

Dr hab. inż. Monika Madej, prof. PŚk  
Wydział Mechatroniki i Budowy Maszyn  
Politechnika Świętokrzyska w Kielcach

**RECENZJA rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny ZASIŃSKIEJ**  
**pt. Wpływ implantacji jonowej na wybrane właściwości użytkowe stopu Ti-13Nb-13Zr**  
**w aspekcie zastosowania na elementy trące w endoprotezach stawu biodrowego**

Promotor pracy: *prof. dr hab. inż. Andrzej ZIELIŃSKI*

Promotor pomocniczy pracy: *dr inż. Tomasz SERAMAK*

Podstawa opracowania: pismo Dziekana Wydziału Mechanicznego Politechniki Gdańskiej  
prof. dr hab. inż. Dariusza Mikieliewicza (L.dz. 83/WM/2017) z dnia 16.05.2017 roku

### **1. Uzasadnienie podjętego problemu**

Choroba zwyrodnieniowa stawów jest najczęściej spotykanym i najbardziej uciążliwym problemem medycznym wieku średniego i podeszłego. Stanowi jedną z głównych przyczyn utraty sprawności fizycznej i obniżenia jakości życia w większości krajów wysokorozwiniętych. Choroba zwyrodnieniowa stawu biodrowego dotyka w populacji krajów zachodnich 3-11% osób już po 35 roku życia. Dlatego z każdym rokiem systematycznie wzrasta zapotrzebowanie na implanty medyczne, w tym na endoprotezy stawów biodrowych.

Wysokie wymagania, jakie medycyna stawia biomateriałom powodują, że należą one do jednych z najdroższych materiałów wytwarzanych przez człowieka. Wymusza to konieczność stosowania najnowszych materiałów i technologii w celu uzyskania endoprotez o dużej biokompatybilności, o odpowiednich właściwościach mechanicznych oraz jak najlepszych charakterystykach, tzn. bardzo wysokiej odporności tribologicznej i korozyjnej. Endoprotezy narażone są na różnego rodzaju uszkodzenia, a trwałość eksploatacyjna implantów zależy przede wszystkim od zastosowanych materiałów współpracujących tarciowo. Układ ruchowy w endoprotezach stawu biodrowego stanowi skojarzenie: panewka - głowa. Rozprawa nt.: „Wpływ implantacji jonowej na wybrane właściwości użytkowe stopu Ti-13Nb-13Zr w aspekcie zastosowania na elementy trące w endoprotezach stawu biodrowego” dotyczy opracowania nowych biomateriałów poprzez modyfikację powierzchni wybranego stopu tytanu.

Dlatego też, biorąc pod uwagę znaczenie i potencjalny zakres problematyki podjętej w pracy przez mgr inż. Katarzynę Zasińską, uważam wybór tematu pracy doktorskiej za bardzo trafny i w pełni uzasadniony.

## **2. Charakterystyka rozprawy**

Rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Zasińskiej przedstawiona jest na 152 stronach i zawiera różnorodny materiał ilustracyjny w postaci 127 rysunków, fotografii i wykresów oraz 19 tabel. Praca poprzedzona jest streszczeniem w języku polskim i angielskim, następnie zawiera 13 rozdziałów merytorycznych, spis cytowanej bibliografii, w której zamieszczono 235 pozycji literaturowych, w tym 4 współautorskich Doktorantki oraz spis rysunków i tablic. Praca napisana jest w układzie klasycznym, tzn. została podzielona na dwie zasadnicze części: teoretyczną oraz doświadczalną. Część teoretyczna wraz z wstępem obejmuje 8 rozdziałów, natomiast badania eksperymentalne zawierające opis zrealizowanych badań wraz z dyskusją wyników kolejnych 5. W pracy zamieszczono ponadto spis ważniejszych skrótów i oznaczeń. Część związana z wprowadzeniem literaturowym (rozdziały 1-7) stanowi ok. 38 % całego tekstu, resztę stanowią rozdziały związane z badaniami własnymi Doktorantki. Objętość rozprawy jest uzasadniona i wynika z potrzeby opisu rozważań teoretycznych oraz przeprowadzonych eksperymentów. Taki podział pracy uważam za właściwy ze względu na interdyscyplinarny charakter pracy, bowiem mgr inż. Katarzyna Zasińska podjęła się w niej problematyki modyfikacji warstwy wierzchniej oraz oceny jej właściwości eksploatacyjnych poprzez wykonane badania tribologiczne.

Tytuł recenzowanej rozprawy „*Wpływ implantacji jonowej na wybrane właściwości użytkowe stopu Ti-13Nb-13Zr w aspekcie zastosowania na elementy trące w endoprotezach stawu biodrowego*” w pełni koresponduje z treścią zawartą w pracy. Objętość rozprawy jest uzasadniona i wynika z potrzeby opisu rozważań teoretycznych oraz przeprowadzonych eksperymentów. Rysunki oraz tabele zamieszczone w pracy wykonane są starannie i przejrzysto. Pod względem formalnym rozprawa została opracowana poprawnie, jej struktura odpowiada przyjętym zasadom, a treść poszczególnych rozdziałów rozmieszczona zgodnie z postawionymi celami.

## **3. Ocena rozprawy doktorskiej**

Recenzowana praca, ukierunkowana jest na problematykę z zakresu inżynierii materiałowej, powiązaną z zagadnieniami fizykochemii powierzchni oraz zjawiskami i procesami zużywania przez tarcie. Dotyczy badań stopu tytanu Ti-13Nb-13Zr oraz wpływu implantacji jonowej stopu Ti-13Nb-13Zr jonami azotu i węgla na właściwości użytkowe materiałów do zastosowań na elementy par trących w endoprotezach stawu biodrowego. Tematyka niniejszej rozprawy ma charakter interdyscyplinarny, jest nowoczesna,



aktualna i potrzebna. Ocena funkcjonowania badanych systemów biotribologicznych przeprowadzono na układach modelowych.

Na podstawie analizy przedmiotowej literatury, Doktorantka dokonała oceny czynników, które mogą mieć decydujący wpływ na właściwości kierunkowe biomateriału przeznaczonego na endoprotezy stawu biodrowego. Tematyka pracy wynika z nasilającego się współcześnie problemu zużywania naturalnych stawów, występującego coraz powszechniej zarówno u starszych jak i młodych pacjentów w wyniku np.: doznanych urazów. Jest to problem trudny, ponieważ na system biotribologiczny, w tym przypadku staw biodrowy, który ulega wspomnianym już urazom oraz nadmiernemu zużyciu przez tarcie działa wiele czynników o różnej intensywności oraz charakterze: fizycznym, chemicznym (tribochemicznym i tribokorozyjnym) oraz mechanicznym.

W podsumowaniu przeglądu literatury w części teoretycznej, Doktorantka stwierdziła, „*że implantacja jonowa umożliwia poprawę właściwości użytkowych stopu Ti-13Nb-13Zr bez zmiany właściwości mechanicznych oraz mikrostruktury rdzenia materiału. W efekcie otrzymuje się biomateriał charakteryzujący się utwardzoną warstwą wierzchnią oraz ciągliwym rdzeniem, co stanowi perspektywiczny biomateriał dla chirurgii kostnej*”. Przedstawione powyżej informacje stanowiły podstawę, z których wynikał temat pracy oraz zakres podjętych badań eksperymentalnych.

Układ pracy jest prawidłowy, przejrzysty i konsekwentny, zgodny z zasadami twórczości naukowej. Po wstępie przedstawiono przegląd literatury i analizę aktualnego stanu wiedzy. Pozostałą część dysertacji stanowią badania własne. Praca napisana jest poprawną polszczyzną, a najważniejsze zauważone niezręczności w tym pojęciowe, zostaną przedstawione w części uwagi, wątpliwości, zapytania. Wykaz literatury obejmuje najnowsze badania i stan wiedzy związany z tematem pracy. Wybór publikacji jak i ich ilość świadczą o dobrym przygotowaniu oraz rozeznaniu Doktorantki w przedmiotowej literaturze.

Naukowym celem pracy było określenie wpływu implantacji jonowej oraz jej parametrów na właściwości użytkowe stopu Ti-13Nb-13Zr oraz opracowanie modelu zużycia tak wytworzonego biomateriału

Natomiast celem pracy o charakterze użytkowym było określenie wpływu implantacji jonowej jonami azotu stopu Ti-13Nb-13Zr na jego trwałość eksploatacyjną oraz możliwość tak wytworzonego biomateriału na parę trące w endoprotezach stawu biodrowego.

Cele pracy zostały sformułowane prawidłowo i zawierają przede wszystkim aspekty naukowo-badawcze, które dodatkowo mogą mieć charakter użyteczny, co Autorka w sposób jednoznaczny podkreśliła w rozprawie. Uzasadniając celowość prowadzenia badań Doktorantka w sposób przekonujący wskazała na konieczność wykonania następujących zadań badawczych:

- przeglądu i analizy literatury;

- wykonania implantacji jonami azotu oraz węgla na próbkach ze stopu Ti-13Nb-13Zr przy zmiennych parametrach procesu implantacji;
- wykonania badań odporności na zużycie stopu Ti-13Nb-13Zr przed i po implantacji jonowej w styku skoncentrowanym oraz w styku powierzchniowym;
- badania wpływu implantacji jonowej na mikrotwardość i moduł Younga stopu Ti-13Nb-13Zr przed i po implantacji jonowej;
- oceny chropowatości powierzchni stopu Ti-13Nb-13Zr przed i po implantacji jonowej;
- analizy wpływu implantacji jonowej na mikrostrukturę warstwy wierzchniej stopu Ti-13Nb-13Zr;
- analizy mechanizmu zużywania stopu Ti-13Nb-13Zr przed i po implantacji jonowej.

Działania podjęte przez Doktorantkę ukierunkowane były przede wszystkim na określenie efektywnych wskaźników tribologicznych badanych układów. Metodyka badań eksperymentalnych, w tym zakres i program badań własnych prowadzący do realizacji podstawowych celów, wymienionych w dysertacji poza drobnymi wyjątkami jest klarowny i logiczny. Zrealizowane przez Doktorantkę w recenzowanej pracy analizy i badania oraz ich właściwa interpretacja stanowią cenne uzupełnienie aktualnego stanu wiedzy i są ważnym osiągnięciem własnym zawartym w rozprawie.

Pierwsza to część pracy to część teoretyczna, w której zostały zaprezentowane zagadnienia z zakresu anatomii, biomechaniki, alloplastyki stawu biodrowego człowieka i dotyczy pojęć, przyczyn zużycia naturalnych stawów oraz wynikających z nich problemów badawczych. Następnie zostały scharakteryzowane biomateriały, ze szczególnym uwzględnieniem tytanu i jego stopów, sposoby modyfikowania tego typu materiałów oraz tribologię naturalnych i sztucznych stawów. Informacje te były istotne są dla dalszych rozważań prowadzonych w dysertacji. Stanowiły one podstawę dla przeprowadzonych badań, których rezultaty przedstawiono w części doświadczalnej niniejszego opracowania. Treści zawarte w tej części pracy wskazują na dobrą znajomość literatury przedmiotu. Mają one jednak głównie charakter sprawozdania z badań innych autorów.

Druga część pracy jest częścią eksperymentalną, w której prezentowany jest bardzo wartościowy materiał z przeprowadzonych badań, z obiecującą perspektywą wykorzystania w chirurgii kostnej. Konstrukcja pracy w tej części została podporządkowana warunkom realizacji zadań i jest spójna w obszarach tematycznych z częścią teoretyczną. Doktorantka posiadając dużą wiedzę teoretyczną samodzielnie zrealizowała zadania wynikające z programu pracy, które pozwoliły na określenie ich wpływu implantacji jonowej na strukturę, skład fazowy, właściwości tribologiczne i mechaniczne stopu tytanu. Uważam, że przyjęty przez Autorkę zakres badań eksperymentalnych, umożliwił realizację założeń wynikających z programu badań oraz pozwolił na osiągnięcie celów. Autorka rozprawy w dyskusji wyników wyjaśnia, że motywacją podjęcia badań w tym obszarze tematycznym, była aktualna wiedza o przedstawionych problemach.



Doktorantka stwierdziła, że uzyskane wyniki badań wskazują na możliwość zastosowania implantacji jonowej w celu zmniejszenia tarcia i ograniczenia procesów zużywania elementów par trących biomateriałów ze stopu Ti-13Nb-13Zr do zastosowań na elementy endoprotez stawu biodrowego. Na tej podstawie można twierdzić, że cel rozprawy został osiągnięty. Doktorantka w sposób jednoznaczny uzasadniła we wnioskach końcowych, że właściwości tribologiczne biomateriałów są ważne dla prawidłowego funkcjonowania systemów biotribologicznych. Przedstawiony wniosek i ustalenia traktuję w kategoriach ważnych osiągnięć własnych Doktorantki.

#### 4. Uwagi, wątpliwości i zapytania

Podczas zapoznawania się z treścią rozprawy zrodziły się pewne wątpliwości. Dlatego proszę o ustosunkowanie się do następujących pytań i zastrzeżeń:

- zabrakło w analizie stanu wiedzy wyrażenia osobistego stosunku Autorki do uzyskanych informacji.
- w tekście dysertacji, w tym również we wnioskach zwróciłam uwagę na nieprecyzyjne sformułowanie "*procesy tarcia*", tarcie to zjawisko, a towarzyszą mu procesy zużycia,
- na str. 70. jest "*6 indentów*" powinno być *6 pomiarów* lub *6 identacji*,
- na str. 87. "*Z przeprowadzonej analizy fazowej dla próbek po implantacji jonami węgla zauważono obecność pików charakterystycznych dla:  $Ti_2O_3$  oraz  $Ti_3SiC_2$ , nie zaobserwowano jednak fazy  $TiC$* ". Doktorantka w dyskusji str. 131. tłumaczy to: "*Proces implantacji jonami węgla do stopu Ti-13Nb-13Zr przeprowadzono bez wymrażania komory ciekłym azotem, co miało wpłynąć na skrócenie czasu procesu implantacji jonowej. Prawdopodobnie nie przeprowadzenie wymrażania komory ciekłym azotem spowodował zanieczyszczenie komory parami oleju pochodzącymi z pompy dyfuzyjnej, co spowodowało pojawienie się krzemu w komorze i powstanie niewielkiej ilości wydzieleń typu  $Ti_3SiC_2$  w warstwie wierzchniej stopu Ti-13Nb-13Zr po procesie implantacji jonami węgla*". Czy wobec tego nie należał powtórzyć eksperymentu?
- dlaczego w testach tribologicznych w skojarzeniu kula - tarcza dobrano kulkę z SiC? Materiał ten nie występuje w elementach stosowanych na pary trące w endoprotezach.
- analizując treści zawarte w pracy a szczególnie wnioski, zabrakło mi szerszego spektrum badań w warunkach symulujących rzeczywistą pracę endoprotezy na symulatorach, co również Doktorantka podkreśla we wnioskach końcowych. Dopelnienie w tym zakresie należałoby w przyszłości uzupełnić i wprowadzić do programu badań.
- rys. 77. zatytułowano "*krzywa wgłębnikowania- obciążenie*" powinno być *krzywa wgłębnikowania* lub *krzywa obciążenie - odciążenie*.

- zaproponowany mechanizm zużywania wodorowego elementu par trących wymaga dalszych badań, w pracy oprócz rozważań teoretycznych nie zamieszczono wyników potwierdzających taki mechanizm.

Na podstawie sformułowań zawartych w dysertacji można zakładać, że Autorka w perspektywie przewiduje prowadzenie dalszych badań z wykorzystaniem dotychczas uzyskanych wyników. Dodatkowo chcę podkreślić, że każda praca naukowa na temat identyfikacji zjawisk, procesów i mechanizmów zachodzących w systemach biotribologicznych jest bardzo cenna. W literaturze naukowej zarówno światowej jak i krajowej niewiele jest takich opracowań. Wynika to z faktu, że przedmiotowe badania są trudne w realizacji i niezwykle czasochłonne.

Pomimo powyższych uwag, z całą pewnością mogę stwierdzić, że Doktorantka wykonała poważną pracę badawczą, wymagającą doświadczenia i dyscypliny przy jej realizacji. Zmierzyła się z wielowątkową problematyką i wykazała determinację w celu logicznego i niezwykle przejrzystego zaprezentowania rezultatów swoich badań. Dysertacja dotyczy aktualnej wiedzy i w wielu miejscach wnosi nowe treści o znaczących walorach poznawczych i użytkowych. Przedstawione uwagi nie podważają znaczenia merytorycznego przeprowadzonych badań i nie umniejszają wartości rozprawy.

#### **4. Wniosek końcowy**

Podjęty przez Doktorantkę temat jest ważny dla nauki i nowatorski w zakresie inżynierii materiałowej i tribologii materiałów inżynierskich. Wybór tak określonej tematyki badawczej, jako przedmiotu rozprawy doktorskiej w kontekście również cytowanej przez Doktorantkę literatury, uważam za w pełni uzasadniony. Recenzowana rozprawa posiada logiczną konstrukcję, typową dla prac naukowych bazujących na eksperymencie. Doktorantka wykazała się oryginalnym podejściem do prezentowanych zagadnień oraz formułowania problemu naukowego. Praca jest potwierdzeniem dobrego metodycznego przygotowania Doktorantki oraz przykładem właściwego rozwiązywania zagadnień doświadczalnych. Określony przez Doktorantkę zakres badań został wykonany, a sformułowane w pracy cele i postawione tezy zostały osiągnięte.

Mgr inż. Katarzyna Zasińska w rozprawie potwierdza znajomość literatury przedmiotu oraz właściwie potrafi ją wykorzystać w badaniach eksperymentalnych. Dzięki wykonanym badaniom eksperymentalnym wykazała się znajomością zastosowanych metod badawczych właściwych dla dyscypliny inżynieria materiałowa. Część doświadczalna pracy została prawidłowo zaplanowana, zorganizowana i przeprowadzona. Doktorantka poprawnie zinterpretowała wyniki badań. Na szczególne wyróżnienie zasługuje umiejętność prezentowania badań własnych Autorki oraz poprawność językowa pracy. Niewątpliwie pozytywnym aspektem jest estetyka i przejrzystość wykonania pracy, przejawiająca się dużą dbałością o szczegóły oraz właściwym sposobem rozmieszczenia materiału ilustracyjnego.

Po zapoznaniu się z pracą mgr inż. Katarzyny Zasińskiej pt. *Wpływ implantacji jonowej na wybrane właściwości użytkowe stopu Ti-13Nb-13Zr w aspekcie zastosowania na elementy trące w endoprotezach stawu biodrowego* uważam, że spełnia ona wymagania stawiane przez Ustawy o Stopniach i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki (Dz. Ust. Nr 65 z dnia 14 marca 2003 roku późniejszymi zmianami). Dlatego też wnoszę do Rady Wydziału Mechanicznego Politechniki Gdańskiej wniosek o dopuszczenie Pani mgr inż. Katarzyny Zasińskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego i publicznej obrony.

Kielce, 14 czerwca 2017 roku

*mmadej*