



INSTYTUT CHEMII
UNIwersytet OPOLSKI

Prof. dr hab. Małgorzata Broda,
Wydział Chemii
Uniwersytet Opolski
Ul. Oleska 48
45-052 Opole
Tel.: 77 542 7132

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pani mgr Magdaleny Węglińskiej

pt. „Analiza jakościowa i ilościowa surowców roślinnych metodami spektroskopii oscylacyjnej”

Promotor pracy: prof. dr hab. Roman Szostak

W dzisiejszych czasach konsumenci coraz większą uwagę zwracają na jakość artykułów spożywczych. Produkcja zdrowej i bezpiecznej żywności wymaga kontroli jakości na wszystkich etapach - od surowców aż do produktu końcowego. Jest to wyzwanie analityczne ze względu na fakt, że żywność i surowce roślinne pod względem chemicznym to bardzo złożone układy. Metody analityczne stosowane w przemyśle spożywczym to głównie klasyczne metody chemiczne i techniki chromatograficzne, które wymagają czasochłonnego wstępnego przygotowania próbek i specjalistycznych odczynników. Dlatego coraz szersze zastosowanie w przemyśle spożywczym oraz farmaceutycznym znajdują metody spektroskopowe, zwłaszcza stosowana od wielu lat, do analiz jakościowych i ilościowych, spektroskopia w bliskiej podczerwieni (NIR). Głównymi zaletami tej metody jest prostota obsługi aparatury, krótki czas analiz, niski koszt oraz to, że jest to technika nieinwazyjna. Oprócz tych zalet technika ta ma również poważną wadę: surowe widma NIR są trudne w interpretacji i wymagają zastosowania zaawansowanych technik chemometrycznych. Również spektroskopia Ramana, jest szeroko stosowana w ilościowej i jakościowej analizie żywności. Zwłaszcza ostatnio rozwój technik SERS (spektroskopia ramanowska ze wzmocnieniem powierzchniowym) pozwala na

wykrywanie zafałszowań i zanieczyszczeń żywności ze szczególnym uwzględnieniem leków, hormonów i pestycydów.

Badania zrealizowane przez Panią mgr Magdalenę Węglińską mieszczą się w tej, jakże aktualnej, tematyce. W swojej rozprawie doktorskiej zajęła się zbadaniem możliwości implementacji spektroskopii oscylacyjnej w połączeniu z metodami chemometrycznymi do analizy ilościowej składników wybranych układów (surowców roślinnych, produktu spożywczego i leku). Motywacją podjęcia takich badań było opracowanie szybkiej i taniej metody analitycznej, która mogłaby zastąpić w rutynowych testach przemysłowych powszechnie stosowaną wysokosprawną chromatografię cieczową. Podjęty przez Doktorantkę temat sytuuje się w aktualnych nurtach badawczych i ma ogromne znaczenie aplikacyjne. Podobnymi zagadnieniami zajmuje się od kilku lat Promotor rozprawy, profesor Roman Szostak oraz jego doktoranci.

Plan badań w trakcie realizacji pracy doktorskiej Pani mgr Magdaleny Węglińskiej obejmował rejestrację widm oscylacyjnych wybranych układów a następnie, aby wydobyć użyteczne informacje z wielowymiarowych danych pomiarowych, konieczne było zastosowanie technik chemometrycznych i skonstruowanie modeli regresji, ich kalibracja i walidacja. Doktorantka zaplanowała, przeprowadziła i opisała rezultaty wielu eksperymentów spektroskopowych z wykorzystaniem:

- spektroskopii oscylacyjnej w zakresie średniej podczerwieni (MIR)
- techniki spektroskopii oscylacyjnej w zakresie bliskiej w podczerwieni (NIR)
- spektroskopii Ramanowskiej
- spektroskopii NMR w ciele stałym .

Praca nie jest obszerna. Liczy 151 stron, z czego 67 stron zajmuje Suplement, w którym Doktorantka zamieściła dodatkowe tabele i rysunki dotyczące zawartości poszczególnych składników w badanych próbkach oznaczonych metodą HPLC, ich widm oscylacyjnych i wyników analizy tych widm metodami chemometrycznymi. Rozprawa zawiera sumarycznie w tekście głównym i Suplemencie 31 tabel, 127 rysunków i 151 pozycji literaturowych. Rozprawa doktorska Pani mgr Magdaleny Węglińskiej rozpoczyna się od „*Celu pracy*”, który został sformułowany jako „zbadanie możliwości i ograniczeń” analizy ilościowej wybranych układów na podstawie widm oscylacyjnych z wykorzystaniem chemometrii. O ile na pytanie o

„możliwości” Doktorantka odpowiedziała w przypadku wszystkich badanych układów pozytywnie, o tyle nie znalazłam w rozprawie dyskusji dotyczącej „ograniczeń” metod spektroskopowych.

Pierwszy rozdział pracy jest zatytułowany „*Stosowane metody*” i opisuje bardzo krótko, wręcz pobieżnie, techniki spektroskopii oscylacyjnej użyte przez Doktorantkę. W następnych trzech rozdziałach przedstawione zostały, również w bardzo skondensowanej formie, metody NMR w ciele stałym, chromatografia oraz spektroskopia emisyjna. Nie rozumiem takiego podziału tekstu ponieważ wymienione trzy metody też są przez Doktorantkę stosowane w jej pracy.

W kolejnej części („*Chemometryczna analiza danych*”) Autorka opisała, również bardzo krótko (na sześciu stronach), stosowane metody analizy widm: zasady projektowania eksperymentu spektroskopowego, wstępne korekcje widm oraz podstawowe dane na temat stosowanych metod chemometrycznych. Moim zdaniem, nieco szersze omówienie tego zagadnienia znacznie ułatwiłoby czytelnikowi dalszą interpretację zaprezentowanych w rozprawie wyników badań.

Następną część pracy stanowi prezentacja wyników badań własnych zatytułowana „*Wyniki i dyskusja*”, co nie oddaje w pełni treści tego rozdziału, bo co prawda wyniki są, ale dyskusji - wcale.

Autorka zrealizowała zaplanowane cele badawcze, wykazała się pracowitością i starannością. Według mojej opinii do najważniejszych osiągnięć recenzowanej pracy można zaliczyć:

- Opracowanie, w oparciu o widma Ramana, NIR i ATR, modeli regresji PLS, które wykorzystano do ilościowych oznaczeń wybranych składników w kłączach pięciornika, olejku mięty pieprzowej, pyłku pszczelim i diosminy w produktach farmaceutycznych.
- Wykazanie, że analiza metodami chemometrycznymi widm oscylacyjnych surowców roślinnych pozwala określić ilościowo zawartość substancji aktywnych a błąd oznaczeń zwykle nie przekracza 4%. Ponadto są to metody szybkie, niewymagające wstępnej obróbki próbki i pozwalające na wykonanie analizy składników na podstawie pojedynczego widma.

Wymienione osiągnięcia naukowe spełniają formalne i zwyczajowe wymagania stawiane pracom doktorskim. Ich uzyskanie wymagało od Doktorantki ogromnego nakładu pracy, staranności w przeprowadzeniu eksperymentów spektroskopowych w celu uzyskania wyników analitycznych o tak wysokiej jakości. Osiągnięte przez Doktorantkę rezultaty najlepiej świadczą o tym, że taką wiedzą i umiejętnościami w pełni dysponowała.

Wywiązując się z obowiązków recenzenta chciałabym również zwrócić uwagę na pewne uchybienia i niejasności. Moim głównym zastrzeżeniem jest to, że treść rozprawy doktorskiej nie odpowiada tematyce pracy wskazanej w tytule. Mianowicie składniki badanych układów nie zastały ustalone przez Doktorantkę, jak wskazywałby tytuł „*Analiza jakościowa...*”, tylko na podstawie danych literaturowych. Ponadto preparaty farmaceutyczne, w których ustalano zawartość diosminy nie należą do „*surowców roślinnych*”.

Oprócz tego w pracy znalazłam kilka niezbyt szczęśliwych sformułowań i błędów edytorskich:

- strona 26, linia 5 od dołu: zdanie „Pięciornik wychwytywał związki ponadtlenkowe i peroksyłowe” - jest zbyt dużym skrótem myślowym

- strona 49, linia 13 od dołu: Zdanie „Pyłek pszczeli zawiera 40 pierwiastków chemicznych, stanowiących około 1,6% masy pyłku” powoduje, że czytelnik od razu stawia sobie pytanie – czy 98,4% masy pyłku to nie są pierwiastki chemiczne? W takim razie co?

- strona 50, Tabela: Proszę o wyjaśnienie co oznacza, że wartość średnia wynosi np. dla potasu 58 a odchylenie aż 524, podczas gdy zakres stężeń to od 15 do 118.

- strony 73 i 133, rysunki 35 i S86: Podpisy obu rysunków są identyczne, ale rysunki są różne. Domyślam się że rys. 35 to są widma eksperymentalne. Ponadto, widma uwodnionej i bezwodnej diosminy nie są podpisane.

Wymienione powyżej uwagi krytyczne nie umniejszają mojej pozytywnej oceny merytorycznej strony pracy. Rozprawa doktorska Pani mgr Magdaleny Węglińskiej jest dowodem pracowitości i staranności Autorki. Przedstawiony w pracy problem badawczy ma duże znaczenie praktyczne, a wykorzystane metody spektroskopowe zostały dobrane w sposób właściwy, co umożliwiło skuteczną realizację postawionych celów. Niestety ogólne dobre wrażenie psuje fakt, że uzyskane wyniki badań, właściwie w ogóle nie zostały przedyskutowane ani nie były porównane z podobnymi danymi opisanymi do tej pory w

publikacjach naukowych. W związku z tym czytelnik pracy nie może ocenić, które z uzyskanych wyników są nowe, nieznane dotychczas, ani czy Autorka sama jest tego świadoma.

Większość wyników badań stanowiących podstawę pracy doktorskiej została opublikowana w czterech pracach w czasopismach z listy filadelfijskiej. W jednej z nich Doktorantka jest pierwszą autorką.

Podsumowując stwierdzam, że recenzowana rozprawa mgr Magdaleny Węglińskiej stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego i zgodnie z obowiązującymi przepisami ustawowymi dotyczącymi prac doktorskich w pełni spełnia wymogi 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. z 2017 r., poz. 1789 z późn. zm.) oraz w Rozporządzeniu MNiSW z dnia 19.01.2018 r. (Dz. U. z 2018 r., poz. 261) w sprawie szczegółowego trybu przeprowadzania czynności w przewodzie doktorskim, postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora i zwracam się do Rady Wydziału Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego z jednoznacznym wnioskiem o dopuszczenie Pani mgr Magdaleny Węglińskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.



Małgorzata Broda

Opole, 29 września 2023 roku