

Wrocław, dn. 07.04.2017 r.

Prof. dr hab. inż. Jerzy Jan Pietkiewicz, prof. zw.

Katedra Biotechnologii i Analizy Żywności
Instytut Chemii i Technologii Żywności
Wydział Inżynieryjno-Ekonomiczny
Uniwersytet Ekonomiczny we Wrocławiu
53-345 Wrocław, ul. Komandorska 118/120

Recenzja rozprawy doktorskiej

Pani mgr inż. Katarzyny Sujki pt. „Zastosowanie spektroskopii FT-IR do identyfikacji oraz wykrywania zafalszowań wybranych napojów spirytusowych”

**wykonanej w Katedrze Chemii na Wydziale Nauk o Żywności
Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie
pod opieką promotorską Pana dr. hab. Piotra Koczonia**

1. Dobór i znaczenie tematu

Powszechnie stosowane w badaniach produktów żywnościowych oraz w kontroli i sterowaniu przebiegiem procesów technologicznych ich produkcji analityczne metody laboratoryjne często są bardzo czasochłonne i kosztowne, a do ich przeprowadzenia konieczne jest użycie drogiej aparatury. Długi czas oczekiwania na wyniki analiz nie pozwala na szybką korektę składu mieszaniny reakcyjnej i na szybką korektę warunków przebiegu procesu technologicznego.

Zastosowanie szybkich, bezpośrednich metod instrumentalnych umożliwia uzyskanie w krótkim czasie informacji o aktualnym składzie mieszaniny reakcyjnej i o parametrach przebiegu procesu technologicznego.

Metody spektroskopowe stanowią interesującą alternatywę dla tradycyjnych analiz laboratoryjnych stosowanych w ocenie składu jakościowego i ilościowego oraz ocenie autentyczności produktów spożywczych.

Do instrumentalnych metod analitycznych należy m.in. spektroskopia w podczerwieni z transformacją Fouriera (FTIR – *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*). Jest to szybka, prosta w obsłudze, wygodna i niedestrukcyjna metoda pomiarowa pozwalająca na analizę składu jakościowego i ilościowego różnych produktów, również produktów spożywczych.

A zatem prowadzenie badań dotyczących możliwości wykorzystania spektroskopii w podczerwieni (FTIR) do identyfikacji, badania składu i wykrywania zafałszowań wyrobów spirytusowych jest jak najbardziej pożądanym kierunkiem badań.

W ramach ocenianej rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Katarzyna Sujka podjęła próbę zastosowania pomiarów spektralnych uzyskanych za pomocą spektroskopii w podczerwieni (FTIR) do analizy składu chemicznego wódek i whisky w celu ich identyfikacji oraz badania ich jakości i autentyczności.

Katedra Chemii działająca na Wydziale Nauk o Żywności Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie jest wyposażona w odpowiednią aparaturę naukową do wykonywania tego typu badań, a liczne grono wybitnych naukowców jest gwarantem wysokiego poziomu badań. Należy zatem uznać za właściwy wybór nie tylko tematu, ale również miejsca wykonywania badań, a podjęta przez Panią mgr inż. Katarzynę Sujkę tematyka badawcza mogła być z powodzeniem i na wysokim poziomie zrealizowana w tej Katedrze.

2. Ocena rozprawy pod względem formalnym

Przedłożona do oceny rozprawa doktorska Pani mgr inż. Katarzyny Sujki obejmuje 206 stron i zawiera: spis treści; 22 tabele; 135 rysunków; krótkie streszczenia w języku polskim i angielskim; „Wstęp” – 2 strony; część teoretyczną pt. „Przegląd piśmiennictwa” – 27 stron; określenie problemu naukowego – „Cel i zakres pracy” – 2 strony, część metodyczną noszącą nazwę „Materiał i metodyka badań” – 8 stron; „Omówienie i dyskusja wyników” – 122 strony; „Podsumowanie i wnioski” – 2 strony (w tym 6 wniosków); spis piśmiennictwa - zawierający 207 pozycji; „Aneks” - zawierający 3 tabele i 2 rysunki. W końcowej części rozprawy Autorka przedstawiła wykaz Swojego dorobku naukowego.

Na początku rozprawy Autorka zamieściła niekompletny i niealfabetyczny wykaz skrótów i akronimów. Brakuje spisu: rysunków i tabel zawartych w tekście rozprawy i w aneksie. Liczba stron, na których zaprezentowano treść rozprawy byłaby mniejsza, gdyby Autorka po zapowiedzeniu w tekście rozprawy rysunk/u/ów lub tabel/i/ dalej kontynuowała pisanie tekstu rozprawy, zamiast pozostawiać niezapisane części stron.

Tytuł rozprawy odzwierciedla jej treść, cel i zakres przeprowadzonych badań. Układ pracy jest odpowiedni dla rozpraw doktorskich.

Rozprawa została napisana dosyć trudnym, mocno „zmatematyzowanym”, mało przystępnym językiem. Duża ilość zastosowanych w tekście skrótów i akronimów oraz niepełny ich wykaz na początku rozprawy wymagają od czytelnika dużego wysiłku w jej czytaniu, analizie prezentowanych wyników badań i ocenie przedstawionych wniosków.

W treści rozprawy Autorka stosuje szereg niezdefiniowanych i niejednoznacznych pojęć - np.: na stronie 64 - spirytus handlowy, wódki komercyjne; na stronie 65 i innych - destylat rolniczy, bimber. Mam zastrzeżenia do sposobu prezentacji większości rysunków (np. rys. 16 – 35). Brak jednostek miary na osiach wykresów oraz używanie w opisie rysunków skrótów (np. ETANOL_W_1; ETANOL_W_1_m), które nie zostały zdefiniowane w Wykazie skrótów i akronimów, ani w części metodycznej rozprawy, stawia duże trudności czytelnikowi we właściwym zrozumieniu i interpretacji wyników badań.

Na końcu rozprawy Autorka składa oświadczenie, cytuję „Nie wyrażam zgody na udostępnianie mojej pracy w czytelnich Biblioteki SGGW”. W związku z tym zadaję Autorce pytania:

- Czym, jakimi przesłankami Pani uzasadnia niewyrażenie zgody na udostępnianie rozprawy?
- Czy przygotowując się do napisania Swojej rozprawy doktorskiej oglądała Pani rozprawy doktorskie innych autorów?
- Czy przed publiczną obroną rozprawa była udostępniona dla zainteresowanych czytelników i gdzie można było zapoznać się z jej treścią?

Przedstawione uwagi mają charakter redakcyjny i zalecam wzięcie ich pod uwagę przy publikowaniu fragmentów rozprawy.

Stwierdzam, że Autorka wykazała się opanowaniem techniki pisania rozpraw naukowych i przedłożona do oceny praca spełnia ogólne wymagania formalne stawiane rozprawom doktorskim przez osoby ubiegające się o nadanie stopnia naukowego doktora Nauk rolniczych w zakresie Technologii żywności i żywienia.

3. Ocena rozprawy pod względem merytorycznym

Po krótkim „Wstępie”, w rozdziale pt. „Przegląd piśmiennictwa”, Autorka dokonuje kompleksowego przeglądu piśmiennictwa dotyczącego:

- spektroskopii w podczerwieni i kierunków jej zastosowań w badaniu żywności, a zwłaszcza w badaniu napojów spirytusowych,
- definicji wódek i whisky, regulacji prawnych i wymagań jakościowych oraz składu chemicznego wódek i whisky.

Przedstawiony przegląd stanu wiedzy, poparty cytowaniem licznych prac z ostatnich 15 lat, dobrze wprowadza czytelnika w doświadczalną część rozprawy i jednocześnie uzasadnia cel i zakres podjętych badań eksperymentalnych opisanych w dalszych częściach ocenianej rozprawy. Przegląd literatury przedstawiony w tej części rozprawy potwierdza trafność wyboru tematu badań i jego oryginalność.

W ocenianym rozdziale Autorka nie podała wymagań fizykochemicznych jakie muszą spełnić wódki czyste i whisky, określających m.in. dopuszczalne zawartości: alkoholu metylowego, alkoholi wyższych (fuzli), aldehydów, estrów, kwasów.

Treść części teoretycznej rozprawy oceniam pozytywnie i stwierdzam, że Pani mgr inż. Katarzyna Sujka dobrze opanowała wiedzę dotyczącą zastosowania spektroskopii w podczerwieni do badania produktów żywnościowych.

W rozdziale zatytułowanym „Cel i zakres pracy” Autorka określiła cel prowadzonych badań w ramach rozprawy doktorskiej, przedstawiła 3 hipotezy badawcze oraz podała zakres przeprowadzonych badań.

Proszę o wyjaśnienie – dlaczego w Streszczeniu zamieszczonym na początku rozprawy podano inne brzmienie celu pracy?

W rozdziale pt. „Materiał i metodyka badań”, Autorka informuje, że badaniami objęto 49 unikatowych wódek i 22 whisky. Nie bardzo wiem co znaczy pojęcie „unikatowa wódka”. Brakuje podstawowych informacji charakteryzujących materiały badawcze, a mianowicie: pełnej nazwy produktu, zawartości etanolu oraz nazwy producenta. Te informacje są podawane na etykietach produktów. Brakuje również informacji jaki rodzaj spirytusu rektyfikowanego użyto do przygotowania 15 próbek wodnych roztworów etanolu, oznaczonych kodami od K1 do K15 i jaka miała być zawartość etanolu w tych próbkach.

Mało precyzyjna jest informacja dotycząca przygotowania 7 wódek zafałszowanych poprzez dodatek (różnej ilości): aldehydu octowego, kwasu octowego, acetonu, metanolu, octanu etylu, furfuralu oraz mieszaniny wyższych alkoholi (jakich?). Czy wszystkie te składniki dodawano do każdej zafałszowanej wódki, czy przygotowywano próbki z dodatkiem tylko jednego składnika, jakie kody nadawano tym próbkom? Te same uwagi dotyczą próbek whisky.

Opisy zastosowanych metod badawczych są na ogół dokładne i zrozumiałe, a na ich podstawie będzie można odtworzyć przeprowadzane w ocenianej rozprawie prace eksperymentalne.

Kończąc ocenę tego rozdziału chciałbym podkreślić, że pomimo wykazanych przeze mnie uchybień, oceniam że zastosowano właściwą aparaturę badawczą, dobre metody badawcze, przyjęto właściwy zakres badań i prawidłowo je wykonano.

W rozdziale 4-tym pt. „Omówienie i dyskusja wyników” zawarto dokumentację wyników badań uzyskanych w kolejnych eksperymentach. Wyniki badań przedstawiono na 133 rysunkach, w 19 tabelach i dodatkowo w końcowej części rozprawy, w 5 załącznikach (3 tabelach i 2 rysunkach).

Stwierdzam, że kolejność omawianych doświadczeń tworzy logiczny ciąg zgodny z wcześniej zaplanowanymi etapami badań.

Omówienie i dyskusję wyników Autorka rozpoczyna od zaprezentowania charakterystyki spektralnej badanych napojów spirytusowych pokazując kształtowanie się przykładowych widm spektralnych wódek (rys. 3, 5, 6, 7, 11, 12), spirytusu (rys. 5) i whisky (rys. 4, 8, 9, 10, 13, 14, 15) w różnych zakresach liczby falowej.

Brakuje mi już tutaj jasnych i precyzyjnych opisów. Podam przykładowo – np. dotyczących rys. 5 – analiza informacji zawartych w rozdziale metodycznym i treści punktu 4.1. nie określa jaki to był spirytus i jaka wódka była użyta do tych badań. Na rys. 7 Autorka pokazuje widma spektralne wódki zbożowej, wódki fałszowanej, destylatu rolniczego oraz bimbru. W treści rozdziału metodycznego i dalszym opisie nie zdefiniowano materiału badawczego o nazwie: bimber, wódka fałszowana, destylat rolniczy oraz wódka zbożowa. W przypadku wódki zbożowej można się domyślać, że chodzi tutaj o wódkę z mieszaniny zbóż, o której jest mowa na 42 stronie rozprawy, ale tam podano, że badaniami objęto, aż 21 tego rodzaju wódek, a zatem rodzi się pytanie, jaka wódka była użyta do badań, których wyniki zaprezentowano na rys. 7.

W drugiej (punkt 4.2.) bardzo obszernej części 4-tego rozdziału, na 90 stronach, 104 rysunkach i w 12 tabelach Autorka prezentuje graficzne modele referencyjne dotyczące zawartości: etanolu, metanolu, fuzli, aldehydów, estrów i kwasów (kwasowości ogólnej).

Rysunki i podpisy pod rysunkami nie zawierają objaśnień użytych symboli i skrótów, nie podano również jednostek miary na osiach wykresów. Taki sposób prezentacji wyników badań znacznie utrudnia właściwe odczytywanie wyników badań i ocenę poprawności ich interpretacji.

W trzeciej części 4-tego rozdziału Autorka prezentuje opracowane statystyczne, graficzne modele rozróżniające (dyskryminacyjne), na podstawie których można zidentyfikować producenta oraz surowiec z jakiego wyprodukowano wódkę lub whisky.

Prezentując wyniki własnych badań Pani mgr inż. Katarzyna Sujka konfrontuje je z wynikami badań innych autorów. W dużej części wyniki badań Autorki są dobrą weryfikacją wyników otrzymanych przez inne zespoły badawcze oraz wskazują kierunki doskonalenia procesu opracowywania modeli referencyjnych i rozróżniających stosowanych w analizie i ocenie jakości wódek i whisky.

Dyskusja wyników została przeprowadzona wnikliwie, w ciekawy, dojrzały i kompetentny sposób świadczący o dużych zasobach wiedzy Autorki w zakresie poruszanej w rozprawie problematyki. Autorka trafnie i precyzyjnie przedstawiła w niej stan badań i osiągnięcia innych autorów, a na tym tle wyniki własnych badań, ich wartość poznawczą i zastosowawczą.

Przeprowadzone przez Autorkę badania przyczyniły się do pogłębienia wiedzy dotyczącej możliwości wykorzystania spektroskopii w podczerwieni (FTIR) do identyfikacji, badania składu i wykrywania zafałszowań wyrobów spirytusowych.

W końcowej części pracy (w 5 – tym rozdziale) pt. „Podsumowanie i wnioski” Autorka przedstawiła 6 spostrzeżeń i wniosków będących podsumowaniem przedstawionych w rozprawie wyników badań.

4. Podsumowanie i wniosek końcowy

Przedłożona mi do oceny rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego dotyczącego badania możliwości wykorzystania spektroskopii w podczerwieni (FTIR) do identyfikacji, badania składu i wykrywania zafałszowań wyrobów spirytusowych.

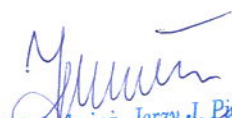
Uzyskane w badaniach wyniki potwierdzają postawione hipotezy badawcze i mają znaczenie poznawcze i zastosowawcze.

Pani mgr inż. Katarzyna Sujka w prawidłowy sposób przeprowadziła badania stosując dobrze dobrane metody analityczne, wykazała się umiejętnością samodzielnego prowadzenia badań naukowych i osiągnęła zamierzony cel badań.

Przedstawione w recenzji uwagi, aczkolwiek ukazujące pewne mankamenty rozprawy, brak precyzyjności wyrażen oraz uchybienia językowe, w większości mają charakter redakcyjny i w niedużym stopniu zmniejszają moją pozytywną ocenę recenzowanej rozprawy.

Podsumowując formalną i merytoryczną ocenę przedłożonej mi do oceny rozprawy doktorskiej pt. „Zastosowanie spektroskopii FT-IR do identyfikacji oraz wykrywania zafałszowań wybranych napojów spirytusowych” stwierdzam, że rozprawa ta stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego i odpowiada wymaganiom stawianym rozprawom doktorskim określonym w art. 13 Ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2003, nr 65, poz. 595 z późn. zm.), a Pani mgr inż. Katarzyna Sujka posiada ogólną wiedzę teoretyczną w zakresie dyscypliny naukowej Technologia żywności i żywienia oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

Na tej podstawie stawiam wniosek o przyjęcie rozprawy doktorskiej przez Radę Wydziału Nauk o Żywności Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie i dopuszczenie jej do publicznej obrony.


prof. dr hab. inż. Jerzy J. Pietkiewicz

Prof. dr hab. inż. Jerzy J. Pietkiewicz, prof. zw.