



Wrocław dnia 30 sierpnia 2018

R E C E N Z J A

rozprawy doktorskiej

mgr inż. Łukasza Łopusiewicza

pt. „Charakterystyka wybranych melanin pochodzących z biomasy grzybowej i ich zastosowanie do poprawy właściwości użytkowych materiałów opakowaniowych”,

wykonanej pod kierunkiem

Prof. dr hab. inż. Artura Bartkowiaka

Realizując postanowienie Rady Wydziału Nauk o Żywności i Rybactwa Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie (uchwała z dnia 27 czerwca 2018 r.), powierzając mi pełnienie funkcji recenzenta w przewodzie doktorskim mgr inż. Łukasza Łopusiewicza (pismo Dziekana Wydziału Nauk o Żywności i Rybactwa, dr hab. Agnieszki Tórz prof. nadzw. z dnia 27 czerwca 2018 r.), w związku z art. 13 rozdz. 2 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki – (Dz. U. z 2017 poz. 1789 i rozporządzeniem Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z 19 stycznia 2018 r., w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzania czynności w przewodzie doktorskim, w postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora (Dz. U. z 2018 poz. 261.), przedkładam niniejszym ocenę rozprawy doktorskiej, co do spełnienia wymagań określonych w art. 13 ust. 1 ww. ustawy.

Ocenę rozprawy doktorskiej opracowanej przez mgr inż. Łukasza Łopusiewicza, przygotowałem w oparciu o przesłany tekst dysertacji pt. „Charakterystyka wybranych melanin pochodzących z biomasy grzybowej i ich zastosowanie do poprawy właściwości użytkowych materiałów opakowaniowych”, liczący 22 numerowane strony i zawierający dodatkowo – kserokopie ośmiu oryginalnych prac twórczych (133 str.) stanowiących jednotematyczny cykl publikacji oraz oświadczenia współautorów.

1. Przedmiot recenzji – uwagi wstępne

Przedmiotem recenzji jest przygotowana przez mgr inż. Łukasza Łopusiewicza dysertacja, która stanowi tytuł do nadania Mu stopnia naukowego doktora. Bazą tego opracowania jest spójny tematycznie zbiór ośmiu oryginalnych artykułów naukowych, opublikowanych w latach 2017-2018. W trzech z nich Doktorant jest jedynym autorem, zaś w pozostałych pierwszym i korespondencyjnym. Jeden z artykułów ukazał się w czasopiśmie z listy JCR – *Polymers* (if=3,364, pkt. MNiSW=40), cztery w *World Scientific News* (pkt. MNiSW=6), dwa w *Opakowanie* (pkt. MNiSW=5) zaś jeden został przyjęty do druku w *Folia Pomeranae Universitatis Technologiae Stetinensis* (pkt. MNiSW=10). Znaczący (70 – 90 %) i możliwy do wyodrębnienia, indywidualny wkład pracy mgr inż. Łukasza Łopusiewicza, przy planowaniu doświadczeń, wykonaniu badań oraz opracowywaniu publikacji współautorskich potwierdzają, załączone do dysertacji oświadczenia współautorów.

Dysertacja doktorska mgr inż. Łukasza Łopusiewicza stanowi oryginalne opracowanie naukowe dotyczące problemu określenia możliwości modyfikacji wybranych właściwości biofizykochemicznych i funkcjonalnych foli PLA, PE, BOPP, PET i żelatynowych skutkiem zastosowania melanin pozyskiwanych z biomasy trzonów owocników pieczarki dwuzarodnikowej – *Agaricus bisporus*, owocników tęgoskóra cytrynowego – *Scleroderma citrinum* oraz ryzomorfów opieńki miodowej – *Armillaria mellea*.

2. Charakterystyka formalna i ocena metodyczna

Praca ma typowy, jak dla rozpraw doktorskich realizowanych w oparciu o spójny tematycznie zbiór publikacji, układ struktury podziału treści. Obejmuje on wstęp, przegląd piśmiennictwa uzasadniający podjęcie badań, cel, zakres pracy i hipotezy badawcze, materiał i metody, omówienie wyników prezentowanych w publikacjach, podsumowanie i wnioski oraz spis piśmiennictwa. Integralną składową dysertacji stanowią załączone na jej końcu kserokopie publikacji wykorzystanych do jej opracowania oraz oświadczenia współautorów.

Treść pracy jest zgodna z jej tytułem, zaś problematyka poruszana w ramach poszczególnych rozdziałów odzwierciedla informacje zawarte w publikacjach wykorzystanych do jej opracowania. Autor zachował poprawne proporcje wielkości rozdziałów. Przyjęte przez Doktoranta forma jak i sposób omówienia wyników cechuje lapidarność przekazu treści, konsekwencja i logika naukowa, co umożliwia właściwe rozumienie prezentowanych treści.

Zakres będących przedmiotem dysertacji badań obejmował procesy pozyskiwania i oczyszczania melanin z trzech ww. rodzajów biomasy grzybowej oraz ocenę właściwości fizykochemicznych otrzymywanych produktów finalnych. W porównaniu do syntetycznej L-DOPA malaniny, eksperymentalnie izolowane melaniny natywne i oczyszczone, poddano

ocenie rozpuszczalności w wodzie i wybranych rozpuszczalnikach organicznych. Określono ich potencjał przeciwutleniający, barwę a także poddano analizie spektroskopowej w zakresie UV-Vis (200-800 nm) oraz analizie spektroskopii FT-IR i Ramana. Metodą dyfuzyjno-dołkową oceniono również właściwości przeciwdrobnoustrojowe eksperymentalnych izolatów.

W kolejnej fazie badań wytworzono metodą powlekania modyfikowane formy folii PLA, PET, BOPP i PET stosując do modyfikacji roztwory powłokotwórcze sporządzane na bazie chitozanu lub skrobi hydroksypropyloowanej i zawierające eksperymentalnie oczyszczone melaniny. Dla doświadczalnie powlekanych folii oznaczono zawartość polifenoli (met. Folina-Ciocalteu), właściwości przeciwutleniające (met. DPPH), fizyczne parametry barwy wg standardu CIE $L^*a^*b^*$, właściwości barierowe wobec promieniowania UV-Vis (pomiar transmitancji).

W ramach pracy doktorskiej wykonano również na bazie plilaktydu PLA lub żelatyny materiały kompozytowe zawierające dodatki doświadczalnie pozyskiwanych melanin. Eksperymentalnie wytwarzane na bazie PLA materiały kompozytowe poddano: ocenie wytrzymałości mechanicznej (Zwick-Róell), dynamicznej analizie mechanicznej (DMA), analizie barierowości względem pary wodnej (met. WVTR), ocenie cech powierzchni (pomiar kąta zwilżania), analizie DSC, analizom spektroskopowym – UV-Vis, FT-IR, Ramana, pomiarom fizycznych parametrów barwy w systemie CIE $L^*a^*b^*$, analizie właściwości przeciwutleniających (ABTS) oraz ocenie właściwości przeciwdrobnoustrojowych. Do określenia efektywności modyfikacji dodatkami eksperymentalnie pozyskiwanych melanin folii żelatynowych zastosowano następujące testy i analizy: pomiary wytrzymałości mechanicznej, pomiary rozpuszczalności, pomiary przepuszczalności tlenu (met. kulometryczna), pomiary przepuszczalności pary wodnej WVTR (met. grawimetryczna), pomiary kąta zwilżania, oznaczenia zawartości polifenoli (met. Folina-Ciocalteu), analizę właściwości przeciwutleniających (ABTS), analizy właściwości przeciwdrobnoustrojowych, pomiary fizycznych parametrów barwy w systemie CIE $L^*a^*b^*$, analizy spektroskopowe – UV-Vis, FT-IR, Ramana.

Eksperymentalnie wytwarzane kompozytowe folie żelatynowe z 0,1%, 0,5% i 1% udziałem melanin zastosowano do pakowania smalcu składowanego przez 21 dni. Do oceny skuteczności zastosowania eksperymentalnych powłok na dynamikę zmian oksydacyjnych w przechowywanym smalcu wykorzystano oznaczenia liczby nadtlenkowej, liczby jodowej i kwasowej.

Zastosowane do rozwiązywania problemów będących przedmiotem dysertacji metody analityczne oraz modele eksperymentów pod kątem doboru czynników zmienności, ich poziomów i powtórzeń, należy uznać za właściwe i umożliwiające realizację założonych celów badawczych. Materiał do badań był pozyskiwany i dobrany prawidłowo pod względem przydatności analitycznej, zaś wyniki doświadczeń poddano analizie statystycznej.

3. Ocena merytoryczna

Problematykę pracy doktorskiej mgr inż. Łukasza Łopusiewicza, w relacji do obecnego stanu wiedzy nauki o polimerach i biopolimerach, zaliczyć należy do obszarów badań stosowanych z elementami badań przemysłowych o charakterze eksperymentalnym. Rezultaty tego typu badań są z założenia dedykowane zwłaszcza aplikacjom praktycznym, szczególnie modyfikowaniu – doskonaleniu rozwiązań technologicznych oraz poprawie jakości lub funkcjonalności produktów. W powyższym kontekście, recenzowana praca stanowi istotne dopełnienie dotychczasowych osiągnięć nauki i praktyki w tym zakresie a jej wyniki mogą znaleźć zastosowania praktyczne. Problematyka badawcza będąca przedmiotem rozprawy doktorskiej jest nowatorska szczególnie w zakresie metod otrzymywania i oczyszczania melanin z biomasy pochodzenia grzybowego. Opracowane w tym obszarze procedury postępowania, jak również metody wytwarzania materiałów opakowaniowych z dodatkami eksperymentalnie pozyskiwanych melanin, uznać należy za oryginalne osiągnięcie Doktoranta.

Podjęcie problematyki będącej przedmiotem rozprawy zostało określone i uzasadnione we wstępie, oraz celu badań, poprzez źródłowe przytoczenia dotychczasowych osiągnięć nauki i praktyki w tej dziedzinie. Dokonane przez Doktoranta przeglądy literaturowe jak i dyskusje wyników prezentowanych w publikacjach stanowiących bazę dysertacji doktorskiej potwierdzają Jego szeroką wiedzę teoretyczną z zakresu nauki o polimerach i biopolimerach. Hipotezy badawcze i cel pracy zostały sformułowane jednoznacznie i przejrzysto, co stworzyło warunki do prawidłowego zaprojektowania układów doświadczeń oraz doboru metod analitycznych zapewniających skuteczne i efektywne rozwiązanie zdefiniowanych problemów badawczych. Weryfikacji hipotez badawczych Doktorant dokonał w oparciu o wykonanie szeregu doświadczeń, w których do sprawdzenia postawionych hipotez wykorzystał wyżej omówione metody analityczne i pomiarowe.

Zastosowany do realizacji prac badawczych warsztat analityczno-pomiarowy uznać należy za nowoczesny i adekwatny do założonych celów. Sposób opracowania, interpretacja wyników i ich dyskusja zostały przeprowadzone prawidłowo. Na tej podstawie Doktorant dokonał podsumowania rezultatów badań stanowiących przedmiot dysertacji, formułując najistotniejsze stwierdzenia i konkluzje zawierające odpowiedzi na postawione hipotezy. Wszystko to wskazuje, że Doktorant posiada umiejętności samodzielnego planowania eksperymentów, ich organizacji, wykonania oraz analizy danych. Uzyskane przez mgr inż. Łukasza Łopusiewicza wyniki są wartościowe pod względem poznawczym i aplikacyjnym.

Recenzowana rozprawa doktorska stanowi oryginalne i nowatorskie opracowanie naukowe z zakresu wytwarzania biopolimerowych materiałów o ukierunkowanych właściwościach biofizykochemicznych. Praca stanowi istotny wkład do wiedzy z obszaru wytwarzania biodegradowalnych materiałów o unikatowych właściwościach funkcjonalnych, które mogą znaleźć zastosowanie do pakowania żywności. Uważam, że mgr inż. Łukasz

Łopusiewicz w przedstawionej do recenzji rozprawie doktorskiej zweryfikował skutecznie i poprawnie postawione hipotezy badawcze oraz osiągnął przyjęty cel naukowy.

Powyższe konstatacje potwierdza dodatkowo ranga czasopism naukowych (*Polymers, Folia Pomeranae Universitatis Technologiae Stetinensis, World Scientific News, Opakowanie*), w których opublikowane przez Autora dysertacji wyniki badań uzyskały pozytywne recenzje.

4. Uwagi szczegółowe i zagadnienia do dyskusji

Pomimo, iż przedstawiona do oceny rozprawa, całościowo jest poprawnie przygotowana pod względem edytorskim, Autorowi nie udało się uniknąć błędów, nieścisłości i potknięć językowych, których wybiórczą listę z obowiązku recenzenta zamieszczam poniżej:

- Str. 15¹⁸ i kilka innych – błędy językowe merytoryczne – niepoprawne opisy chromatycznych parametrów barwy i ich zmienności. np. – „... spowodowały wzrost parametru a (w kierunku barwy czerwonej) w obu rodzajach folii.” winno być – spowodowały wzrost wartości parametru a* tj. udziału składowej barwy czerwonej w ogólnym tonie barwy w obu rodzajach folii.”.
- Str. 11¹⁴ – błąd językowy merytoryczny – „...suszeno w temperaturze 105 °C do stałej wagi).”.
- Str. 12₉ – błąd językowy logiczny – „Dla wszystkich folii oznaczono zawartość polifenoli w powłokach...”.
- Str. 12₁₄ – błąd językowy logiczny – „Próbie kontrolną stanowiły układy powłokotwórcze chitozanu i skrobi z dodatkiem DMSO, pozbawione melanin”.
- Str. 13₂ – błąd językowy merytoryczny – ... oznaczono liczby; kolejno ponadtlenukową (POV), jodową (IV) oraz kwasową (AV).”.
- Str. 14¹⁷ – błąd językowy ” – „...pozytywny wynik reakcji na polifenole”.
- Str. 16¹⁸ wypowiedź sformułowana błędnie językowo – „... natomiast zaobserwowano, że wraz ze wzrostem melanin w matrycy polimeru wzrastały zarówno właściwości przeciwutleniające folii jak i ilość grup polifenolowych występujących na powierzchni materiału.”.
- Str. 16₈ błąd językowy merytoryczny – Zaobserwowano nieznaczny spadek przepuszczalności względem pary wodnej (nieistotny statystycznie),...”.

Wypełniając w pełni obowiązki recenzenta i w nawiązaniu do całości ocenianej pracy, proszę Doktoranta, aby w czasie obrony odniósł się do poniżej sformułowanych kwestii:

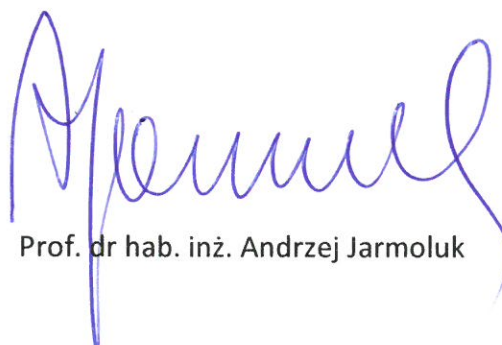
- Proszę o przedstawienie zakresu znaczeniowego pojęć – „wnioski” oraz „obserwacje”.
- Czy w związku z powyższym poczyniłby Pan jakieś zmiany w rozdziale 6. Wnioski...?
- Z czego wynika niespójność zapisu prezentowanego w publikacjach i pracy doktorskiej symboli fizycznych parametrów barwy?

- Proszę o wskazanie – wyniki których parametrów analitycznych prezentowanych w publikacjach P7 i P8 poddano analizie wariancji?
- Z jaką precyzją i pewnością można stwierdzać różnice pomiędzy grupami wyników, w oparciu o wartości średnich i odchyłeń standardowych?
- Proszę o wyrażenie poglądu na temat możliwości stosowania dimetylosulfotlenku, jako składnika folii przeznaczonych do pakowania żywności.

5. Podsumowanie i wniosek końcowy

W podsumowaniu stwierdzam, że przedstawiona do oceny praca doktorska mgr inż. Łukasza Łopusiewicza nie budzi zastrzeżeń merytorycznych. Wymienione powyżej nieliczne uchybienia występujące w rozprawie, nie pomniejszają jej wartości poznawczej i aplikacyjnej. Powinny służyć doskonaleniu umiejętności oraz naukowego warsztatu pracy Autora. Całość ocenianego opracowania świadczy o dobrej znajomości zagadnień będących przedmiotem badań Doktoranta, który wykazał się wiedzą i umiejętnościami z zakresu identyfikowania problemów badawczych, planowania doświadczeń i ich rozwiązywania z zastosowaniem odpowiednio dobranych metod analitycznych. Przedstawiona do oceny rozprawa jest opracowaniem prezentującym oryginalne podejście do przedmiotu badań oraz świadczącym o kompetencjach Doktoranta dotyczących analizy, omawiania i dyskusji wyników oraz ich dokumentowania w formie przyjętej dla publikacji naukowych.

Uwzględniając powyższe stwierdzam, że dysertacja mgr inż. Łukasza Łopusiewicza spełnia warunki określone w art. 13 ust. 1 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki – (Dz. U. z 2017 poz. 1789). Stawiam zatem wniosek do Rady Wydziału Nauk o Żywności i Rybactwa Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie o dopuszczenie mgr inż. Łukasza Łopusiewicza do publicznej obrony.



Prof. dr hab. inż. Andrzej Jarmoluk