

prof. dr hab. inż. Maciej Balawejder

Rzeszów 29.11.2021

Instytut Technologii Żywności i Żywienia

Kolegium Nauk Przyrodniczych Uniwersytetu Rzeszowskiego

Recenzja rozprawy doktorskiej

mgr inż. **Katarzyny Mietlińskiej**

pt. „EKSTRAKTY ROŚLINNE DO CELÓW KOSMETYCZNYCH”

Podstawą formalną przygotowania niniejszej recenzji jest Uchwała Nr 56/2021 Rady ds. Stopni Naukowych Politechniki Łódzkiej z dnia 6 lipca 2021 r. oraz pismo Dziekana Wydziału Biotechnologii i Nauk o Żywności PŁ dr hab. inż. Anny Diowksz, prof. uczelni z dnia 9 listopada 2021 r.

Uzasadnienie podjęcia tematu badawczego

Rozwój cywilizacyjny wiąże się z poszukiwaniem nowych produktów o właściwościach nieznanymi w naturze. Daje to ogromne możliwości, ale również może stanowić trudne do zdefiniowania zagrożenie. Obowiązujące regulacje prawne w tym ROZPORZĄDZENIE PARLAMENTU EUROPEJSKIEGO I RADY (WE) NR 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych definiuje te produkty, a przede wszystkim co może wchodzić w ich skład. Analiza tego dokumentu wskazuje, że użycie wielu substancji syntetycznych jest zakazane, dlatego uważam zaproponowaną w dysertacji tematykę badawczą, dotyczącą poszukiwania nowych roślinnych ekstraktów do celów kosmetycznych, za bardzo ważną i aktualną.

Formalna ocena pracy

Opiniowana praca przygotowana jest w klasycznym układzie z podziałem na rozdziały i podrozdziały. Całość opracowania obejmuje 229 stron, w tym 57 rysunków i 31 tabel.

Jak przyjęto w opracowaniach naukowych tego typu dysertacja rozpoczyna się od syntetycznego streszczenia oraz wstępu, a następnie Autorka prezentuje przegląd aktualnej literatury tematu. Rozdział ten liczy 47 stron. Następnie przedstawiono cel i zakres pracy, materiały i metody (22 strony), wyniki badań i dyskusja (134 strony) oraz podsumowanie i wnioski. W dysertacji zamieszczono adekwatny spis literatury (311 pozycji!), a także spis tabel i rysunków.

Podsumowując, dysertacja spełnia formalne wymagania stawiane tego typu opracowaniom.

Merytoryczna ocena pracy

Autorka we wstępie przedstawia czytelnikowi jak ważne jest poszukiwanie nowych produktów o wszechstronnych właściwościach kosmetycznych wytwarzanych z naturalnych surowców. Przekonuje, że zapotrzebowanie rynku surowców i produktów kosmetycznych w obecnym czasie skupione jest głównie na produktach roślinnych o różnych właściwościach od aktywności antyoksydacyjnej po zmniejszające napięcie powierzchniowe. W podsumowaniu tego rozdziału zamieszcza informację, że w recenzowanej pracy skupiła się na wytypowaniu nowych surowców roślinnych bogatych równocześnie w polifenole i saponiny oraz pozyskaniu z nich ekstraktów, które będą komponentami naturalnych kosmetyków. Uważam, że rozdział ten właściwie wprowadza czytelnika w tematykę doktoratu.

W dalszej części dysertacji Doktorantka podstawia szeroki przegląd literatury dotyczący tego, co można zdefiniować jako kosmetyk, a następnie definiuje ekstrakty roślinne stosowane w kosmetykach. W tej części dysertacji znaleźć można informację o rodzajach ekstraktów roślinnych i ich działaniu na skórę czy włosy. Są to informacje niezwykle istotne, pozwalające czytelnikowi zrozumieć istotę prowadzonych dalej prac badawczych.

Dalej zamieszczono informacje na temat składników ekstraktów roślinnych, w tym saponin i polifenoli oraz szeroko przedstawiono ich znacznie technologiczne i aktywność biologiczną. Szeroko opisano również rośliny z rodzaju nawłóć (*Solidago*) i ich występowanie w Polsce. Doktorantka w tym miejscu jeszcze nie ujawniła dlaczego opisuje te rośliny, ale po lekturze całej dysertacji wiem, że były to główne surowce roślinne badane w pracy. Uważam, że krótka informacja, dlaczego w tym miejscu znalazły się podrozdziały dotyczące nawłoci, pozwoliłaby lepiej zrozumieć logikę zamieszczanych rozdziałów. Zaznaczyć jednak należy, że po lekturze całej pracy, ten negatywny wydźwięk słabnie. Uwagę zwraca również rozległość tej części pracy oraz ogromny wysiłek włożony w przegląd literatury. Ostatnia zacytowana w

tym podrozdziale pozycja oznaczona jest numerem 182!, a większość cytowanych prac to pozycje obcojęzyczne z ostatnich lat.

Po przeglądzie literatury zdefiniowano cel i zakres pracy. Po lekturze całości opracowania uważam, że w tym rozdziale zabrakło szerszej informacji na temat rodzaju badanych surowców roślinnych w poszczególnych zdefiniowanych częściach prac badawczych. Sprawę można było uprościć zamieszczając informację, że wybór surowca do dalszych badań dokonany będzie po pierwszym etapie, czyli badaniu przesiewowym surowców roślinnych dostępnych w Polsce.

Następnie Autorka płynnie przechodzi do prezentowania części eksperymentalnej, rozpoczynając od przedstawienia materiałów i metod. Rozdział ten rozpoczyna się od zdefiniowania surowca do badań przesiewowych materiału roślinnego. Należy zaznaczyć, że zbadano aż 57 różnych surowców roślinnych, a następnie pięć gatunków nawłoci. Moją uwagę zwróciło to, że Doktorantka dokonała wyjątkowo dokładnych opisów czynności laboratoryjnych i technologicznych. Jest to niezwykle ważne w pracach eksperymentalnych, w których podstawową wartością jest ich odtwarzalność. Ponad standardowy jest również zakres przeprowadzanych prac, szczególnie tych analitycznych obejmujących standardowe analizy chemiczne oraz zaawansowane metody chromatograficzne, w tym UHPLC-HRMS. Zastosowano również adekwatne metody statystyczne oraz modelowanie matematyczne w celu optymalizacji wybranych procesów.

Najobszerniejszą częścią dysertacji jest rozdział prezentujący wyniki badań i ich dyskusję. Na początku zaprezentowano wyniki badań przesiewowych materiału zielarskiego, co pozwoliło wybrać materiał do dalszych badań. Wykonano test piany na izolatach z różnych roślin i ich części morfologicznych oraz zestawiono aktywność powierzchniową i zawartość polifenoli w izolatach. Słusznie Doktorantka w podsumowaniu wskazała odmiany nawłoci jako atrakcyjny surowiec. W kolejnych podrozdziałach badano gatunki tej rośliny, jednak ten wybór jest w pewnym sensie pozostawiony bez komentarza. Jako czytelnik spodziewałbym się jasnej deklaracji co do wyboru dokonanego przez Autorkę. W liściach i kwiatach pięciu gatunków nawłoci badano zdolności pianotwórcze i aktywność powierzchniową izolatów, całkowitą zawartość polifenoli, aktywność antyoksydacyjną, a także skład jakościowy i ilościowy saponin, flawonoidów oraz kwasów fenolowych i ich pochodnych. Imponujący jest wkład pracy analitycznej oraz wiedzy potrzebnej do identyfikacji poszczególnych substancji.

Zidentyfikowano kilkaset substancji podkreślając, że w niektórych przypadkach są to nowe informacje niedostępne do tej pory w światowej literaturze.

W następnym etapie zastosowano pulsacyjne pole elektryczne do zwiększania skuteczności procesu ekstrakcji roślin nawłoci. Doktorantka stwierdziła na początku tego podrozdziału, że badania mają charakter wstępny, jednak uzyskane wyniki okazały się bardzo obiecujące. Wykazano, że stosując tę metodę można pozyskać większe ilości substancji pianotwórczych oraz związków bioaktywnych. Podrozdział traktujący o zastosowaniu pulsacyjnego pola elektrycznego, można potraktować jako pierwszy z tych, które pokazują przeprowadzone prace technologiczne. W następnych podrozdziałach dokonano podsumowania i skomentowano wybór surowca do otrzymywania właściwych ekstraktów. Opisano metodę otrzymywania ekstraktów glicerynowych i glikolowych z nawłoci kanadyjskiej. Zaproponowano technologię, która pozwoliła pozyskać bogate w związki aktywne ekstrakty wykorzystane w dalszej części prac do formułowania produktów kosmetycznych. Przeprowadzono również próby pozyskania ekstraktów suchych poprzez ekstrakcję metanolem i jego oddestylowanie. Metodę pozyskiwania tych ekstraktów optymalizowano metodą RSM. Otrzymany model matematyczny procesu i wyznaczone teoretycznie optymalne warunki procesu skutecznie zweryfikowano eksperymentalnie. Uważam, że jest to niezwykle cenna część badań, pokazująca interdyscyplinarne umiejętności Doktorantki oraz podkreślająca użyteczny charakter prowadzonych badań.

Aby otrzymać ekstrakt w formie proszku konieczne było zastosowanie suszenia rozpyłowego. Ze względu na niekorzystną, ciągliwą formę ekstraktów zastosowano dodatek nośników: maltodekstryny, trehalozy oraz alginianu sodu, co pozwoliło uzyskać ekstrakty w odpowiedniej formie. Otrzymane proszki testowano pod kątem zdolności pianotwórczych i aktywności powierzchniowej. Przeprowadzone testy potwierdziły ich użyteczność oraz pozwoliły wybrać mieszaninę trehalozy i alginianu sodu jako najlepszy nośnik. Otrzymane proszki badano również skaningowym mikroskopem elektronowym. Pozwoliło to stwierdzić, że nie należą one do grupy nanomateriałów, co uprości ich potencjalne zastosowanie. Dokonano również porównania ekstraktów suszonych rozpyłowo z glicerynowymi oraz glikolowymi. Wykazano, że proszki te są atrakcyjne i mogą konkurować z dostępnymi w handlu produktami referencyjnymi.

Wykorzystując otrzymane ekstrakty ciekłe i proszkowe przygotowano kremy pielęgnacyjne. Zaproponowano recepturę pozwalającą zaklasyfikować otrzymane kremy jako

kosmetyki naturalne. Dla otrzymanych kosmetyków wyznaczono szereg paramentów jakościowych oraz przeprowadzono testy przyspieszonego starzenia. Wykazano, że ekstrakty mogą stanowić atrakcyjny dodatek do kosmetyków, jednak mogący powodować problemy przy recepturowaniu.

Na bazie ekstraktów otrzymano również żele myjące. Dla otrzymanych produktów wyznaczono wysokość otrzymanej piany (roztwór 1%), jej trwałość oraz aktywność powierzchniową. Wykazano, że wszystkie kosmetyki z dodatkiem ekstraktów dawały pianę trwalszą niż próba kontrolna. Badano również zdolność do emulgowania zabrudzeń, zauważając wyższą aktywność żeli z dodatkiem ekstraktów z nawłoci. Preparaty z dodatkiem ekstraktów okazały się również trwałe, co potwierdziły testy przyspieszonego starzenia.

Dysertacja zakończona jest adekwatnym podsumowaniem i wnioskami. Doktorantka odpowiedzialnie potwierdziła potencjalną użyteczność ekstraktów z nawłoci, jednak stwierdza, że aby ekstrakty z nawłoci mogły stanowić surowiec kosmetyczny potrzebne są dalsze badania nad udoskonalaniem formy kosmetyku oraz badania konsumenckie.

Rozprawa napisana jest poprawnie i jej przyjęcie nie budzi wątpliwości, ale prosiłbym Autorkę o ustosunkowanie się do następujących uwag:

1. Przykładowo na stronie 85 doktorantka używa stwierdzenia „W wypadku liści fazy vegetatywnej najbardziej wyróżnia się nawłoc wąskolistna, która wypada gorzej niż nawłoc pospolita i olbrzymia ($Z > 2,84$, $p < 0,044$) oraz mieszaniec nawłoci pospolitej i kanadyjskiej, który istotnie mniej obniża napięcie powierzchniowe niż nawłoc pospolita, kanadyjska oraz olbrzymia ($Z > 3,16$, $p < 0,016$)”. Domyślam się, że chodzi nie o części morfologiczne roślin a o izolaty otrzymane z nich.
2. Proszę przedstawić w jaki sposób zdefiniowano i policzono odzysk ekstraktów glicerynowych i glikolowych liści i kwiatów nawłoci kanadyjskiej.

Z obowiązku recenzenta muszę zwrócić także uwagę na pojawiające się w pracy błędy literowe, stylistyczne oraz interpunkcyjne. Nie są one liczne jak na tak duże opracowanie. W tym miejscu należy również zauważyć, że cała dysertacja jest przygotowana niezwykle estetycznie i z dużą dbałością o szatę graficzną.

Wniosek końcowy

Pani mgr inż. Katarzyna Mietlińska zapoznała się z literaturą przedmiotu badań i na tej postawie poprawnie sformułowała cel i zakres prac badawczych. W sposób usystematyzowany przeprowadziła zaproponowane eksperymenty oraz logicznie przedstawiła i zinterpretowała ich wyniki. Przygotowując ocenianą dysertację wykazała wysokie predyspozycje do pracy naukowej i niezwykłą dojrzałość. Wskazać należy również, że wyniki zawarte w dysertacji mają nie tylko wysoką wartość poznawczą, ale również użyteczną. Uwagę zwraca również ponadprzeciętna liczba wykonanych prac badawczych i technologicznych.

W mojej opinii przedstawiona do oceny praca pt. „Ekstrakty roślinne do celów kosmetycznych” spełnia wymagania formalne i merytoryczne stawiane rozprawom będącym postawą do ubiegania się o stopień naukowy doktora.

Wniosuję do Rady ds. Stopni Naukowych Politechniki Łódzkiej o dopuszczenie Pani mgr inż. Katarzyny Mietlińskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Małgorzata Sobczyk

prof. dr hab. inż. Maciej Balawejder

Rzeszów 29.11.2021

Instytut Technologii Żywności i Żywienia

Kolegium Nauk Przyrodniczych Uniwersytetu Rzeszowskiego

Dr hab. inż. Anna Diowks, prof. uczelni

Dziekan Wydziału Biotechnologii i Nauk o Żywności PŁ

Szanowna Pani Dziekan,

w związku z przedstawieniem do recenzji rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Mietlińskiej pt. „Ekstrakty roślinne do celów kosmetycznych” wnioskuję, za pośrednictwem Pani Dziekan, do Rady ds. Stopni Naukowych Politechniki Łódzkiej o wyróżnienie tej dysertacji. Rozprawa ta oprócz wysokiej wartości naukowej jest również cennym opracowaniem o charakterze użytkowym. Zakres przeprowadzanych prac badawczych jest ponadprzeciętnie szeroki a na szczególną uwagę zasługują badania nad identyfikacją związków bioaktywnych w izolatach z nawłoci.

Z wyrazami szacunku,

Maciej Balawejder

