

Recenzja Rozprawy Doktorskiej

<u>Tytuł:</u>	Development of the Silanization Process for Spherical Aluminosilicates Dedicated as Filler for Polymers used in Medical Devices
<u>Autor:</u>	mgr inż. Agnieszka Antończyk
<u>Promotor:</u>	dr hab. inż. Witold Walke, prof. PŚ
<u>Promotor pomocniczy:</u>	dr inż. Magdalena Antonowicz

Ocena ogólna:

Prezentowana praca dotyczy bardzo aktualnego zagadnienia poprawy właściwości cementów stosowanych w medycynie. Cementy te są wypełniane różnymi rodzajami wypełniaczy cząsteczkowych, które muszą wykazywać dobrą adhezję do matrycy cementowej. Aby osiągnąć wystarczającą adhezję, konieczna jest modyfikacja powierzchni wypełniaczy, a Agnieszka Antoczyk skupiła się na silanizacji powierzchni wybranych wypełniaczy, ze szczególnym uwzględnieniem wypełniaczy glinokrzemianowych. Podjęte zagadnienie jest niewątpliwie bardzo aktualne.

Cele części eksperymentalnej rozprawy są jasno wymienione w rozdziale III Badania (str. 39) i po zapoznaniu się z rozprawą oceniam, że założone cele zostały osiągnięte.

Praca dyplomowa, napisana na 109 stronach, składa się z czterech głównych rozdziałów: Wstępu, Przeglądu literatury, Badań i Bibliografii. Dwa główne rozdziały to „Przegląd literatury” i „Badania”. Rozdział „Przegląd literatury” jest napisany w jasny sposób i pozwala zrozumieć temat osobom, które nie są zaznajomione z dziedziną cementów medycznych. Każdy z rozdziałów zawiera krótkie podsumowanie na końcu, w przypadku rozdziału „Badania”, rozdział ten jest oznaczony jako „Wnioski”. Osobiście wybrałbym inny tytuł i zaleciłbym umieszczenie rozdziału „Wnioski” jako oddzielny punkt. Oprócz podsumowania wyników i ich dotychczasowego wkładu, rozdział „Wnioski” powinien również zawierać zalecenia dotyczące dalszych działań badawczych w badanym obszarze. Pozytywnie oceniam włączenie rysunku 16, który jasno opisuje strukturę samej pracy badawczej.

Zasadniczą część pracy stanowi rozdział „Badania”. Autorka skupiła się na ocenie możliwości zastosowania glinokrzemianów sferycznych jako wypełniacza cementu na bazie PMMA, ze szczególnym uwzględnieniem silanizacji powierzchni tego wypełniacza. Jako odniesienie zastosowano wypełniacze Al_2O_3 i ZrO_2 . Modyfikację powierzchni przeprowadzono przy użyciu trzech środków silanizujących - Si_3N_4 , (3-aminopropylo)-trietoksyilanu (APTES) i ortokrzemianu tetraetylu (TEOS). Zmodyfikowane wypełniacze zostały scharakteryzowane przy użyciu różnych metod analizy chemicznej i fazowej, analizy termicznej i skaningowej mikroskopii elektronowej. Brakuje mi porównania wyników z czystymi (niemodyfikowanymi) wypełniaczami.

Kolejny podrozdział (5.8) skupia się na charakterystyce przygotowanych cementów kostnych. Negatywnie oceniam brak tekstu, który jasno podsumowałby, jaki wypełniacz został użyty do przygotowania próbek i dlaczego. Choć później z tekstu jasno wynikało, że próbką tą było C150, nie jest jasne, jaki związek został użyty do modyfikacji powierzchni tego wypełniacza. W tym rozdziale podano oznaczenia próbek A, B, C i D, ale skład tych próbek nie został nigdzie podsumowany, podobnie jak znaczenie oznaczeń CK i GK. Te niedociągnięcia utrudniają poruszanie się po tej części tekstu.

Tabele przedstawione w tekście są odpowiedniej jakości. Niestety, niektóre rysunki są niskiej jakości, na przykład rysunek 25, i naprawdę trudno jest odczytać wartości na osiach. Innym problemem jest numeracja rysunków, które czasami nie następują po sobie, na przykład rys. 172, który następuje po rys. 31. Praca zawiera cytowanie 97 źródeł, rozmieszczonych w rozdziałach poświęconych części teoretycznej, a także eksperymentalnej.

Ocena wszystkich uzyskanych danych doprowadziła do ważnego wniosku, że sferyczne glinokrzemiany są odpowiednimi wypełniaczami do cementów kostnych. Uważam również za bardzo ważne uwzględnienie testów cytotoxyczości, które wykazały niższe poziomy LDH dla próbek wypełnionych 30 i 40% wypełniaczem glinokrzemianowym w porównaniu z pojedynczym cementem bez wypełniacza.

W przedłożonej rozprawie doktorskiej Agnieszka Antończyk przedstawiła glinokrzemiany sferyczne jako obiecujący rodzaj nowych wypełniaczy cementów kostnych. Uzyskane wyniki wskazują, że ten rodzaj wypełniacza jest odpowiedni do tego celu. Przedstawione wyniki i wnioski stanowią dobry filar dla przyszłych badań w dziedzinie cementów kostnych.

Mam następujące komentarze, pytania:

1. Na stronie 27 znajduje się komentarz: „Kluczową właściwością sferycznych glinokrzemianów jest to, że nie mają one szkodliwego wpływu na organizmy żywe, dzięki czemu można je uznać za materiał do stosowania na wyroby medyczne”. Na poprzedniej stronie znajduje się informacja, że mikrosfery glinokrzemianowe mogą zawierać Cu, Ni, Pb, Zn i Cr. Jeśli chodzi o możliwą zawartość tych ciężkich pierwiastków, czy proces silanizacji można uznać za metodę tworzenia bariery powierzchniowej dla tych pierwiastków?
2. Dlaczego autor omawia wyniki analizy TG (str. 53) w odniesieniu do stabilności termicznej kaolinitu? Czy faza kaolinitowa jest typowa dla glinokrzemianów kulistych?
3. Moim zdaniem obrazy na rysunku 63 pokazują porowatą strukturę próbek utwardzonego cementu kostnego, ale w rozdziale 5.7 „Badania porowatości” wspomniano, że próbki są nieporowate. Konieczne jest dostarczenie informacji na temat przygotowania próbek do eksperymentu fizysozorcji N₂.

4. Ważnym parametrem cementów kostnych jest ich odporność na zużycie. Jak można ocenić odporność na zużycie?

Po mimo, że mam pewne uwagi krytyczne do tej pracy, które podniosłem wcześniej, uważam przedłożoną rozprawę za dowód na to, że mgr inż. Agnieszka Antończyk jest zdolna do samodzielnej pracy twórczej, potrafi analizować informacje z literatury i na ich podstawie potrafi zaproponować plan eksperymentów, przeprowadzić eksperymenty i przeanalizować uzyskane wyniki.

Podsumowując, przedstawiona praca mgr inż. Agnieszki Antończyk spełnia ustawowe kryteria warunków określonych w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018r. – Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce (j.t.Dz.U.z 2020r. Poz. 85 z późn. zm.). Dlatego wnioskuję o dopuszczenie Doktorantki do jej publicznej obrony.

Ostrava 12.12.2024

Prof. Ing. Vlastimil Matějka, Ph.D.
opponent