

Prof. dr hab. inż. Lech Dietrich
Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
ul. A. Pawińskiego 5B
02-106 Warszawa

**Recenzja rozprawy doktorskiej Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts
p.t. „Wpływ implantacji jonowej na własności materiałów z pamięcią
kształtu typu NiTi”.**

Cel i zakres rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska dotyczy ulepszenia warstwy wierzchniej metodą implantacji jonowej dla stopu niklu i tytanu wykazującego efekt pamięci kształtu, a jej celem zasadniczym jest określenie wpływu implantacji jonowej na właściwości funkcjonalne rozpatrywanego stopu.

We wstępnej części pracy przedstawiono w zwartej formie cel, zakres i motywacje wyboru tematyki rozprawy doktorskiej. Omówienie stanu wiedzy w odniesieniu do procesów implantacji jonowej i oceny jej skutków na właściwości warstw wierzchnich oraz w odniesieniu do stopów z pamięcią kształtu i ich właściwości termo-mechanicznych przedstawiono w rozdziale trzecim obejmującym ponad sześćdziesiąt stron pracy. Przedstawiony przegląd literatury jest wyczerpujący i w moim przekonaniu trochę zbyt obszerny jak na potrzeby rozprawy doktorskiej, ale stanowi również dodatkowe uzasadnienie i motywacje rozpatrywanej w pracy tematyki.

Zasadnicza część recenzowanej rozprawy doktorskiej obejmuje szeroki program badań laboratoryjnych, których celem było wykonanie implantacji jonowej azotem powierzchni próbek wykorzystywanych w dalszych etapach zaplanowanego programu doświadczalnej analizy właściwości utworzonej warstwy wierzchniej i powstałej w ten sposób próbki kompozytowej złożonej z bardzo cienkiej warstwy zaimplantowanej azotem i znacznie grubszej, pozostałej części próbki z rozpatrywanych w pracy dwóch odmian stopu niklu i tytanu wykazujących efekt pamięci kształtu.

Deklarowanym celem pracy jest określenie wpływu modyfikacji powierzchni stopu NiTi metodą implantacji jonowej na jego właściwości funkcjonalne. Zaplanowany w pracy program doświadczalny obejmuje dwie grupy badań. Celem badań pierwszej grupy jest potwierdzenie powstania zmodyfikowanej, pod wpływem przeprowadzonej implantacji

warstwy wierzchniej i określenie jej właściwości fizyko – chemicznych. Celem drugiej grupy badań jest określenie zmian właściwości funkcjonalnych badanego stopu z pamięcią kształtu jakie zaszły w trakcie procesu implantacji jonowej.

Metodykę prowadzonych badań własnych, sposób przygotowania próbek i parametry procesów implantacji jonami azotu przedstawiono w wyczerpujący sposób w punkcie 4.2 na stronach 75 do 84.

Wyniki szerokiego programu badań pierwszej grupy analizy doświadczalnej obejmującej badania mikroskopii elektronowej, nie tylko do wyznaczenia mikrostruktury warstwy wierzchniej i materiału rodzimego ale również do wyznaczania rozkładu pierwiastków i składu fazowego cienkich warstw przy pomocy specjalnych sond do analizy spektralnej i analizy rentgenowskiej oraz specjalizowanych urządzeń spektrometrii mas jonów wtórnych uzyskano dzięki współpracy z pięcioma innymi ośrodkami naukowymi z Niemiec, Ukrainy i z Polski. Wyniki tych badań, przedstawione w pracy na stronach 85 do 122, określają grubość i strukturę warstwy wierzchniej utworzonej w wyniku implantacji jonami azotu, rozkład i koncentrację azotu, niklu i tytanu w warstwie wierzchniej i w materiale rodzimym oraz składy fazowe po grubości próbek. Otrzymane informacje określają grubość i rodzaj utworzonej warstw i są tym cenniejsze, że uzyskano je w różnych ośrodkach naukowych i przy pomocy różnych metod badań i różnych urządzeń badawczych.

Badania właściwości termo – mechanicznych dwóch odmian stopu niklu i tytanu wykazujących efekt pamięci kształtu poddanych implantacji jonowej przy różnych parametrach procesu określonych dawką jonów, energią i prądem wiązki jonów oraz stopniem próżni w komorze roboczej obejmowały:

- wyznaczenie charakterystycznych temperatur przemian fazowych przy zastosowaniu metody kalorymetrii różnicowej,
- wykonanie testu wgniatania kulki o średnicy 0,4 mm w próbki implantowane i materiał rodzimy przy sześciu różnych siłach wgniatania od 4 do 20 N,
- wykonanie profilometrów odcisków po wgniataniu kulki z różnymi siłami i po wygrzewaniu w różnych temperaturach od 25 do 75 °C,
- wykonanie testów odporności na zużycie przez tarcie materiału implantowanego i rodzimego,
- wykonanie testów jednoosiowego rozciągania przy sterowaniu obciążeniem i odkształceniem dla próbek implantowanych i bez implantacji,
- wykonanie testów mikrotwardości Vickersa.

Wyniki tego szerokiego programu badań doświadczalnych przedstawiono w przejrzystej formie graficznej z uwypukleniem wpływu analizowanych efektów na stronach od 122 do 184. Przedstawiona analiza wyników jest wyczerpująca i dobrze udokumentowana.

Praca doktorska Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts zakończona jest dobrze potwierdzonymi w treści pracy wnioskami i propozycjami dalszych badań.

Ocena rozprawy

Temat rozprawy doktorskiej jest bez wątpienia bardzo aktualny z naukowego punktu widzenia i niezmiernie ważny ze względów praktycznych nie tylko z powodu znaczenia jakości i specjalnych wymagań biogodności implantów ze stopów niklu i tytanu stosowanych w medycynie, ale przede wszystkim z powodu wciąż rosnącego zakresu zastosowań stopów z pamięcią kształtu w technice.

Deklarowanym celem pracy jest zastosowanie implantacji jonowej azotem do ulepszenia powierzchni stopu niklu i tytanu wykazującego efekt pamięci kształtu oraz określenie wpływu takiej modyfikacji warstwy wierzchniej na właściwości funkcjonalne obrabianego stopu. Rozprawa doktorska Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts jest kompletna i wyczerpująca. Przedstawiono wyczerpujący przegląd stanu wiedzy w zakresie techniki implantacji jonowej jak i właściwości i zastosowań stopów z pamięcią kształtu, zaproponowano skuteczną procedurę implantacji azotem, dobrano jej parametry i wykonano serię próbek wykorzystywanych w dalszych badaniach. Opracowano szeroki program badań doświadczalnych dokumentujący właściwości utworzonej warstwy wierzchniej jak i zmiany właściwości funkcjonalnych badanych dwóch stopów z pamięcią kształtu.

Ulepszenie powierzchni z zastosowaniem implantacji jonowej azotem w odniesieniu do stopów z pamięcią kształtu stanowi punkt wyjścia pracy doktorskiej Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts. W części zasadniczej przeprowadzono wiele różnorodnych badań doświadczalnych w celu potwierdzenia skuteczności implantacji jonowej w zastosowaniu do stopów z pamięcią kształtu jak i określenia wpływu tej procedury na właściwości funkcjonalne obrabianego stopu. Opracowano szeroki i spójny program badań doświadczalnych i starannie dobrano metodykę przygotowania próbek dla oddzielenia efektów implantacji jonowej od zmian temperatury jakie występują w tym procesie. W wyniku uzyskano oryginalne wyniki badań potwierdzające skuteczność implantacji jonowej w odniesieniu do stopów z pamięcią kształtu i dobrze dokumentujące zmiany właściwości termiczno – mechanicznych rozpatrywanego stopu pod wpływem procesów wywołanych implantacją jonową.

Badania doświadczalne stanowią podstawę i zasadniczy element rozprawy doktorskiej Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts, a Jej dobra znajomość różnorodnych technik pomiarowych, zwłaszcza w zakresie badań bardzo cienkich warstw wierzchnich o grubości około 300 nm, staranność przygotowania i realizacji testów mechanicznych i zdolność dostrzegania wpływu efektów pobocznych miały zasadniczy wpływ na znakomitą jakość recenzowanej rozprawy doktorskiej. Zebranie i połączenie w jedną, spójną całość wyników różnorodnych metod badawczych obrazujących zmiany mikrostruktury, koncentracji pierwiastków i składu fazowego w cienkiej warstwie oraz zmiany właściwości funkcjonalnych całej próbki kompozytowej uważam za zasadniczy i wyróżniający element rozprawy doktorskiej Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts. Umiejętność komplementarnego łączenia wyników różnych badań doświadczalnych świadczy o bardzo dobrym przygotowaniu Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts do pracy naukowej.

Praca doktorska Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts to nie tylko bardzo dobra rozprawa określająca możliwość zastosowania techniki implantacji jonowej i wyczerpująco dokumentująca oddziaływanie tej procedury na właściwości funkcjonalne obrabianego stopu z pamięcią kształtu ale również wskazanie skutecznej technologii ulepszenia powierzchni, pod względem ścieralności i biogodności z tkankami żywymi, materiału o specjalnych właściwościach funkcjonalnych i szerokich zastosowaniach medycznych.

Uwagi dyskusyjne i krytyczne

Praca jest napisana bardzo starannie i metodycznie, ma jasno określony cel badawczy oraz systematyczny opis przeprowadzonych badań i wyczerpującą analizę uzyskanych wyników z wyraźnym rozgraniczeniem wyników zaczerpniętych z literatury, wykonanych samodzielnie i uzyskanych z innych laboratoriów na potrzeby rozprawy. Mam jedynie kilka uwag w odniesieniu do analizy wyników i ich interpretacji.

Pierwsza sprawa dotyczy udokumentowanego w pracy wpływu procesu implantacji jonowej na właściwości funkcjonalne całej implantowanej próbki. Strefa wpływu implantacji określona silną koncentracją jonów azotu jest ograniczona do warstwy o grubości do 300 nm. Tymczasem temperatury charakterystyczne przemian fazowych wyznaczone metodą kalorymetrii różnicowej na próbkach o grubości 0,25 mm w serii 1 i 0,7 mm dla próbek serii 2 wykazały wyraźne przesunięcia. Podobne wnioski wynikają z testów wciskania kulki jak i z testu jednoosiowego rozciągania (rys. 74). W pracy brak jest stwierdzenia, że jest to efekt temperatury jakiej poddana jest próbka w procesie implantacji a nie efekt samej implantacji. Wprawdzie wspomina się o silnej zależności właściwości funkcjonalnych materiałów z

pamięcią kształtu od temperatury, a w testach wciskania kulki dzięki zastosowanej procedurze badań, próbki implantowane i nieimplantowane miały taką samą, a raczej podobną historię zmian temperaturowych to we wnioskach zmiany parametrów właściwości funkcjonalnych nie są kojarzone ze zmianami temperatury, ale przypisane są do bliżej nieokreślonego efektu zdalnego lub do wszystkich zjawisk towarzyszących implantacji. Jest to zbyt ostrożny wniosek, a w moim przekonaniu wyniki pracy z testów wciskania kulki upoważniają do wyraźnego oddzielenia efektów wzrostu temperatury próbki do około 200°C, jak podano w pracy, w trakcie procesu implantacji, od efektu samej implantacji i utworzenia warstwy wierzchniej o grubości 200 – 300 nm. Gdyby jeszcze podjęto próbę wyżarzania próbki po implantacji w takich samych warunkach w jakich producent kształtował parametry właściwości funkcjonalnych badanego stopu, to jak sądzę sprawę wpływu zmian temperatury można by wyjaśnić definitywnie.

Druga sprawa dotyczy interpretacji wyników wciskania kulki, pomiarów twardości czy nawet nano indentacji w odniesieniu do stopów z pamięcią kształtu. Istota problemu jest w pracy pominięta, a jedynie na stronie 182 wspomina się o niejednoznaczności pomiarów twardości w odniesieniu do stopów z pamięcią kształtu. Termin niejednoznaczności nie jest właściwy, a istota problemu polega na niejednorodnym polu naprężeń i odkształceń w strefie wpływu wgłębniaka i możliwości wywołania przemiany fazowej po przekroczeniu odpowiedniego poziomu naprężenia w pewnych obszarach. Pomocne w tej kwestii będzie określenie stanu naprężenia i odkształcenia pod wgłębniakiem np. wykorzystując do tego celu pakiet metody elementów skończonych i pokonując trudności określenia warunków tarcia na powierzchni wgłębniaka i to z uwzględnieniem faktu, że implantacja jonami azotu zmniejsza współczynnik tarcia. Problem jest interesujący i wart podjęcia w dalszych pracach badawczych.

Zmiany współczynnika tarcia po implantacji jonowej jakie postuluje się w rozdziale przedstawiającym wyniki testów zużycia tarciovego powinny mieć również wpływ na wyniki pomiarów twardości Vickersa i warto ten fakt uwzględnić w analizie wyników pomiarów twardości.

Uwagi powyższe są w większym stopniu dyskusyjne niż krytyczne. Zdaję sobie sprawę, że ich spełnienie wymaga podjęcia dodatkowych badań przekraczających zakres recenzowanej pracy i w żadnym razie nie zmniejszają mojej bardzo wysokiej oceny rozprawy doktorskiej Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts w przedłożonej formie.

Wniosek końcowy

Rozprawa doktorska Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts p.t. „Wpływ implantacji jonowej na własności materiałów z pamięcią kształtu typu NiTi” jest tematycznie kompletna i obejmuje dwa istotne elementy. Pierwszy dotyczy zastosowania implantacji jonowej azotem do ulepszenia powierzchni elementów ze stopu z pamięcią kształtu. Drugi element to obszerny i wyczerpujący program badań doświadczalnych dokumentujący zmiany właściwości funkcjonalnych rozpatrywanego stopu z pamięcią kształtu pod wpływem procesu implantacji jonowej azotem. Uważam, że jest to bardzo dobra, oryginalna i wartościowa praca doktorska o istotnym znaczeniu dla praktyki inżynierskiej, spełniająca wymagania Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003 (art. 17 ust. 1 Dz. U. nr 65/03 poz. 595). W moim przekonaniu praca mgr Neonily Levintant-Zayonts zasługuje na wyróżnienie ze względu na bardzo trudny, ambitny temat o istotnym znaczeniu dla praktyki inżynierskiej, zwłaszcza dla zastosowań medycznych oraz ze względu na przyjęty w pracy sposób realizacji zadania dzięki czemu można stwierdzić, że praca jest kompletna i wyczerpująca. Kompletna bo przedstawiono rozwiązanie ulepszenia powierzchni elementów ze stopu z pamięcią kształtu pod względem zmniejszenia współczynnika tarcia i zużycia ciernego przy jednoczesnym poprawieniu biogodności elementu poprzez zmniejszenie koncentracji niklu w utworzonej warstwie wierzchniej. Wyniki bardzo szerokiego, wielostronnego programu badań doświadczalnych w sposób wyczerpujący potwierdziły skuteczność implantacji jonowej azotem, zwłaszcza w zastosowaniach medycznych i udokumentowały w sposób kompletny i wyczerpujący zmiany właściwości funkcjonalnych rozpatrywanych stopów niklu i tytanu.

Z całym przekonaniem stawiam wniosek o dopuszczenie rozprawy doktorskiej Pani mgr Neonily Levintant-Zayonts p.t. „Wpływ implantacji jonowej na własności materiałów z pamięcią kształtu typu NiTi” do publicznej obrony i stawiam wniosek o jej wyróżnienie zgodnie z podaną wyżej motywacją.