



Poznań 29 września 2023

Recenzja pracy doktorskiej mgr Łukasza KOTA pt.: „System ekspertowy wspomagający kontrolę jakości pomiarów w laboratorium analitycznym”.

Podjęte w rozprawie doktorskiej zagadnienia poruszają ważny problem efektywnego procesu prowadzenia kontroli jakości w laboratoriach badawczych i przemysłowych. Stosunkowo niedawno środowisko chemików analityków podjęło starania odnośnie opracowania sposobów stosowania zasad metrologii również w pomiarach chemicznych. Jest to niezmiernie ważne w kontekście coraz szerszej współpracy międzynarodowej w zakresie handlu i usług. Głównym celem tych działań jest możliwość stworzenia systemu, który zapewniłby wzajemną uznawalność wszystkich pomiarów analitycznych. Wszelkie działania w zakresie zapewnienia jakości pomiarów, bez względu na to, czy dotyczy to pomiarów fizycznych czy chemicznych, są niezmiernie istotne. W życiu codziennym nieustannie opieramy swoje decyzje na wynikach pomiarów, zakładając ich rzetelność i miarodajność. Głównymi filarami zapewnienia jakości wyników pomiarów chemicznych jest walidacja procedur analitycznych, oszacowanie niepewności wyników oraz zapewnienie spójności pomiarowej. Autor rozprawy doktorskiej nie zadowolił się tylko opracowaniem i zwalidowaniem procedury analitycznej ale ambitnie i aktywnie podjął prace związane z opracowaniem założeń dla systemu ekspertowego, który ma służyć jako platforma wspomagająca działania w obszarze kontroli jakości badań. Przedstawiona do recenzji praca doktorska wykonana pod kierunkiem dr hab. Wojciecha HYKA, prof. ucz. poświęcona jest właśnie badaniom możliwości otrzymania miarodajnych wyników poprzez kontrolę jakości procesu pomiarowego. Doktorant opierając się na aktualnie dostępnej wiedzy związanej z jakością wyników postawił sobie za cel dobranie narzędzi statystycznych i modeli matematycznych zapewniających status metrologiczny urządzeń pomiarowych, szczególnie tych pracujących w reżimie pomiaru ciągłego. Z wymienionych wyżej powodów opracowywanie nowych, zwiększających efektywność oceny jakości wyników pomiaru narzędzi, jest uzasadnione i potrzebne.



Mgr Łukasz KOT przedstawił rozprawę doktorską w formie maszynopisu liczącego 173 stron, składającego się z kilku podstawowych części: przeglądu literatury, eksperymentalnej, w której zawarte są wyniki badań, dyskusji i wniosków oraz spisu cytowanej literatury, 119 pozycji. Autor dołączył do pracy materiały dodatkowe (21 stron). Są to spisy rysunków oraz skany z ekranu komputera.

W części teoretycznej Autor przedstawia nam obraz kontroli jakości w laboratorium analitycznym. W sposób klarowny przedstawił ogólnodostępną wiedzę, która umożliwia badaczowi swobodne poruszanie się w obszarze kontroli jakości. W rozprawie omówiono fundamentalne definicje oraz procesy, począwszy od tych najprostszych, aż po te bardziej zaawansowane, które pozwalają na uznawanie wyników pomiarów za miarodajne. Przedstawiono transparentnie proces zapewnienia jakości pomiarów w laboratorium, obejmując cały cykl życia metody badawczej. Omówiono także takie aspekty jak błędy pomiarowe, walidację metody oraz oszacowanie niepewności pomiaru, oraz zapewnienie spójności pomiarowej. Rozlegle omówiono metody weryfikacji prowadzonego procesu kontroli jakości, zarówno w kontekście bieżącej, jak i zewnętrznej oceny kontroli jakości. W odniesieniu do bieżącej kontroli jakości pomiarów z wykorzystaniem kart Shewharta, Doktorant przedstawił obowiązujące zasady i dokonał ich analizy, wykorzystując dane zebrane podczas badań pojedynczych pomiarów. Wartościowym uzupełnieniem tego rozdziału jest opis metod nadzoru i utrzymania odpowiedniego statusu metrologicznego urządzeń pomiarowych. Na zakończenie części teoretycznej opracowania poruszono aspekty podejmowania decyzji. W kontekście prowadzonych badań i tworzenia systemu ekspertowego, prowadzona analiza pozwoliła na poznanie logiki działania, która leży u podstaw tworzenia algorytmów decyzyjnych, określania ich kryteriów i dokonywania ocen.

Oceniając część teoretyczną pracy muszę wskazać na wysoki poziom przedstawienia większości problemów teoretycznych. Dobra znajomość literatury przedmiotu i klarowny sposób przedstawienia zagadnienia wprowadzającego w zakres pracy doktorskiej.

W części badawczej Doktorant skoncentrował się na problemach związanych z zapewnieniem spójności pomiarowej dla urządzeń pracujących w nietypowych warunkach. Obejmowały one proces kalibracji urządzeń mierzących tę samą cechę, ale za pomocą różnych metod

badawczych, szacowanie niepewności standardowej przy użyciu funkcji w formie niejawnej oraz oszacowanie i uwzględnienie niepewności pomiaru emisji pyłu do powietrza atmosferycznego.

Pierwszy rozdział pracy skoncentrowany na problemie zapewnienia spójności pomiarów oraz sposobach jego realizacji w nietypowych warunkach jest jasno i klarownie opisany. Doktorant opracował metodę nadzoru metrologicznego nad urządzeniami pomiarowymi, które pracują w trybie pomiaru ciągłego. Zaprojektował procedurę oraz schemat decyzyjny oparty na szczegółowej analizie statystycznej wyników pomiarów związaną z różnymi urządzeniami pomiarowymi. W wyniku tego eksperymentu udało się osiągnąć przepływ tej samej próbki przez porównywalne analizatory. Układ ten został poddany próbie w warunkach rzeczywistych na jednym z obiektów energetycznych w Polsce. Zapewnienie spójności pomiarów było możliwe dzięki zastosowaniu certyfikowanej próbki odniesienia do kalibracji analizatora odniesienia w warunkach standardowych pracy. Proponowana procedura umożliwiła ocenę poprawności działania analizatora online, który dotychczas nie posiadał pełnego statusu metrologicznego. Tą ocenę dokonano poprzez ustalenie kryterium istotności różnicy między wynikami pomiarów uzyskanymi przez analizatory online a analizatorem manualnym, czyli odniesienia. Oszacowana niepewność rozszerzona pomiaru pH analizatora online pozwala uznawać uzyskane wyniki za miarodajne. Wyniki uzyskane z badań wspiera analiza statystyczna, której znajomością wykazał się Autor podczas ich opracowania i interpretacji.

Kolejny rozdział jest bardzo dobrze zaplanowany, a poprzez formę przedstawienia i opisu wyników jest jasny i czytelny. Omawia ważne zagadnienie dotyczące wyboru odpowiedniego modelu dopasowania dla krzywej kalibracyjnej. Jest to istotny problem, który często jest pomijany w rutynowej konstrukcji wykresu kalibracyjnego. Zaproponowane przez Doktoranta podejście wykorzystujące regresję liniową ważoną jest bardzo interesującym kierunkiem badań podjętych w ocenianej dysertacji.

Mgr Łukasz KOT w swojej pracy doktorskiej rozwiązał kolejny istotny problem, dotyczący braku powtarzalności sygnałów uzyskiwanych na nanoelektrodach w przypadku braku elektrolitu podstawowego. Przeprowadził analizę wpływu niepewności związanej z rozkładem jonów w warstwie przylegającej do elektrody. Dodatkowo, dokonał obliczeń, korzystając z reguł propagacji niepewności standardowej, zakładając normalny rozkład wielkości



pomiarowej. Alternatywnie, zastosował metodę Monte Carlo. Dzięki tym badaniom możliwe stało się jednoznaczne określenie, która metoda szacowania niepewności jest bardziej odpowiednia. Te ważne wnioski można było sformułować dzięki analizie statystycznej, która poprzez swoje narzędzia umożliwia wydobywanie użytecznych informacji z dużego zbioru danych. Na tym etapie cennym elementem rozprawy są rozważania dotyczące sposobu wyliczania i uwzględniania niepewności pomiaru przy stwierdzeniu przekroczeń dopuszczalnych wartości emisji do środowiska na przykładzie pyłu. Autor sugeruje, że obowiązujące regulacje prawne i standardy w sposób niewłaściwy interpretują uwzględniane niepewności rozszerzonej pomiaru, co przyczynia się do zwiększenia dopuszczalnych wartości emisji. Jednocześnie proponuje interpretację wyniku pomiaru z uwzględnieniem niepewności pomiaru.

Ostatni rozdział tej dysertacji omawia założenia opracowane dla systemu ekspertowego do kontroli jakości w laboratorium badawczym. Autor konfrontuje te założenia ze zgromadzonym doświadczeniem w procesie rozwiązywania problemów badawczych, wykorzystując schematy decyzyjne jako fundament działania i rozwiązywania problemów przez ten system ekspertowy. Kluczowym elementem tego sprawnego funkcjonowania systemu jest interfejs użytkownika, który stanowi środek komunikacji z ekspercką wiedzą zawartą w zgromadzonych danych. Przetwarzanie danych pozwala na szeroki zakres operacji oraz tworzenie logicznych eksperymentów na podstawie określonych kryteriów.

Praca napisana jest przejrzysto, liczba sformułowań niepoprawnych i kontrowersyjnych jest niewielka. Przykładowe sformułowania do których mam zastrzeżenia to: „wartość prawdziwa”, powinno być „wartość zbliżona do wartości prawdziwej w granicach określonych niepewności” (str.33, 34, 35, 40, 75, 78...); „mezurand”, powinno być „wielkość mierzona” (str. 30, 100...); „wynik rzeczowy? i miarodajny, str. 92; „niestety z powodu istnienia błędów losowych? wartość odzysku nigdy nie jest równa 1”?; „co oznacza: „wadliwej korekty błędów systematycznych” i kolejne zdanie „wkład błędów systematycznych do budżetu niepewności można jednak oszacować, w przeciwieństwie do wkładu błędów losowych”, str. 40, proszę o wyjaśnienie.

*D.B.*

Poproszę także o wyjaśnienie następujących kwestii:

1. „Rys.7 relacja pomiędzy precyzją a dokładnością” str. 30 w porównaniu z „im większa jest poprawność oraz precyzja wyników tym większa jest ich dokładność” str. 34.
2. Pytanie związane z p. 1: Jakie błędy odpowiadają za poprawność, precyzję i dokładność metody i jak ilościowo wyrażamy wymienione parametry?
3. Jaki jest najważniejszy parametr podczas walidacji metody? Parametr ten został pominięty, str. 20 (od tego parametru rozpoczynamy walidację metody!);
4. Czy podczas szacowania niepewności brana była pod uwagę odtwarzalność wewnątrz laboratoryjna (precyzja pośrednia), jeżeli TAK, to przez jaki okres zbierane były wyniki? Interesuje mnie też liczba zebranych wyników (powtórzeń), które następnie posłużyły do szacowania niepewności.

Reasumując, rozprawę doktorską mgr. Łukasza KOTA oceniam jako bardzo dobrą, eksperymenty zostały zaplanowane prawidłowo, badania były prowadzone systematycznie i konsekwentnie a wnioski są właściwie wyprowadzone. Praca wnosi szereg nowych informacji z zakresu zwiększenia możliwości otrzymania miarodajnych wyników poprzez kontrolę jakości procesu pomiarowego. Uzyskane wyniki obok wymienionego wyżej aspektu poznawczego wnoszą szereg praktycznych informacji ważnych dla rozwoju efektywnego procesu prowadzenia kontroli jakości w laboratoriach badawczych i przemysłowych.

Uważam, że przedstawiona mi do oceny praca spełnia wymagania art. 87 Ustawy z 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce. Na tej podstawie wnioskuję do Rady Naukowej Wydziału Chemii, Uniwersytetu Warszawskiego o dopuszczenie mgr. Łukasza KOTA do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

