

dr hab. Ewa Olewnik-Kruszkowska, prof. UMK
olewnik@umk.pl
tel. +4856 611 2210

Toruń, 08 maja 2023r

Recenzja
rozprawy doktorskiej mgr inż. Magdaleny Beaty Nalepy
z tytułu
„Opracowanie technologii otrzymywania kosmetycznych produktów proszkowych
o zwiększonej twardości”

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Beaty Nalepy została wykonana w Katedrze Chemii i Technologii Polimerów Wydziału Chemicznego, Politechniki Warszawskiej. Opiekę nad realizacją badań sprawowała, jako promotor, dr hab. inż. Agnieszka Gadomska-Gajadhur, natomiast rolę promotora pomocniczego pełniła pani dr inż. Anna Laudańska-Maj. Należy również zaznaczyć, iż praca została wykonana w ramach projektu „Doktorat wdrożeniowy II edycja”.

Wybór tematyki pracy: Nowe rozwiązania w technologii kosmetyków stanowią doskonale rozwijającą się gałąź przemysłu kosmetycznego. Dlatego też, poszukiwanie nowych metod formowania, które będą w stanie ograniczyć lub zastąpić obecnie wykorzystywane, popularne rozpuszczalniki organiczne staje się ważnym wyzwaniem i jednym z priorytetów otoczenia zajmującego się projektowaniem nowych formułacji kosmetycznych.

Ponadto należy podkreślić, iż przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska wpisuje się we współczesne trendy poszukiwania innowacyjnych, bezpiecznych, trwałych i przyjaznych dla środowiska produktów kosmetycznych o różnych formach i efektach aplikacyjnych. Na uwagę zasługuje również fakt, iż opracowanie nowych formułacji jest ściśle związane z działalnością firmy Bell sp. z o.o., która jest jednym z wiodących producentów kosmetyków prasowanych na naszym rynku.

Cel rozprawy: Głównym celem rozprawy było opracowanie formułacji zawiesin kosmetycznych gdzie popularnie stosowany rozpuszczalnik w formie izododekanu zostałby zastąpiony przez wodę. Co istotne, wpływ zmiany rozpuszczalnika wiązał się z realizacją celów szczegółowych opartych na analizie zależności pomiędzy składem a właściwościami reologicznymi, a także aplikacyjno-sensorycznymi i użytkowymi otrzymanych produktów.

W ujęciu aplikacyjnym otrzymany produkt miał się charakteryzować odpowiednią twardością przy jednoczesnym zachowaniu pożądanych walorów użytkowych. W tym celu wykorzystano istniejącą w firmie Bell sp. z o. o. metodę wtryskową zmodyfikowaną poprzez wprowadzenia etapu suszenia w podwyższonej temperaturze.

Ocena merytoryczna rozprawy: Rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Beaty Nalepy została przedstawiona w klasycznym układzie w formie 220-sto stronicowej książki podzielonej na rozdziały z uwzględnieniem przeglądu literatury, uwypukleniem celów i tez rozprawy, omówieniem procesu tworzenia nowych formułacji, opisem dyskusji otrzymanych wyników oraz podsumowaniem i wnioskami. Na ostatnich stronach został zamieszczony spis literatury, rysunków i tabel, a także spis dorobku naukowego.

Na uznanie zasługuje staranność przygotowania rozprawy zarówno pod względem językowym jak i graficznym. Poszczególne rozdziały przeglądu literaturowego dobrze uzasadniają podejmowane działania opisane w części badawczej. Ponadto ta część pracy precyzyjnie krok po kroku wprowadza czytelnika w tajniki poszczególnych surowców kosmetycznych, ich właściwości, a także możliwości formowania poszczególnych kosmetyków prasowanych i wpływ warunków na charakterystykę produktu końcowego.

W sposób jasny zestawiono zastosowane w pracy materiały i odczynniki oraz przedstawiono składy poszczególnych formułacji. Aczkolwiek pomocny mógłby być w tym miejscu schemat, który pozwoliłby na zrozumienie zmian dokonywanych w poszczególnych formułacjach i prześledzenie podejmowanych działań optymalizacyjnych. Przy tak dużej liczbie składów śledzenie zmian jest dość utrudnione.

Przechodząc do kolejnej części pracy poświęconej metodyce badań, na uznanie zasługuje ilość przeprowadzonych analiz dla poszczególnych formułacji.

Wyniki badań i dyskusja rozpoczynają się od istotnego wprowadzenia, a przedstawiony na rysunku 21 schemat ułatwia prześledzenie kolejnych kroków podejmowanych w optymalizacji tworzonych formułacji.

Na kolejnych stronach porównano dwie formułacje komercyjnych produktów firmy Bell, wskazując, że różnią się one zastosowanym rozpuszczalnikiem. Jednakże z tabel przedstawiających ich skład (tabele 8 i 9) jednoznacznie wynika, że różnic w składzie jest znacznie więcej zatem ten fragment pracy wydaje się być zbędny. Podobnie jak analiza właściwości reologicznych próbek oznaczonych jako krzemian 4 i 6 – które to próbki zostały odrzucone na wcześniejszym etapie analiz sensorycznej. Jednym wytłumaczeniem,

zamieszczenia powyżej wspomnianych badań jest pokazanie przez Doktorantkę ogromu wykonanej pracy.

Na kolejnych stronach rozprawy Doktorantka sprawnie, z obszerną interpretacją otrzymywanych danych, przeprowadziła optymalizację formułacji polegającą na zmianie ilości i rodzaju składników bazy, lepiszcza i pigmentów. W tej części pracy widoczne jest doświadczenie Doktorantki w poszukiwaniu nowych rozwiązań, a na szczególną uwagę zasługują przeprowadzone badania reologiczne i dojrzała dyskusja wyników. Szkoda, że omawiając szeroko wpływ kształtu i poszczególnych wypełniaczy nie zamieszczono zdjęć SEM dla wprowadzanych składników bazy, które zobrazowałyby opisywany kształt ziaren surowców.

W rozdziale 14 Doktorantka przedstawiła i przedyskutowała optymalizację procesu suszenia wyprasek poszerzoną o kolejne analizy (SEM, DSC), które miały za zadanie pomóc w postawieniu kolejnego kroku w drodze do wyboru najlepszego składu kosmetyku.

Ze względu na wciąż niezadawalające efekty Doktorantka podjęła się modyfikacji ilości użytego rozpuszczalnika oraz wprowadziła dodatkowo drugi rozpuszczalnik – etanol. Kolejny etap prac to wymiana krzemianu glinowo-magnezowego na gumę ksantanową mającą za zadanie zwiększyć twardość i zmniejszyć kruchość próbek, a także analiza wpływu skrobi kukurydzianej i celulozy mikrokrystalicznej na właściwości aplikacyjno-sensoryczno-użytkowe próbek. O ile wprowadzenie zarówno gumy ksantanowej jak i celulozy mikrokrystalicznej nie wpłynęło pozytywnie na badane właściwości o tyle dodatek skrobi kukurydzianej poprawił znacząco część pożądaných właściwości.

Do dalszych badań wybrano gamę dziewięciu zmodyfikowanych materiałów. Dla nich określono powinowactwo do skóry, nasiąkliwość, porowatość, moduł Younga i twardość, która jest kluczowym parametrem określającym właściwości otrzymanych kosmetyków.

Mając na uwadze, że badania zostały przeprowadzone w ramach doktoratu wdrożeniowego bardzo istotny punkt rozprawy stanowią przeprowadzone próby produkcyjne. W tym punkcie Doktorantka dokładnie opisała, a następnie porównała, właściwości materiałów otrzymywanych w wersji laboratoryjnej i produkcyjnej. Co pokazuje jak trudne, czasochłonne i wymagające doświadczenia jest przeniesienie produkcji z małej skali do skali przemysłowej.

Aczkolwiek na rysunku 83, gdzie zamieszczono wyniki twardości i modułu Younga dla próbki zawierającej izododekan oraz zaprojektowanego materiału nazwanego Skrobia 3a zaznaczone wartości odchylenia są tak duże, że trudno jednoznacznie powiedzieć czy właściwości

materiału Skrobia 3a są lepsze czy gorsze w porównaniu do wyjściowego kosmetyku. Jednakże analiza aplikacyjno-sensoryczno-użytkowa zdecydowanie wskazuje na przewagę zaprojektowanego materiału nad produkowanym dotychczas kosmetykiem z użyciem izododekanu w roli rozpuszczalnika.

Podsumowanie i wnioski końcowe: Po zapoznaniu się z rozprawą chciałabym przekazać następujące komentarze i wątpliwości, które mogą być przedyskutowane lub wyjaśnione podczas obrony rozprawy doktorskiej, a które w pełniejszy sposób pozwolą na zrozumienie podejmowanych badań:

- proszę wyjaśnić dobór warunków analizy kruchości użytkowej (str. 85). Dlaczego próbki były opuszczane właśnie z wysokości 30 cm? Ponadto sformułowanie kawałki lub niewielkie kawałki jest niemiarodajne i nie powinno być stosowane w pracach badawczych.
- dlaczego w pracy przyjęto stałą objętość porów na poziomie 2.12 cm^3 (str. 91)
- czy Doktorantka brała pod uwagę metody optymalizacji simpleksowej lub innej, które mogłyby usprawnić proces planowania modyfikacji?

Inne drobne nieprecyzyjne sformułowania lub nieścisłości, które nie wymagają komentarza ze strony Doktorantki:

- strona 86 – zapewne chodzi o skalę w tabeli 22 a nie 23?
- piknometr 50 czy 48.989 cm^3 (str. 89)
- w spisie tabel znalazł się rysunek 22 i odwrotnie w spisie rysunków tabela 63

Podsumowując, pani mgr inż. Magdalena Beata Nalepa podjęła się kompleksowej realizacji zagadnienia obejmującego otrzymanie nowej formułacji kosmetycznej o pożądanych właściwościach, gdzie organiczny rozpuszczalnik w postaci izododekanu został zastąpiony wodą. Kolejne kroki zmierzające do osiągnięcia założonego celu i poprawność toku rozumowania dowodzą, że Doktorantka bardzo dobrze opanowała procedury eksperymentalne. Ilość przedstawionych wyników jest imponująca, a obszerna i dojrzała interpretacja zasługuje na szczególne podkreślenie i wyróżnienie. Ponadto mając na uwadze fakt, że Doktorantka realizowała prace w ramach doktoratu wdrożeniowego na podkreślenie i uznanie zasługuje przeprowadzenie z powodzeniem prób otrzymywania kosmetyków w skali przemysłowej.

Wszystkie podejmowanie przez Doktorantkę działania pozwalają mi jednoznacznie stwierdzić, że rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Beaty Nalepy „Opracowanie technologii otrzymywania kosmetycznych produktów proszkowych o zwiększonej twardości”

spełnia wymagania ustawy "Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce" i wnioskuje o dopuszczenie Doktorantki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Mając na uwadze, że w tak krótkim czasie Doktorantka przeprowadziła zakończoną sukcesem złożoną modyfikację formułacji kosmetycznej, a ponadto przeprowadziła z powodzeniem próby wdrożeniowe nosząc o wyróżnienie przedłożonej do oceny rozprawy doktorskiej.



dr hab. Ewa Olewnik-Kruszkowska, prof. UMK