



Łódź, 30.12.2025 r.

Dr hab. Monika Gosecka, prof. CBMiM PAN
Centrum Badań Molekularnych i Makromolekularnych
Polskiej Akademii Nauk
Sienkiewicza 112
90-363 Łódź
e-mail: mdybko@cbmm.lodz.pl
Nr tel. 696724486

Recenzja

rozprawy doktorskiej pani mgr Weroniki Walendziak zatytułowanej „Liofilizowane emulsje i bizele zawierające mikrocząstki z ekstraktem roślinnym jako ekologiczny prototyp nowych materiałów zaprojektowanych z uwzględnieniem zrównoważonej gospodarki wodnej”.

Rozprawa doktorska została wykonana w Laboratorium Funkcjonalnych Materiałów Polimerowych Wydziału Chemii Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu pod kierunkiem Pani dr hab. Justyny Kozłowskiej, prof. UMK oraz dr. Timothy Douglas z Uniwersytetu Lancaster w Wielkiej Brytanii.

Głównym celem rozprawy doktorskiej jest opracowanie innowacyjnych receptur kosmetycznych, które wpisują się w ideę ochrony środowiska. Koncepcja pracy stanowi odpowiedź na globalny kryzys wodny oraz problem nadprodukcji odpadów z tworzyw sztucznych, co Doktorantka realizuje poprzez drastyczne ograniczenie zawartości wody w preparatach, umożliwiając eliminację zbędnych opakowań plastikowych. Badania koncentrują się na opracowaniu metodologii wytwarzania liofilizowanych emulsji oraz bizeli. W procesie wykorzystano biopolimery (alginian sodu, izolat białka serwatkowego), substancje oleiste oraz krioprotektanty, poddając otrzymane formułacje szczegółowej charakterystyce fizykochemicznej. Motywacją do podjęcia tej tematyki jest nie tylko ekologia, ale także dążenie do poprawy bezpieczeństwa stosowania kosmetyków. Dzięki redukcji ilości wody możliwe stało się wyeliminowanie konserwantów, tj. substancji zwiększających trwałość produktu zapobiegając rozwojowi mikroorganizmów, które często wykazują niekorzystne działanie na skórę. Istotnym wkładem naukowym pracy jest opracowanie warunków

syntezy cząstek chitozanowych pełniących rolę nośników ekstraktów roślinnych. Rozwiązanie to zapewnia zachowanie stabilności substancji czynnych uzyskanych z ekstraktów roślinnych oraz ich kontrolowane uwalnianie, co czyni opracowane preparaty nowoczesną i bezpieczną alternatywą dla tradycyjnych produktów kosmetycznych.

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska stanowi cykl trzech publikacji poprzedzony stosownym przewodnikiem po publikacjach oraz częścią opisową nieopublikowanych, na etapie składania rozprawy, wyników badań. Wyniki te ukazały się na łamach czasopisma *European Polymer Journal* w listopadzie tego roku w artykule zatytułowanym „Biopolymer-based freeze-dried emulsion and bigel composites with *Sambucus nigra*-loaded chitosan microparticles: novel multifunctional systems for enhanced skin performance”.

Należy podkreślić, że Doktorantka we wszystkich pracach jest pierwszym autorem, co świadczy o jej dominującym udziale w ich powstanie. Dodatkowym potwierdzeniem Jej kluczowego udziału są deklaracje złożone zarówno przez nią samą, jak i przez pozostałych współautorów. Warto również dodać, że wszystkie artykuły zostały opublikowane w renomowanych czasopismach o zasięgu międzynarodowym.

Przedstawiony cykl publikacji jest spójny tematycznie i stopniowo prowadzi do pełnej realizacji założonego celu rozprawy. Całość rozprawy jest poprzedzona abstraktem w języku polskim i angielskim, wstępem literaturowym podejmującym wszystkie aspekty teoretyczne niezbędne do zrozumienia motywacji podjęcia badań w rozprawie.

Artykuł P1 dotyczy obszernego zakresu badań skupionych na uzyskaniu ośmiu ekstraktów roślinnych zawierających polifenole, flawonoidy - substancje o działaniu przeciwutleniającym, opracowaniu syntezy cząstek chitozanowych oraz przeprowadzeniu efektywnej enkapsulacji ekstraktów roślinnych o działaniu regeneracyjnym skóry. Cząstki chitozanowe zostały wytworzone na bazie oddziaływań jonowych pomiędzy kationowymi grupami amoniowymi chitozanu i ujemnie naładowanymi grupami tripolifosforanu sodu (TPP) zawierającymi liczne grupy fosforanowe. Doktorantka otrzymała szereg ekstraktów z takich roślin jak fiołek trójbarwny, przetacznik lekarski, bluszcz kurdybanka, babka lancetowata, krwawnik pospolity, bez czarny, lipa drobnolistna, pięciornik kurzego ziela, przy czym wykazała, że zawartość substancji aktywnych (polifenoli, flawonoidów) była ściśle

uzależniona od użytego do ekstrakcji rozpuszczalnika (woda lub etanol). W kolejnym etapie badań Pani mgr Walendziak przeprowadziła eksperymenty enkapsulacji otrzymanych ekstraktów w cząstkach chitozanowych. Najwyższy stopień załadowania ekstraktów w cząstkach chitozanowych uzyskała w przypadku *Sambucus nigra* (71%) oraz *Viola tricolor* oraz *Veronica officinalis* (55%), przy czym 70-90% ekstraktów zostało uwolnione po 5 godzinach, a reszta ekstraktów w przeciągu trzech dni.

Doktorantka, zarówno czyste ekstrakty roślinne, jak i te enkapsulowane w mikrocząstkach chitozanowych, wprowadziła do formułacji kremu oraz hydrożelu, uzyskując preparaty o wysokiej skuteczności dermatologicznej. Badania aplikacyjne potwierdziły doskonałą tolerancję skórą – produkty nie wywoływały podrażnień ani rumienia. Co istotne, ich stosowanie doprowadziło do znaczącego wzrostu nawilżenia warstwy rogowej oraz wzmocnienia barierowej funkcji naskórka, przy jednoczesnej wyraźnej redukcji zaczerwienień.

Praca P2 dotyczyła wytworzenia liofilizowanych emulsji na bazie izolatu białka serwatkowego (WPI), alginianu sodu (ALG), krioprotektantów (gliceryna, glikol propylenowy, sorbitol, mannitol, trehaloza), olejów (słonecznikowy, z rokitnika) i wosku pszczelego.

Optymalizacja metodologii tworzenia zliofilizowanych emulsji pozwoliła Doktorantce wyznaczyć parametry homogenizacji niezbędne dla uzyskania najwięzszego rozkładu wielkości kropli fazy olejowej (3 minuty przy 20 000 obrotów na minutę).

Otrzymane liofilizowane emulsje cechowały się wysoką porowatością (59–95%) oraz niską zawartością wilgoci resztkowej (2,3–10,9%), co jest kluczowe dla uzyskania stabilności mikrobiologicznej i w rezultacie wydłużenia okresu trwałości preparatów kosmetycznych. Właściwości mechaniczne (moduł Younga) były regulowane poprzez zmianę stężenia WPI, stosunku faz i rodzaju krioprotektanta, wahając się od 240 kPa do 1,7 MPa. Co więcej dodatek mannitiolu i trehalozy zapewniał wyższą sztywność matrycy w porównaniu do systemów, w których stosowano glicerynę i sorbitol.

W artykule P3 Doktorantka dokonuje optymalizacji metodologii tworzenia liofilizowanych biżeli z hydrożelu (WPI/ALG/gliceryna) i oleożelu (etyloceluloza/olej słonecznikowy/Span 80). Przeprowadzone badania pozwoliły poznać zależność właściwości fizykochemicznych otrzymanych biżeli, takich jak pęcznienie, właściwości mechaniczne oraz degradacja formułacji, od składu biżelu, tj. od użytej relacji wagowej oleożelu do hydrożelu oraz stężenia polimerów. Wzrost zarówno

udziału wagowego hydrożelu w biżelu, jak i stężenia WPI i EC skutkowało wzrostem stopnia pęcznienia. Degradacja w pH zbliżonym do pH skóry (pH 5,7) została znacząco wydłużona (od kilku godzin do 7 dni) wraz ze wzrostem zawartości fazy oleożelowej, co było efektem jej hydrofobowego charakteru. Właściwości mechaniczne były najwyższe dla formulacji otrzymanych z najwyższą zawartością EC i przy użyciu niskiego udziału wagowego oleożelu (5/95), co odzwierciedla zwiększoną sztywność sieci polimerowej oleożelu.

Ostatni etap prac opisany w artykule P4 – w mojej ocenie najbardziej wartościowy pod względem poznawczym – obejmuje analizę porównawczą właściwości liofilizowanych emulsji oraz biżeli i ich kompozyty z cząstkami chitozanowymi z ekstraktem z bzu czarnego (*Sambucus nigra*). Ekstrakt z bzu czarnego został wybrany ze względu na bogaty w substancje czynne (polifenole, flawonoidy) skład. Autorka poddała ocenie wpływ tych formulacji na właściwości mechaniczne oraz stan nawilżenia skóry. Wykazała, że wprowadzenie cząstek chitozanowych do liofilizatów pozwala na sterowanie wartością modułu Younga oraz na poprawę stopnia nawilżenia skóry. Wprowadzenie mikrocząstek chitozanowych do struktury preparatów dwufazowych zwiększyło stabilność mechaniczną (obserwowano wzrost modułu Younga zarówno dla emulsji, jak i biżeli), przy czym biżele wykazały wyższą sztywność (1541–1837 kPa) niż emulsje (647–777 kPa). Najlepszy efekt nawilżenia uzyskała w przypadku biżeli zawierających cząstki chitozanowe z ekstraktem z bzu czarnego. Otrzymane kompozyty (po rehydratacji podczas aplikacji) znacząco zwiększyły nawilżenie warstwy rogowej (*stratum corneum*) i poprawiły jakość bariery skórnej poprzez redukcję transepidermalnej utraty wody (TEWL). Aplikacja materiałów zredukowała zaczerwienienie skóry, co Doktorantka przypisywała łagodzącemu działaniu ekstraktu z bzu czarnego oraz właściwościom składników bazowych, takich jak olej z rokitnika i воск pszczeli.

Wyniki badań uzyskanych w ramach rozprawy stanowią istotny i nowatorski wkład w rozwój chemii kosmetycznej i inżynierii materiałowej. Opracowana forma preparatów wpisuje się w nurt zrównoważonego rozwoju: z jednej strony pozwala na radykalne ograniczenie zużycia wody w procesie produkcyjnym (poprzez odzysk wody sublimowanej podczas liofilizacji) oraz redukcję plastikowych opakowań transportowych, z drugiej zaś – gwarantuje doskonałe właściwości nawilżające skóry. Kluczowym atutem technologicznym jest również wysoka stabilność mikrobiologiczna

materiałów; niska zawartość wody eliminuje konieczność stosowania konserwantów, co czyni produkt bardziej bezpiecznym i hipoalergicznym.

Badania Doktorantki wykraczają poza standardową syntezę i charakterystykę fizykochemiczną nowych receptur kosmetycznych. Autorka poddała opracowane układy testom biofizycznym przy użyciu aparatury Courage+Khazaka, co pozwoliło na precyzyjne określenie ich wpływu na kondycję skóry – w tym nawilżenie warstwy rogowej, koloryt oraz szczelność bariery naskórkowej. Potwierdzony potencjał dermatologiczny otwiera drogę do szerokiej aplikacji opracowanych materiałów. Unikalna forma liofilizowanych emulsji i biżeli stanowi efektywną platformę do transportu wrażliwych substancji czynnych, czyniąc ją idealnym kandydatem do zastosowań, na przykład w zaawansowanych materiałach opatrunkowych.

W odniesieniu do uzyskanych wyników oraz wysokiego potencjału aplikacyjnego opracowanych receptur kosmetycznych, nasuwają się następujące pytania o charakterze naukowym i praktycznym. Czy proces liofilizacji, uznawany za energochłonny, jest uzasadniony ekonomicznie w skali przemysłowej? Czy korzyści wynikające z redukcji masy wody oraz mniejszego zużycia opakowań przewyższają wady energochłonnego procesu liofilizacji niezbędnego do otrzymania preparatów w formie liofilizatów emulsji i biżeli? Czy stopień hydratacji liofilizowanych preparatów w warunkach technologicznych będzie powtarzalny? W jaki sposób planuje się kontrolować ten parametr, aby zapewnić stałe właściwości mechaniczne i biofizyczne gotowych produktów? Czy profil uwalniania ekstraktów roślinnych jest zależny od stopnia hydratacji opracowanych preparatów? Czy przeprowadzono badania w kierunku określenia właściwości adhezyjnych liofilizowanych układów dwufazowych do skóry, istotnych z punktu widzenia efektywności działania preparatu. Chciałabym podkreślić, że powyższe pytania wynikają jedynie z naukowej dociekliwości i mają na celu otwarcie dyskusji z Doktorantką w trakcie obrony rozprawy, nie wpływając przy tym na wysoką ocenę merytoryczną przedstawionej rozprawy.

Na uwagę zasługuje aktywność naukowa Doktorantki, przejawiająca się w realizacji badań w ramach licznych projektów oraz staży naukowych. Wyniki swoich prac Pani mgr Walendziak prezentowała na wielu konferencjach o zasięgu krajowym i międzynarodowym. Poza dorobkiem publikacyjnym stanowiącym podstawę niniejszej rozprawy doktorskiej, Doktorantka jest współautorką dziewięciu artykułów

naukowych oraz dwóch patentów. Liczne nagrody za działalność naukową oraz zaangażowanie w organizację konferencji jednoznacznie potwierdzają jej dojrzałość badawczą.

Podsumowując, stwierdzam jednoznacznie, że będąca przedmiotem niniejszej recenzji rozprawa doktorska Pani mgr Weroniki Walendziak pt.: „Liofilizowane emulsje i bizele zawierające mikrocząstki z ekstraktem roślinnym jako ekologiczny prototyp nowych materiałów zaprojektowanych z uwzględnieniem zrównoważonej gospodarki wodnej”, w dziedzinie nauk ścisłych i przyrodniczych, w dyscyplinie nauki chemiczne, spełnia wszystkie wymagania stawiane pracom doktorskim określone w art. 187 ust.1 i 2 ustawy z dnia 20 lipca 2018 roku „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” i wnioskuję o dopuszczenie Panią mgr Weronikę Walendziak do dalszych etapów postępowania.

Mając na uwadze pozytywną weryfikację postawionej hipotezy badawczej oraz istotny wkład w rozwój nowoczesnych preparatów kosmetycznych/dermatologicznych, poparty bogatym dorobkiem publikacyjnym w czasopiśmie o wysokim współczynniku wpływu (sumaryczny IF=22,4), wnioskuję o wyróżnienie niniejszej rozprawy doktorskiej.

MGosecka

Dr hab. Monika Gosecka, Prof. CBMiM PAN