

Dr hab. inż. Monika Madej, prof. PŚk
Politechnika Świętokrzyska w Kielcach
Wydział Mechatroniki i Budowy Maszyn
Katedra Mechaniki
Al. Tysiąclecia Państwa Polskiego 7
27-314 Kielce

RECENZJA rozprawy doktorskiej mgr inż. Moniki KRZYWICKIEJ
pt. *Właściwości użytkowe stopu tytanu poddanego laserowemu teksturowaniu*
powierzchni

Promotor pracy: *prof. dr hab. inż. Bogdan ANTOSZEWSKI*

Promotor pomocniczy pracy: *dr inż. Krzysztof PAŁKA*

Podstawa opracowania: pismo Dziekana Wydziału Mechatroniki i Budowy Maszyn Politechniki Świętokrzyskiej prof. dr hab. inż. Tomasza L. Stańczyka (MD-510/102/2018) z dnia 24.05.2018 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. Starzenie się populacji oraz wydłużenie średniej ludzkiego życia prowadzi do wzrostu popularności leczenia implantologicznego. Dlatego też z każdym rokiem systematycznie wzrasta zapotrzebowanie na implanty medyczne, w tym na endoprotezy stawów kolanowych. Systematyczny rozwój współczesnej medycyny implantacyjnej wymusza ciągle doskonalenie biomateriałów zarówno tych stosowanych obecnie jak i poszukiwanie nowych o lepszych właściwościach użytkowych.

Problematyka badawcza związana z biomateriałami, modyfikacją ich warstw wierzchnich oraz charakterystyką ich właściwości fizykochemicznych i biologicznych jest bardzo złożona. Wynika to przede wszystkim z interdyscyplinarności zagadnień z zakresu technologii chemicznej, biotechnologii, inżynierii materiałowej, eksploatacji oraz medycyny. Jednym ze sposobów modyfikacji biomateriałów metalowych jest wytworzenie biokompatybilnej warstwy powierzchniowej o odpowiednich właściwościach mechanicznych oraz wysokiej odporności przeciwzużyciowej i korozyjnej. Endoprotezy stawów narażone są na różnego rodzaju uszkodzenia, a trwałość eksploatacyjna implantów zależy przede wszystkim od zastosowanych materiałów współpracujących tarciovo. Rozprawa nt.: „*Właściwości użytkowe stopu tytanu poddanego laserowemu teksturowaniu powierzchni*” dotyczy opracowania nowego biomateriału poprzez modyfikację laserową powierzchni wybranego stopu tytanu.

Biorąc pod uwagę znaczenie i potencjalny zakres problematyki podjętej w pracy przez mgr inż. Monikę Krzywicką, uważam wybór tematu pracy doktorskiej za bardzo trafny i uzasadniony. Recenzowana praca mieści się w dyscyplinie naukowej ***budowa i eksploatacja maszyn*** i dotyczy mikroobróbki laserowej - teksturowania powierzchni wybranego stopu tytanu oraz jej wpływu na właściwości eksploatacyjne w systemach biotribologicznych par trących metal - polimer.

2. Charakterystyka rozprawy

Rozprawa doktorska mgr inż. Moniki Krzywickiej przedstawiona jest na 144 stronach i zawiera różnorodny materiał ilustracyjny w postaci 85 rysunków, fotografii i wykresów oraz 35 tabel. Praca poprzedzona jest wstępem, następnie zawiera 7 rozdziałów merytorycznych, spis cytowanej bibliografii, w której zamieszczono 151 pozycji literaturowych. Znaczną część cytowanych pozycji literaturowych stanowią publikacje wydane po roku 2000. Wybór literatury jest trafny i wyczerpujący, chociaż zabrakło w nim autocytowań Doktorantki. Praca zakończona jest streszczeniem w języku polskim i angielskim. Praca napisana jest w układzie klasycznym, tzn. została podzielona na dwie zasadnicze części: teoretyczną oraz doświadczalną. Część teoretyczna wraz z wstępem obejmuje 3 rozdziały, natomiast badania eksperymentalne zawierające opis zrealizowanych badań wraz z dyskusją wyników kolejnych 4. W pracy zamieszczono ponadto spis treści oraz spis ważniejszych skrótów i oznaczeń. Część związana z wprowadzeniem literaturowym (rozdziały 1-3) stanowi ok. 40 % tekstu, resztę stanowią rozdziały związane z badaniami własnymi Doktorantki.

Mgr inż. Monika Krzywicka podjęła się w niej bowiem problematyki modyfikacji warstwy wierzchniej przez teksturowanie laserowe stopu tytanu oraz oceny jej właściwości eksploatacyjnych poprzez wykonane badania tribologiczne, korozyjne i biologiczne. Tytuł recenzowanej rozprawy „*Właściwości użytkowe stopu tytanu poddanego laserowemu teksturowaniu powierzchni*” 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

Tematyka pracy wynika z nasilającego się współcześnie problemu zużywania naturalnych stawów, występującego coraz powszechniej zarówno u starszych jak i młodych pacjentów w wyniku doznanych urazów. Recenzowana praca ukierunkowana jest na problematykę z zakresu eksploatacji systemów biotribologicznych oraz inżynierii powierzchni. Dotyczy badań stopu tytanu oraz wpływu jego mikroobróbki laserowej na właściwości użytkowe materiałów do zastosowań na elementy par trących w endoprotezach stawu kolanowego. Ocenę funkcjonowania systemów biotribologicznych przeprowadzono na układach modelowych. Tematyka niniejszej rozprawy ma charakter interdyscyplinarny, jest nowoczesna, aktualna i potrzebna. Na podstawie analizy przedmiotowej literatury, Doktorantka dokonała oceny czynników, które mogą mieć decydujący wpływ na właściwości kierunkowe biomateriału ze stopu tytanu po wytworzeniu teksturowanej powierzchni.

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 i Wątpliwości*. Wykaz literatury obejmuje najnowsze badania i stan wiedzy związany z tematem pracy.

Po przeprowadzonej analizie literatury mgr inż. Monika Krzywicka podjęła się próby określenia korelacji między parametrami tekstury a następującymi właściwościami biomateriałów: odpornością na korozję, zużyciem tribologicznym, zwilżalnością powierzchni oraz zdolnością do tworzenia biofilmu bakteryjnego.

Sformułowała również tezy pracy dotyczące korelacji między właściwościami użytkowymi a teksturą powierzchni, głównie stopniem pokrycia powierzchni Sp oraz głębokością pojedynczych elementów tekstury hp. Cele pracy zostały sformułowane prawidłowo i zawierają przede wszystkim aspekty naukowo-badawcze, które dodatkowo mogą mieć charakter użytkowy. Wytyczone cele pracy można podzielić na:

- technologiczny, dotyczący dobrania parametrów laserowego teksturowania powierzchni,
- eksploatacyjny, dotyczący określenia wpływu mikroobróbki laserowej oraz jej parametrów na właściwości użytkowe stopu tytanu stosowanego na endoprotezy stawu kolanowego.

Uzasadniając celowość prowadzenia badań Doktorantka w sposób przekonujący wskazała na konieczność wykonania następujących zadań badawczych:

- przeglądu i analizy literatury;
- doboru parametrów pracy lasera w celu wytworzenia tekstur w kształcie czaszy o różnej głębokości i różnym stopniu pokrycia powierzchni stopu tytanu przy zmiennych parametrach mikroobróbki;
- oceny morfologii i mikrogeometrii powierzchni teksturowanego stopu metodami mikroskopii optycznej i skaningowej SEM;
- wykonania badań odporności na zużycie tribologiczne i korozyjne stopu tytanu po mikroobróbce;
- badania wpływu mikroobróbki laserowej stopu tytanu na mikrostrukturę, mikrotwardość, kąt zwilżania stopu i swobodną energię powierzchniową oraz zdolność do tworzenia biofilmu;
- określenia korelacji między parametrami tekstury a wartościami użytkowymi przy pomocy programu *Statistica*.

Doktorantka prowadziła badania z wykorzystaniem eksperymentu planowanego, który umożliwił ograniczenie liczby i czasu niezbędnych doświadczeń. Zrealizowane przez Doktorantkę w pracy badania i analizy oraz ich interpretacja stanowią cenne uzupełnienie aktualnego stanu wiedzy są ważnym osiągnięciem własnym zawartym w rozprawie.

Pierwsza to część pracy część teoretyczna, w której zostały zaprezentowane zagadnienia z zakresu anatomii, biomechaniki, alloplastyki stawu biodrowego człowieka i dotyczy pojęć oraz 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 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. Konstrukcja pracy w tej części została podporządkowana warunkom realizacji zadań i jest spójna w obszarach tematycznych z częścią teoretyczną. Doktorantka posiadając dużą wiedzę teoretyczną zrealizowała zadania wynikające z programu pracy. Uważam, że przyjęty przez Autorkę zakres badań eksperymentalnych, umożliwił realizację założeń wynikających z programu badań oraz pozwolił na osiągnięcie celów. 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 i wątpliwości

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 pojawiają się sformułowania:
 - a) „*proces tarcia*”, tarcie to zjawisko, a towarzyszą mu procesy zużywania,
 - b) Na s. 52 „*Na obrzeżach wytworzonych zagłębień widoczne są drobne cząsteczki, które tworzą niepożądaną, koncentryczną strefę osadzania się materiału*”. Powinno być *cząstki*,
 - c) Na s. 65 w podpisie pod rysunkiem 5.29 zapis „*energodypersyjna analiza rentgenowska (EDS)*”. Powinno być *widmo charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego lub analiza punktowa*.
 - d) Na s.77 są „*opory tarcia*”, a powinno być *opory ruchu*.
 - e) Pod rysunkami 6.15 i 6.16 jest „*... w funkcji ilości cykli*” powinno być *w funkcji liczby cykli*,
 - f) Na s. 93 jest „*... o niskiej, wysokiej głębokości*” powinno być *dużej, małej*

- Eksperymenty przeprowadzone w ochronnej atmosferze argonu nie wpłynęły na ograniczenie utleniania stopu tytanu. W ilościowych analizach punktowych nie wskazano na zmniejszenie zawartości procentowej tlenu i azotu, pochodzących z atmosfery oraz nie wskazano na obecność argonu. Jak Pani może to wytłumaczyć?
- Przed testami tribologicznymi, korozyjnymi i pomiarami kątów zwilżania wykonano jedynie mycie powierzchni wodą destylowaną. Taka procedura jest niewystarczająca w celu odłuszczenia powierzchni próbek.
- Z rys 6.14 s.89 wynika, że przeciwpróbka porusza się poza zakresem próbki.
- Jaki jest sens podawania wartości współczynnika tarcia z dokładnością do 4 miejsc po przecinku?
- Badanie na testerze tribologicznym zostało wykonane wg Autorki zgodnie z normą ASTM 732. Dlaczego zatem testy trwały 500000 cykli a nie 1000000, jak zaleca ta norma?
- Uzyskane wartości średnich sił tarcia (tab. 6.1 s.76) oraz współczynników tarcia i intensywności zużywania (tab. 6.6 s.90) budzą pewne wątpliwości. Jak Pani wytłumaczy tak duże różnice w ich wartościach, jeżeli testy realizowane były w takich samych warunkach?
- Dlaczego nie wykonano testów tribologicznych dla próbek referencyjnych tj. bez mikroobróbki teksturowania laserowego?
- Zabrakło w podsumowaniu dokładnego wyjaśnienia przyczyn uzyskania takich wyników.

Na podstawie sformułowań zawartych w pracy zakładam, że Autorka w perspektywie przewiduje prowadzenie dalszych badań. Pomimo powyższych uwag krytycznych, z całą pewnością stwierdzam, że Doktorantka wykonała pracę badawczą z zakresu problematyki wielowątkowej wymagającą doświadczenia i samodyscypliny przy jej realizacji. 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 w zakresie inżynierii powierzchni i tribologii materiałów inżynierskich. Recenzowana rozprawa posiada logiczną konstrukcję, typową dla prac naukowych bazujących na eksperymencie. Mgr inż. Monika Krzywicka w rozprawie potwierdza znajomość literatury przedmiotu i problematyki

dotyczącej technologii laserowej mikroobróbki powierzchni. Wiedzę tę właściwie potrafi wykorzystać podczas planowania eksperymentu oraz podczas realizacji badań własnych. Dzięki wykonanym eksperymentom wykazała się znajomością zastosowanych metod badawczych. Doktorantka zaplanowała i przeprowadziła kompleksowy plan badawczy, a postawione w pracy cele naukowe zrealizowała, uzyskując rezultaty mające znaczenie aplikacyjne.

Po zapoznaniu się z pracą mgr inż. Moniki Krzywickiej pt. *Właściwości użytkowe stopu tytanu poddanego laserowemu teksturowaniu powierzchni* 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 stawiam wniosek do Rady Wydziału Mechatroniki i Budowy Maszyn Politechniki Świętokrzyskiej o dopuszczenie Pani mgr inż. Moniki Krzywickiej do publicznej obrony.

Kielce, 30 lipca 2018 roku

mmodyj