

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Karoliny Dudek

pt. „Struktura i charakterystyka wielofunkcyjnych warstw powierzchniowych na stopie NiTi wykazującym efekt pamięci kształtu”

Uwagi ogólne

Tematyka badawcza recenzowanej rozprawy doktorskiej jest związana z aktualnym kierunkiem rozwoju inżynierii materiałowej w zakresie wytwarzania biomateriałów metalicznych nowej generacji. Dotychczasowe badania wykazują, że został już osiągnięty pułap optymalizacji właściwości biomechanicznych i biogodności biomateriałów metalicznych poprzez dobór ich składu chemicznego i fazowego, obróbkę plastyczną czy też cieplną. Takie możliwości poprawy biogodności i biokompatybilności stwarzają jedynie metody nowoczesnej inżynierii powierzchni, dzięki którym można kształtować – w sposób w pełni kontrolowany- mikrostrukturę, skład chemiczny i fazowy, topografię powierzchni i stan naprężeń własnych w warstwie powierzchniowej, a więc wpływać na ich właściwości biologiczne.

Rozprawa doktorska dotyczy modyfikacji powierzchni stopu NiTi, posiadającego efekt pamięci kształtu co czyni go szeroko używanym w medycynie, poprzez wytworzenie warstw powierzchniowych hybrydowych w wyniku połączenia metody pasywacji w autoklawie parowym oraz elektroforetycznego osadzania powłok hydroksyapatytu, β -trójfosforanu wapnia oraz mieszaniny tych dwóch związków.

Praca jest kompletna i napisana w sposób komunikatywny. Ma ona klasyczny układ. Autorka po krótkim wstępie dokonała przeglądu literaturowego omawiając stopy NiTi oraz scharakteryzowała modyfikację powierzchni stopu NiTi różnymi technikami inżynierii powierzchni. Następnie opisała ceramikę opartą o fosforany wapnia, metodę pasywacji stopów NiTi w autoklawie parowym, a także metodę elektroforetycznego osadzania. W tej części pracy zasługują na uwagę trafnie dobrane i aktualne powołania literaturowe.

W dalszej kolejności Doktorantka sformułowała cel, zakres i tezę pracy. Został on zrealizowany poprzez bardzo bogaty program eksperymentalny. Po podsumowaniu Autorka rozprawy przedstawiła wnioski wynikające z przeprowadzonych badań.

Zakres i teza pracy.

Analiza literaturowa i badania wstępne pozwoliły Autorce sformułować następującą tezę pracy „Wielofunkcyjne warstwy złożone TiO_2/CaP wytworzone na powierzchni stopu NiTi poprawiają jego biokompatybilność z jednoczesnym zachowaniem zjawiska pamięci kształtu” Z powyższej tezy sformułowano cel pracy jakim było opracowanie warunków wytwarzania wielofunkcyjnych warstw złożonych z tlenków tytanu oraz fosforanów wapnia na powierzchni stopu NiTi oraz ich kompleksowa charakterystyka

W celu uzasadnienia tezy Doktorantka zrealizowała kompleksowy program badań obejmujący następujące zadania:

- ♦ charakterystyka materiałów w stanie wyjściowym
- ♦ dobór optymalnych warunków wytwarzania warstw TiO_2/CaP na powierzchni stopu NiTi
- ♦ charakterystyka struktury morfologii i topografii wytworzonych powłok CaP
- ♦ pomiary adhezji i odporności na odkształcenie związane z indukowaniem efektu pamięci kształtu
- ♦ określenie wpływu zastosowanych metod wytwarzania na przebieg przemiany martenzytycznej
- ♦ ocena odporności korozyjnej
- ♦ ocena zwilżalności
- ♦ ocena biogodności i aktywności mikrobiologicznej
- ♦ wytworzenie warstw na stosowanym w praktyce implancie oraz ich charakterystyka

Na pokreślenie zasługuje fakt wytworzenia warstw na implancie które w przyszłości mogą być stosowane w celu poprawienia biogodności i biokompatybilności stosowanych powszechnie implantów kłamrowych.

Zakres i teza opiniowanej pracy spełniają wymagania stawiane badaniom będącymi podstawą rozpraw doktorskich.

Metodyka badań nie budzi zastrzeżeń, wszystkie techniki badawcze zastosowano celowo a uzyskane wyniki badań i przedstawione wnioski uzasadniają postawioną tezę badawczą.

Uwagi

Jak każda praca badawcza wnosząca nowe wartości poznawcze tak i recenzowana rozprawa doktorska nie jest wolna od nieścisłości a niektóre ze stwierdzeń wymagają uściśleń czy wyjaśnień.

Czy krzywa czerwona na rys 18 to obwiednia sygnałów pochodzących od poszczególnych wiązań przedstawionych na rys. innymi kolorami po dekonwolucji?

Co oznaczają linia zielona i niebieska na rys. 25?

Czy nie warto by zastosować metodę XPS do charakterystyki warstwy tlenkowej?

W metodyce moim zdaniem brakuje wyników badań biologicznych zarówno cytotoksyczności, morfologii jak i odporności na drobnoustroje dla podłoża niemodyfikowanego. Wówczas wniosek nr 1 z pracy byłby w pełni uzasadniony

Podobnie do pełnego obrazu brakuje wyników badań chropowatości dla spasywowanego podłoża. Z rys. 35 wynika że R_a dla tego materiału wynosi 0

O odporności korozyjnej decyduje przede wszystkim prąd korozji a nie potencjał korozyjny dlatego też lepszą odporność korozyjną ma warstwa z hydroksyapatytem spieczona w temperaturze 800°C.

Dlaczego do dalszych badań wybrano powłoki z ceramiką whitelockitową wytworzone przy napięciu 20V w czasie 60s. Jak wynika z rys. 64b nie wytworzono powłoki tylko zaobserwowano aglomeraty ceramiki na powierzchni spasywowanego podłoża.

W celu wykazania że powłoka pozostaje na podłożu po pomiarze adhezji należałoby wykonać mapping metodą EDS (rys. 74).

Dla porównania odporności korozyjnej wytworzonych warstw winno się zbadać odporność bez i po pasywacji i przedstawić wyniki na jednym wykresie razem z wytworzonymi warstwami.

Występują bardzo drobne błędy stylistyczne czy literowe np. jon CO^{3-} , sformułowanie „osadzanie jarzeniowe” czy „rysunek przedstawia”. Termin autoklawizacja dotyczy wytwarzania cegieł wapienno piaskowych gdzie powstaje krzemian wapnia. Na rys. 38 w podpisie jest „zmiana wymiarów liniowych proszku” a na osi rzędnych „zmiana wymiarów liniowych proszku”.

Opinia końcowa

Chcę zaznaczyć jednak, że powyższe uwagi mają w dużej mierze charakter dyskusyjny i nie wpływają na moją bardzo pozytywną ocenę wartości merytorycznej pracy, ogólnej prawidłowości badań i zastosowanych technik badawczych. Należy je traktować, jako sugestie, których uwzględnienie może być pomocne Doktorantce w dalszej pracy naukowej. W podsumowaniu mojej oceny stwierdzam, że mgr inż. Karolina Dudek otrzymała w swojej pracy oryginalne wyniki badań, dowiodła umiejętności przeprowadzenia i stosowania różnych technik badawczych, wykazała się umiejętnością planowania eksperymentu oraz analizą uzyskanych wyników. Uważam, że recenzowana rozprawa zawiera szereg wartościowych i oryginalnych rezultatów, które stanowią podstawę publikacji w dobrych czasopismach naukowych.

Stwierdzam, że recenzowana praca spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim, określone ustawą o stopniach i tytułach naukowych. Wnioskuje, zatem o dopuszczenie mgr inż. Karoliny Dudek do publicznej obrony przed Radą Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego. Biorąc pod uwagę bardzo duży zakres wykonanych badań, wysoką wartość merytoryczną rozprawy doktorskiej oraz fakt opracowania warunków wytwarzania biogodnej warstwy hydroksyapatytowej na podłożu stopu NiTi zachowującego efekt pamięci kształtu mogącej mieć znaczenie aplikacyjne wnioskuję o wyróżnienie rozprawy doktorskiej.

