

Prof. dr hab. Jerzy Ratajski prof. zw. PK
Politechnika Koszalińska
Katedra Inżynierii Biomedycznej
ul. Śniadeckich 2
75-453 Koszalin

Koszalin 09.06.2017 r.

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",
napisanej pod kierunkiem promotora prof. dr hab. inż. Andrzeja Zielińskiego oraz
promotora pomocniczego dr inż. Tomasza Seramaka,
na Wydziale Mechanicznym Politechniki Gdańskiej

1. Ocena wyboru problematyki badawczej i tematu rozprawy

U podstaw koncepcji rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Zasińskiej znajdują się ważne pytania dotyczące rozwiązań materiałowych oraz obróbek powierzchniowych kształtujących właściwości przeciwwzrostowe implantów stawu biodrowego. Choroba zwyrodnieniowa stawów jest powszechnie uważana za najczęstszą przewlekłą chorobę układu kostnego oraz główną przyczyną dolegliwości bólowych w układzie mięśniowo-szkieletowym u ludzi w krajach rozwiniętych. Z tego powodu systematycznie wzrasta zapotrzebowanie na operacje wszczepiania implantów ortopedycznych, praktycznie dla pacjentów w każdym przedziale wiekowym. Powoduje to, że przyjęte przez Doktorantkę podejście charakteryzuje się wysokim poziomem aplikacyjności, co należy uznać za zasadniczy walor recenzowanej rozprawy. Ogniskując się na efektach praktycznych Doktorantka podejmuje również próbę opracowania modelu zużycia badanego biomateriału.

Dokonany przez mgr inż. Katarzynę Zasińską wybór problemu naukowego i sposób jego rozwiązania upoważnia do wyprowadzenia konkluzji, że dysertacja spełnia wymogi stawiane w Ustawie o stopniach i tytule naukowym.

2. Ocena celu pracy i hipotez badawczych

Doktorantka sformułowała oprócz celów naukowych również cel użytkowy zaplanowanych badań. Cele naukowe odnoszą się do ustalenia korelacji między parametrami procesu implantacji jonowej, a mikrostrukturą oraz właściwościami użytkowymi stopu Ti-13Nb-13Zr, w tym odporności na zużycie przez tarcie. Ważnym celem naukowym jest podjęcie się opracowania modelu zużycia badanego biomateriału. Cel użytkowy został zogniskowany na określeniu możliwości zastosowania badanego stopu tytanu po procesie implantacji jonami azotu oraz węgla na elementy implantu stawu biodrowego.

Równocześnie z postawionymi celami naukowymi i praktycznymi, wytyczającymi zakres badawczy pracy, Doktorantka sformułowała hipotezę badawczą, w której stwierdza, że modyfikacja warstwy wierzchniej stopu tytanu Ti-13Nb-13Cr metodą implantacji jonowej wpłynie na poprawę wybranych jego właściwości użytkowych w badanym układzie biotribologicznym.

Sformułowanie celów naukowych, celu użytkowego oraz hipotezy badawczej nie budzi zastrzeżeń.

3. Ocena analizy stanu wiedzy oraz zakresu pracy

W analizie stanu wiedzy Autorka wykorzystała niezwykle obszerną bibliografię obejmującą 235 pozycji. Należy podkreślić, że większość pozycji literaturowych dotyczy ostatnich dziesięciu lat. Tak duża liczba cytowanych pozycji nasuwa jednakże wątpliwości o ich merytorycznej korespondencji z rozważanym w pracy problemie badawczym. Doktorantka w większości przypadków opisuje lakonicznie prezentowane w omawianych publikacjach badania, a nie dokonuje ich krytycznej oceny z punktu widzenia sformułowanej hipotezy badawczej.

Wytyczony zakres pracy obejmuje komplementarne zadania badawcze, realizowane za pomocą nowoczesnych metod badawczych. Jest to prawidłowo zaplanowany zakres z punktu widzenia zakreślonych celów.

Reasumując, o ile można mieć zastrzeżenia do przeprowadzonej analizy stanu wiedzy to ocenę zakresu pracy oraz zastosowanych metod badawczych należy ocenić stosunkowo wysoko.

4. Ocena układu pracy i ocena merytoryczna

Rozprawa składa się z jedenastu rozdziałów, w tym wstępu, dyskusji wyników i wniosków oraz streszczenia w języku polskim i angielskim, spisu literatury oraz wykazu tabel i rysunków. Doktorantka zachowała właściwe relacje pomiędzy analizą stanu wiedzy, a częścią doświadczalną dysertacji. Całość obejmuje 152 strony.

We wstępie pracy, zaprezentowała uzasadnienie wyboru przedmiotu badań, określiła problemy badawcze oraz zdefiniowała cele rozprawy. W szczególności, scharakteryzowała grupę materiałów na implanty medyczne, wśród których wiodącą rolę odgrywają materiały metaliczne. Z kolei, pośród materiałów metalicznych coraz większa uwaga zogniskowana jest na stopach tytanu. Doktorantka opisując właściwości stopów tytanu zwróciła uwagę na niekorzystne zjawisko metalozy, które powoduje w przypadku powszechnie stosowanego stopu tytanu Ti-6Al-4V uwalnianie się toksycznych pierwiastków takich jak aluminium i wanad. W związku z tym uwaga badaczy jest obecnie skierowana w kierunku wytworzenia stopów tytanu nie zawierających tych toksycznych pierwiastków, np. stopu Ti-13Nb-13-Zr. I ten też stop Doktorantka bierze pod uwagę, jako materiał, który można zastosować na elementy implantu stawu biodrowego, po uprzedniej modyfikacji jego właściwości w wyniku zastosowania implantacji jonowej, głównie polepszenia jego odporności na zużycie wskutek tarcia. Dokonując oceny wstępu, samą konstrukcję oceniam pozytywnie oraz uważam, że Doktorantka we wstępie w sposób właściwy uzasadnia podjęcia się w rozprawie określonych zagadnień badawczych.

W rozdziale 1 poświęconym analizie stanu zagadnienia, Pani Magister dokonała szerokiego wprowadzenia w anatomię i biomechanikę stawu biodrowego, historię alloplastyki stawu biodrowego oraz charakterystykę biomateriałów stosowanych na elementy endoprotez stawu biodrowego,

Układ ruchowy „głowa endoprotezy-panewka” stanowi podstawowy węzeł tarcia endoprotezy stawu biodrowego - tzw. parę trącą. Od doboru materiałów na parę trącą zależą zarówno opory tarcia, jak też odporność na zużycie, co z kolei przekłada się na trwałość endoprotezy. Najczęściej stosowaną parą trącą w endoprotezach stawu biodrowego jest metaliczna, bądź ceramiczna głowa oraz panewka z polietylenu (PE-UHMW).

Doktorantka szczegółowo charakteryzuje materiały stosowane na głowę endoprotezy, uzasadniając do swoich badań wybór stopu tytanowego z niobem i cyrkonem. Głównym kryterium wyboru tego materiału jest wartość modułu sprężystości (modułu Younga) zbliżona do wartości tego modułu dla kości oraz zawartość nietoksycznych dodatków stopowych, tj.

niobu i cyrkonu. W charakterystyce materiałów zwróciła szczególną uwagę na analizę zjawisk tribologicznych występujących w naturalnych i sztucznych stawach biodrowych ze szczególnym uwzględnieniem zużycia ściernego..

Drugim ważnym problemem diskutowanym w stanie zagadnienia jest analiza metod kształtujących właściwości fizyczne i mechaniczne materiałów stosowanych na endoprotezy stawu biodrowego, głównie metod z zakresu inżynierii powierzchni. Metody te umożliwiają wytworzenie warstw powierzchniowych o stosunkowo dobrej biotolerancji, wysokiej odporności na zużycie, większej twardości i odporności korozyjnej, jak też eliminację przechodzenia składników stopu do otaczających tkanek oraz uzyskanie lepszego połączenia implant-kość. Doktorantka zwraca uwagę, że spośród nich coraz większą rolę, szczególnie w aspekcie zastosowań w medycynie, odgrywa implantacja jonowa stopów tytanu pierwiastkami takimi jak azot, węgiel i tlen. Ta obróbka gwarantuje uzyskanie dobrych właściwości biologicznych i wysokiej odporności na zużycie poprzez tarcie, umożliwiając zastosowanie tych stopów na implanty ortopedyczne długookresowe. Warstwa wierzchnia stopów tytanu po modyfikacji implantacją jonową wywołuje pozytywną odpowiedź tkanek - przyspiesza proces osteointegracji, ogranicza ryzyko uwalniania szkodliwych związków z implantu do organizmu i wystąpienia stanu zapalnego. Dlatego z powodzeniem może być stosowana do zwiększenia przydatności implantów tytanowych. Ponadto, implantacja jonowa umożliwia modyfikowanie warstwy wierzchniej stopów tytanu oraz innych biomateriałów metalicznych w temperaturze pokojowej, co stanowi jej ogromną zaletę.

Przedstawioną analizę stanu zagadnienia, oprócz uwagi przedstawionej w punkcie 3, oceniam pozytywnie. Doktorantka w sposób przekonujący uzasadniła w nim wybór materiału na elementy endoprotezy stawu biodrowego oraz wybór obróbki powierzchniowej kształtującej właściwości wybranego stopu tytanu. Na podstawie krytycznej analizy stanu wiedzy sformułowała skomentowane już cele pracy i hipotezę badawczą.

W rozdziale 9 Doktorantka zamieściła opis materiału użytego do badań oraz metodykę badawczą. Szczegółowo opisała proces implantacji jonowej oraz zaprezentowała stanowisko na którym przeprowadzała procesy. Do procesu implantacji jonowej wybrała azot oraz węgiel, które również znajdują się naturalnie w organizmie ludzkim.

W dążeniu do osiągnięcia wytyczonych celów oraz w celu udowodnienia postawionej hipotezy zastosowała szeroką gamę nowoczesnych, komplementarnych metod badawczych. I tak, na przykład do badań zmian mikrostruktury wywołanych procesem implantacji węgla i azotu stosowała takie metody jak między innymi skaningową mikroskopię elektronową i

mikroskopię świetlną, metodę dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD (Electron Backscatter Diffraction Analysis) czy metodę FIB (Focused Ion Beam). Z kolei, ilościową analizę składu chemicznego powierzchni stopu Ti-13Nb-13Zr przed i po procesie implantacji jonowej wykonywała za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego, wyposażonego w detektor EDS/EDX.

Właściwości nanometryczne materiału, jak na przykład nanotwardość i moduł Younga wyznaczała metodą nanoindencji, stosując diamentowy węgelnik Berkovicha. W celu określenia odporności na zatarcie warstwy wierzchniej stopu Ti-13Nb-13Zr po procesie implantacji jonami azotu oraz węgla przeprowadziła badania tribologiczne w styku skoncentrowanym na uniwersalnym tribotesterze umożliwiającym badanie tarcia ślizgowego i tocznego w warunkach ruchu obrotowego. Badała również topografię powierzchni 2D oraz 3D.

Wymieniłem tak szczegółowo prawie wszystkie zastosowane metody badawcze, w celu podkreślenia wytyczonego szerokiego zakresu badawczego, wymagającego opanowania przez Doktorantkę również szerokiego spektrum nowoczesnych metod badawczych. Analizując jednakże otrzymane wyniki badań (rozdział 11) wątpliwości budzi celowość zastosowania niektórych z nich z punktu widzenia uzasadniania postawionej hipotezy badawczej. Odnosi się wrażenie, zaznajamiając się z rezultatami badań, dotyczącymi głównie badań strukturalnych, że niektóre badania zostały przeprowadzone dlatego, że istniała możliwość skorzystania z nich. Nie wnoszą natomiast nic do osiągnięcia wytyczonych celów, czy udowodnienia postawionej hipotezy. Stanowią natomiast bogaty materiał faktograficzny odnoszący się do stopu Ti-13Nb-13Zr po określonej obróbce cieplnej oraz po implantacji azotem i węglem.

Ważnym wynikiem doświadczalnym, z punktu widzenia zastosowań stopu tytanu Ti-Nb13-Zr13 na implanty ortopedyczne jest uzyskanie obniżenia wartości modułu Younga w strefie zmodyfikowanej implantacją azotu i węgla. Zastosowanie materiałów o niskich wartościach modułu Younga w przypadku pary trącej „głowa endoprotezy-panewka” ma pozytywny wpływ na funkcjonowanie endoprotezy - takie rozwiązanie zmniejsza i amortyzuje naprężenia, które pojawiają się w elementach trących. Doktorantka wykazała, że zmodyfikowana warstwa wierzchnia stopu Ti-13Nb-13Zr charakteryzuje się tym mniejszą wartością modułu Younga im większa jest dawka implantacji zarówno jonów azotu jak i węgla. Jest to bardzo korzystny efekt stosowanie metody implantacji jonowej, jako obróbki powierzchniowej modyfikującej właściwości warstwy wierzchniej.

Analiza uzyskanych wyników umożliwiła również Doktorantce wykazanie, że wzrost nanotwardości w przypadku implantacji jonów azotu jest spowodowany tworzeniem się nanometrycznych wydzielen azotków tytanu, natomiast w przypadku implantacji węgla wzrost nanotwardości nie jest wywołany tworzeniem się węglików tytanu, a powierzchniowym zdefektowaniem sieci krystalicznej. Te konkluzje, sformułowała Doktorantka na podstawie analizy wyników dyfrakcji rentgenowskiej.

Podsumowując część doświadczalną pracy można z całym przekonaniem stwierdzić, że otrzymane wyniki z przeprowadzonych badań oraz ich wnikliwa analiza potwierdzają postawioną przez Doktorantkę hipotezę badawczą, że modyfikacja warstwy wierzchniej stopu tytanu Ti-13Nb-13Cr metodą implantacji jonowej wpływa na poprawę wybranych jego właściwości użytkowych w badanym układzie biotribologicznym.

Mgr inż. Katarzyna Zasińska przeprowadziła na potrzeby pracy badania doświadczalne, stanowiące silną stronę rozprawy. Należy podkreślić, że Doktorantka na podstawie uzyskanych wyników wyciągała właściwe wnioski.

Uwaga krytyczna

Przy tak sformułowanej hipotezie, potwierdzonej wynikami doświadczalnymi, nasuwa się pytanie, czy poprawa właściwości użytkowych badanego stopu tytanu wybraną metodą obróbki powierzchniowej sytuuje ten stop i tę obróbkę na czele rankingu materiałów i obróbek stosowanych na implanty stawu biodrowego. Na to pytanie Doktorantka nie udziela jednoznacznej odpowiedzi.

Reasumując, mimo kilka uwag krytycznych wysoko oceniam ten doświadczalny obszar pracy doktorskiej, w którym mgr inż. Katarzyna Zasińska zrealizowała postawione cele oraz zweryfikowała przyjętą hipotezę badawczą. Zawarte w podsumowaniu wnioski oceniam jako należycie udokumentowane.

5. Ocena strony formalnej i zagadnień terminologicznych dysertacji

Dysertacja charakteryzuje się bardzo dobrym opracowaniem pod względem edycyjnym. Język dysertacji świadczy o dużej erudycji Doktorantki. Struktura rozprawy jest poprawna i zgodna z koncepcją badawczą.

Pewnym mankamentem recenzowanej rozprawy są powtórzenia omawianych treści oraz drobne nieścisłości terminologiczne. Na przykład Pani Magister błędnie nazywa dyfrakcyjne linie rentgenowskie pikami.

6. Konkluzja recenzji

Na podstawie przeprowadzonej analizy rozprawy doktorskiej autorstwa 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" z całym przekonaniem konstatuje, że zostały osiągnięte wytyczone cele oraz została udowodniona przyjęta hipoteza badawcza. Wartość pracy polega na przeprowadzeniu i omówieniu wyników zaplanowanej sekwencji zadań badawczych o relatywnie dużym potencjale naukowym. Rozprawa została oparta na rozległej wiedzy odnośnie stanu zagadnienia oraz oryginalnych badaniach empirycznych.

Reasumując stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Zasińskiej spełnia wymagania określone w Ustawie o stopniach i tytule naukowym. W związku z powyższym występuję z wnioskiem do Wysokiej Rady Wydziału Mechanicznego Politechniki Gdańskiej o jej przyjęcie i dopuszczenie do publicznej obrony.

