

Białystok, 16.03.2022 r.

Dr hab. inż. Małgorzata Grądzka-Dahlke, prof. PB
Politechnika Białostocka, Wydział Mechaniczny
Ul. Wiejska 45C, 15-351 Białystok

RECENZJA

rozprawy doktorskiej

mgr inż. Donaty Kuczyńskiej-Zemły

pt.

Zastosowanie obróbki laserowej do modyfikacji powierzchni tytanowych implantów słuchowych

Opracowana na zlecenie

Przewodniczącej Rady Dyscypliny Naukowej
Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej
Prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej.

1. Uwagi dotyczące zasadności wyboru tematu rozprawy i zakresu pracy

Przedmiotem rozprawy są naukowe i aplikacyjne zagadnienia modyfikacji powierzchni pasywnych implantów słuchowych. Temat pracy wpisuje się w aktualny trend poszukiwań naukowych w zakresie nowych metod modyfikacji implantów tytanowych celem poprawy ich właściwości funkcjonalnych. Ponadto zaproponowano konkretne rozwiązanie precyzyjnego połączenia w łańcuchu kosteczek słuchowych. Autorka koncentruje się na prezentacji badań dedykowanych implantom słuchowym, jednak uzyskane wyniki mogą być rozszerzone na inne grupy implantów tytanowych i wykorzystane z powodzeniem do innych aplikacji.

Zakres pracy obejmuje kompletny plan badawczy, począwszy od analizy stanu wiedzy, poprzez sformułowanie problemu naukowego, dobór właściwych metod badawczych i realizację szeroko zakrojonego programu badawczego. Uważam, że zakres pracy został prawidłowo określony dla osiągnięcia zamierzonych celów i udowodnienia sformułowanej tezy rozprawy.

2. Struktura i ogólna charakterystyka pracy

Opiniowana praca składa się z sześciu rozdziałów, streszczeń w języku polskim i angielskim, spisu treści, wykazu artykułów opublikowanych z udziałem Autorki oraz spisu literatury. Całość została zaprezentowana na 169 stronach, wykaz literatury obejmuje 242 pozycje. Ich wybór należy uznać za pełny i dobrze dobrany.

Na początku zostały zamieszczone dwustronicowe streszczenia pracy w języku polskim i angielskim, następnie spis treści.

W dwustronicowym Wstępie Autorka zawarła uzasadnienie wyboru tematu rozprawy, wskazując na powszechność problemów ze słuchem na świecie oraz na osiągnięcia inżynierii materiałowej w zakresie wspomagania transmisji dźwięku w uchu środkowym.

W rozdziale drugim na 28 stronach przedstawiono przegląd bibliografii związanej z tematyką pracy. W tej części pracy zamieszczono odnośniki do 122 pozycji literaturowych, pozostałe 120

pojawiają się sukcesywnie przy omówieniu metod badawczych, stosowanych podczas realizacji pracy, oraz przy dyskusji wyników. Wśród wykorzystanego piśmiennictwa 20 pozycji ukazało się w 20 wieku, ich cytowanie jest uzasadnione potrzebą odwołania się do źródeł historycznych; 67 pozycji – w pierwszej dekadzie 21 wieku, natomiast pozostałe, to publikacje i opracowania najnowsze. Wszystkie pozycje literaturowe są cytowane w pracy (niektóre wielokrotnie).

W rozdziale trzecim sformułowano cel i tezę pracy; zakres badań został przedstawiony na przejrzystym schemacie.

Rozdział czwarty poświęcono opisowi materiału, użytego do badań oraz sposobom przygotowania powierzchni, a także syntetycznej charakterystyce metod badawczych, stosowanych w pracy. Należy podkreślić

Najważniejszą merytorycznie część pracy zawiera rozdział piąty, w którym na 78 stronach zaprezentowano wyniki przeprowadzonych badań oraz dyskusję. W pierwszym podrozdziale rozdziału piątego przedstawiono dobór parametrów obróbki laserowej powierzchni próbek tytanowych. Na podstawie charakterystyki powierzchni komercyjnych implantów tytanowych zaproponowano obróbkę wstępną (pre-modyfikację) powierzchni oraz autorską propozycję dodatkowej obróbki laserowej (DLIL). W podrozdziale drugim zaprezentowano szczegółową charakterystykę otrzymanych powierzchni próbek tytanowych (dla trzech wariantów modyfikacji powierzchni) pod kątem opisu topografii powierzchni, składu chemicznego warstw tlenkowych, składu fazowego, zwilżalności powierzchni oraz analizy mikrostruktury. Podrozdział trzeci zawiera analizę właściwości funkcjonalnych i mechanicznych powierzchni. Na podstawie wyników uzyskanych dla próbek tytanowych wytypowano jedną modyfikację, którą zastosowano do elementów rzeczywistego implantu słuchowego i przeprowadzono badania komórkowe, co znalazło odzwierciedlenie w podrozdziale czwartym. Każdy z podrozdziałów kończy się podsumowaniem, co podkreśla logiczny układ pracy oraz znaczenie uzyskanych wyników dla osiągnięcia założonego celu.

Szósty rozdział pracy to jej podsumowanie i wnioski. Podsumowano wyniki charakterystyki powierzchni i mikrostruktury podłoża oraz analizę właściwości funkcjonalnych i mechanicznych powierzchni oraz sformułowano siedem wniosków z zakresu badań podstawowych oraz trzy wnioski o charakterze aplikacyjny.

3. Ocena i uwagi merytoryczne dotyczące rozprawy

Zaproponowany temat rozprawy jest aktualny i ważny, zarówno z naukowego punktu widzenia, jak też utylitarne. Pomimo wielu propozycji na rynku medycznym wciąż brak jest rozwiązania gwarantującego odpowiednią trwałość i niezawodność implantów biomechanicznych, szczególnie w odniesieniu do wyjątkowo precyzyjnych elementów ucha środkowego.

W syntetycznym przeglądzie literatury przedstawiono problemy związane z rekonstrukcją łańcucha kosteczek słuchowych, współczesne rozwiązania pasywnych implantów słuchowych, a także najnowsze osiągnięcia w zakresie materiałów i metod modyfikacji powierzchni w celu uzyskania wymaganych właściwości użytkowych. Wybór źródeł literaturowych należy uznać za pełny i dobrze dobrany. Pozwolił Doktorantce na sformułowanie spostrzeżeń i wniosków, przydatnych w dalszej części pracy.

Na podstawie analizy danych literaturowych oraz badań własnych zaproponowano utworzenie periodycznej topografii powierzchni na elementach łącznych implantów słuchowych, która powinna zapewnić korzystne warunki przerastania tkanką kostną, a w rezultacie – odpowiednie mocowanie implantu.

Jako główny cel pracy Autorka przyjęła (strona 45): „opracowanie metody miejscowej obróbki powierzchni tytanu grade 2, w kontekście zastosowań na elementy implantów słuchowych, pozwalającej na uzyskanie wielomodalnej i periodycznej topografii w jednym procesie”. Ponadto sformułowano dwa cele szczegółowe oraz tezę pracy: „zastosowanie bezpośredniej laserowej litografii interferencyjnej pozwoli w sposób kontrolowany na miejscową modyfikację właściwości fizykochemicznych oraz poprawę adhezji komórek kostnych na powierzchni tytanowych implantów słuchowych”.

Do osiągnięcia postawionego celu zaplanowano i zrealizowano kompleksowy program badawczy, obejmujący szczegółową charakterystykę powierzchni próbek tytanowych poddanych wytypowanym metodom modyfikacji. Wykorzystano zarówno klasyczne metody badawcze, stosowane w inżynierii materiałowej, jak też badania właściwości funkcjonalnych, przyjęte dla implantów biomedycznych. Dobór metod badawczych należy uznać za adekwatny do założonych zadań. W efekcie zastosowano opracowaną technologię do modyfikacji powierzchni elementów rzeczywistego implantu słuchowego. Dodatkowo zrealizowano badania komórkowe z wykorzystaniem komórek MG63, aby udowodnić przyjętą tezę pracy.

Zaproponowano i w dalszej części pracy porównywano efekty trzech modyfikacji powierzchni: pre-modyfikacji, obejmującej kulowanie z trawieniem chemicznym oraz zastosowanie dodatkowej obróbki laserowej DLIL w dwóch wariantach – przy równoległym przejściu wiązki lasera z wytworzeniem prążków na powierzchni, a także przy przejściach równoległych i prostopadłych z wytworzeniem tzw. wysp. Parametry obróbek dobrano na podstawie analizy jakościowej stanu powierzchni z wykorzystaniem zdjęć mikroskopowych. Interesującym jest rozdział poświęcony opisowi topografii powierzchni z wykorzystaniem profilometru i mikroskopu AFM, gdzie Autorka po szczegółowej analizie zwraca uwagę na wielomodalność topografii, uzyskaną w wyniku różnych obróbek. Periodyczność mikronierówności powierzchni o kontrolowanych parametrach geometrycznych powinna mieć wpływ na zdolności adhezji tkanek, co będzie miało znaczenie przy zapewnieniu wrastania implantu. Wysoko należy ocenić zaawansowane badania dotyczące składu chemicznego i fazowego powierzchni oraz opisu mikrostruktury warstwy wierzchniej zarówno pod kątem użytych metod, jak też wnioskowania merytorycznego. Dużo uwagi poświęcono analizie odpowiedzi biologicznej materiału poprzez testy zanurzeniowe w SBF, analizę adsorpcji białek i wstępną ocenę biogodności z wykorzystaniem komórek hFOB. Wprawdzie wyniki tych badań nie wykazały statystycznie istotnych różnic pomiędzy zastosowanymi modyfikacjami, jednak ten rodzaj badań jest niezbędny do dopuszczenia materiału do zastosowań na implanty. Jakościowo różne wyniki, szczególnie przy porównaniu próbek pre-modyfikowanych i po obróbce laserowej, uzyskano dla badań odporności korozyjnej i twardości przy nanoindentacji, co Autorka prawidłowo powiązała ze zmianą składu chemicznego oraz struktury warstwy powierzchniowej. Zaproponowana w pracy metoda modyfikacji powierzchni jest rozwiązaniem, które pozwala na uzyskanie korzystnej, periodycznej topografii powierzchni na elementach, przeznaczonych do kontaktu z tkanką kostną przy zachowaniu innych parametrów na częściach, które nie powinny gromadzić osteoblastów. Jest to szczególnie istotne w przypadku tak małych i precyzyjnych elementów, jak implanty kosteczek słuchowych. Bardzo dobrze udokumentowały to wyniki badań, zamieszczone na końcu rozdziału piątego. Całość materiału zawartego w rozdziale piątym oceniam wysoko.

Konsekwentnie podsumowanie wyników zostało podzielone na dwie grupy – odnośnie do charakterystyki powierzchni i mikrostruktury podłoża oraz analizy właściwości funkcjonalnych i mechanicznych. Także wnioski sformułowano w dwóch grupach – wnioski z zakresu badań

podstawowych i o charakterze aplikacyjnym. Wskazują one, że zamierzone cele zostały osiągnięte, a teza pracy została udowodniona.

4. Uwagi ogólne i szczegółowe dotyczące pracy

Termin *optymalizacja*, pojawiający się kilkakrotnie w pracy, został moim zdaniem użyty na wyrost. W streszczeniu (str. 8) Autorka pisze, że „*Geometria wytworzonych struktur była także przedmiotem optymalizacji w ramach pracy doktorskiej*”. W Rozdziale 5.1.3 optymalizacji podlega dobór energii w wiązce lasera (str. 72), sprowadzający się do wyboru jednego z dwóch zakresów oraz liczby naświetleń (str.73) – na podstawie porównania sześciu zdjęć powierzchni tytanu po obróbce DLIL. Optymalizacja jest zadaniem bardziej złożonym, wymagającym zdefiniowania kryteriów optymalizacji i przeprowadzenia procedury. Bardziej adekwatnym sformułowaniem przy zastosowanym zakresie prac wydaje się słowo *dobór*.

Do pełnej charakterystyki warstwy wierzchniej warto byłoby dodać jeszcze bardziej jednoznaczną informację na temat jej grubości. Można się spodziewać, że głębokość zmian struktury, wywołanych przez obróbkę powierzchniową będzie miała wpływ na właściwości użytkowe wyrobu, szczególnie w długich okresach obserwacji, a z takimi należy się liczyć w przypadku implantów wszczepianych do organizmu. Głębokość strefy wpływu ciepła została jedynie oszacowana na drodze symulacji. W rozdziale 5.2.5 została przedstawiona analiza mikrostruktury na przekroju próbek, jednak materiał ilustracyjny nie jest do końca jednoznaczny. Na rys. 37 f pokazano schemat zmian w warstwie wierzchniej, jednak opis różnic w grubości warstwy zmienionej pod wpływem zastosowanych metod modyfikacji (str.104) nie pokrywa się z danymi na rysunku 38 (grubość warstwy z prążkami laserowymi ma być 1,5-2 razy większa niż w przypadku podwarstwy z wypami, czego nie potwierdza rys. 38 b, c).

Istotnym elementem pracy jest opis topografii powierzchni po obróbce DLIL, ze szczególnym uwzględnieniem wielomodalności. Parametrem stosowanym do opisu jest Ra. Jest to parametr metrologiczny do opisu mikronierówności powierzchni i zgodnie z normą powinien być podawany w mikrometrach. Urządzenia pomiarowe często podają wysokość nierówności lub średnie odchylenie od linii średniej w nanometrach. Jednak w pracy powinny być stosowane znormalizowane jednostki.

Na str. 55 przy opisie symboli we wzorze (22) podano Φ_0 jest fluencją dla każdej z wiązek, co jest wyrażeniem stosowanym w żargonie profesjonalnym, Powinno być raczej użyte *natężenie wiązki*.

Praca jest napisana bardzo starannie pod względem edytorskim. Wszystkie rysunki oraz zestawienia tabelaryczne w sposób czytelny ilustrują treści zawarte w poszczególnych rozdziałach. Można znaleźć jednak pojedyncze błędy gramatyczne, głównie będących skutkiem tzw. literówek i interpunkcyjne, drobne pomyłki, które nie wpływają jednak na wartość merytoryczną pracy.

Przykładowe pojedyncze uwagi szczegółowe:

- str. 28, wiersz 9 od góry (w. 9 od g.) – jest: *pracę*, powinno być *prace*;
- str. 66, w. 10 od g. - jest: *implantu słuchowe*, powinno być *implanty słuchowe*;
- str. 76, w. 17 od d. – jest: *twardość*, powinno być *twardości*;
- str. 76, w. 15 od d. – jest: *mikrostruktura*, powinno być *mikrostrukturę*;
- str. 76, w. 10 od d. – jest: *nie wykazując*, powinno być *nie wykazującą*;
- str. 77, w. 5 od g. – jest: *szerokość*, powinno być *odległość pomiędzy wierzchołkami*;
- str. 78, podpis pod rys. 23 – jest (*c, d*), powinno być (*c, f*);

- str. 95, w. 3 od d. – jest z , powinno być ze ;
- str. 96, w. 7 od d. – jest niezręczne sformułowanie: ... *faza wzbogacona w N jest mieszaniną faz tlenu i azotu, a nie czystą fazą TiN*, zapewne chodziło o roztwór stały?
- str. 102, w. 2 od d. – jest: występowała, powinno być występowały;
- str. 106, w. 9 od g. – zbędna litera a po przecinku;
- str. 108, podpis pod rys. 39 – jest (g, h) , powinno być (e, f) .

5. Końcowa ocena pracy

Na podstawie przedłożonej opinii stwierdzam, że przedłożona rozprawy stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego (zdefiniowane w celu pracy) o istotnym znaczeniu poznawczym i utylitarnym. Na każdym etapie pracy – Autorka wykazała się doskonałą znajomością wszystkich zagadnień, zarówno z obszaru dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa, jak też z zakresu Inżynierii Biomedycznej w odniesieniu do przedmiotu swoich badań – implantów elementów ucha środkowego.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr inż. Donaty Kuczyńskiej-Zemły pt. „Zastosowanie obróbki laserowej do modyfikacji powierzchni tytanowych implantów słuchowych” spełnia wymogi ustawy „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (Dz.U. 2018 poz. 1668) z dnia 20 lipca 2018 r. W związku z tym wnioskuję o jej przyjęcie i dopuszczenie do obrony publicznej.

Biorąc pod uwagę oryginalność i kompleksowość zaproponowanego rozwiązania problemu, potwierdzający umiejętności Autorki w zakresie samodzielnego prowadzenia pracy naukowej i badawczej, a także znaczący dorobek publikacyjny wnioskuję o wyróżnienie.

