

Lublin, 17.01.2025

prof. dr hab. Michał Świeca
Katedra Biochemii i Chemii Żywności
Wydział Nauk o Żywności i Biotechnologii
Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Adonisa Hilal

pt. „Hydrożele białkowo-polisacharydowe w projektowaniu innowacyjnych układów strukturotwórczych i nośników substancji bioaktywnych”
wykonanej pod kierunkiem dr hab. Małgorzaty Wroniak, prof. SGGW
i promotor pomocniczej dr inż. Anny Florowskiej

Podstawa prawna: Ustawa z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2023 r. poz. 742 z późn. zm.)

Podstawą opinii jest pismo prof. dr hab. Mirosława Słowińskiego, Przewodniczącego Rady Dyscypliny Technologia Żywności i Żywnienia z dnia 19-11-2024

Uzasadnienie podjęcia tematyki badawczej oraz ocena formalna pracy

Hydrożele dzięki swoim unikalnym właściwościom znajdują szerokie zastosowanie w wielu dziedzinach przemysłu stanowiąc istotny element strukturalny nowych, innowacyjnych grup produktów. W medycynie, farmacji i kosmetologii stanowią unikalną matrycę dla substancji aktywnych, wpływając na funkcjonalność leków, tworząc strukturę opatrunków oraz implantów. W przemyśle spożywczym są stosowane m.in. jako komponenty przyjaznych środowisku opakowań, jednak głównie stanowią czynnik strukturotwórczy, pozwalający na uzyskanie charakterystycznej konsystencji wybranych grup środków spożywczych. Nieliczne badania z ostatnich lat wskazują, że możliwym jest zaprojektowanie nowych układów żelotwórczych z wykorzystaniem zróżnicowanych składników, które prócz zapewnienia pożądanej struktury mogą istotnie wpływać na wartość odżywczą i właściwości

prozdrowotne produktów. Nowym i obiecującym aspektem wykorzystania hydrożeli spożywczych jest użycie ich jako nośników substancji bioaktywnych, a tym samym rozwinięcie ich roli w technologii żywności specjalnego przeznaczenia żywieniowego (fortyfikacja i suplementacja żywności). Z uwagi na dotychczasowe ograniczone zastosowanie hydrożeli w nowoczesnej technologii żywności niezwykle istotnym jest prowadzenie pogłębionych badań o charakterze poznawczym i aplikacyjnym. W świetle powyższego uważam, że podjęta tematyka jest aktualna, a oceniana dysertacja uzupełnia istniejącą i dostarcza nowej wiedzy w zakresie tematu.

Przedstawione do oceny opracowanie zostało przygotowane zgodnie z zasadami przyjętymi dla dysertacji doktorskiej, które jasno definiuje ust. 3, art. 187 Ustawy. Praca rozpoczyna się streszczeniami w języku polskim i angielskim (zgodne z ust. 4 art. 187 Ustawy), które zwięźle przedstawiają tło badań oraz główne wyniki i konkluzje. W następnej kolejności Autor przedstawia listę publikacji wchodzących w skład rozprawy doktorskiej oraz wykaz skrótów używanych w opracowaniu. Zgodnie z wykazem podstawę rozprawy doktorskiej mgr inż. Adonisa Hilal pt. „Hydrożele białkowo-polisacharydowe w projektowaniu innowacyjnych układów strukturotwórczych i nośników substancji bioaktywnych”, stanowi zbiór 4 prac opublikowanych w latach 2022-2024 w czasopismach indeksowanych w Journal Citation Reports:

P1: Hilal, A.*; Florowska, A.; Wroniak, M.: 2023. Binary Hydrogels: Induction Methods and Recent Application Progress as Food Matrices for Bioactive Compounds Delivery — A Bibliometric Review. *Gels*, 9(1), 68.

P2: Hilal, A.*; Florowska, A.; Florowski, T.; Wroniak, M.: 2022. A Comparative Evaluation of the Structural and Biomechanical Properties of Food-Grade Biopolymers as Potential Hydrogel Building Blocks. *Biomedicines*, 10(9), 2106.

P3: Hilal, A.*; Florowska, A.; Domian, E.; Wroniak, M.: 2024. Binary Pea Protein-Psyllium Hydrogel: Insights into the Influence of pH and Ionic Strength on the Physical Stability and Mechanical Characteristics. *Gels*, 10(6), 401.

P4: Hilal, A.*; Florowska, A.; Florowski, T.; Rybak, K.; Domian, E.; Szymański, M.; Wroniak, M.: 2024. Effects of Sequential Induction Combining Thermal Treatment with Ultrasound or High Hydrostatic Pressure on the Physicochemical and Mechanical Properties of Pea Protein–Psyllium Hydrogels as Elderberry Extract Carriers. *International Journal of Molecular Sciences*, 25(16), 9033.

Wszystkie publikacje wchodzące w skład dysertacji są pracami wieloautorskimi, w których Pan Hilal jest pierwszym autorem oraz autorem korespondencyjnym. Udział Kandydata w ich powstawaniu został określony procentowo i wynosił od 65 do 80%. Dodatkowo zakres prac wykonanych przez Pana Hilal i współautorów został jasno opisany i potwierdzony w załączonych oświadczeniach. Zgodnie z przedstawionymi informacjami Kandydat brał udział w tworzeniu koncepcji badań, planowaniu doświadczeń, doborze metod badawczych i przeprowadzeniu doświadczenia, opracowaniu i interpretacji wyników oraz przygotowaniu wstępnej i ostatecznej wersji manuskryptu. W rozdziale „Wstęp i Przegląd piśmiennictwa” Doktorant dokonuje przeglądu literatury (strony 24-37) skupiając się na podsumowaniu aktualnej wiedzy z zakresu tematu oraz spójnym sformułowaniu swoich badań na jej tle. Jasno zdefiniowany cel badań oraz hipotezy badawcze z odnośnikami do konkretnych manuskryptów, gdzie znajdują się badania służące do ich weryfikacji, wskazują na dojrzałość naukową Aplikanta i koncepcyjne podejście do projektu. W dalszej kolejności przedstawiono metodologię badań, w której na podkreślenie zasługuje graficzne przedstawienie etapów badań, co ukazuje ich wzajemne powiązania i wskazuje konsekwencję w realizacji projektu doktorskiego. Choć w przypadku opisów niektórych procedur wydają się one być zbyt ogólne i lakoniczne, wydaje się to być akceptowalne w sytuacji, gdy pełne opisy znajdują się w manuskryptach. Dysertacja zawiera również rozdział „Omówienie i dyskusja wybranych wyników” (strony 51-78), w którym Autor odnosząc się do kolejnych publikacji przedstawia najważniejsze osiągnięcia oraz dokonuje ich krytycznej dyskusji. Odnosząc się do tej części, jak również do sformułowania oddzielnej hipotezy 1, wydaje mi się zbyt ogólnym i zbyt szczegółowym opisywanie metodologii przygotowywania pracy przeglądowej. Oczywiście praca jest ważna, gdyż potwierdza ogólną wiedzę Kandydata i potrzebę podjęcia tematyki badawczej, jednak nie uważam, że zasługuje aż na taką uwagę. Całość osiągnięcia została posumowana w 6 wnioskach (strony 79-80) odnoszących się do założonych celów badań, z których 2 pierwsze znowu odnoszą się do wspomnianej kwerendy. Spis literatury zawiera aż 176 pozycji literaturowych opublikowanych głównie w ostatnich latach w czasopiśmie tradycyjnie publikującym badania z zakresu technologii żywności i żywienia. W jednym z ostatnich rozdziałów (strony 101-105) zawarta została ocena dotychczasowego dorobku naukowego Doktoranta, na który składa się m.in. 15 publikacji naukowych, liczne doniesienia konferencyjne, nagrody i wyróżnienia.

Ocena merytoryczna pracy

We „Wstępie” Autor przedstawia tło projektu doktorskiego, w szczególności skupiając się na roli i potencjalnych aplikacji hydrożeli w technologii żywności. Kolejno charakteryzuje najczęściej używane surowce, opisuje mechanizmy formowania struktury oraz zagadnienia technologiczne związane z indukcją procesu żelowania. Część ta w sposób wyczerpujący przedstawia dotychczasową wiedzę jednocześnie wskazując potencjalne kierunki dalszych badań (również tych zawartych w dysertacji) i potwierdza szeroką wiedzę Aplikanta. W części tej Autor nie ustrzegł się drobnych błędów edytorskich oraz użycia kolokwializmów (np. „...pełny profil niezbędnych aminokwasów...”- str. 28, „...zdrowe funkcjonowanie okrężnicy...”-str. 31, „...indukcja hydrożeli...”-str. 33). Niezbyt fortunnym, w moje ocenie, jest używanie terminu babka płesznik/psyllium w odniesieniu do preparatu uzyskanego z łuki nasion tej rośliny. Pomimo faktu, że do produkcji binarnych hydrożeli użyto komercyjnych substratów zasadnym wydaje się także ich wcześniejsza charakterystyka. Jest to niezwykle istotne w przypadku składników niejednorodnych takich jak izolaty białkowe z roślin strączkowych lub preparat *psyllium*. W zależności od technologii izolaty białka sojowego lub grochu mogą zawierać dodatki polisacharydowe (białka zapasowe roślin strączkowych to glikoproteiny) lub składniki nieorganiczne (sole). Podobnie w przypadku maltodekstryny i inuliny stopień polimeryzacji może odgrywać istotną rolę. Prosiłbym o komentarz w tym zakresie i jeśli to możliwe przybliżenie potencjalnych konsekwencji „technologicznych” wynikających z tych różnic w wyjściowym składzie mieszaniny użytej do produkcji hydrożeli.

Jak już nadmieniono we wcześniejszej części recenzji, podstawę rozprawy doktorskiej Pana Hilal stanowi zbiór 4 spójnych tematycznie opracowań. Z uwagi na fakt, że wyniki badań zostały już poddane recenzji na etapie publikacji, w tej części opinii chciałbym się głównie skupić na ich znaczeniu dla rozwoju wiedzy, zaś w ograniczonym zakresie na bezpośrednich danych liczbowych. Praca przeglądowa, opublikowana w czasopiśmie *Gels*, prócz przytaczanych w „Przeglądzie literatury” treści, charakteryzuje najnowsze osiągnięcia w zakresie metod indukowania struktury hydrożeli oraz ich zastosowania jako matryc spożywczych lub nośników dla ukierunkowanego dostarczania związków bioaktywnych. Artykuł przedstawia również perspektywy wykorzystania białek i polisacharydów roślinnych oraz tych pochodzących ze źródeł alternatywnych do projektowania układów funkcjonalnych o pożądanym cechach.

Kolejne trzy manuskrypty zawierają badania powalające na weryfikację pozostałych założonych hipotez badawczych (H2-H4). Pomimo faktu, że hipoteza 2 odnosi się jedynie do oceny synergicznego działania białek grochu i polisacharydów z babki płesznik w otrzymywaniu binarnych hydrożeli o korzystnych właściwościach fizykochemicznych w dysertacji przedstawiono szeroką charakterystykę wybranych substratów białkowych i polisacharydowych, co pozwoliło na wybór wariantów recepturowych do dalszych badań - układ białka grochu/ preparat *psyllium*. Stwierdzono, że hydrożele oparte na białkach grochu, gumie gellan, gumie konjac i preparacie *psyllium* miały podobne właściwości strukturalne i biomechaniczne, podczas gdy hydrożel otrzymany z inuliny charakteryzował się największą różnorodnością w zakresie analizowanych właściwości (wykluczono jak substraty strukturotwórcze białka pszenicy, maltodekstrynę i gumę tara). W kolejnym etapie (wyniki opublikowane w czasopiśmie Gels) wykazano, że zmiana odczynu środowiska i siły jonowej dywersyfikuje właściwości hydrożeli otrzymanych na bazie białek grochu i preparatu *psyllium*. Żele otrzymane w układach w niskich wartościach pH były słabe i łatwo rozprowadzalne, jednak ich strukturę, elastyczność i stabilność istotnie poprawiało zwiększenie siły jonowej. Zwieńczenie projektu doktorskiego stanowią wyniki dotyczące wpływu sekwencyjnej indukcji procesu żelowania (obróbka cieplna + ultradźwięki lub wysokie ciśnienie hydrostatyczne) na właściwości fizykochemiczne i mechaniczne hydrożeli i ich użyteczność jako nośnika dla frakcji polifenolowej czarnego bzu. Zastosowanie obróbki wysokociśnieniowej w drugim etapie otrzymywania żelu, pomimo obniżenia stabilności układu, pozwoliło uzyskać struktury o wysokiej zdolności wiązania antocyjanów, co znalazło odzwierciedlenie we wzroście ich potencjału przeciwutleniającego. Co istotne, analizy mikroskopowe i spektroskopowe struktury hydrożeli pozwalają postulować o interakcjach zachodzących w matrycy. W każdym z manuskryptów, wyniki zostały wnikliwie przedyskutowane oraz skonfrontowane z badaniami innych naukowców. Podjęta przez Doktoranta próba wyjaśnienia mechanizmów zmian i zachodzących zależności potwierdza jego dojrzałość naukową. W oparciu o analizę części teoretycznej rozprawy doktorskiej oraz manuskryptów, kluczową rolę Doktoranta w realizacji projektu doktorskiego oraz jego dotychczasową aktywność naukową mogą jednoznacznie stwierdzić, że posiada On umiejętności w zakresie samodzielnego prowadzenia pracy naukowej oraz ogólną wiedzę teoretyczną w dyscyplinie nauk o żywności i żywieniu, a tym samym spełnia warunek zawarty w ust. 1, Art. 187 Ustawy.

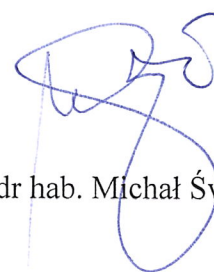
Generalnie manuskrypty przygotowano z dużą dbałością, jednakże Autor nie ustrzegł się drobnych błędów interpunkcyjnych i edytorskich. Z obowiązku recenzenta oraz ciekawości naukowej prosiłbym Doktoranta o odniesienie się do poniższych zagadnień:

- Czy w 2 etapie badań (ocena użyteczności substratów) kontrolowano pH podczas wytwarzania żeli?
- Czy w etapie 3 brano pod uwagę zastosowanie narzędzi statystycznych np. RSM do optymalizacji w zakresie pH i siły jonowej, co pozwoliłoby na przetestowanie szerszego zakresu zmiennych (np. pH 2-10). Można przypuszczać, że obserwowane obniżenie stabilności otrzymanych hydrożeli jest związane z rozpuszczalnością białek grochu ($pI \pm 4.5$).
- Czy mógłby Pan przybliżyć metodologię wyznaczania zdolności wiązania ekstraktów [P4]. Czy zastosowanie wirowania nie wpływało negatywnie na strukturę hydrożeli powodując „wyciek” frakcji antocyjanowej i niedoszacowanie wyniku?
- Zwracam uwagę na niezgodności w sposobie wyrażania i wyników dotyczących zawartości polifenoli w manuskrypcie [P4] i opisie wyników w dysertacji - (g vs 100 g; Tabela 3 P4 vs Rysunek 23- wartości).

Oczywiście każdy projekt doktorski rozwiązuje założony problem naukowy, ale ważnym jest także aby skłaniał on do stawiania nowych pytań i tym samym wytyczał nowe kierunki badań. Przedstawiona do oceny dysertacja niewątpliwie należy do tego typu opracowań. Przedstawione badania nad binarnymi hydrożelami spożywczymi otwierają nowe możliwości w projektowaniu żywności. Uzyskane wyniki mogą zostać wykorzystane do opracowania innowacyjnych, funkcjonalnych układów kształtujących strukturę produktów stanowiących matrycę dla substancji bioaktywnych. Podsumowując, wnikliwa analiza zarówno pracy doktorskiej jak i manuskryptów, pozwala mi stwierdzić, że zakładane cele projektu doktorskiego zostały osiągnięte, a dysertacja stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego (ust. 2, Art. 187 Ustawy). Aplikant umiejętnie połączył ze sobą zagadnienia z zakresu technologii żywności, chemii analitycznej oraz nauk pokrewnych, a uzyskane wyniki są wartościowe pod względem poznawczym i potencjalnie aplikacyjnym. W tym miejscu, chciałbym podkreślić, że nieliczne uwagi i komentarze przedstawione w mojej recenzji mają charakter dyskusyjny i nie wpływają na wysoką ocenę merytoryczną badań.

Wniosek końcowy

Przedstawiona do recenzji dysertacja mgr Adonisa Hilal pt. „Hydrożele białkowo-polisacharydowe w projektowaniu innowacyjnych układów strukturotwórczych i nośników substancji bioaktywnych” spełnia warunki określone w art. 13. Ust. 1-4 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i Nauce (Dz. U. z 2023, poz. 742 z zm.) i wnioskuję od Wysokiej Rady o dopuszczenie jej Autora do dalszych etapów przewodu doktorskiego.



prof. dr hab. Michał Świeca

UNIVERSITATEA DE TIȘNEA
Facultatea de Științe și Inginerie
Catedra Biologiei și Chimiei Organice
20-704 Ludin, ul. Siretului 8
tel./fax: 081.462.33.24, sfx. post. 139
E-mail: biologie@utisnea.ro
V40/12024 / 2025

R

(00)659007734408492107


Pocztą Polska _____ zł _____ gr
Opłata pobrana _____

2024

POLECONY
PRIORITAIRE



OPŁATA POBRANA
TAXE PERÇUE - POLIGNE
Umowa z Pocztą Polską S.A.
ID nr 569650/1

RPL/1697/2025 N

Data: 2025-01-22

KANCELARIA GROMA SGGW
2025-01-22
WAPYNIĘZO DNIA -7-

Szkol = Citarea Gospodăriei Miștinii
w Muzeei
Institutului Nou și Zgărnice
Sărbătorii
al. Nouășynovske 158C
02-776 Muzeei