

Wrocław, 10.01.2022

Dr hab. inż. Konrad Szustakiewicz
Katedra Inżynierii i Technologii Polimerów
Wydział Chemiczny Politechniki Wrocławskiej,
ul. Wybrzeże Wyspiańskiego 27
50-370 Wrocław

RECENZJA

Rozprawy doktorskiej mgr inż. Anny Laudańskiej - Maj

Pod tytułem

***„Wpływ wybranych surowców kosmetycznych na strukturę wewnętrzną i
stabilność pomadek sztyftowych”***



Recenzja została przygotowana na podstawie uchwały Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Chemiczna Politechniki Warszawskiej (nr RNDICH.11-6.2021) z dnia 9.11.2021.

Praca doktorska mgr inż. Anny Laudańskiej - Maj została wykonana na Wydziale Chemicznym Politechniki Warszawskiej, pod kierunkiem dr hab. inż. Agnieszki Gadomskiej – Gajadhur, w ramach programu MNiSW pt. „Doktorat wdrożeniowy”.

Przedstawiona rozprawa jest zgodna z moimi zainteresowaniami naukowymi (otrzymywanie wieloskładnikowych materiałów polimerowych oraz ich charakterystyka). Jednocześnie oświadczam, iż nie prowadziłem i nie prowadzę z Doktorantką wspólnych badań naukowych, nie jesteśmy współautorami jakiegokolwiek publikacji naukowej.

1. Tematyka rozprawy

W ramach pracy doktorantka zajmowała się tematyką stabilności szminek w czasie. Doktorantka wytypowała szminke bazową, której proces wytwarzania przeanalizowała, a następnie wytypowała parametry istotne w kontekście stabilności produktu. W pracy zastosowano szereg dodatków, których celem było zahamowanie efektu „wypacania” oleju, a co za tym idzie - pojawiania się wykwitów lipidowych na powierzchni szminki, co w konsekwencji wpływa na skróconą żywotność szminek.

Zgodnie z obowiązującym rozporządzeniem Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 20 września 2018 roku w sprawie dziedzin nauki i dyscyplin naukowych oraz dyscyplin artystycznych (Dz.U. 2018 poz. 1818), recenzowana rozprawa kwalifikuje się do **Dziedziny nauk Inżynierjno-Technicznych w dyscyplinie Inżynieria Chemiczna.**

2. Układ i zawartość rozprawy

Recenzowana rozprawa składa się z 268 stron, w tym 1 stron załącznika w postaci spisu dorobku naukowego. Praca zawiera 132 rysunki, 66 tabel. Bibliografia obejmuje 194 pozycje literaturowe, w tym 8 polskojęzycznych. Cytowana literatura stanowi aktualne prace, wśród których znaleźć można również artykuły z jednostki, w której Doktorantka realizowała swoją pracę doktorską.

Rozprawa składa się z 28 rozdziałów, które podzielono na następujące części:

Przegląd Literatury (rozdziały 1-13). W rozdziałach doktorantka przybliżyła rynek kosmetyków ze szczególnym uwzględnieniem kosmetyków wykorzystywanych do makijażu, następnie koncentruje się na szminkach, omawia jej budowę chemiczną oraz strukturę. W kolejnych rozdziałach części przeglądowej znaleźć można informacje o poszczególnych składnikach stosowanych do wytwarzania szminek, omówiono m.in. woski, oleje, pigmenty, a także tzw. wypełniacze oraz inne dodatki (konserwanty, przeciwutleniacze, ect.). Następnie omówiony został proces formowania sztyftu z podziałem na produkcję masy szminkowej i konfekcjonowanie. W kolejnych częściach omówiono krystalizację i żelowanie lipidów w kontekście produktów szminkowych, sporo uwagi poświęcono wpływowi poszczególnych dodatków na zarodkowanie krystalizacji lipidów i produktów lipidowych, omówiono również parametry krystalizacji, a także warunki w których może wystąpić zjawisko synerезy. Ze względu na brak literatury dotyczącej kwitnienia lipidów w kosmetykach, doktorantka poszukiwała analogii do tego zjawiska zachodzącego w czekoladzie. Część literaturową kończy opis metodyki badawczej stosowanej do charakterystyki właściwości szminek i krótkie podsumowanie.

Część eksperymentalna (rozdziały 14-16) obejmuje zestawienie wszystkich materiałów, które zostały użyte w badaniach, opisano procedurę wytwarzania szminki (zarówno bazowej, jak i domieszkowanych), a następnie opisano szczegółowo metodykę badawczą (mikroskopia cyfrowa, mikroskopia elektronowa, mikrotomografia rentgenowska, zwilżalność, reologię, skaningową kalorymetrię różnicową, dyfrakcję promieni rentgenowskich, a także testy łamania szminek, testy starzeniowe.

W części badawczej (rozdziały 17-28) doktorantka charakteryzuje wybraną do badań szminkę bazową. Następnie bada jak poszczególne składniki wpływają na strukturę krystaliczną sztyftu, po czym przechodzi do opisu wpływu lecytyny na strukturę krystaliczną szminki, charakteryzuje ten produkt pod kątem synerезy podczas przyspieszonego starzenia, charakteryzuje materiały m.in. technikami XRD, DSC, wyznacza energię powierzchniową dla materiałów o różnej zawartości lecytyny, a także obrazuje powierzchnię sztyftów za pomocą mikroskopii SEM. Wyniki zostają uzupełnione o właściwości reologiczne. W kolejnych rozdziałach doktorantka przygotowała szereg szminek z dodatkami wosków (7 różnych), a następnie poddała je badaniom wg procedury opisanej powyżej. Podobnie opisano próbki z dodatkiem polisacharydów, a także organofilowej glinki hektorytowej, skrobi kukurydzianej i szeregu wypełniaczy, różniących się kształtem (m.in. zastosowano włókna, kulki, gąbki, płytki o różnych wymiarach). Wszystkie materiały scharakteryzowano wykorzystując opracowaną

metodykę. Ostatnie rozdziały merytoryczne dotyczą oceny wpływu dodatków o charakterze amfifilowym na właściwości szminek. Na podstawie uzyskanych wyników doktorantka wyciągnęła wnioski dotyczące wpływu budowy emulgatora na stabilność sztyftu i zaproponowała recepturę do wdrożenia do produkcji przemysłowej.

Dodatkowo, w spisie treści znaleźć można Streszczenie (po polsku i angielsku), Wprowadzenie i cel pracy, a także Podsumowanie i wnioski i wspomnianą wcześniej część bibliograficzną, spis rysunków, spis tabel oraz spis dorobku naukowego.

Układ pracy jest klasyczny, ma nieznaczne braki, jednak mieści się w kryteriach ogólnie przyjętych dla tego typu prac naukowych.

3. Ocena merytoryczna

Celem pracy było opracowanie receptur oraz metodyki wytwarzania sztyftów szminek charakteryzujących się możliwie długim czasem przydatności do użycia. Jako najistotniejszy wskaźnik trwałości szminki wskazano synerię. Doktorantka postanowiła osiągnąć założony cel poprzez zastosowanie różnych dodatków, które miały przeciwdziałać niekorzystnym z punktu widzenia żywotności produktu zjawisku. Doktorantka wytworzyła i przebadła szereg materiałów różniących się dodatkami i ich zawartością w układzie. Zaproponowała Ona zastosowanie m.in. szeregu napełniaczy o różnych wymiarach i kształtach, związków o charakterze amfifilowym, a także lecytyny. Wszystkie układy zostały uzyskane w taki sam sposób i w podobny sposób zostały scharakteryzowane.

Doktorantka posłużyła się zaawansowanymi technikami badawczymi, m.in. DSC, napięcie powierzchniowe, testy reologiczne, tomografia komputerowa, XRD, a także mikroskopia SEM. Z opisów wynika, iż techniki zostały opanowane przez doktorantkę i posługuje się nimi bez większych problemów.

Praca jest bogato ilustrowana – zawiera dużo zdjęć SEM, zdjęć szminek, jak również zestawienia tabelaryczne materiałów używanych w pracy, co znacznie ułatwia znalezienie interesujących czytającego informacji. Wykresy zrobione są w sposób przejrzysty, co nie jest łatwe, biorąc pod uwagę olbrzymią liczbę próbek zestawioną na pojedynczym rysunku.

Najwyżej w pracy oceniam jej efekt. Doktorantce udało się wyselekcjonować materiały o stosunkowo najlepszych parametrach, dzięki czemu możliwe było wprowadzenie produktu do praktyki przemysłowej. Według mojej oceny jest to największa wartość pracy.

Wyniki prac doktorantka zawarła w sześciu prac naukowych opublikowanych w czasopiśmie „Polish Journal of Cosmetology”. Ponadto, doktorantka jest współautorką dwóch zgłoszeń patentowych oraz trzech komunikatów konferencyjnych.

Podsumowując, przedstawione w pracy wyniki należy więc uznać za oryginalne, stanowią istotny wkład w rozwój produktu, czego dowodem jest wprowadzenie produktów opracowanych w ramach doktoratu do praktyki przemysłowej.

4. Uwagi krytyczne

Najsłabszą stroną pracy jest strona językowa. W rozprawie znajdują się błędy stylistyczne, językowe oraz literówki, czasem stwierdzenia nie do końca poprawne/wątpliwe językowo. Przykładem jest stosowanie w metodyce DSC słowo „grzanie”, zamiast „ogrzewanie”, enigmatyczne i nieprecyzyjne sformułowanie „wysokie sygnały”. Innym przykładem jest podpis osi na rysunku 53: „Entalpia topnienia I grzania”, wg mnie powinno być: „Entalpia topnienia wyznaczona podczas pierwszego skanu ogrzewania”.

Bardzo częstym błędem występującym w pracy jest brak zastosowania podmiotu w zdaniu, np. „Muszą przejechać tysiące kilometrów (...)”, a powinno być: „Szminki muszą przejechać tysiące kilometrów (...)”.

Nazwa tytułu 19.1 – „Zmiany składników w fazie woskowej” również jest nieprecyzyjna, podobnie jak 19.2.1 „Wpływ dodatku lecytyny” – warto by było w tytule rozdziału napisać wpływ czego na co.

Nazwy zastosowanych dodatków amfifilowych podano w języku angielskim, podczas gdy cała rozprawa jest w języku polskim. Jest to dla mnie niezrozumiałe. Np. „sorbitan stearate” bez problemu można przetłumaczyć na stearynian sorbitanu, lub sucrose distearate tłumaczy się na stearynian sacharozy i inne zawarte np. w tabeli 23.

Wątpliwą praktyką jest powoływanie się na stronę internetową w literaturze (pozycja 128), na szczęście jest to odosobniony przypadek.

Rysunki są kiepskiej jakości, bywają słabo czytelne (np. rysunek 63 i inne termogramy DSC).

W pracy znajduje się również szereg wyników, które powinny zostać zaokrąglone. Przykładem jest wartość entalpii podawana do 0,01J/g oraz temperatur przejść fazowych (jak np. w tabeli 18, rysunku 57). Do tych wartości należałoby podejść nieco bardziej krytycznie.

Pytania merytoryczne:

1. Na stronie 129-130 stwierdzono: „W próbce po 72h (linia czerwona) obserwujemy wzrost fazy amorficznej jak i wyraźny wzrost w krystaliczności próbki”. Zdanie to jest nieprecyzyjne i nie wiadomo czego tak naprawdę dotyczy. Czym jest „wzrost fazy amorficznej”? Czy chodzi o zawartość fazy amorficznej? Jeśli tak, to wzrost zawartości fazy amorficznej w układzie musi powodować obniżenie zawartości fazy krystalicznej. Ponadto, aby określić stopień krystaliczności niezbędne jest przeprowadzenie dekonwolucji krzywej dyfrakcyjnej. Wówczas, po przyporządkowaniu składowych amorficznych i krystalicznych można obliczyć stopień krystaliczności. Czy takie obliczenia były wykonywane? Jeśli nie, to na jakiej podstawie stwierdzono wzrost krystaliczności w układzie? Proszę o ustosunkowanie się i doprecyzowanie.
Mam wątpliwości, czy krzywe zostały ujednoczone co do masy oraz liczby zliczeń w przeliczeniu na jednostkę czasu, co może skutkować błędem w interpretacji.
2. Doktorantka stwierdza na stronie 131, że „kryształy (...) mają szansę ustawić się w korzystnym położeniu” – jakie jest „korzystne” położenie i czy wykonano badania 2D-WAXS celem zbadania orientacji krystalitów? Względnie, czy w ogóle badano ułożenie krystalitów metodami badawczymi?

5. Ocena końcowa

Podjęta w rozprawie doktorskiej tematyka jest ciekawa i ma zastosowanie w praktyce. Cele pracy postawione przez Doktorantkę zostały osiągnięte. Zastosowana metodyka badawcza oraz forma przedstawienia wyników jest poprawna. Doktorantka wykazała się dobrą znajomością stanu wiedzy w temacie, jak również znajomością technik badawczych, co niewątpliwie związane jest z praktyką zawodową. Pomimo uwag recenzenta, należy stwierdzić iż praca doktorska przedłożona przez mgr inż. Annę Laudańską - Maj posiada niezbędne

elementy wymagane w pracach doktorskich. Postawione pytania należy traktować jako niedociągnięcia warsztatowe, a także ciekawość recenzenta. Sugestie te można wykorzystać np. projektując eksperymenty w przyszłości.

Sposób przeprowadzenia badań, liczba wytworzonych i przebadanych materiałów, świadczy o dobrym przygotowaniu Doktorantki do pracy w zakresie badań stosowanych.

Podsumowując, stwierdzam iż praca wyczerpuje wymagania „Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule naukowym w zakresie sztuki” z dnia 14 marca 2014r. wraz z późniejszymi zmianami i zwracam się do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Chemiczna na Politechnice Warszawskiej z prośbą o dopuszczenie pani mgr inż. Anny Laudanskiej-Maj do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Z wyrazami szacunku

