



WYDZIAŁ INŻYNIERII
MECHANICZNEJ
I OKRĘTOWNICTWA

dr hab. inż. Beata Świeczko-Żurek, prof. uczelni

Gdańsk, 16.12.2025r.

Wydział Inżynierii Mechanicznej i Okrętownictwa PG

Instytut Technologii Maszyn i Materiałów

Zakład Technologii Biomateriałów

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Julii Lisoń-Kubicy

**pt.: Kształtowanie własności fizykochemicznych stopu Ti-13Nb-13Zr
z wykorzystaniem niskotemperaturowej metody osadzania warstw
atomowych ALD**

Wykonanej na Politechnice Śląskiej

w Katedrze Biomateriałów i Inżynierii Wytrobów Medycznych

Wydziału Inżynierii Biomedycznej

pod kierunkiem promotora: dr hab. inż. Marcina Basiagi, prof. PŚ

oraz promotora pomocniczego: dr inż. Magdaleny Antonowicz-Hüpsch

Podstawa wykonania recenzji

Recenzję wykonano na podstawie uchwały nr 87/2025 Rady Dyscypliny Inżynieria Biomedyczna Politechniki Śląskiej z dnia 16 października 2025r. i pisma z dnia 24.10.2025r. z prośbą o opracowanie recenzji pracy doktorskiej mgr inż. Julii Lisoń-Kubicy pt.: *Kształtowanie własności fizykochemicznych stopu Ti-13Nb-13Zr z wykorzystaniem niskotemperaturowej metody osadzania warstw atomowych ALD*, której promotorem jest dr hab. inż. Marcin Basiaga, prof. PŚ, a promotorem pomocniczym jest dr inż. Magdalena Antonowicz-Hüpsch.

Charakterystyka pracy

Rozprawa doktorska pani mgr inż. Julii Lisoń-Kubicy ma typowy układ dla pracy doktorskiej. Praca składa się ze 133-stronicowego autoreferatu, obejmującego spis treści, wykaz ważniejszych skrótów i oznaczeń, wprowadzenia, przeglądu piśmiennictwa, badań własnych – wraz z celem, założeniami i tezą pracy. Część eksperymentalna kończy się omówieniem wyników badań oraz wnioskami. Na końcu pracy znajduje się również bibliografia, licząca 127 pozycji literaturowych – w większości anglojęzycznych oraz streszczenie w j. polskim i j. angielskim.

Układ pracy przejrzysty i logiczny. Praca jest starannie zredagowana, tabele i rysunki są przejrzyste i dobrze komponują się w treści całej dysertacji. Całość pozwala bez problemu zrozumieć cel planowanych badań, wyniki i wnioski.

Styl pracy nie budzi zastrzeżeń. Występują drobne błędy stylistyczne i interpunkcyjne. Nie mają one jednak wpływu na ocenę pracy.

Praca ma charakter podstawowy, jednak wyniki uzyskane podczas jej realizacji wskazują na duży potencjał aplikacyjny.

Przedmiot i cel pracy doktorskiej

Przedmiotem rozprawy doktorskiej jest kompleksowe badanie i charakterystyka własności fizykochemicznych i biologicznych stopu Ti-13Nb-13Zr z powłoką SnO₂ naniesioną metodą ALD. To był również cel w.w. pracy, a przeprowadzone badania potwierdziły tezę o możliwości wytworzenia powłoki z tlenku cyny (IV) na stopie Ti-13Nb-13Zr zapewniające korzystne własności biologiczne i fizykochemiczne.

Zawartość rozprawy doktorskiej

Na pierwszych stronach pracy Autorka zawarła wprowadzenie, w którym uzasadniła potrzebę podjęcia tematu. Zdefiniowała przedmiot badań i główny cel pracy.

Następny rozdział to przegląd piśmiennictwa, zawierający cztery podrozdziały, z czego ostatni jest podsumowaniem całej części teoretycznej.

Biomateriał wszczepiony do organizmu zawsze powoduje reakcję obronną tkanek i układu immunologicznego. Po kilku sekundach zostaje on pokryty białkami i peptydami.

Komórki obecne w płynie tkankowym lub tkankach, rozpoznają powierzchnię biomateriału jako „obcą”. Oprócz wyżej wymienionych komórek pojawiają się bakterie, które zasiedlają implant tworząc biofilm. Biofilm to nic innego jak organiczny i nieorganiczny depozyt na powierzchni materiału. Depozyt ten zawiera także składniki komórkowe: płytki krwi, białe ciała krwi, bakterie i grzyby. Jest trudny do usunięcia, a jego utrudnione leczenie i bytność w organizmie ludzkim stwarza ryzyko powikłań. Właściwości biomateriału – takie jak chropowatość, skład chemiczny czy zwilżalność – silnie wpływają na adhezję bakterii i tworzenie biofilmu, dlatego coraz większą uwagę poświęca się modyfikacji powierzchni implantów. Choć stopy tytanu charakteryzują się bardzo dobrą biokompatybilnością również są podatne na adhezję bakterii. Dlatego też obiecującym rozwiązaniem są powłoki antybakteryjne. Pani mgr inż. Julia Lisoń-Kubica w swojej pracy zaproponowała powłoki antybakteryjne oparte na tlenku cyny (SnO_2), który wykazuje silne działanie przeciwdrobnoustrojowe. Technologia Atomic Layer Deposition (ALD) umożliwia precyzyjne, warstwowe nanoszenie powłok o grubości nanometrycznej na implanty o skomplikowanej geometrii i porowatej strukturze.

Druga część pracy to badania eksperymentalne. Tę część Doktorantka rozpoczyna od przedstawienia celu i tezy pracy. Leczenie zakażeń okołowszczepowych wciąż stanowi ogromne wyzwanie, dlatego Autorka pracy proponuje innowacyjne rozwiązanie polegające na nanoszeniu na stop Ti-13Nb-13Zr powłok SnO_2 metodą ALD, co dotychczas nie zostało opisane w literaturze. Na podstawie wyników badań wstępnych sformułowano cel pracy. Jest nim opracowanie warunków wytwarzania powłok antybakteryjnych metodą osadzania warstw atomowych na stopie tytanu oraz znalezienie zależności pomiędzy strukturą, własnościami fizykochemicznymi powłoki a ich aktywnością antybakteryjną. Praca ma wypełnić istotną lukę badawczą, a badania zweryfikować tezę, że modyfikacja powierzchni badanego stopu poprzez wytworzenie na jego powierzchni powłoki na bazie SnO_2 może zwiększyć jego odporność na kolonizację bakteryjną i poprawić właściwości istotne dla zastosowań klinicznych. Następnie mgr inż. Julia Lisoń-Kubica w ciekawy sposób obrazuje program badań w postaci schematu przedstawionego na Rys.19. W dalszej części można zapoznać się z materiałami i metodyką badań, która jest wykorzystywana podczas realizacji prac eksperymentalnych. Oprócz podstawowych badań takich jak: badanie składu chemicznego powłoki, jej mikrostruktury, grubości, badań adhezji powłoki do podłoża, zwilżalności, badań korozyjnych czy przenikania jonów metali do roztworu, jak również badania własności biologicznych. W dalszej kolejności są wyniki badań – szczegółowe opisy świadczą o dokładnym zgłębieniu zagadnienia. Doktorantka sukcesywnie dąży do wcześniej postawionego celu. Interpretując uzyskane wyniki odnosi się do danych bibliograficznych. Ta część kończy się omówieniem wyników badań zebranych przez Doktorantkę.

Ocena merytoryczna i znaczenie pracy

Głównym celem pracy doktorskiej była modyfikacja powierzchni tak, aby zwiększyć jej odporność na biofilm bakteryjny. Cel ten Doktorantka osiągnęła dzięki szeregu prowadzonych badań, które potwierdziły, że powłoka SnO_2 charakteryzuje się dobrą adhezją do podłoża, zwiększoną odpornością na zużycie ściernie, korozję wżerową i szczelinową. Powłoka również ogranicza uwalnianie jonów tytanu, niobu i cyrkonu do roztworu, co również w przypadku implantów umieszczonych w organizmie jest bardzo ważne. Badania biologiczne

wykazały ograniczenie adhezji bakterii do powierzchni oraz reakcji zapalnych, jednocześnie umożliwiając proliferację komórek.

Tematyka rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Julii Lisoń-Kubicy jest aktualna i wpisuje się w dyscyplinę Inżynieria Biomedyczna. Autorka zaprojektowała nowy rodzaj powłoki zapewniającej korzystne własności fizykochemiczne i biologiczne.

Technologia Atomic Layer Deposition (ALD) użyta przez Doktorantkę w badaniach pozwala na nanoszenie bardzo cienkich i równomiernych powłok, nawet na skomplikowane i porowate powierzchnie. Badania te pokazały, iż powłoki nałożone tą metodą ograniczają przenikanie jonów metali oraz redukują reakcje zapalne, łącząc funkcje ochronne i antybakteryjne. Zaproponowana modyfikacja stopu Ti-13Nb-13Zr poprzez naniesienie powłoki SnO₂ metodą niskotemperaturowego ALD pokazała, co powyżej. W tym miejscu należy wspomnieć, że duże znaczenie ma także przyczepność powłoki do podłoża, która związana jest ze sposobem przygotowania powierzchni. Autorka wykazała, że powłoka na powierzchniach polerowanych charakteryzowała się lepszą adhezją w porównaniu do powłoki naniesionej na powierzchnie piaskowane. Na tej podstawie wysnuto wniosek, że przygotowanie powierzchni przez polerowanie zapewnia lepszą adhezję niż piaskowanie. Również dla próbek wypolerowanych był mniejszy współczynnik tarcia, a co za tym idzie większa odporność na zużycie.

Organizm ludzki jest bardzo agresywnym środowiskiem. Dlatego, jeśli chodzi o implanty metaliczne to duże znaczenie mają tu badania korozyjne. Autorka wykonała je w obecności SBF. Badania wykonywane były w kierunku korozji wżerowej i szczelinowej. Wykazały, że po nałożeniu powłoki tlenku cyny (SnO₂) na stop tytanu znacząco poprawiła się jego odporność na korozję w warunkach symulujących środowisko biologiczne. Czyli proces nanoszenia powłoki SnO₂ metodą niskotemperaturowego ALD jest skuteczniejszy na polerowanych powierzchniach, pozwalając na utworzenie bardziej stabilnej i ochronnej warstwy.

Badania wykazały, że stop Ti-13Nb-13Zr charakteryzuje się bardzo wysoką stabilnością chemiczną, ponieważ we wszystkich analizowanych próbkach uwalnianie jonów metali było minimalne. Zastosowanie powłoki SnO₂ dodatkowo zmniejszyło ilość uwalnianych jonów, działając jak skuteczna bariera ochronna przed środowiskiem agresywnym chemicznie. Im grubsza powłoka (większa liczba cykli ALD), tym lepsza ochrona przed migracją jonów zarówno ze stopu, jak i z samej powłoki. Dodatkowo stwierdzono, że powierzchnie polerowane sprzyjają powstawaniu bardziej jednolitych i szczelnych powłok, co przekłada się na jeszcze niższe uwalnianie jonów.

Ocena biologiczna materiałów stosowanych w medycynie – takich jak implanty, powłoki czy materiały regeneracyjne – wymaga kompleksowego podejścia, ponieważ materiał wprowadzony do organizmu jest narażony na wiele czynników. Badania biologiczne, czyli reakcje implant-organizm pokazują czy dany materiał, który ma być wszczepiony jest bezpieczny dla pacjenta, biokompatybilny z jego tkankami, spełnia zadane funkcje i najważniejsze, czy ma ochronę przed bakteriami. Pani mgr inż. Julia Lisoń-Kubica w swojej pracy użyła czterech grup badań: cytotoksyczności, cytokin prozapalnych, adhezji bakterii oraz proliferacji komórek. Testy te wzajemnie się uzupełniają, tworząc kompleksową ocenę zachowania implantu w środowisku organizmu żywego. Badania cytotoksyczności na próbkach polerowanych wykazały cytokompatybilność ze 100% przeżywalnością komórek, natomiast po

naniesieniu powłoki SnO₂ przeżywalność nieznacznie spadła. Próbką piaskowana z grubsza powłoką wykazała efekt cytotoksyczny. W przypadku cytokin prozapalnych powłoka SnO₂ nałożona na powierzchnię wypolerowaną ogranicza infekcję i działa przeciwzapalnie. Jak wiadomo bakterie lubią przylegać do powierzchni chropowatych i porowatych, ponieważ mają większą powierzchnię kontaktu. Z drugiej strony liczne pory ułatwiają im zakotwiczenie się. Zostało to również pokazane w pracy. Autorka udowodniła, że bakterie adherują do bardziej chropowatych powierzchni, natomiast powłoka z tlenku cyny sprawdza się tylko na próbkach wypolerowanych. Badania proliferacji komórek pozwoliły na ocenę biokompatybilności użytego materiału. Wykazując, że powłoka ma ogromny wpływ na fibroblasty, wspierając ich prawidłowy wzrost.

Dopiero analiza wszystkich czterech rodzajów badań pozwala w pełni określić, czy biomateriał jest bezpieczny, nietoksyczny, odporny na bakterie oraz sprzyjający regeneracji tkanek.

Tak szeroko prowadzone badania są cenne nie tylko z punktu widzenia badań podstawowych, ale również do wykorzystania w medycynie. Biorąc pod uwagę społeczeństwo, które chciałoby długo utrzymać zdrowie i sprawność, takie prace badawcze mające na celu rozwój technologii implantacyjnych wpisują się doskonale w służbę społeczeństwu, wychodząc naprzeciw obecnym problemom związanym np. z przewlekłymi infekcjami.

Osiągnięcia Pani mgr inż. Julii Lisoń-Kubicy

1. Jest współautorką 11 artykułów naukowych, skorelowanych z doktoratem i 4 wyróżnień;
2. Doktorantka przeprowadziła kompleksowe badania doświadczalne i opracowała powłokę SnO₂ charakteryzującą się dobrą adhezją do podłoża, zwiększoną odpornością na zużycie ścierne, odpornością na korozję wżerową i szczelinową, ograniczającą uwalnianie jonów do roztworu, bakteriobójczą i wspierającą proliferację komórek;
3. Gruntownie przeprowadzona analiza stanu wiedzy oraz dyskusja wyników badań poparta literaturą, brak do tej pory kompleksowego wykonania badań zawierających zarówno odniesienie do oceny własności fizykochemicznych oraz biologicznych pokazujących pełną charakterystykę uzyskanej powłoki w środowisku organizmu żywego;
4. Doktorantka postawiła sobie bardzo ambitny cel, ponieważ podjęcie badań w tym kierunku i stosowanie tak szerokiego wachlarza metod badawczych, z pewnością wymagało od Doktorantki chociażby nauki obsługi specjalistycznej aparatury naukowo-badawczej.

Pytania do Doktorantki

1. Czy w przypadku wytworzonej przez Panią powłoki SnO₂ na stopie tytanu nie byłoby zasadnym przeprowadzenie badań z makrofagami, aby ocenić potencjał immunomodulacyjny (polaryzacja M1/M2) wytworzonej powłoki i przewidzieć ryzyko reakcji zapalnej lub włóknienia po implantacji?
2. Czy w badaniu zwilżalności metodą siedzącej kropli wytworzona powłoka SnO₂ chłoneła kroplę medium, czy kropla się rozpływała po powierzchni?
3. Czy ma Pani w planach osadzanie metodą ALD innych pierwiastków bakteriobójczych? Jeśli tak to jakich?

Podsumowanie

Praca doktorska Pani mgr inż. Julii Lisoń-Kubicy pt. „Kształtowanie własności fizykochemicznych stopu Ti-13Nb-13Zr z wykorzystaniem niskotemperaturowej metody osadzania warstw atomowych ALD” stanowi ważny wkład w dyscyplinę Inżynieria Biomedyczna, szczególnie dla zastosowań w implantologii. Doktorantka opracowała powłokę odporną na bakterie i powodującą adhezję komórek. Cel pracy został zrealizowany, a teza badawcza zweryfikowana.

Przedstawiona dysertacja wskazuje na dużą dojrzałość w planowaniu, prowadzeniu badań i ich analizie.

Pani mgr inż. Julia Lisoń-Kubica przedstawiła do oceny rozprawę doktorską, której tytuł: „Kształtowanie własności fizykochemicznych stopu Ti-13Nb-13Zr z wykorzystaniem niskotemperaturowej metody osadzania warstw atomowych ALD” dobrze koreluje z treścią pracy i zakresem przeprowadzonych badań, zgodnie z wymogami art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 roku „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (Dz.U. z 2024r. poz. 1571 z późn. zm.) w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych i dyscyplinie Inżynieria Biomedyczna. **Wnioskuje zatem o przyjęcie rozprawy i dopuszczenie jej do publicznej obrony.**

Beata Świczko-Żurek