



Bielsko-Biała dn. 05.10.2023r.

dr hab. inż. Włodzimierz Biniś, prof. UBB

RECENZJA

Rozprawy doktorskiej **mgr inż. Karoliny Turlakiewicz**

pt: „Opracowanie nieresorbowalnych, syntetycznych implantów siatkowych wykorzystywanych w operacyjnych metodach leczenia nietrzymania moczu u kobiet oraz przyczynowego lub zapobiegawczego występowania przepuklin okołostomijnych”

wykonanej pod kierunkiem **dr hab. Michała Puchalskiego, prof. PŁ**

Wydziału Technologii Materiałowych i Wzornictwa Tekstyliów Politechniki Łódzkiej

Recenzję wykonano na zlecenie Przewodniczącej Rady ds. Stopni Naukowych w dyscyplinach Inżynieria mechaniczna i Inżynieria materiałowa Politechniki Łódzkiej

Pani prof. dr. hab. inż. Barbary Błażejczyk-Okolewskiej z dnia 11 lipca 2023r.

Korespondencja zawierająca powyższe pismo oraz rozprawę doktorską wpłynęła w dniu 4 sierpnia 2023r.

Implanty wszczepiane do organizmów żywych stanowią znaczące wyzwanie w zakresie inżynierii materiałowej. Muszą spełniać nie tylko wymagania mechaniczne w organizmie, ale w szczególnym stopniu w zakresie biogodności z otaczającymi tkankami. Tematyka implantów włókienniczych jest stosunkowo młodą dziedziną wiedzy i każdy dodatkowy wysiłek naukowy wpływa na poprawę właściwości gotowych wyrobów.

Autorka rozprawy doktorskiej w sposób bardzo szeroki i precyzyjny dokonała przeglądu literatury zawierającej 229 pozycji odnoszących się zarówno do problemu medycznego, który stanowi znaczący udział w dolegliwościach pooperacyjnych jak i przywrócenia normalnych funkcji organizmu i komfortu życia. Precyzyjnie zanalizowano również materiały wykorzystywane do prób laboratoryjnych, w tym izotaktyczny polipropylen medyczny, ditlenek tytanu w jego odmianach alotropowych oraz w szczególności metody i technologie nanoszenia cienkich warstw. Opis metody ALD przez autorkę wskazuje na głęboką analizę przebiegających procesów i zjawisk, które są warunkowane parametrami procesu. Wnikliwa analiza literatury krajowej jak i zagranicznej pozwoliła autorce rozprawy postawić trafne tezy badań oraz ich przebieg. Znajomość procesów i zjawisk zachodzących pod wpływem temperatury w materiałach polimerowych, w tym przypadku, w polipropylenie pozwoliła na właściwy dobór metod badawczych i analizy danych pomiarowych.

Metody badawcze w tym: szerokokątową dyfrakcję rentgenowską, spektrofotometrię w podczerwieni, skaningową kalorymetrię różnicową, skaningową mikroskopię elektronową, spektroskopię dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego oraz mikroskopię sił atomowych autorka opisała w sposób wystarczający do zrozumienia przyczyn ich zastosowania jak i pod kątem analizy uzyskanych wyników pomiarowych w odniesieniu do założonego celu pracy doktorskiej.

Ciekawym elementem rozprawy doktorskiej jest podsumowujący wyniki prac doświadczalnych test biologiczny, który stanowi podsumowanie i podstawowa ocenę jakości medycznej wyrobu. Badania mikrobiologiczne nie stanowią może bezpośredniego kręgu zainteresowania dyscypliny inżynierii materiałowej, jednakże aplikacje różnych materiałów w medycynie są bardzo ściśle powiązane. Wyniki testów biologicznych uważam więc za bardzo cenne.

Część pierwsza prac badawczych dotyczy analizy procesów zachodzących w materiale analizowanych wyrobów medycznych pod wpływem czasu i temperatury, czyli stabilizacji wyrobów. Autorka rozprawy w sposób systematyczny i precyzyjny zinterpretowała wyniki badań od strony makroskopowej, czyli zmian w kształcie siatki i taśmy w powiązaniu ze zmianami



struktury cząsteczkowej i nadcząsteczkowej materiału. Wywodzący się z włókiennictwa inżynierowie materiałowi zdają sobie sprawę z wagi poznania procesów relaksacji, stabilizacji, rekrytalizacji, tekstury i innych parametrów strukturalnych w późniejszych aplikacjach użytkowych, a w szczególności technicznych w tym medycznych. Opis i analiza wyników badań w tej części pracy świadczy o ugruntowanej wiedzy autorki o materiałach włókienniczych i włóknach jako takich.

Druga część pracy jest już ukierunkowana na opracowanie technologii nanoszenia warstw dwutlenku tytanu na powierzchnię włókien, z których są wykonane wyroby medyczne w postaci implantów. Pozytywne wyniki tej części pracy to przede wszystkim korzyści dla pacjentów po operacjach wszczepienia ich do organizmu. Lepsza tolerancja implantów o zminimalizowanie odpowiedzi zapalnej to dla pacjentów perspektywa szybszego powrotu do zdrowia i poprawy komfortu życia. Z tego punktu widzenia wartość naukowa i aplikacyjna pracy jest szczególna.

Podobnie jak w części pierwszej, autorka wykorzystowała podobny zestaw aparatury badawczej wzbogacając wyniki o badania AFM. Opis wyników i ich analiza wskazują na ugruntowaną wiedzę i umiejętność przekładania interpretacji poszczególnych serii badań na modyfikację warunków technologicznych procesu, który finalnie prowadzi do zakładanych efektów.

Podsumowując wartość naukową pracy, która została „zamknięta” wynikami badań mikrobiologicznych, muszę stwierdzić dojrzałość w doborze serii badań, metod badawczych, analizie i interpretacji badań oraz wyciągania świadomych, dojrzałych naukowo wniosków. Potwierdzeniem tych słów są zapewne międzynarodowe nagrody, które uzyskała Pani mgr inż. Katarzyna Turlakiewicz.

Praca doktorska to nie tylko umiejętność dokonania właściwych wyborów i projektowania przebiegu prac eksperymentalnych, wykonywania badań i analizy ich wyników, ale także sposób ich wizualizacji i prezentacji.

Tekst techniczny, naukowy (jak przekazał mi niezujący profesor Andrzej Włochowicz) jest tekstem szczególnym, w którym znaczenie ma nie tylko gramatyka języka polskiego, ale głównie jasność i precyzja przekazu informacji. Ponadto każdy z nas ma inny styl pisanja, który również trzeba uszanować. Polemika w tym zakresie oceny pracy jest więc względna i w dużej mierze zależna od recenzenta. Forma prezentacji wyników może być różna i różnie oceniana.

Moim zdaniem spis treści jest nieco zbyt rozdrobniony na poszczególne podrozdziały. Niektóre z nich można by scalić, a podejmowane tematy ująć pod zbiorczym tytułem.

W wykazie używanych skrótów można by przyjąć szyk alfabetyczny. Ułatwiło by to znalezienie skrótu znalezionego w tekście. Uważam, że umieszczanie symboli chemicznych pierwiastków i związków chemicznych nie jest konieczne.

Wstęp teoretyczny bardziej ukierunkowuje czytelnika na tekst medyczny niż inżynierski z nauki o materiałach. Może nieco zmieniłbym proporcje w przeglądzie literaturowym.

Częstym błędem redakcyjnym jest brak wcięcia na początku akapitów.

Wkradają się do tekstu frazy potoczne, niepotrzebnie dopełniając treść zdania.

Czasami autorka buduje zbyt długie zdania, w których łatwo się zgubić w ocenie następujących opisów.

W rozdziale „Cel i tezy pracy” autorka w punkcie 1 napisała: „Wytworzenie wyrobów dzianinowych ...”. W mojej ocenie jest to zbyt szeroko przyjęte założenie. Tu raczej autorka miała na myśli modyfikację fizyko-chemiczną gotowych wyrobów dzianinowych.

W punkcie 3a jest napisane: „Temperatura prowadzonej modyfikacji nie może powodować przemian strukturalnych, w tym degradacji termicznej polipropylenu”. Moim zdaniem stabilizacja polega na przemianach strukturalnych materiału. Myślę, że autorce chodziło o strukturę przestrzenną dzianiny, a nie materiału włókien.

Nie wiem, czy przedstawianie rysu historycznego metod badawczych w części doświadczalnej jest właściwe? Raczej służy do tego przegląd literaturowy (o ile jest to tematem pracy). Część badawcza dotyczy preparatyki oraz doboru parametrów pomiarowych. Na przykład zastosowanie różnej rozdzielczości zakresu liczb falowych 0.25cm^{-1} , czy 32cm^{-1} . W jednym miejscu zestawienia wyników FTIR Autorka opisała liczby falowe jako długość fali.

Punkt 4.1.1 uważam powinien być opisany we wstępie literaturowym.

W punkcie 4.1.2.1 Autorka opisuje siatkę. Nie doszukałem się informacji kto i jak wykonał dzianinę. Jest podany jedynie producent monofilamentu. Czy wiadomo coś na temat struktury splotu dzianiny, co mogło by się znaleźć w charakterystyce wyrobu?

W punkcie 4.1.2.2. znajduje się termin „uzdatniona woda”. Trudno czytelnikowi zrozumieć termin, który w różnych obszarach gospodarki może oznaczać inne procesy uzdatniania i cechy uzdatnionej wody. Może chodzi o wodę destylowaną lub zdemineralizowaną? W tym samym punkcie opisany jest proces termodynamiczny stabilizacji. Myślę, że dla lepszego zrozumienia przebiegu stabilizacji opis powinien być bardziej szczegółowy. Rozumiem, że nie było pomiaru temperatury w przestrzeni wewnątrz formy

w miejscu kontaktu okładzin z dzianiną. W przeciwnym przypadku (domyślam się) dzianina powinna ulec stopieniu w temperaturze 170°C.

W punkcie 4.1.2.3.1. znajdują się fotografie siatek po stabilizacji, na których widoczna jest znaczna deformacja „linii orientujących” poprzez mechaniczne rozciągnięcie siatki w czasie formowania „komina”. Czy w czasie tego procesu nie można by ograniczyć tych deformacji na całej powierzchni ograniczając np. igłami pole, z którego byłby formowany komin?

W punkcie 4.1.2.3.1. Autorka umieściła wyniki WAXD. W kolejnych omówieniach wyników badań podejście autorki do prezentacji badań jest zbliżone - dlatego odniosę się do nich tylko w tym miejscu. Moim zdaniem wykresy, a zwłaszcza zestawienia wykresów, powinny być większe, znacznie większe. Analiza przebiegu i kształtu wykresów czasami wymaga spojrzenia na szczegóły a czasami potrzebne jest wręcz nałożenie wykresów we wspólnej skali, co ułatwia porównania ilościowe. W wielu przypadkach tak prezentowane przez autorkę wyniki jak w pracy zlewają się w jedną całość i są całkowicie nieczytelne. Praca nie ma ograniczenia pojemności i można rozłożyć wyniki (wykresy, widma, dyfraktogramy) na kilka zakresów lub nawet (jak to ma miejsce w przypadku badań FTIR) pokazać jeden pik lub pasmo. Towarzyszące wynikom wykresy (zależności) punktowe mogłyby zawierać ciekawą linię trendu. Łączenie poszczególnych punktów pomiarowych odcinkami jest dyskusyjne i różni autorzy mają na ten temat rozbieżne zdania. Rozumiem i jestem o tym przekonany, że Autorka dokonała każdorazowo dogłębnej, szczegółowej analizy przebiegów zależności i ich zmienności. Natomiast czytelnik ma na to małe szanse.

W punkcie 4.1.2.3.3. Autorka dokonuje oceny wyników badań FTIR. Z racji prowadzonych przeze mnie badań spektrofotometrycznych jestem szczególnie wyczulony na preparatykę próbek. Ma to istotny wpływ na oddziaływanie optyczne wiązki – co wiąże się równoległe ze zjawiskami absorpcji. Brakuje mi opisu przygotowania włókien lub siatek do momentu umieszczenia na polu pomiarowym kryształu diamentowego przystawki. Domyślam się, że preparatyka była za każdym razem jednakowa, jednak brakuje tego w opisie.

W punkcie 4.1.3.2. brakuje mi informacji o wyglądzie ramki do stabilizacji. Domyślam się, że jest jednokierunkowa – wyniki stabilizacji i skurcz poprzeczny. W stabilizacji dwukierunkowej efekty byłyby porównywalne do siatek.

W punkcie 4.1.3.3.1. Autorka napisała, że efekt skręcenia w procesie stabilizacji wynika z naprężeń wewnętrznych struktury. Struktura jest pojęciem bardzo szerokim. Można było sprecyzować czy chodzi o strukturę splotu dzianiny, czy o strukturę tworzywa włókien.

W punkcie 4.1.2.3.4. i innych znajduje się ocena właściwości termicznych materiału włókien PP. O ile jestem przeciwnikiem nadmiaru tabel w wizualizacji wyników, to w tym przypadku (uważam) byłaby wskazana.

Brakuje mi jasnej informacji w punkcie 4.2.1. czy do funkcjonalizacji metodą ALD zostały wykorzystane materiały wcześniej stabilizowane (pierwsza część pracy) czy nie.

W badaniach WAXS mogły by się pojawić tabelki z wyznaczonymi parametrami sieci krystalicznej np. odległości międzypłaszczyznowe lub wielkości krystalitów. Może pomogło by to w dokładniejszym scharakteryzowaniu przemian strukturalnych w trakcie procesów termodynamicznych.

Czy grupy -OH w osadzonej warstwie TiO_2 mają związek z naniesioną powłoką czy z modyfikacją chemiczną PP w warunkach funkcjonalizacji powierzchni?

We wnioskach Autorka zamieściła sformułowanie „opracowanie nieresorbowalnych, syntetycznych implantów”. Uważam, że w tym przypadku termin „opracowanie” jest zbyt szeroki i kojarzy się z doborem materiału, formowaniem włókien, zaprojektowaniu splotu dzianiny wraz z stabilizacją i funkcjonalizacją.

Podjęty przez Autorkę rozprawy doktorskiej temat stanowi istotny krok w zastosowaniu implantów. Autorka wykazała się dobrą znajomością zarówno technik pomiarowych, ich interpretacji oraz wyciągania wniosków powiązanych z obserwowanymi procesami termodynamicznymi skutkującymi uzyskaniem przewidywanych i wymaganych parametrów fizycznych, mechanicznych, chemicznych i biologicznych. Stawia to Autorkę w kręgu naukowców o znacznej interdyscyplinarności podejmowanych tematów badawczych, co jest szczególnie istotne w rozwoju cywilizacji.

Kwestie dyskusyjne dotyczące formy prezentowanych wyników oraz stylu przekazu informacji zostały w trakcie recenzji przedyskutowane z Autorką rozprawy. W każdym przypadku uzgodniliśmy wspólne stanowisko. Nie wszystkie moje uwagi po wyjaśnieniach okazywały się słuszne, a na pytania otrzymywałem precyzyjne i szczegółowe wyjaśnienia. Kontakt z autorką pracy upewnił mnie w poniższym stanowisku.

Ja, niżej podpisany stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska mgr inż. Karolina Turlakiewicz spełnia warunki określone w art. 13.1 Ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. nr 65 poz. 595 z późn. zmianami) i wnioskuję do Przewodniczącej Rady ds. Stopni Naukowych w dyscyplinach



Inżynieria mechaniczna i Inżynieria materiałowa Politechniki Łódzkiej Pani prof. dr. hab. inż. Barbary Błażejczyk-Okolewskiej dopuszczenie mgr inż. Karoliny Turlakiewicz do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

5 października 2023r.

data sporządzenia recenzji



.....
podpis recenzenta