

Dr hab. inż. Tomasz Klepka, prof. uczelni
Katedra Technologii i Przetwórstwa
Tworzyw Polimerowych,
Wydział Mechaniczny
Politechnika Lubelska
ul. Nadbystrzycka 36, 20-618 Lublin

Lublin, 05.02.2026

Recenzja

Rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Natalii Puszczkowskiej pt.: „Biodegradowalne kompozyty piezoelektryczne na bazie polilaktydu otrzymywane metodą wytłaczania”

Promotor: dr hab. Piotr Rytlewski, prof. uczelni
Wydział Inżynierii Materiałowej
Uniwersytet Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy

Drugi promotor: Prof. dr hab. inż. Marek Macko
Wydział Mechatroniki
Uniwersytet Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy

Recenzję opracowano zgodnie z uchwałą Rady Dziedziny Nauk Inżynieryjno – Technicznych
Uniwersytetu Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy z dnia 17 listopada 2025 roku.

1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa mgr inż. Natalii Puszczkowskiej, zrealizowana na Uniwersytecie Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy prezentuje logiczną strukturę typową dla prac doktorskich w naukach technicznych. Rozprawa dotyczy inżynierii biomateriałów medycyny regeneracyjnej i koncentruje się na problematyce syntezy materiałów, które mają łączyć zdolność generowania sygnałów piezoelektrycznych z pełną biodegradowalnością, co jest niezbędne w projektowaniu nowych inteligentnych implantów kości i tkanek miękkich.

Praca składa się z dziewięciu rozdziałów tworzących spójną całość badawczą. Rozdział pierwszy opisuje problematykę badawczą, uzasadniając potrzebę prowadzenia badań nad

biodegradowalnymi kompozytami piezoelektrycznymi. Rozdział drugi stanowi obszerny przegląd literatury, uwzględniający: podstawy efektu piezoelektrycznego, charakterystykę ceramicznych i polimerowych materiałów piezoelektrycznych oraz opis kompozytów i metody ich wytwarzania. Istotnym elementem rozprawy jest włączenie do programu badań zagadnień biodegradowalności i biokompatybilności PLA oraz przegląd zastosowań materiałów piezoelektrycznych. Rozdział trzeci dokładnie przedstawia tezę badawczą, cele rozprawy oraz sposób ich realizacji. W rozdziale czwartym doktorantka szczegółowo opisuje zastosowaną metodykę badań rozpoczynając od charakterystyki materiałów i metod przetwórczych, przez proces polaryzacji, po rozbudowany zestaw technik badawczych. Taka szczegółowość jest uzasadniona złożonością zaplanowanych do realizacji badań. Rozdział piąty prezentuje badania wstępne nad kompozytami PLA/BT, obejmujące ocenę procesu wytwarzania, wpływ napelnacza na właściwości mechaniczne i termomechaniczne, charakterystykę piezoelektryczną oraz biodegradację. W rozdziale szóstym, doktorantka zamieściła obszerny opis badań zasadniczych kompozytów z dodatkiem ryboflawiny. W kolejnym rozdziale siódmym doktorantka dokonuje syntezy wniosków odnoszące się do postawionych celów. Rozprawę kończy streszczenie, oraz spis literatury, świadczący o przeprowadzanej szczegółowej kwerendzie bibliograficznej.

Rozprawa charakteryzuje się przemyślaną koncepcją oraz logicznym następstwem opisu wykonywanych zadań: od teorii przez metodykę po dwuetapowe badania eksperymentalne. Doktorantka podjęła się wyzwania, które wymagało połączenia czterech istotnych aspektów: właściwości piezoelektrycznych, biodegradowalności, biogodność na akceptowalnym poziomie oraz przemysłowej skalowalność procesu wytwarzania. Warto podkreślić, że doktorantka świadomie dążyła do uzyskania rezultatów badań o potencjale aplikacyjnym, a nie jedynie demonstracji laboratoryjnej, dlatego też do wytwarzania elementów wybrała technologię przemysłową - wytłaczanie, co jest rozwiązaniem oryginalnym w odróżnieniu od powszechnie znanych i opisywanych w literaturze metod rozpuszczalnikowych. Wszystko to świadczy o dobrym warsztacie naukowym doktorantki.

Szczególnie cenne jest interdyscyplinarne podejście do analizowanej problematyki. W rozprawie oprócz typowych zagadnień naukowych, opisu badań z zakresu inżynierii materiałowej, przetwórstwa polimerów, fizyki zjawisk piezoelektrycznych, mikrobiologii oraz cytotoksyczności znajdują się opisy aspektów aplikacyjnych. Praca posiada także wyraźny element użyteczny, dowodząc, że możliwe jest wytworzenie metodami przemysłowymi materiałów o niskiej cytotoksyczności wobec zdrowych komórek, które po spełnieniu funkcji

terapeutycznej ulegają bezpiecznemu rozkładowi. Jest to pierwsze w literaturze doniesienie o takim wykorzystaniu ryboflawiny w termoplastycznych kompozytach piezoelektrycznych.

2. Ocena wyboru tematu rozprawy doktorskiej

Tytuł rozprawy – „Biodegradowalne kompozyty piezoelektryczne na bazie polilaktydu otrzymywane metodą wytłaczania” – jest dobrany w sposób jasny i precyzyjny. Zawiera wszystkie kluczowe elementy charakteryzujące przedmiot badań: właściwość funkcjonalną (piezoelektryczność), cechę użytkową (biodegradowalność), podstawę polimerową (polilaktyd), typ materiału (kompozyt) oraz metodę wytwarzania (wytłaczanie).

Zakres problematyki badawczej rozprawy jest ambitny i wykracza poza standardowy obszar pojedynczej pracy doktorskiej, co świadczy o dużym zaangażowaniu doktorantki w poszczególne zadania oraz przemyślanego programu badawczego.

Doktorantka postawiła przed sobą problem o charakterze wieloaspektowym: jak stworzyć materiał piezoelektryczny, który byłby biodegradowalny, możliwy do wytworzenia metodą przemysłową i jednocześnie biozgodny. Problem ten wynika z konkretnych potrzeb aplikacyjnych, gdzie współczesna medycyna regeneracyjna poszukuje materiałów zdolnych do stymulacji bioelektrycznej tkanek, które po spełnieniu swojej funkcji ulegną resorpcji w organizmie bez konieczności dodatkowych zabiegów chirurgicznych.

Dobraną na podstawę materiał polilaktyd (PLA) wydaje się naturalnym tworzywem, który charakteryzuje się wysokim stopniem biodegradacji oraz biozgodności jest dodatkowo uzasadniony ekonomicznie i aplikacyjnie. Wykazuje jednak zbyt małe (dla praktycznych zastosowań) właściwości piezoelektryczne. Właściwości te zgodnie z pomysłem autorki można poprawić w wyniku wprowadzenia ceramicznego napełniacza: tytanianu baru, BT, ryboflawiny, uzyskując zwiększony efekt piezoelektryczny, przy jednoczesnym spowolnieniu degradacji. Tytanian baru spełnia wymogi biokompatybilności, a jego bezołowiowy charakter jest zgodny z regulacjami środowiskowymi. Wprowadzenie ryboflawiny jako modyfikatora struktury krystalicznej PLA stanowi element nowatorski. Witamina B2 działa jako nukleant fazy β polilaktydu, zwiększając jego naturalną piezoelektryczność. Kombinacja ryboflawiny z napełniaczem BT w układzie przetwarzanym w procesie wytłaczania nie była dotąd systematycznie badana w kontekście właściwości piezoelektrycznych.

Temat rozprawy wpisuje się bezpośrednio w aktualne wyzwania inżynierii biomedycznej i medycyny regeneracyjnej. Biodegradowalne materiały piezoelektryczne stanowią wyraźną lukę na styku biomateriałów i elektroniki medycznej. Tradycyjne piezoelektryki ceramiczne oferują wysoką aktywność elektryczną, jednak ich trwałość wymusza konieczność drugiej interwencji chirurgicznej po zakończeniu terapii. Autorka trafnie zidentyfikowała ten problem i zaproponowała rozwiązanie oparte na kompozytach resorbowanych.

Wybór wytłaczania jako metody wytwarzania, w przeciwieństwie do elektroprzędzenia czy druku 3D (dominujących w literaturze), pozwala przyjąć, że w przyszłości wytwarzanie możliwe jest przy pełnej skalowalności przemysłowej.

Właściwości piezoelektryczne mierzone w kontrolowanych warunkach laboratoryjnych nie przekładają się bezpośrednio na funkcjonalność materiału w tkance żywej, uważam, że w kolejnych pracach doktorantka powinna zweryfikować swoje tezy w badaniach *in vivo*.

Pomimo wspomnianych ograniczeń, przedstawiona problematyka i wyniki badań posiadają znaczący potencjał translacyjny. Skuteczne połączenie biodegradowalności z aktywnością piezoelektryczną mogłoby znaleźć zastosowanie w rusztowaniach do regeneracji kości, elektrostymulujących opatrunkach na rany przewlekłe czy biosensorach resorbowanych.

3. Ocena merytoryczna rozprawy

Rozprawa doktorska mgr inż. Natalii Puszczykowskiej stanowi dojrzałe, interdyscyplinarne studium łączące inżynierię materiałową z fizykochemią polimerów i zagadnieniami biomedycznymi. Zasadnicza wartość merytoryczna rozprawy opiera się na oryginalnej koncepcji wykorzystania ryboflawiny (RF) jako wielofunkcyjnego modyfikatora w kompozytach polilaktydu (PLA) z tytanianem baru (BT), wytwarzanych metodą wytłaczania dwuślimakowego.

Zakres oraz wybór zastosowanych metod badawczych jest właściwy. Poza standardowymi technikami charakterystyki termicznej (DSC, TGA) i mechanicznej (wytrzymałość na rozciąganie, DMA), doktorantka przeprowadziła pomiary współczynników piezoelektrycznych w dwóch trybach – d_{33} (ściskanie) i d_{14} (ścinanie/skręcanie), co jest rzadko spotykane w literaturze dotyczącej PLA. Co więcej, przeprowadziła analizę stabilności efektu piezoelektrycznego w czasie 30 dni oraz charakterystykę obciążeniową, co ma istotne znaczenie dla potencjalnych przyszłych zastosowań.

Zaplanowane i wykonane badania biodegradacji obejmowały dwa różne podejścia: PN-EN ISO 846 (badanie odporności na działanie mikroorganizmów) oraz PN-EN ISO 20200

(dezintegracja w warunkach kompostowania przemysłowego). Co w efekcie przekłada się na bardziej kompletny obraz przebiegu procesu degradacji. Dodatkowo przeprowadzono badania cytotoksyczności na dwóch liniach komórkowych: zdrowych (221SK, nerka świni) i nowotworowych (A549, rak płuca), pozwoliło na ocenę selektywności działania nowego materiału.

Otrzymane wyniki badań są przedstawione w sposób przejrzysty zawierają odpowiednie ilustracje w postaci wykresów, mikrofotografii SEM oraz zestawień w tabelach. Autorka nie unika dyskusji z literaturą, wskazując zarówno zgodność jak i rozbieżności z wynikami innych zespołów badawczych.

Ważnym osiągnięciem doktorantki opisanym w pracy jest, że ryboflawina działa synergicznie – z jednej strony indukuje odpowiedź napięciową w trybie ścinania (d_{14}) w osnowie polimerowej, a z drugiej pełni rolę skutecznego aktywatora biodegradacji.

Na uznanie zasługuje również rzetelność metodologiczna w ocenie właściwości mechanicznych i strukturalnych.

Szczególnie cenne jest położenie nacisku na technologię przemysłową. Wytlaczanie dwuślimakowe współbieżne to metoda stosowana w skali produkcyjnej. Autorka zaprojektowała dedykowaną konfigurację ślimaków z sekcjami mieszającymi, co pozwoliło na jednorodne rozproszenie napełniacza bez nadmiernej degradacji PLA. Następnie z otrzymanego granulatu formowano folie płaskie z wykorzystaniem wytłaczarki jednoślimakowej, co stanowi kolejny proces przemysłowy. Taki wybór metod wytwarzania wyróżnia tę pracę na tle wielu innych badań laboratoryjnych opartych na odlewaniu z roztworu. Rozprawa ma dobrze przemyślaną strukturę, wartościową zawartość merytoryczną i stanowi realny wkład w rozwój biodegradowalnych materiałów funkcjonalnych. Można ją więc uznać za pracę spełniającą wymagania stawiane rozprawom doktorskim w dziedzinie inżynierii materiałowej.

Niemniej, w każdej pracy można znaleźć fragmenty do rozwinięcia lub uzupełnienia. W tym przypadku zabrakło szerszej analizy mechanizmów wpływu ryboflawiny na strukturę krystaliczną PLA. Wprawdzie autorka odnotowała wzrost stopnia krystaliczności, ale nie przeprowadzono analiz WAXS czy XRD w pełnym zakresie, co pozwoliłoby na głębsze zrozumienie tego zjawiska. Kolejna kwestia dotyczy badań cytotoksyczności – przeprowadzono je na dwóch liniach komórkowych, co jest wystarczające na tym etapie, jednak pełna ocena biokompatybilności będzie wymagała badań *in vivo*, o czym autorka sama wspomina we wnioskach, co świadczy o dobrym rozeznaniu opisywanej problematyki. Są to

uwagi, które nie podważają wartości pracy, a jedynie wskazują potencjalne kierunki dalszych badań.

4. Ocena końcowa rozprawy

Podczas lektury celu i zakresu rozprawy doktorskiej nasunęły mi się drobne uwagi wymagające wyjaśniania oraz kilka niefortunnych określeń wymagających poprawy, np. przy redagowaniu przyszłych publikacji:

Str. 66 , 7 wiersz ↑ .. *bez utraty ich funkcjonalności* ... czy nie należałoby wymienić jakich? , (w tej formie zakres potencjalnych funkcjonalności wydaje się bardzo szeroki).

Str. 69 , 11 wiersz ↑ ...*Rys. 19. Rysunek ślimaka wytłaczarki dwuślimakowej*... jest to ważne zagadnienie w pracy, do weryfikacji/ powtórzenia eksperymentu. Warto było rozważyć bardziej szczegółowy opis segmentów ślimaków oraz bardziej dokładany rysunek z zaznaczaniem poszczególnych stref układu uplastyczniającego. Podobna uwaga dotyczy Str. 70, 3 W ↑ ...*Rys.20*.... .

Str. 84, 1 wiersz ↑ ... Błąd ortograficzny (pominięta litera „g”) - poprawnie: „*okrągłodennej*”.

Str. 98, 1 wiersz ↑ ...*Tabela 14. Wartość współczynnika* ... Tabela zawiera dane dla czasów polaryzacji: 20 h, 1 h, 0,75 h oraz 0,25h, Dlaczego na wykresie (Rys. 35, str. 97 przedstawiono wyłącznie dane dla 20 h? Podpis jest poprawny, ale dobór danych do wykresu budzi wątpliwości metodologiczne.

Str.115, 1 wiersz ↑ „*Rys. 48. Zarejestrowane napięcie międzyszczytowe (Up-p) oraz odpowiadający mu kąt wychylenia w funkcji czasu dla próbki B3*”. Choć podpis jest technicznie poprawny, w tekście Autorka omawia wyniki dla próbek PLA, B1, B2 i B3. Wykres pokazuje tylko jedną próbkę (B3), co jest akceptowalne jako przykład, ale w podpisie brakuje informacji, dlaczego wybrano akurat tę próbkę do ilustracji zjawiska?

Str. 146, 1 W ↑ ..*ERys.72*... czym jest „próbka 79_25”? W Tabeli 4 (str 68), gdzie zdefiniowano nomenklaturę próbek (B1, B2, V10, C40 itd.), takie oznaczenie nie występuje. Jest to ewidentnie wewnętrzny kod laboratoryjny lub nazwa pliku z surowymi danymi, który Autorka przez niedopatrzenie pozostawiła w tytule wykresu. W pracy doktorskiej terminologia

musi być spójna. Czytelnik nie może się domyślać, czy „79_25” to C40, czy może inna seria badawcza.

Ogólne uwagi i pytania dotyczące rozprawy:

- W pracy doktorantka przedstawia wyniki biodegradacji (m.in. ISO 846) oraz zmiany powierzchni (SEM), natomiast nie przedstawia zmian masy cząsteczkowej (GPC/SEC) ani profilu produktów degradacji w czasie. Jakie było uzasadnienie, żeby na etapie doktoratu pozostać przy wskaźnikach przesiewowych, i w jakim zakresie takie analizy byłyby kolejnym krokiem do pełniejszego opisu mechanizmu degradacji?
- Wyniki pomiarów piezoelektrycznych przedstawione są dla próbek w warunkach laboratoryjnych, natomiast nie ma weryfikacji stabilności sygnału w środowisku mokrym (37°C) oraz pod długotrwałym obciążeniem cyklicznym. Proszę wyjaśnić, czy takie pomiary były wykonywane, jak zaprojektowałyby Pani ich wykonanie aby były miarodajne dla docelowego zastosowania?
- W pracy wykonano przesiewową ocenę biogodności (test MTT na ekstraktach), natomiast nie przeprowadzono pełnej ścieżki oceny cytotoksyczności/biogodności zgodnie z normą ISO 10993 ani badań in vivo. Jakie było uzasadnienie takiego zakresu na etapie doktoratu, i jakie konkretne elementy z ISO 10993 należy uznać za priorytetowe jako następny krok, aby wiarygodnie przejść z poziomu dowodu koncepcji materiałowej do oceny aplikacyjnej?
- Jakie były kryteria doboru zawartości BT i RF? oraz czy wyniki badań właściwości mechanicznych nie ograniczają zastosowań przy wyższych zawartościach BT?
- Jakie były najważniejsze parametry przetwórstwa i które z nich najbardziej wpływają na końcowy wynik?

Powyższe uwagi, sugestie i pytania nie umniejszają wartości merytorycznej prezentowanych rezultatów oraz mojej bardzo pozytywnej oceny. Reasumując, uważam, że założony przez Doktorantkę cel badań został zrealizowany, a otrzymane wyniki poszerzają dotychczasowy stan wiedzy w dziedzinie nauk z zakresu inżynierii materiałowej. Rozprawa cechuje się

jakością merytoryczną, rzetelnym podejściem do analizy wyników oraz precyzyjnym sformułowaniem wniosków, co czyni ją istotnym źródłem wiedzy dla specjalistów zajmujących się współczesną medycyną regeneracyjną.

W podsumowaniu stwierdzam, że recenzowana przeze mnie rozprawa doktorska **Pani mgr inż. Natalii Puszczkowskiej pt.: Biodegradowalne kompozyty piezoelektryczne na bazie polilaktydu otrzymywane metodą wytłaczania** stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego w dyscyplinie inżynieria materiałowa i spełnia kryteria określone w Ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U 2024r., poz. 1571) .

Na tej podstawie **wnioskuję** do Wysockiej Rady Dziedziny Nauk Inżynieryjno – Technicznych Uniwersytetu Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy **o przyjęcie pracy i dopuszczenie Doktorantki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.**

Jednocześnie **zgłaszam wniosek o wyróżnienie rozprawy** zgodnie z procedurami przyjętym na Uniwersytecie Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy.