

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Marii Czajki (Szewczyk):

**Włókniny funkcjonalizowane układami kompleksowymi
poli(metakrylanu-N,N-dimetyloaminoetylu) z metalami dwuwartościowymi,
wykonanej pod kierunkiem:**

Opiekuna naukowego: prof. dr hab. inż. Dawida Stawskiego

Opiekuna pomocniczego: dr inż. Lucyny Herczyńskiej

Wartość naukowa rozprawy

Sformułowana hipoteza naukowa zakładała możliwość wytworzenia włóknin funkcjonalizowanych układami kompleksowymi poli (metakrylanu-N,N-dimetyloaminoetylu) z metalami dwuwartościowymi o właściwościach biologicznie aktywnych, skutecznie hamujących wzrost szkodliwych bakterii oraz wirusów.

Wartość naukowa rozprawy doktorskiej stanowi wkład w obszarze badań nad funkcjonalizacją struktur włókienniczych. Doktorantka przedstawiła stan wiedzy związany z podjętą tematyką badań, odwołując się do wybranych publikacji. Udokumentowany w rozprawie zakres prac stanowi kontynuację badań nad zastosowaniem poli(metakrylanu-N,N-dimetyloaminoetylu) (PDMAEMA) do modyfikacji bioaktywnej, ale ma charakter oryginalny. Działanie bioaktywne czwartorzędowych soli amoniowych jest dobrze udokumentowane w źródłach naukowych i powszechnie wykorzystywane w praktyce. Nowy aspekt badawczy zakładał wzmocnienie aktywności biologicznej PDMAEMA poprzez kompleksowanie wybranymi metalami (Cu,Co,Zn,Fe).

W celu uzyskania zasadniczego układu spełniającego funkcję modyfikatora bioaktywnego wobec bakterii Gram-ujemnej i koronawirusa mysiego, przeprowadzono badania nad tworzeniem kompleksów poli(metakrylanu-N,N-dimetyloaminoetylu) z metalami dwuwartościowymi. Polimer ten charakteryzuje się rozpuszczalnością w wodzie i alkoholu

etylowym, co ukierunkowało wybór metody aplikacji na struktury włókninowe, poprzez zastosowanie techniki natryskiwania. Modyfikację przeprowadzono na włókninach z polilaktydu wytworzonych metodą spunbond i włókninie polipropylenowej wytworzonej metodą igłowania.

Z perspektywy nie tylko ostatniej pandemii i okresowo powtarzających się epidemii, ale również nierozwiązanego problemu zakażeń w ośrodkach medycznych, badania nad nowymi materiałami ograniczającymi ryzyko infekcji i transmisji patogenów są bardzo istotne.

Wartość merytoryczna rozprawy

Projektowanie nowego materiału o funkcjach specjalnych wymaga kompleksowego podejścia i analizy wzajemnego oddziaływania komponentów. Doktorantka przeprowadziła analizę opublikowanych wyników badań innych zespołów badawczych, w celu oryginalnego zaplanowania zakresu prac eksperymentalnych i uzyskania nowych rozwiązań, co świadczy o właściwym przygotowaniu do prowadzenia badań naukowych.

Analiza stanu wiedzy pozwoliła na sformułowanie hipotezy rozprawy, której doświadczalna weryfikacja umożliwić miała pozyskanie nowej wiedzy na temat możliwości wzmocnienia aktywności biologicznej materiałów włókienniczych modyfikowanych poli(metakrylanem-N,N-dimetyloaminoetylu) poprzez tworzenie kompleksów z wybranymi metalami.

Program badań został zrealizowany z wykorzystaniem wybranych metod badawczych, zarówno w aspekcie analizy właściwości fizyko-chemicznych opracowywanych materiałów, jak i ich zakładanej aktywności wobec bakterii *Echerichia coli* i koronawirusa mysiego MHV-JHM, szczep JHM, ATCCR VR-765. Oprócz podstawowych metod badania materiałów włókienniczych, do oceny efektywności aplikacji i charakterystyki modyfikatora wykorzystano między innymi techniki analityczne, takie jak:

spektroskopia w podczerwieni z transformacją Fouriera, spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego, skaningowa mikroskopia elektronowa z mikroanalizatorem EDX, atomowa spektrometria absorpcyjnej (ASA), analiza termogravimetryczna, wiskozymetryczne wyznaczenie średniej masy cząsteczkowej.

Badania właściwości antybakteryjnych zostały wykonane w Narodowym Instytucie Zdrowia, Środowiska i Żywności w Mariborze, a badania aktywności wobec wirusa w Wojskowym Instytucie Higieny i Epidemiologii im. gen. Karola Kaczkowskiego w Warszawie.

Sposób interpretacji wyników większości badań związanych z charakterystyką fizykochemiczną jest poprawny, a podsumowanie i wnioski są poparte wynikami badań. Warto też podkreślić, że nowość opracowanych rozwiązań potwierdza przyznana ochrona patentowa.

Poprawność redakcyjna rozprawy

Układ opracowania ma charakter tradycyjny. Obejmuje część teoretyczną prezentującą stan wiedzy w zakresie podejmowanej tematyki badań, w której przedstawione są zagadnienia związane z czwartorzędowymi solami amoniowymi, polimerowymi związkami kompleksowymi, charakterystyką poli(metakrylanu-N, N-dimetyloaminoetylu), charakterystyką włókien oraz problematyką zakażeń szpitalnych, w tym rolę wyrobów włókienniczych w środowisku szpitalnym i transmisją SARS-CoV-2.

Część eksperymentalna ma również klasyczny układ, obejmujący cel badawczy, materiały, metodykę, wyniki badań, ich dyskusję oraz podsumowanie z wnioskami. Kolejne etapy badań eksperymentalnych zostały udokumentowane i omówione. Należy podkreślić, że dyskusja poszczególnych wyników badań własnych uwzględnia odniesienia do wyników innych zespołów. Strona redakcyjna rozprawy nie budzi zasadniczych zastrzeżeń, z wyjątkiem niektórych nieprecyzyjnych sformułowań i powtórzeń.

Łącznie rozprawa o objętości 169 stron, zawiera 69 rysunków, 17 tabel oraz wykaz 205 pozycji bibliograficznych.

Uwagi

Str. 11 *W ramach badań otrzymano bioaktywny polimer PDMAEMA, zawierający azot trzeciorzędowy, który następnie naniesiono na wybrane włókniny prostą metodą natryskiwania.*

Warunki aplikacji metodą natryskiwania nie zostały opisane. Czy natryskiwanie było jednostronne czy dwustronne? Na jakim urządzeniu? Jak oceniono efekt natryskiwania?

W pracy brak jest istotnych parametrów charakteryzujących włókniny, takich jak np. porowatość i przepuszczalność powietrza, które są istotne w aspekcie aplikacji techniką natryskiwania.

Str. 12, 18, 53 Cel pracy jest różnie sformułowany w różnych miejscach rozprawy. Korzystne byłoby precyzyjne sformułowanie celu głównego i celów szczegółowych.

Na str. 18 wskazuje się, że opracowane zostaną tekstylia medyczne. Niestety w całym opracowaniu nie ma odniesień dotyczących spełnienia formalnych wymagań dla wyrobów medycznych. *Celem niniejszej pracy doktorskiej jest opracowanie innowacyjnych tekstyliów medycznych o właściwościach przeciwdrobnoustrojowych, opartych na wykorzystaniu funkcjonalnych polimerów, takich jak PDMAEMA, charakteryzujących się działaniem antibakteryjnym i antywirusowym.*

Str.53 *Celem niniejszej pracy jest opracowanie układu trwałych modyfikatorów bioaktywnych dla płaskich wyrobów włókienniczych.*

Na str. 132 znajduje się stwierdzenie: *W szeregu analiz wykazano, że PDMAEMA skutecznie hamuje wzrost bakterii Gram-ujemnych, takich jak E. coli, natomiast jego działanie wobec bakterii Gram-dodatnich jest zmienne.*

W pracy nie ma uzasadnienia dlaczego badania właściwości antibakteryjnych zaplanowano tylko wobec *Escherichia coli*, przedstawiciela bakterii Gram-ujemnych, nie uwzględniając przedstawiciela bakterii Gram-dodatnich? Istotne byłyby wyniki badań, jak zmodyfikowany PDMAEMA działa na bakterię z tej grupy drobnoustrojów, zwłaszcza przy założeniu, że „...*dodatkowo działanie czwartorzędowych soli amoniowych ma zostać wzmocnione w wyniku wykorzystania bioaktywnego działania metali*”.

Z tabeli 16 i rys. 68 wynika, że działanie antibakteryjne próby 2a, włókniny PLA o masie powierzchniowej 120 g/m² modyfikowanej wyłącznie PDMAEMA, jest analogiczne jak dla włókniny modyfikowanej kompleksem PDMAEMA-metal. W przypadku oceny aktywności antywirusowej nie ma wyników badań dla tej próby (Rys. 69). Oczywiście nie każde założenie jest weryfikowane pozytywnie, ale szerszy zakres badań może dostarczyć więcej danych do dyskusji wyników i uzasadnienia związków przyczynowo – skutkowych oraz wzmocnić wnioski.

Str. 135 W pracy brak jest opisu metody badania toksyczności, wyników badań oraz kryteriów oceny, natomiast znajdują się stwierdzenia: *Dodatkowo komórki testowe w trakcie badań były obserwowane pod mikroskopem, aby sprawdzić, czy nie posiadają oznak uszkodzenia, które nie jest spowodowane przez wirusa, a przez materiał testowy. Badania wykazały, że wszystkie włókniny modyfikowane wykazały umiarkowaną toksyczność w badaniu in vitro.*

Uwagi redakcyjne:

Str. 38 ” *można zauważyć, że ciągu ostatnich 10 lat zastosowanie polipropylenu wzrosło ponad dwukrotnie...*”. Tabela 4 zawiera dane dotyczące lat 1991-2000. Nie jest to ostatnie 10 lat.

Str. 75-76 W Tabeli 10 powinna być podana wartość odchylenia standardowego. Zaznaczono je (bez wartości) na rys. 23, który właściwie nie jest potrzebny.

Str. 77 „*przygotowanie roztworów o kontrolowanej lepkości...*”, „*...zastosowano optymalną lepkość roztworu polimerowego*”. Wartość optymalnej lepkości nie jest podana.

Str. 88 „*...słabsze właściwości powierzchniowe...*”

Str. 128 „*makrocząsteczkowe naniesienia w skali nano*”

Str. 134 „*W literaturze przebadano igłowane włókniny ...*”

Str. 139 Nie podano numeru i daty uzyskania patentu *Sposób wytwarzania płaskich wyrobów włókienniczych o właściwościach antybakteryjnych i przeciwwirusowych*.

Ocena końcowa:

Z przedstawionej analizy stanu wiedzy i wyników przeprowadzonych badań eksperymentalnych wynika, że praca wnosi wkład w rozwój tematyki badawczej związanej z funkcjonalizacją wybranych struktur włókninowych. Wyniki badań mają charakter oryginalny. Rozprawę oceniam pozytywnie, a wskazane uwagi nie wpływają zasadniczo na jej wartość.

Zgodnie z Art. 187. Ustawy z dnia 20 lipca 2018 roku – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce, recenzowana rozprawa doktorska spełnia wszystkie poniższe warunki:

- 1) prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktorantki w określonych dyscyplinach;
- 2) wskazuje na umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej;
- 3) stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego

Stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska 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 o dopuszczenie Pani mgr inż. Marii Czajki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Małgorzata Cieślak

