone przez mgr inż. Piotra Ścigalskiego mają potencjał naukowy oraz mają charakter aplikacyjny, co zostało już zweryfikowane przez recenzentów prac w opublikowanych artykułach naukowych.

Za najważniejsze dokonania Doktoranta charakteryzujące się elementami nowości naukowej uważam:

- przeprowadzenie syntezy i otrzymanie hybrydowego materiału porowatego MA-BDDE;
- dokonanie charakterystyki fizykochemicznej otrzymanego materiału sorpcyjnego MA-BDDE;
- jednoznaczne potwierdzenie obecności kopolimeru MA-BDDE na powierzchni nośnika; poprzez ocenę struktury wewnętrznej i morfologii materiału przy zastosowaniu takich technik jak: TEM, SEM; ATR FT-IR czy NMR;
- potwierdzenie skuteczności izolacji wybranych leków niesteroidowych przy wykorzystaniu nowego materiału;
- opracowanie skutecznej metody izolacji i oznaczenia jakościowego i ilościowego leków, w tym aspiryny, ketoprofenu, naproksenu, diklofenaku i ibuprofenu w roztworach modelowych i próbkach środowiskowych;
- dobranie optymalnych warunków izolacji techniką dyspersyjnej ekstrakcji do fazy stałej, takich analitów jak: kwas salicylowy; fluoranten, benzo[b]fluoranten, benzo[k]fluoranten, benzo[a]piren, indeno[1,2,3-cd]perylene, aspiryna, ketoprofen, naproksen, diklofenak, ibuprofen.

Należy w tym miejscu dodać, że aktywność naukowa Doktoranta nie ogranicza się tylko do tych prac, które stanowią podstawę recenzji, ale w dorobek naukowy wpisuje się rozdział w monografii naukowej oraz w sumie 5 artykułów naukowych z listy JCR opublikowanych w latach 2013-2024. Sumaryczny IF'21 dla wszystkich 9 prac wyniósł 26, w tym na jedną pracę IF'21= 2.89, co jest dobrym wynikiem, jak na ten etap kariery naukowej. W całość dorobku naukowego wpisuje się również 11 wystąpień (6 wystąpień ustnych oraz 5 posterów) na konferencjach naukowych, o zasięgu międzynarodowym i krajowym.

Według zawartych informacji w spisie dorobku naukowego nie ma informacji czy Doktorant brał udział w projektach naukowych np. jako wykonawca czy kierownik, czy był beneficjentem stypendiów czy też uzyskał jakieś wyróżnienia czy nagrody za swoją działalność naukową. Brak informacji o przebiegu kariery naukowej, zdobytym doświadczeniu zawodowym czy pełnionych funkcjach w strukturach uczelnianych czy badawczych. Jeśli Doktorant ma takie osiągnięcia w swoim dorobku, proszę o ich uzupełnienie.

Reasumując ocenę osiągnięcia mgr inż. Piotra Ścigalskiego uważam, że przeprowadzone badania mają kluczowe znaczenie w charakterystyce ksenobiotyków w środowisku naturalnym, a założone cele pracy zostały zrealizowane, czego potwierdzeniem są publikacje naukowe współautorstwa Doktoranta.

W związku z pewnymi wątpliwościami i nieścisłościami w pracy, w obowiązku recenzenta jest ich wskazanie i poddanie do dyskusji. Dlatego proszę o wyjaśnienie:

- proszę o wyjaśnienie na czym polegała walidacja metody chromatograficznej HPLC-UV/VIS wykorzystanej do analizy kwasu salicylowego, sześciu wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych (WWA) oraz pięciu niesteroidowych leków przeciwzapalnych. Czy sprawdzono wpływ fazy ruchomej, rodzaju medium separacyjnego, rodzaju elucji na efektywność separacji? Jakie inne parametry walidacyjne, oprócz LOD i LOQ zostały wyznaczone, np. precyzja, powtarzalność, odtwarzalność? Czy stosowano sprawdzenie metody przy wykorzystaniu materiałów certyfikowanych, jeśli tak to jakich, jakie uzyskano odzyski?
- proszę o uzupełnienie danych w tabelach 1, 2, 3, 4, i 6 o wartości SD dla podanych wyników LOD i LOQ oraz dla wyników NPLZ i wartości odzysków;
- czy dla otrzymanego materiału (MA-BDDE) z publikacji P4 sprawdzano skuteczność adsorpcji ksenobiotyków w zależności od dawki adsorbentu? Jeśli tak w jakim zakresie i czy podana na str.30 masa 5 mg sorbentu, była najbardziej efektywna?
- proszę o wyjaśnienie czy ustalenie, że najlepsze własności sorpcyjne otrzymanego materiału MA-BDDE uzyskiwane są po syntezie siedmiu warstw kopolimeru, zostały wyznaczone eksperymentalnie przez Doktoranta czy jest to stwierdzenie na podstawie źródła literaturowego nr 42 z dysertacji?
- w pracy P4, nie podano dla ilu próbek z obu rzek prowadzono badania. Proszę o podanie tych wartości;
- czy próbki rzek z publikacji P4, były poddane analizie chromatograficznej bez użycia otrzymanego materiału (analiza wprost bez izolacji)? Jeśli tak to jakie uzyskano poziomy stężeń dla wybranych leków?
- czy sprawdzano, oprócz metanolu, acetonitrylu i 1% kwasu octowego inne roztwory w procesie desorpcji leków z otrzymanego materiału? Czy sprawdzono, czy najbardziej skuteczny 1% kwas octowy przy wyższym stężeniu umożliwiłby desorpcję aspiryny?
- proszę o wyjaśnienie dlaczego w przypadku próbek z rzeki Wisła i wody destylowanej, wzbogaconych przez dodatek wzorca, nie uzyskano odzysku w przypadku aspiryny (Tabela 6)?
- proszę o wyjaśnienie/uzupełnienie na czym polegało nowe podejście/zastosowane modyfikacje w wykorzystywanej w pracy P2, P3 i P4 dyspersyjnej ekstrakcji do fazy stałej?
- czy w przypadku ekstrakcji wybranych WWA zastosowano/sprawdzono inne sorbenty niż spinelowy nanomateriał $MgAl_2O_4$? Jeśli nie, to czy Doktorant na podstawie danych z publikacji P1 jest w stanie zaproponować materiał, który umożliwiłby adsorpcję tego typu analitów?

Uwagi edytorskie

- brak wykazu stosowanych skrótów w dysertacji w języku polskim i angielskim
- str.18 „wymagania odnośnie ilości próbek”- poprawnie- „wymagania odnośnie objętości próbki”
- str.23- analizy chromatograficzne były wykonywane w pracy P2, P3 i P4, a nie w P1
- str.27, jest Rysunek 4, powinno być Rysunek 8
- str.28, jest metodykę rozdziału chromatograficznego, poprawnie metodykę procesu rozdzielania chromatograficznego
- str.28, wartość w ppm, powinno być w mg/l

-str.31, Tabela 4- jest błąd dla aspiryny dla 1%HAc, ponieważ wg publikacji P4, w tym przypadku nie uzyskano odzysku (table 3 w P4, str.7).

Chciałam podkreślić, że powyższe uwagi i komentarze mają charakter dyskusyjny, i nie umniejszają **mojej pozytywnej oceny** recenzowanej pracy.

Wniosek końcowy

W mojej opinii rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Piotra Ścigalskiego **spełnia wymagania ustawowe stawiane rozprawom doktorskim** przez Ustawę z dnia 20 lipca 2018– Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (tekst jednolity: Dz. U. z 2024 poz.1571) i stanowi podstawę do ubiegania się o stopień naukowy doktora w dziedzinie nauki ścisłe i przyrodnicze, w dyscyplinie nauki chemiczne. W związku z powyższym wnoszę do Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Chemiczne Politechniki Bydgoskiej im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich **o dopuszczenie Pana mgr inż. Piotra Ścigalskiego do dalszych etapów przewodu doktorskiego .**

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Anetta Ziobrowska', is centered on the page.