

Uniwersytet Śląski w Katowicach
Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach

dr Grzegorz Dercz

Załącznik II

Autoreferat

Katowice, Kwiecień 2019

1. Imię i Nazwisko

Grzegorz Dercz

2. Posiadane dyplomy, stopnie naukowe – z podaniem nazwy, miejsca i roku ich uzyskania oraz tytułu rozprawy doktorskiej:

- 2007 Doktor nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa - Uniwersytet Śląski, Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach, Katowice
Temat pracy doktorskiej: *Opracowanie procedury rentgenowskiej analizy strukturalnej materiałów wielofazowych zawierających fazy niestechiometryczne i nanometryczne*
Promotor: prof. dr hab. Lucjan Pająk
Recenzent: prof. dr hab. Eugeniusz Łągiewka
Recenzent: prof. dr hab. Stanisław Pikus
Praca wyróżniona uchwałą Rady Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach z dnia 12.06.2007 r.
- 2002 magister materiałoznawstwa, Wydział Techniki, Uniwersytet Śląski w Katowicach, Katowice
Temat pracy dyplomowej magisterskiej: *Rentgenostrukturalna analiza faz międzymetalicznych z układu Ni-Al*
Promotor: prof. dr hab. Lucjan Pająk

Wykształcenie dodatkowe:

- 2010 Studia Podyplomowe „Biomateriały – materiały dla medycyny”, Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki, Kraków
- 2008 Studia Podyplomowe „Studia Podyplomowe dla nauczycieli w zakresie ICT, języka obcych oraz Informatyki”, Uniwersytet Śląski, Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach, Katowice

3. Informacje o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych/ artystycznych.

- 2009 – obecnie Uniwersytet Śląski, Katowice, Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach, stanowisko: adiunkt
- 2007 – 2009 Uniwersytet Śląski, Katowice, Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach, stanowisko: starszy technik

4. Wskazanie osiągnięcia wynikającego z art. 16 ust. 2 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. 2017 r. poz. 1789):

Moim osiągnięciem naukowym, uzyskanym po otrzymaniu stopnia doktora, stanowiącym znaczny wkład w rozwój dyscypliny naukowej inżynieria materiałowa określonym w art. 16. ust. 2 Ustawy z dnia 14 marca 2003 roku o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki, jest jednotematyczny cykl publikacji zatytułowany „Zastosowanie metody metalurgii proszków do syntezy biomateriałów na bazie tytanu” Cykl ten tworzy 11 oryginalnych publikacji naukowych. W tym jedna publikacja jest publikacją monoautorską.

a) tytuł osiągnięcia naukowego

„Zastosowanie metody metalurgii proszków do syntezy biomateriałów na bazie tytanu”

b) wykaz publikacji będących podstawą osiągnięcia naukowego

(* oznacza autorstwo korespondencyjne dr G. Dercz)

H1. Matuła, I., **Dercz, G.***, Zubko, M., Prusik, K., Pajak, L.

Influence of high energy milling time on the Ti-50Ta biomedical alloy structure,
(2016) Acta Physica Polonica A, 130 (4), pp. 1033-1036.

DOI: 10.12693/APhysPolA.130.1033

MNIŚW: 15, IF_{2016/2017}: 0,469, 5-letni IF_{2016/2017}: 0,532

W pracy wykazano możliwość syntezy proszków wyjściowych tytanu i tantalu metodą mechanicznego stopowania, uzyskując dwufazowy stop $\alpha + \beta$. Wykazano, że czas wysokoenergetycznego mielenia substratów wpływa na dyspersję i morfologię cząstek oraz na strukturę i skład fazowy nanokrystalicznego stopu Ti-50Ta w postaci proszku.

Mój wkład polegał na opracowaniu metody wytworzenia nanokrystalicznych proszków o nominalnym składzie Ti-50Ta oraz stworzeniu koncepcji ich badań struktury i właściwości. Metodą rentgenowskiej analizy strukturalnej określiłem skład fazowy, wyznaczyłem parametry sieciowe oraz oszacowałem wielkości

krystalitów i zniekształcenia sieciowych II-go rodzaju. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Mój wkład w powstanie tej publikacji wynosi 70%.

- H2. **Dercz, G.***, Matuła, I., Zubko, M., Kazek-Kęsik, A., Maszybrocka, J., Simka, W., Dercz, J., Świec, P., Jendrzewska, I.

Synthesis of porous Ti-50Ta alloy by powder metallurgy,

(2018) *Materials Characterization*, 142, pp. 124-136.

DOI: 10.1016/j.matchar.2018.05.033

MNiSW: 40, IF₂₀₁₈: 2,892, 5-letni IF_{2016/2017}: 3,036

Ustalono warunki procesu spiekania celem wytwarzania porowatych, homogenicznych stopów Ti-50Ta. Wykazano, że 24-godzinne spiekanie powoduje otrzymanie jednorodnego stopu zawierającego najwięcej porów o średnicy Fereta optymalnej do osteointegracji. W badaniach odporności korozyjnej prowadzonej w roztworze Ringera wykazano, że spiekany stop Ti-50Ta wykazywał lepszą odporność korozyjną niż próbki Ti lub Ta. Opracowałem koncepcję badań oraz wytworzyłem metalurgią proszków porowaty stop Ti-50Ta. Metodą dyfrakcji rentgenowskiej określiłem jakościowy i ilościowy skład fazowy, wyznaczyłem parametry sieciowe, wielkości krystalitów i zniekształcenia sieciowe II-go rodzaju. Uczestniczyłem w badaniach mikroskopowych oraz w badaniach mechanicznych z użyciem nanoindentera. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Mój wkład w powstanie tej publikacji wynosi 55%.

- H3. **Dercz, G.***

Structure and nanoindentation mechanical properties of novel porous Ti-Ta material with a core-shell structure using the powder metallurgy method,

(2019) *Advanced Powder Technology*, 30, pp. 1006-1017

DOI: 10.1016/j.apt.2019.02.015

MNiSW: 30, IF_{2016/2017}: 2,943, 5-letni IF_{2016/2017}: 2,853

W pracy wykazano możliwość wytworzenia innowacyjnego porowatego stopu Ti-Ta z budową ziaren typu rdzeń-powłoka. Ziarna te charakteryzowały się trzema

obszarami występowania faz: $\beta \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha$. Badania mechaniczne wykazały obecność trzech głównych stref, różniących się zredukowanym modułem Younga oraz twardością wewnątrz każdej cząstki.

Publikacja monoautorska

- H4. **Dercz, G.***, Matuła, I., Zubko, M., Liberska, A.

Structure characterization of biomedical Ti-Mo-Sn alloy prepared by mechanical alloying method,

(2016) Acta Physica Polonica A, 130 (4), pp. 1029-1032.

DOI: 10.12693/APhysPolA.130.1029

MNiSW: 15, IF_{2016/2017}: 0,469, 5-letni IF_{2016/2017}: 0,532

Wykazano możliwość syntezy nanokrystalicznych proszków o nominalnym składzie Ti-15Mo-5Sn. Wykazano, że czas wysokoenergetycznego mielenia kulowego substratów wpływa na morfologię i wielkość cząstek oraz na strukturę i skład fazowy nanokrystalicznego stopu w postaci proszku.

Metodą rentgenowskiej analizy strukturalnej określiłem skład fazowy, wyznaczyłem parametry sieciowe oraz oszacowałem wielkości krystalitów i zniekształcenia sieciowych II-go rodzaju. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Mój wkład w powstanie tej publikacji wynosi 65%.

- H5. **Dercz, G.***, Matuła, I., Maszybrocka J., Zubko, M., Barczyk J., Pająk L., Stach S.

Effect of milling time and presence of Sn on the microstructure and porosity of sintered Ti-10Ta-8Mo and Ti-10Ta-8Mo-3Sn alloys (2019) Journal of Alloys and Compounds, 791 pp. 232-247

DOI: 0.1016/j.jallcom.2019.03.287

MNiSW: 35, IF_{2016/2017}: 3,779, 5-letni IF_{2016/2017}: 3,315

Opracowano warunki technologiczne procesu wytwarzania porowatych stopów Ti-10Ta-8Mo oraz Ti-10Ta-8Mo-3Sn metodą metalurgią proszków. Wykazano możliwość wykorzystania Sn jako PCA podczas wysokoenergetycznego mielenia, co znacząco poprawiło przebieg procesu mielenia i podwyższyło uzysk materiału. Proces wytwarzania doprowadził do uzyskania stopów o różnych właściwościach i

stopniu porowatości. Stwierdzono, że dodatek Sn (3% wag.) oraz zastosowanie wstępnego piętnastogodzinnego wysokoenergetycznego mielenia umożliwia wytworzenie stopu Ti-10Ta-8Mo-3Sn charakteryzującego się wysoką odpornością w teście tarcia na sucho.

Opracowałem koncepcję badań oraz wytworzyłem metalurgią proszków porowate stopy. Przeprowadziłem badania rentgenostrukturalne. Wykonywałem pomiary na mikroskopie skaningowym. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz zredagowałem tekst publikacji. Mój wkład w powstanie tej publikacji wynosi 60%.

H6. **Dercz, G.***, Matuła, I.

Effect of ball milling on the properties of the porous Ti-26Nb alloy for biomedical applications,

(2017) *Materiali in Tehnologije*, 51 (5), pp. 795-803.

DOI: 10.17222/mit.2016.269

MNiSW: 15, IF_{2016/2017}: 0,590, 5-letni IF_{2016/2017}: n.a.

Opracowano warunki technologiczne procesu wytwarzania porowatych stopów Ti-26Nb metodą metalurgii proszków. Wykazano, że porowaty stop spiekany z proszków zmielonych wstępnie przez 50 godzin ma niski zredukowany moduł sprężystości 48 (19) GPa.

Opracowałem koncepcję badań oraz wytworzyłem metalurgią proszków porowate stopy. Metodą dyfrakcji rentgenowskiej określiłem jakościowy i ilościowy skład fazowy, wyznaczyłem parametry sieciowe, wielkości kryształitów i zniekształcenia sieciowe II-go rodzaju. Wykonywałem pomiary na mikroskopie skaningowym. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Swoją udział procentowy szacuję na 75%.

H7. **Dercz, G.***, Matuła, I., Zubko, M., Dercz, J.

Phase composition and microstructure of new Ti-Ta-Nb-Zr biomedical alloys prepared by mechanical alloying method,

(2017) *Powder Diffraction*, 32 (S1), pp. S186-S192.

DOI: 10.1017/S0885715617000045

MNiSW: 25, IF_{2017/2018}: 0,519, 5-letni IF_{2016/2017}: n.a.

Określono wpływ czasu wysokoenergetycznego mielenia na strukturę i morfologię nowego, nanokrystalicznego stopu Ti-30Ta-10Nb-20Zr zawierającego pierwiastki o wysokiej szybkości pasywacji i niskim uwalnianiu jonów. Stwierdzono pełną syntezę do fazy β po 30 godzinami mielenia.

Opracowałem koncepcję badań oraz wytworzyłem poprzez mielenie kulowe nanokrystaliczny proszek. Przeprowadziłem rentgenostrukturalną charakterystykę proszku na poszczególnych etapach mielenia. Wykonywałem pomiary na mikroskopie skaningowym. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Swój udział procentowy szacuję na 75%.

H8. **Dercz, G.***, Matuła, I., Zubko, M.

Structure and Mechanical Properties of the New Ti30Ta20Nb Biomedical Alloy,

(2019) Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 19(5) pp. 2556-2566

DOI: 10.1166/jnn.2019.15847

MNiSW: 20, IF_{2016/2017}: 1,354, 5-letni IF_{2016/2017}: n.a.

Określono wpływ czasu wysokoenergetycznego mielenia na strukturę nowego porowatego stopu Ti30Ta20Nb. Stwierdzono, że wzrost czasu wstępnego mielenia wpływa na wzrost homogeniczności porowatego stopu. Analiza rentgenostrukturalna metodą Rietvelda wykazała zmiany parametrów sieciowych oraz potwierdziła całkowitą przemianę pierwiastków wyjściowych do fazy β przed upływem 30 godzin mielenia dla próbek po wstępnym mieleniu i spiekaniu.

Opracowałem koncepcję badań oraz wytworzyłem metalurgią proszków poprzez mielenie kulowe nanokrystaliczny proszek. Przeprowadziłem rentgenostrukturalną charakterystykę proszku na poszczególnych etapach mielenia. Wykonywałem pomiary na mikroskopie skaningowym. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Swój udział procentowy szacuję na 80%.

H9. **Dercz, G.***, Matuła, I., Zubko, M., Barczyk, J.

Phase transformations and microstructural evolution of nanocrystalline Ti-18Zr-5Nb-3Sn-4Ta powders through mechanical alloying,

(2019) *Materials Science and Technology,*

DOI: 10.1080/02670836.2019.1578920

MNiSW: 25, IF_{2016/2017}: 1,803, 5-letni IF_{2016/2017}: n.a.

Zastosowano metodę wysokoenergetycznego mielenia do syntezy nanokrystalicznego proszku Ti-18Zr-5Nb-3Sn-4Ta, co może umożliwić wytwarzanie materiałów litych metodami addytywnymi lub poprzez spiekanie. Wykazano wpływ czasu wysokoenergetycznego mielenia substratów na dyspersję ziaren, strukturę i skład fazowy stopu.

Opracowałem koncepcję badań oraz wytworzyłem poprzez mielenie kulowe nanokrystaliczny proszek. Metodą dyfrakcji rentgenowskiej określiłem jakościowy i ilościowy skład fazowy, wyznaczyłem parametry sieciowe, wielkości krystalitów i zniekształcenia sieciowe II-go rodzaju. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Swój udział procentowy szacuję na 75%.

H10. **Dercz, G.***, Matuła, I., Zubko, M., Kuczera N.

Dispersion and Structure Analysis of Nanocrystalline Ti-mZrO₂ Composite Powder for Biomedical Applications,

(2019) *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 19(5) pp. 2799-2806

DOI: 10.1166/jnn.2019.15846

MNiSW: 20, IF_{2016/2017}: 1,354, 5-letni IF_{2016/2017}: n.a.

Opracowano warunki procesu wytwarzania proszkowych nanokompozytów Ti-ZrO₂. Stwierdzono, że ceramiczne twarde cząstki mogą odgrywać dodatkową rolę jako środki wspomagające mielenie w celu otrzymania fazy α -Ti o większym stopniu nonokrystalizacji. Wykazano, że efektywność nonokrystalizacji rośnie wraz ze wzrostem udziału frakcji ceramicznej? oraz z czasem mielenia.

Opracowałem koncepcję badań, dobrałem parametry technologiczne mielenia oraz wytworzyłem nanokrystaliczny proszek kompozytowy. Metodą dyfrakcji rentgenowskiej określiłem jakościowy i ilościowy skład fazowy, wyznaczyłem parametry sieciowe, wielkości krystalitów i zniekształcenia sieciowe II-go rodzaju.

Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Swój udział procentowy szacuję na 75%.

H11. **Dercz, G.***, Matuła, I., Gurdziel W., Kuczera N.

Microstructure evolution of Ti/ZrO₂ and Ti/Al₂O₃ composites based on nanocrystalline substrates prepared by powder metallurgy method,

(2019) Archives of Metallurgy and Materials, 64(2)

DOI: 10.24425/amm.2019.127558

MNiSW: 30, IF_{2016/2017}: 0,625, 5-letni IF_{2016/2017}: 0,571

Ustalono wpływ czasu mielenia oraz składu frakcji ceramicznej na strukturę i właściwości kompozytu metal-ceramika. Wykazano, że w przypadku składu Ti/ZrO₂ mikrotwardość porowatego kompozytu wzrasta wraz ze wzrostem czasu mielenia substratów. Stwierdzono dekompozycję składu Ti/Al₂O₃ podczas mielenia.

Opracowałem koncepcję badań, dobrałem parametry technologiczne mielenia oraz spiekania, wytworzyłem nanokrystaliczne proszki kompozytowe oraz porowate kompozyty. Wykonałem badania rentgenostrukturalne materiału badań. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowywałem tekst publikacji. Swój udział procentowy szacuję na 70%.

Dane bibliograficzne cyklu publikacji stanowiących osiągnięcie naukowe:

Całkowita liczba publikacji:	11
Suma punktów MNiSW:	270
Sumaryczny IF wg listy JCR, zgodnie z rokiem opublikowania:	16,797
Sumaryczny 5-letni IF _{2016/2017} wg listy JCR:	10,839
Liczba cytowań wg Web of Science Core Collection:	15 (19.04.2019r.)
Liczba cytowań wg Scopus:	25 (19.04.2019r.)
Suma cytowań wg Web of Science Core Collection i Scopus:	29 (19.04.2019r.)
Liczba cytowań wg Google Scholar:	22 (19.04.2019r.)

Punktację rozdziałów, materiałów konferencyjnych oraz monografii z lat 2007-2019 przygotowano na podstawie Rozporządzenia MNiSW z 12.12.2016 r. w sprawie przyznawania kategorii naukowej jednostkom naukowym i uczelniom, w których zgodnie z ich statutami nie wyodrębniono podstawowych jednostek organizacyjnych. Punktację artykułów z czasopism z lat 1998-2017 przygotowano na podstawie

Ujednoliconego wykaz czasopism naukowych za lata 2013-2016 opublikowanego przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego 26 stycznia 2017 r.

Wskaźniki Impact Factor przygotowano na podstawie bazy Journal Citation Reports, a cytowania wyszukano w bazach Web of Science Core Collection i Scopus oraz wyszukiwarki Google Scholar na podstawie oficjalnego profilu dr Grzegorza Dercz. W przypadku artykułów opublikowanych w 2017 r., przyjęto IF za rok 2016.

c) omówienie celu naukowego ww. prac i osiągniętych wyników wraz z omówieniem ich ewentualnego wykorzystania.

Wprowadzenie

Postęp cywilizacyjny, dążenie do poprawy zdrowia oraz komfortu życia są przyczyną wzrostu zapotrzebowania na implanty o wydłużonym okresie przebywania w środowisku biologicznym. Stąd, w wielu laboratoriach na całym świecie prowadzone są badania nad ulepszeniem materiałów na długotrwałe implanty kostne. Wynika to przede wszystkim z wydłużenia średniego czasu życia populacji ludzkiej, jak również z konieczności stosowania implantów już w przypadku relatywnie młodych pacjentów. Zastosowanie bowiem materiału na wydłużony czas przebywania implantu w organizmie minimalizuje konieczność ewentualnych reimplantacji. Stąd też materiały na implanty biomedyczne powinny charakteryzować się wysoką biokompatybilnością, doskonałą odpornością na korozję i dobrymi właściwościami fizykochemicznymi.

Najbardziej obiecującą grupą biomateriałów do takich zastosowań jest tytan i jego jednofazowe stopy α lub β oraz dwufazowe $\alpha+\beta$, modyfikowane różnymi dodatkami stopowymi. Okazuje się jednak, że niektóre dodatki stopowe poprawiając własności mechaniczne czy fizykochemiczne powodują negatywne oddziaływanie na organizm. Przykładem mogą być tutaj stopy Ti6Al4V oraz Ti6Al7Nb, w których obecność Al i Nb wywołują alergie, stany zapalne, chorobę Alzheimera i inne niepożądane efekty. Stąd też następuje sukcesywne odstępowanie od stopów zawierających aluminium lub wanad na rzecz stopów tytanu zawierających pierwiastki, które charakteryzują się lepszą biozgodnością np. z Ta, Mo, Nb, Zr czy Sn.

Kolejnym problemem w zastosowaniu stopów tytanu jako biomateriałów na implanty jest mechaniczne niedopasowanie pomiędzy kością a implantem, co może skutkować przedwczesnym obłuzowaniem, a w konsekwencji prowadzić do zniszczeniem implantu oraz uszkodzeń tkanki otaczającej implant. Efekty te wynikają z różnicy wartości modułu

Younga, który dla stopu Ti-6Al-4V wynosi 110 GPa, podczas gdy dla ludzkiej kości jest szacowany na ok. 10-40 GPa.

Rozwiązaniem, które jednocześnie eliminuje szkodliwy wanad i aluminium, a także wpływa pozytywnie na własności mechaniczne jest stosowanie biozgodnych dodatków stopowych (Ta, Mo, Nb), które stabilizują fazę β , również wpływając na obniżenie modułu Younga. Rozwiązanie to jest jednak niewystarczające w przypadku konieczności osiągnięcia dobrego dopasowania mechanicznego pomiędzy kością a implantem. W ostatnim czasie, w tym celu postuluje się wprowadzenie do materiału kontrolowanej ilości porów, odpowiedniego kształtu, które mogą pozytywnie wpłynąć na jego własności mechaniczne. Dotychczasowe dane literaturowe wskazują, że moduł Younga ulega obniżeniu wraz ze wzrostu porowatości materiału a zależność ta jest liniowa.

Wprowadzenie do materiału na implanty pewnej ilości porów, może również mieć korzystny wpływ na poprawę zespolenia implant-kość w wyniku rozwinięcia powierzchni implantu, co powoduje zwiększenie powierzchni przyczepu dla otaczających tkanek. Wykazano, że odpowiednia struktura porów, obecność połączonych ze sobą porów, o rozmiarach od kilkudziesięciu μm^2 do kilkuset μm^2 promuje wnikanie komórek kości oraz płynów ustrojowych do wnętrza implantu. Powoduje to wytworzenie swoistego kompozytu kość-implant, co poprawia adhezję przyczyniając się korzystnie do poprawy przenoszenia obciążeń pomiędzy implantem a kością.

Powyższe dane wskazują, że materiały przeznaczone na implanty medyczne powinny być porowate i charakteryzować się kontrolowaną ilością i morfologią porów. Stąd do ich wytwarzania postanowiono zastosować metalurgię proszkową składającą się z mechanicznej syntezy proszków oraz następnego spiekania. Jako metodę mechanicznej syntezy stosowano mielenie proszków w energetycznych młynach kulowych. Metoda ta umożliwia otrzymywanie stopów metali, wprowadzanie dodatków stopowych, a także otrzymanie kompozytów. Strukturę i właściwości otrzymanego materiału można modyfikować zarówno na etapie mechanicznej syntezy jak również etapie spiekania [H1-H11].

Analiza stanu zagadnienia, a także wstępnych wyników badań własnych, wykazała zasadność podjęcia próby wytworzenia homogenicznych i porowatych bezniklowych stopów tytanu metodą metalurgii proszków oraz określenia ich struktury krystalicznej, morfologii i wybranych właściwości mechanicznych oraz odporności korozyjnej.

Przyjęto zatem hipotezę badawczą, że zastosowanie metalurgii proszków do syntezy stopów oraz kompozytów na bazie tytanu, modyfikowanych pierwiastkami Ta, Mo, Nb, Zr czy Sn lub ceramiką ZrO₂, Al₂O₃, prowadzi zarówno do ich początkowej syntezy, jak również zmiany wielkości i pokroju ziarna proszku finalnego, umożliwiając otrzymanie w procesie spiekania materiału litego o różnej porowatości, składzie fazowym i właściwościach.

Realizacja powyższej hipotezy wymagała ustalenia warunków wstępnej syntezy stopów tytanowych zawierających Ta, Mo, Nb, Zr czy Sn oraz kompozytów tytanu z ceramiką ZrO₂ lub Al₂O₃ oraz określenie warunków ich końcowego spiekania. Na każdym z tych etapów badano skład fazowy i chemiczny oraz morfologię ziarna. Po otrzymaniu końcowego produktu na drodze spiekania określono skład fazowy, mikrostrukturę, porowatość oraz odporność korozyjną i wybrane właściwości mechaniczne jak: nanotwardość, mikrotwardość czy odporność tribologiczną.

Zastosowanie metalurgii proszków do syntezy stopów Ti -Ta

Wykazano możliwość syntezy proszków Ti i Ta metodą mechanicznego stopowania celem uzyskania dwufazowego stopu $\alpha + \beta$ [H1]. Stwierdzono, iż proces mielenia powoduje naprzemienny wzrost i spadek wielkości ziarna przy jednoczesnym zmniejszeniu wielkości krystalitów faz α i β . Wykazano, że największe ziarna uzyskano dla czasów mielenia 20, 40 oraz 80 godzin, przy czym pożądane sferoidalne cząstki jedynie dla dwudziestogodzinnego czasu mielenia [H1]. Analiza produktu osadzającego się na powierzchni kuli do mielenia, pozwoliła na stwierdzenie, że synteza początkowych składników rozpoczyna się przed upływem 20 godzin. Dla najdłuższego czasu mielenia (100 h) uzyskano nanokrystaliczne proszki stopów wykazujących istnienie roztworów stałych α -Ti(Ta) oraz β -Ta(Ti) o rozmiarach krystalitów odpowiednio 8(1) oraz 11(1) nm. Stwierdzono, że już dwudziestogodzinne mielenie pozwala uzyskać nanokrystaliczny proszek o wielkości ziarn <30 nm, co jest dobrą prognozą dla następnego etapu - spiekania. Po 60 godzinach mielenia w fazie β -Ta(Ti) zaobserwowano znaczny wzrost zniekształceń sieciowych II-go rodzaju, co może wynikać ze wzrostu odkształceń plastycznych [H1]. Ilościowa analiza fazowa metodą Rietvelda ujawniła postępującą syntezę fazy β -Ta(Ti) z 80,2(5) %wag. do 90,8(4) %wag, odpowiednio po 20 h i 80 h mielenia. Z uwagi na aspekt ekonomiczny czasu mielenia oraz

istnienie możliwości utlenienia produktu przy dłuższych czasach mielenia, celem uzyskania odpowiedniej morfologii i wielkość ziarna wskazano, że najlepszymi właściwościami charakteryzuje się stop po 20 godzinach mielenia [H1].

Powyższą techniką uzyskano nanokrystaliczne ziarna stopu Ti50Ta (% wag.) o kształcie sferoidalnym posiadających zróżnicowaną dyspersję wielkości w zakresie od 20 μm do 150 μm . Po przeprowadzonej konsolidacji izostatycznej z następnym spiekaniem w temperaturze 1000 °C w czasie 24 h oraz 72 h otrzymano materiał porowaty o składzie chemicznym Ti-50Ta [H2]. Stwierdzono, że wydłużenie czasu spiekania do 72 godzin pozwala otrzymać stop homogeniczny. Ilościowa analiza fazowa przeprowadzona metodą Rietvelda dla próbek po wstępnym mieleniu i spiekaniu wykazała sukcesywne tworzenie się roztworu stałego α - Ti(Ta). Stwierdzono, że wraz z rosnącym czasem spiekania roztwór stały α - Ti(Ta) wykazuje progresję do syntezy roztworu na podstawie odmiany alotropowej β -Ti. Wyniku tego materiały po spiekaniu w czasie 24 -72 godzin są dwufazowe zawierające roztwory stałe α -Ti(Ta) oraz β -Ti(Ta). Materiały te wykazują porowatość około 14%. Najwięcej porów o średnicy Fereta sprzyjającej osteointegracji stwierdzono po 72 godzinach spiekania. Stop po spiekaniu przez 24 godziny miał większy udział ziaren, których powierzchnia była poniżej 20 μm^2 i jednocześnie było mniej ziaren o powierzchni $>70 \mu\text{m}^2$. Wskazuje to, że dłuższy czas spiekania nieznacznie zwiększył rozmiar ziarna, co związane może być ze zmianą szybkości dyfuzji. W badaniach odporności korozyjnej prowadzonych w roztworze Ringera wykazano, że spiekany stop Ti-50Ta wykazywał lepszą odporność na korozję, niż czysty tytan lub tantal. Wydłużenie czasu spiekania do 72 godzin nie wpływa znacząco na odporność na korozję [H2].

Dobór odpowiednich parametrów technologicznych podczas mielenia kulowego pozwala otrzymać innowacyjne cząstki typu rdzeń-powłoka (core-shell), w których skład fazowy i chemiczny rdzenia jest inny niż powłoki [H3]. Odmienny skład fazowy i chemiczny powłoki i rdzenia cząstki, umożliwia modyfikację jej właściwości. Warstwa powłoki może nie tylko działać jako warstwa nietoksyczna, ale może również poprawić właściwości materiału rdzenia (np. odporność korozyjną). Gdy materiał rdzenia jest wrażliwy na zmiany chemiczne lub termiczne środowiska, to powłoka o zwiększonej odporności korozyjnej zwiększa stabilność rdzenia. W zastosowaniach biologicznych takie cząstki często mając lepsze właściwości (cytotoksyczność, zdolność dozowania, zgodność biologiczna, stabilność

termiczna i chemiczna) niż cząstki proste i są coraz częściej stosowane. W przypadku stopów Ti-50Ta, zewnętrzna powłoka tantalum na rdzeniu tytanowym pozwala na wytworzenie lekkiego i porowatego materiału o potencjalnie zwiększonej odporności na korozję. Możliwość ta ma duże znaczenie aplikacyjne w doborze materiałów do pracy w różnych środowiskach.

W przeprowadzonych badaniach wykazano, że optymalny czas mielenia kulowego w celu uzyskania rdzenia całkowicie pokrytego powłoką wynosił 60 godzin. Otrzymane cząstki

rdzeń-powłoka charakteryzują się na przekroju trzema obszarami występowania faz. Strefa od strony powłoki była roztworem stałym α tytanu na osnowie tantalu (Ta(Ti)), strefa rdzenia – roztworem stałym β tantalu na osnowie tytanu (Ti(Ta)). Pomiędzy rdzeniem a powłoką obserwowano strefę przejściową zawierającą obszar dwufazowy ($\alpha+\beta$) o mikrostrukturze Widmanstättena. Badania własności mechanicznych wykazały obecność również na przekroju ziarn istnienie trzech głównych stref, różniących się wielkościami. Twardość od strony powłoki do rdzenia się 7 GPa \rightarrow 3 GPa \rightarrow 13 GPa. Zredukowany moduł Younga mierząc od strony powłoki do rdzenia wynosił: 120 GPa \rightarrow 70 GPa \rightarrow 170 GPa [H3].

Zastosowanie metalurgii proszków do syntezy stopów typu Ti-Mo-Sn.

Prowadzona analiza danych literaturowych i wyników badań własnych stopów Ti-Mn-Sn wskazuje że proces mielenia wysokoenergetycznego prowadzi do otrzymania stopów nanokrystalicznych o sferoidalnych ziarnach. Stwierdzono, że wraz ze wzrostem czasu mielenia zmienia się wielkość cząstek proszku oraz stopień agregacji [H4]. Wykazano tendencję redukcji wielkości ziarna na każdym etapie procesu mielenia oraz redukcje krystalitów dla wszystkich faz. Stwierdzono, że po 5 godzinach mielenia tworzy się roztwór stały tytanu i cyny. Dla najdłuższego czasu mielenia (45 h) uzyskano nanokrystaliczne roztwory stałe Ti(Sn) oraz Ti(Mo,Sn) o rozmiarach krystalitów odpowiednio 7(1) oraz 6(2) nm, podczas gdy dla stopów zawierających twardy molibden uzyskano końcową wartość wielkości krystalitów rzędu 21(2) nm. W wyniku ilościowej analizy metodą Rietvelda stwierdzono, że ilość fazy Ti(Mo,Sn) wzrasta po mieleniu przez 45 godzin, a jej udział finalny wynosi 46 (4)% wag. Wykazano, że mielenie wysokoenergetyczne ma nieznaczny wpływ na zmniejszenie parametru sieci krystalicznej molibdenu ze względu na

jego znaczną twardość, podczas gdy dla pozostałych faz, tj. Ti(Sn) i Ti(Mo,Sn) odnotowano znacząco kontrakcję ich sieci krystalicznej [H4].

Zastosowanie metalurgii proszków do syntezy stopów typu Ti-Ta-Mo-Sn.

W pracy [H5] oceniono możliwość wytwarzania stopów Ti-10Ta-8Mo (% wag.) i Ti-10Ta-8Mo-3Sn (% wag.) przy użyciu metalurgii proszków z wykorzystaniem wysokoenergetycznego mielenia. Zastosowanie procesu mielenia było pomocne w uzyskaniu proszku o różnych rozkładach wielkości ziaren, co prowadzi do uzyskania materiału o różnych właściwościach i stopniu porowatości.

Głównym problemem badawczym [H5] było określenie wpływu czasów mielenia i wpływu cyny na mikrostrukturę i porowatość spiekanych stopów Ti-10Ta-8Mo i Ti-10Ta-8Mo-3Sn. Wykazano że cyna może pełnić rolę środka kontroli procesu (PCA-Process Control Agent) podczas wysokoenergetycznego mielenia stopów. Wyniki badań wykazały, że niewielki dodatek cyny (3% wag.), prowadzi do znacznego rozdrobnienia cząstek i homogenizacji ich wielkości poprzez zmniejszenie spawania na zimno i aglomeracji mielonych cząstek. Obecność cyny nieznacznie zmniejszyła wydajność przemiany fazowej α w fazę β oraz prowadzi do wytworzenia drobniejszych, płatkowych nie sferycznych cząstek po mieleniu, co powoduje obniżenie porowatości po spiekaniu [H5]. Otrzymane proszki po mieleniu nie wykazywały zanieczyszczeń w postaci tlenów i węglików, typowych dla innych rodzajów PCA w postaci cieczy np. izopropanol, alkohol etylowy itp. Badania rentgenostrukturalne oraz analiza TEM potwierdziły nanokrystaliczną naturę obu rodzajów materiału po mieleniu, zawierające roztwory stałe α -Ti(Sn) oraz β -Ti(Ta,Mo,Sn). Stwierdzono, że chociaż Sn jest uważany za pierwiastek neutralny, który nie ma zauważalnego wpływu na stabilność faz: α lub β , to wyraźnie widać, że obecność Sn nieznacznie zmniejsza skuteczność przemiany fazowej $\alpha \rightarrow \beta$. Wykazano, że wysokoenergetyczne mielenie prowadzi do zmniejszenia parametrów komórki elementarnej dla wszystkich faz.

Analiza materiału po spiekaniu wykazała, że pierwotna struktura zdominowana przez fazę roztworu na osnowie α -Ti, jest już podczas mielenia wysokoenergetycznego oraz dalszego spiekania w obecności dodatków stopowych (tantalu oraz molibdenu) stopniowo przekształcana w strukturę fazy roztworu na osnowie β -Ti. Stwierdzono, dla obu stopów po spiekaniu, zachodzi kontrakcja sieci krystalicznej. Dla fazy β -Ti zaobserwowano obniżenie

parametru α_0 , który po mieleniu wstępnym i spiekaniu osiągnął minimalną wartość 0,32652 (1) nm i 0,32722 (1) nm, odpowiednio dla Ti-10Ta-8Mo i Ti-10Ta-8Mo-3Sn,

Wykazano, iż dodatek cyny oraz prowadzenie mielenia przez 10 godzin umożliwiło uzyskanie najkorzystniejszej porowatej struktury o udziale porów o średnicy zakresie 50-500 μm^2 wzajemnie powiązanych. Test tarcia na sucho wykazał różne charakterystyki procesów tarcia oraz duże parametry dotyczące współczynnika tarcia i niski stopień zużycia spiekanej próbki wykonanej z mielonego proszku przez 15 godzin i zawierającej cynę. Wykazano, że współczynnik tarcia był prawie trzy razy niższy w porównaniu z próbkami otrzymanymi przy innych czasach mielenia. Niski stopień zużycia jest ważną cechą dla biomateriałów ponieważ minimalizuje uwalnianie jonów metali, które mogą wywoływać niepożądane reakcje w organizmie. Uzyskane wyniki są dobrym punktem wyjścia do poprawy właściwości materiału, zwłaszcza pod względem właściwości mechanicznych, które mają znaczny wpływ na zastosowanie ich jako biomateriały.

Zastosowanie metalurgii proszków do syntezy stopów Ta-Nb-Zr-Mo-Sn.

Zastosowanie wysokoenergetycznego mielenia do otrzymania stopu Ti-26Nb (at.%) [H6] umożliwiło syntezę wysokotopliwych pierwiastków. Jak wynika z doniesień literaturowych oraz badań własnych zastosowanie klasycznej metalurgii proszków, bez wysokoenergetycznego wstępnego mielenia, do syntezy Ti i Nb jest niewystarczające ze względu na znacznie różniące się współczynniki dyfuzji pierwiastków oraz ograniczoną ich wzajemną rozpuszczalność w temperaturze spiekania rzędu 1000 °C. Wyniki badań własnych wykazały, że zarówno mikrostruktura, stopień porowatości jak i właściwości mechaniczne mogą być regulowane za pomocą mechanicznego stopowania.

W toku realizacji poniższych badań stwierdzono, że proces mielenia wysokoenergetycznego prowadzony przez 50 i 70 godzin umożliwia uzyskanie nanokrystalicznego proszku zawierającego fazy α (Ti) i β -Ti(Nb). Oszacowana wielkość krystalitów dla proszku po mieleniu przez 70 godzin wynosiła 9 (1) nm i 16 (2) nm, odpowiednio dla faz β i α . Ilościowa analiza fazowa materiału wykazała postępującą syntezę fazy β od zawartości 77,5 (11)% wag. do 82,6 (12)% wag., odpowiednio dla czasu mielenia 50 h i 70 godzin. Stwierdzono, że mielenie kulowe przez 50 godzin prowadzi do utworzenia równoosiowego kształtu cząstek proszku o mniejszym rozmiarze i bardziej asymetrycznym

rozkładzie wielkości cząstek niż proszki mielone przez 70 godzin. Stwierdzono, że dłuższy czas mielenia spowodował powstanie mniejszego ziarna stopu oraz poprawił jego homogeniczność po spiekaniu. Dla spiekanych próbek po wstępnym mieleniu przez 50 i 70 godzin średnia powierzchnia przekroju ziarna była równa odpowiednio: $9,09 \mu\text{m}^2$ i $3,55 \mu\text{m}^2$. Ilościowa analiza fazowa metodą Rietvelda materiału po spiekaniu wykazuje znaczącą syntezę do fazy β o objętości 96,6(12)%wag. oraz 98,8(12)%wag. w próbkach otrzymanych po mieleniu proszków odpowiednio 50 i 70 godzin. Stwierdzono, że porowate stopy spiekane z proszków zmielonych przez 50 godzinach posiadały niski zredukowany moduł sprężystości 48(19) GPa, który jest zbliżony do wartości modułu kości naturalnej [H6].

Kolejne prace badawcze dotyczyły wpływu wysokoenergetycznego mielenia na strukturę i morfologię stopu Ti-30Ta-10Nb-20Zr [H7] oraz Ti-30Ta-20Nb [H8]. Stopy te należą do złożonych systemów wieloskładnikowych opartych o nietoksyczne pierwiastki stopowe. Wykazano, że na różnych etapach mielenia wyraźnie postępują zmiany w morfologii cząstek, które obejmują dwa etapy [H7]. W pierwszym etapie obserwuje się stopniowe zwiększenie wielkości cząstek proszku, w wyniku ich ewolucji z proszku elementarnego do cząstek wielobocznych. W drugim etapie wielkość cząstek stopniowo zmniejsza się i ostatecznie uzyskuje się jednolity i drobniejszy proszek. Wielkość i kształt proszku po mieleniu determinuje właściwości porowatego stopu po spiekaniu.

Stwierdzono, że intensywne odkształcenia plastyczne i aglomerowanie ziarn jest bardziej intensywne w pierwszym etapie, podczas gdy utwardzanie i pękanie odgrywają dominujące role w drugim etapie. Jakościowa i ilościowa rentgenowska analiza fazowa wykazała mechaniczną syntezę pierwiastków wyjściowych do fazy β -Ti przed upływem 30 godzin mielenia. Stwierdzono, że obecność dwóch pierwiastków Ta oraz Nb stabilizuje fazę β -Ti oraz intensyfikuje przemianę fazową z fazy α -Ti do fazy β -Ti. Badania rentgenowskie i mikroskopia elektronowa potwierdziły obecność nanokrystalicznych faz α i β na każdym etapie mielenia. Dla najdłuższego czasu mielenia (90 h) uzyskano nanokrystaliczny roztwór stały β -Ti o szacowanym rozmiarze kryształitów i zniekształceniach sieciowych II-go rodzaju, odpowiednio 14(2) oraz 6,63E-03%. Analiza rentgenostrukturalna metodą Rietvelda wykazała wzrost parametru sieciowego fazy β co wydaje się być wynikiem większego promienia atomowego dodatków Zr (0,160 nm), Ti (0,147 nm).

Analiza rozkładu pierwiastków metodą EDS na przekroju poprzecznym ziarna otrzymanego po 20 godzinnym mieleniu ujawniła etapy i procesy, które występują podczas zgrzewania materiału na kulkach. Wykazano wystąpienie warstwowego spawania na zimno materiału wzbogaconego w jeden z pierwiastków wyjściowych. Stwierdzono, że wydłużenie czasu mielenia powoduje większe rozdrobnienie proszku i zmniejszenie obszarów niehomogenicznych [H7]. Tak przygotowany proszek wydaje się dobrym materiałem do dalszego przetwarzania poprzez konsolidację prasowaniem i spiekaniem lub poprzez zastosowanie techniki addytywnych.

Innym przykładem bezniklowych stopów tytanu wytwarzanym metalurgią proszków jest stop Ti-30Ta-20Nb [H8]. Wyniki badań własnych wykazały całkowitą syntezę fazy β -Ti ale dopiero po 70 godzinach wysokoenergetycznego mielenia kulowego i spiekaniu. Badania rentgenowskie i mikroskopia elektronowa potwierdziły obecność nanokrystalicznych faz α i β .

Dla najdłuższego czasu mielenia (70 h) uzyskano nanokrystaliczny roztwór stały β o szacowanym rozmiarze krystalitów i zniekształceniach sieciowych II-go rodzaju, odpowiednio 8(2) oraz 6,5E-03%. Analiza rentgenostrukturalna metodą Rietvelda wykazała postępującą kontrakcję sieci krystalicznej fazy β wraz ze wzrostem czasu mielenia. Jakościowa i ilościowa analiza fazowa przeprowadzona metodą Rietvelda dla próbek po wstępnym mieleniu i spiekaniu wykazała całkowitą przemianę fazy α -Ti do fazy β -Ti przed upływem 70 godzin mielenia. Stwierdzono wpływ wzrostu czasu mielenia na wzrost homogeniczności finalnego stopu po spiekaniu.

Badając stop Ti-18Zr-5Nb-3Sn-4Ta stwierdzono również wpływ czasu wysokoenergetycznego mielenia substratów na jego strukturę i skład fazowy [H9]. Otrzymany proszek charakteryzował się nanokrystaliczną budową faz α i β . W oparciu o analizę metodą Rietvelda stwierdzono, że wraz ze wzrostem czasu mielenie powyżej 5 godzin następuje kontrakcja sieci krystalicznej fazy α , podczas gdy jednocześnie dla fazy β stwierdzono wzrost parametru sieciowego. Wzrost stałej sieciowej dla fazy β wynika z większego promienia atomowego cyrkonu, który podczas mielenia staje się składnikiem roztworu stałego cyrkonu w tytanie. Ponadto, obserwacja morfologii proszku po różnych etapach mielenia za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej prowadzi do wniosku, że wielkość cząstek proszku oraz stopień agregacji zmieniają się wraz ze wzrostem czasu mielenia. Stwierdzono na podstawie analizy TEM, że po 50 godzinach mielenia w cząstkach

pozostają zabudowane w matrycy tytanowej nierozpuszczone nanokrystaliczne ziarna niobu. Wykazano, że najdrobniejszy nanokrystaliczny proszek uzyskano po 50 godzinach mielenia. Wskazuje to na możliwość wytworzenia litych materiałów lub niskoporowatych opartych na nominalnym składzie Ti-18Zr-5Nb-3Sn-4Ta przez spiekanie lub prasowanie izostatyczne na gorąco (HIP). Co więcej, wstępnie zsyntezowane nanokrystaliczne proszki, o tak małych wielkościach, umożliwiają addytywne wytwarzanie materiałów opartych na składzie Ti-18Zr-5Nb-3Sn-4Ta [H9].

Zastosowanie metalurgii proszków do syntezy kompozytów typu Ti-ceramika

Tlenki ZrO_2 oraz Al_2O_3 stanowią bardzo atrakcyjne i obojętne biologicznie materiały ceramiczne, które są alternatywą dla całej plastyki stawów biodrowych i kolanowych, ze względu na wysoką odporność na ścieranie, biokompatybilność i niskie powinowactwo do kolonizacji bakteryjnej. Niestety materiały te nie posiadają dobrych właściwości mechanicznych wymaganych w przypadku zastosowań na implanty biodrowe i kolanowe z powodu niskiej odporności na kruche pękanie. Wykonanie z użyciem ich jako materiałów kompozytowych zawierające nanokrystaliczny składnik metaliczny np. Ti lub i ceramiczny np. ZrO_2 lub Al_2O_3 , może być alternatywą do rozwiązania powyższych problemów. Jednakże podstawowym problem pozostaje sposób wytworzenia takiego kompozytu.

W pracy niniejszej wykazano możliwość syntezy kompozytów Ti-ceramika metodą mechanicznego stopowania i spiekania [H10, H11]. Wykazano wpływ czasu wysokoenergetycznego mielenia substratów na strukturę kompozytów Ti- ZrO_2 oraz Ti- Al_2O_3 .

Stwierdzono, że największy wpływ na zmiany sieci krystalicznych faz można zaobserwować dla kompozytów Ti-10 ZrO_2 , natomiast dla kompozytów Ti-50 ZrO_2 proces wysokoenergetycznego mielenia nie powoduje zmian w komórkach elementarnych faz α -Ti i ZrO_2 . Wynika to ze wzrostu zawartości fazy ceramicznej, ograniczającej deformację sieci krystalicznych w obu składnikach. Stwierdzono, że cała energia zderzenia podczas długiego mielenia jest zużywana do zwiększenia dyspersji krystalitów i zmiany poziomu naprężenia w zmielonym materiale. Badania z użyciem dyfrakcji promieni rentgenowskiej oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej ujawniły, że podczas procesu mielenia obserwuje się redukcję wielkości krystalitu do skali manometrycznej, 49(4) nm fazy α -Ti dla równowagowego składu Ti-50 ZrO_2 oraz 12(2) nm dla Ti-30 ZrO_2 [H10]. Wykazano, że

ceramiczne cząstki odgrywają dodatkową rolę jako środki wspomagające mielenie miękkiej fazy α -Ti i jej nonokrystalizację. Stwierdzono, że aby uzyskać najwyższą dyspersję krystalitów, najbardziej optymalny czas mielenia wynosi 50 godzin dla kompozytu, który zawiera 30% ZrO_2 . Obserwacja morfologii proszków tytanu i ceramiki po mieleniu wykazała, że tworzą one aglomeraty o globularnym kształcie na skutek procesu spawania na zimno podczas mielenia, jednak przez najdłuższy czas mielenia tylko w przypadku próbki zawierającej średnią ilość ceramiki (30 ZrO_2) można zaobserwować znaczne zmniejszenie wielkości cząstek.

Badania pokazały, że metodą metalurgii proszków przy wykorzystaniu wysokoenergetycznego mielenia otrzymano nanokompozyt proszkowy z matrycą tytanową wzmocnioną ceramiką ZrO_2 . Potwierdzono możliwość uzyskania biozgodnego nanokrystalicznego proszkowego kompozytu [H10]. Zagadnienia dotyczące możliwości syntezy porowatych kompozytów Ti- ZrO_2 oraz Ti- Al_2O_3 rozszerzono w pracy [H11]. Stwierdzono, że istnieje możliwość wytwarzania kompozytów: Ti- ZrO_2 oraz Ti- Al_2O_3 przy użyciu kombinacji mielenia kulowego i spiekania. Wykazano, że w trakcie mielenia proszku tytanu i ceramiki zachodziło rozdrobnienie ziarna przy jednoczesnej nonokrystalizacji faz początkowych substratów.

Wykazano zmianę morfologii proszku w zależności od czasu mielenia i rodzaju fazy dyspersyjnej. W przypadku składu Ti- Al_2O_3 wielkość cząstek zmniejszała się wraz ze wzrostem czasu mielenia. Kształt otrzymanych cząstek wraz z dłuższym czasem mielenia staje się bardziej kulisty. Natomiast w przypadku składu Ti- ZrO_2 zaobserwowano najpierw częściową fragmentację, a dla dłuższego czasu mielenia obserwowano aglomerację proszku i wzrost wielkości cząstek. Stwierdzono, że długość czasu mielenia ma wpływ na mikrostrukturę i zmiany składu fazowego oraz obecność porów i właściwości mechaniczne porowatych kompozytów po spiekaniu. Dla wszystkich porowatych kompozytów Ti- ZrO_2 oraz Ti- Al_2O_3 mikrostruktura składała się z połączonych cząstek, które były wynikiem procesów mielenia a w materiale zaobserwowano dwa rodzaje połączeń między cząstkami. W pierwszym typie cząstki były połączone jako efekt mechanicznego szepienia podczas prasowania izostatycznego na zimno. Drugi typ połączenia miał charakter trwały, ponieważ zaobserwowano szyjkę między cząstkami, które powstały podczas spiekania w procesach dyfuzji [H11]. Mikrotworowość kompozytu Ti- Al_2O_3 zmniejsza się wraz ze wzrostem czasu mielenia, co związane jest z utlenieniem tytanu. W przypadku kompozytu Ti- ZrO_2

mikrotwardość $HV_{0,5}$ wzrasta do wartości około 600 dla najdłuższego czasu mielenia, co można odnieść do umocnienia proszku nanokrystaliczną frakcją ceramiczną podczas mielenia kulowego. Stwierdzono, że porowaty kompozyt Ti-ZrO₂ podany wstępnemu mieleniu przez 30 godzin reprezentuje równowagę między strukturą, porowatością a właściwościami mechanicznymi, co wskazuje jako najbardziej optymalny dla potencjalnych zastosowań biomedycznych.

Podsumowanie

W pracy wykazano, że metodą metalurgii proszków można otrzymać stopy tytanu zawierające dodatki stopowe znacznie różniące się temperaturami topnienia (wysokotopliwe Ta, Nb, Mo, Zr, niskotopliwe Sn) oraz kompozyty Ti-ceramika (ZrO₂ oraz Al₂O₃). Utworzone stopy są w postaci proszkowej o różnej wielkości i morfologii ziaren krystalicznych, składzie fazowym i chemicznym, które można modyfikować czasem mielenia i składem chemicznym wsadu. Z otrzymanych materiałów można następnie na drodze spiekania otrzymać materiały porowate, w których liczba i kształt porów zależy od składu chemicznego i fazowego oraz wielkości i morfologii proszków otrzymanych po mieleniu kulowym i temperaturze spiekania. Stwarza to możliwość szerokiej modyfikacji struktury otrzymanego materiału i jego właściwości pozwalających na wykonanie implantów o optymalnej biokompatybilności.

Otrzymany powyższym sposobem materiał z układu Ti-Ta o równym udziale składników charakteryzował się ziarnami wykazującymi na przekroju specyficzną budowę typu rdzeń-powłoka, których skład chemiczny i fazowy rdzenia i powłoki jest różny i składa się z trzech stref $\beta\text{-Ta(Ti)} \rightarrow \alpha+\beta \rightarrow \alpha\text{-Ti(Ta)}$. Skład chemiczny i fazowy każdej strefy może być modyfikowany czasem mielenia oraz temperaturą spiekania. Stwarza to możliwość otrzymania biokompatybilnego materiału porowatego o sterowanych właściwościach mechanicznych, odporności korozyjnej oraz składzie fazowym.

Opracowana metodyka otrzymywania materiałów nie tylko stwarza szerokie możliwości modyfikacji zarówno struktury jak i właściwości materiałów na bazie tytanu do zastosowań biomedycznych, ale również eliminuje istniejące trudności klasycznej metalurgii przy otrzymywaniu stopów i kompozytów na bazie tytanu. Metoda powyższa poszerza zakres stosowania możliwych dodatków jako modyfikatorów struktury i własności materiałów do

zastosowań biomedycznych posiadających określone właściwości np. na potrzeby medycyny spersonalizowanej.

Porównując otrzymane materiały porowate techniką metalurgii proszków z biomateriałami obecnie stosowanymi w medycynie jako implanty otrzymywane zwykle metalurgia ogniową, można wskazać na szereg pozytywnych aspektów technologii metalurgii proszkowej. Zdaniem autora niniejszego opracowania, istotną zaletą technologii metalurgii proszkowej jest możliwość otrzymywania materiałów porowatych o kontrolowanej ilości i morfologii por, otrzymywania stopów metali o znacznie różniących się temperaturach topnienia, kompozytów metal-ceramika oraz w procesie prasowania i spiekania otrzymywać gotowe elementy implantów do konkretnych zastosowań medycznych bez konieczności ich dodatkowej, niejednokrotnie skomplikowanej obróbki mechanicznej dla każdego pacjenta. Z analizowanych w pracy stopów, biorąc pod uwagę trudności ich wytwarzania, strukturę i właściwości oraz potencjalne wymagania medyczne można przyjąć, że najbardziej interesujące są stopy: Ti50Ta typu core-shell, Ti-10Ta-8Mo-3Sn po wstępnym mieleniu przez 15 godzin oraz kompozyt Ti-30ZrO₂.

5. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo – badawczych, dydaktycznych i organizacyjnych

Przed uzyskaniem stopnia naukowego doktora

W roku 2002 rozpocząłem studia na Uniwersytecie Śląskim w Katowicach na ówczesnym Wydziale Techniki, na kierunku: Wychowanie Techniczne oraz specjalizacji: materiałoznawstwo. W przeważającym okresie trwania dziennych studiów magisterskich pobierałem stypendium naukowe. Podjęte studia ukończyłem broniąc w 2002r. z oceną bardzo dobrą pracę dyplomową magisterską pt. „*Rentgenostrukturalna analiza faz międzymetalicznych z układu Ni-Al*” wykonaną pod kierunkiem prof. dr hab. Lucjana Pająka. Celem pracy była charakterystyka struktury faz międzymetalicznych występujących w układzie Ni-Al. Materiał badań został otrzymany metodą samo-rozwijającej się syntezy wysokotemperaturowej (SHS) oraz mielenia kulowego. W czasie wykonywania pracy magisterskiej zdobyłem doświadczenie z zakresu rentgenostrukturalnej analizy mikro i nanokrystalicznych z wykorzystaniem metod analizy profilu linii dyfrakcyjnej.

Po ukończeniu studiów magisterskich rozpocząłem dzienne studia doktoranckie na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego w Katowicach z zakresu Inżynierii Materiałowej. Moje zainteresowania naukowe związane były głównie z badaniami właściwości strukturalnych materiałów. Prace badawcze prowadziłem w Instytucie Nauki o Materiałach w Zakładzie Badań Strukturalnych Uniwersytetu Śląskiego. Moim opiekunem naukowym był prof. dr hab. Lucjan Pająk.

Dla realizacji tematyki wchodzącej w zakres pracy doktorskiej otrzymałem grant promotorski „*Określenie struktury nanokrystalicznych materiałów z fazami międzymetalicznymi i ceramicznymi*” nr KBN 0972/T08/2004/27. Projekt został zakończony w roku 2007 [Zał. IV, pkt. II J, poz. 2].

W ramach realizacji projektu oraz pracy doktorskiej opracowałem procedurę pozwalającą na analizę dyfraktogramów rentgenowskich mierzonych dla mikro- i nanokrystalicznych materiałów wielofazowych zawierających niestechiometryczne fazy ceramiczne i międzymetaliczne. Badałem wpływ wielkości kryształitów na dokładność ilościowej analizy oraz jakość dopasowania uzyskiwanego w metodzie Rietvelda dla układów wielofazowych zawierających jednocześnie fazy nanometryczne oraz mikrokrystaliczne. Główną tematyką badawczą było badanie struktury materiałów z wykorzystaniem metod rentgenowskich.

Uzyskane wyniki stały się podstawą do opracowania rozprawy doktorskiej pt.: *Opracowanie procedury rentgenowskiej analizy strukturalnej materiałów wielofazowych zawierających fazy niestechiometryczne i nanometryczne*. Promotorem był Prof. dr hab. Lucjan Pająk. Stopień doktora nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa uzyskałem 12 czerwca 2007 roku z wyróżnieniem na podstawie uchwały Rady Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego w Katowicach. Również uchwałą Rada Wydziału praca została wyróżniona. Głównym osiągnięciem pracy doktorskiej było zastosowanie procedury analizy materiałów wielofazowych przy wykorzystaniu połączonych metod Toraya i Rietvelda. Zaproponowana procedura znalazła zastosowanie przy weryfikacji warunków technologicznych na różnych etapach produkcji materiałów [Zał. IV, pkt. II B, poz. 1].

W okresie realizacji pracy doktorskiej obok realizacji projektu promotorskiego brałem aktywny udział w 2 pracach badawczych prowadzonych w Instytucie Nauki o Materiałach w ramach badań statutowych [Zał. IV, pkt. II J, poz. 21, 22]. Obok głównego tematu

badawczego zainteresowania naukowe pozostały w obszarze technik rentgenowskich w badaniach struktury materiałów inżynierskich poszerzając je o nowe możliwości związane z wdrażaniem w Instytucie Nauki o Materiałach techniki dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego przy stałym kącie padania wiązki pierwotnej (GIXD), reflektometrii (XRR) do badania cienkich powłok oraz warstw wierzchnich oraz metody analizy naprężeń makroskopowych w materiałach [Zał. IV, pkt. II E, poz. 19, 24].

Zdobytą wiedzę wykorzystałem przy współpracy z innymi ośrodkami naukowymi w zakresie:

- charakterystyki nanokrystalicznych proszków, min. MgO uzyskanego przy użyciu różnych metod syntezy [Zał. IV, pkt. II E, poz. 11],
- charakterystyki cienkich powłok TiO_2 otrzymanych na stali REX-734 metodą zol-żel [Zał. IV, pkt. II A, poz. 39],
- badań wpływu warunków wytwarzania na mikrostrukturę i własności magnetyczne proszków $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ [Zał. IV, pkt. II A, poz. 13,17]; [Zał. IV, pkt. II E, poz. 8,12,17,21],
- badań wpływu konsolidacji wybuchowej na strukturę fazy MgB_2 [Zał. IV, pkt. II A, poz. 10]
- opracowaniu warunków wytwarzania multiferroikowej ceramiki $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{FeO}_{12}$ i $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ metodą metalurgii proszków mielenia [Zał. IV, pkt. II A, poz. 7,9,11];
- badań strukturalnych faz Fe-Al-Cr and Fe-Al-Cr-X X=(Ni,Mo) wytwarzanych metodą samo-rozkładu i wysokoenergetycznego mielenia [Zał. IV, pkt. II A, poz. 8]; [Zał. IV, pkt. II E, poz. 4,14,15,18,23,27],

Najważniejsze osiągnięcia z tego zakresu zostały opublikowane w 36 publikacjach naukowych, w tym w 11 pracach w liczących się czasopismach naukowych (sumaryczny IF -5,497) znajdujących się w bazie Journal Citation Reports. Prace te uzyskały łącznie 363 pkt. MNiSW a liczba ich cytowań wynosi 94 w bazie Web of Science Core Collection, 84 w bazie Scopus i 81 w bazie Google Scholar. Uzyskane wyniki badań zaprezentowałem w formie 3 referatów [Zał. IV, pkt. II L] i 12 posterów na międzynarodowych i krajowych konferencjach naukowych w zakresie nauki o materiałach [Zał. IV, pkt. III B].

Po uzyskaniu stopnia naukowego doktora

Po uzyskaniu stopnia doktora nauk technicznych zostałem zatrudniony w Instytucie Nauki o Materiałach na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach gdzie do 2009 roku pracowałem na stanowisku starszego technika. Od 2009 r. zostałem zatrudniony w Zakładzie Badań Strukturalnych Instytutu Nauki o Materiałach na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach na stanowisku adiunkta, na którym pracuję do chwili obecnej.

W początkowym okresie po uzyskaniu tytułu doktora zakres moich badań naukowych dotyczył głównie kontynuacji prac badawczych w zakresie rentgenostrukturalnym oraz spektroskopii Mössbauera dla faz z układu Fe-Al z zastosowaniem różnego rodzaju domieszek. Brałem udział w opracowaniu warunków wytwarzania multiferroikowej ceramiki $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{FeO}_{12}$ i $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ metodą mechanicznego stopowania i późniejszego spiekania oraz ich charakterystyki na kolejnych etapach preparatyki z użyciem dyfrakcji rentgenowskiej metodą Rietvelda, mikroskopii elektronowej oraz spektroskopii Mössbauera [Zał. IV, pkt. II A, poz. 12,21,29,52]. Prace badawcze wynikały ze współpracy z Uniwersytetem Warszawskim w ramach projektu badawczego N204 275638A [Zał. IV, pkt. II J, poz. 7] i dotyczyły wpływu pierwiastka niemetalicznego na procesy sorpcji wodoru w cienkich warstwach Pd-P i Pd-N. Jako wynik opracowano metodę osadzania cienkich warstw z układu Pd-P i Pd-N, która może być zastosowana do produkcji materiałów na procesy sorpcji wodoru. Kolejne badania z zakresu palladu i jego stopów dotyczyły możliwości syntezy nanostopów Pd-Pt [Zał. IV, pkt. II A, poz. 22,49].

Moją dominującą tematyką badawczą realizowaną w tym okresie było otrzymywanie analiza struktury i właściwości biomateriałów na osnowie metalicznej do zastosowań w medycynie na implanty. Prowadzenie badań z tego zakresu umożliwiło mi pozyskanie finansowania projektu badawczego pt.: *Multifunkcjonalne właściwości oraz mikrostruktura nowych stopów tytanowych do zastosowań biomedycznych* (2011/03/D/ST8/04884), którego zostałem kierownikiem [Zał. IV, pkt. II J, poz. 1]. Zakwalifikowany projekt badawczy był finansowany przez Narodowe Centrum Nauki w ramach drugiego konkursu „SONATA” skierowanego do młodych naukowców rozpoczynających karierę naukową posiadających stopień naukowy doktora. Przedmiotem projektu było wytworzenie metodą mechanicznego stopowania oraz topienia w piecu, multifunkcjonalnych stopów na bazie tytanu oraz zbadanie ich właściwości strukturalnych, mechanicznych oraz odporności

korozyjnej. W celu stabilizacji tytanu o strukturze typu β , obniżenie temperatur otrzymania stopu a także zmianę jego właściwości użytkowych stosowałem biozgodne pierwiastki. Stąd też do wytworzenia zakładanych stopów tytanowych wykorzystano w różnych kombinacjach następujące metody: metalurgia proszków, wysokoenergetyczne mielenie i późniejsze ewentualne spiekanie. Stopy dwu, trój i cztero-składnikowe oparte były na tytanie oraz wysokotopliwych dodatkach stopowych, takich jak: Ta, Nb, Mo, Zr oraz niskotopliwego Sn. Otrzymane materiały mogą pełnić dwojaką rolę, jako samodzielne próbki do dalszych rozważań naukowych lub mogły służyć jako wsad-zaprawka (master alloy) do spiekania. Takie podejście w technologii umożliwiło na otrzymanie przy użyciu pieca indukcyjnego stopów na bazie tytanu z wysokotopliwymi i niskotopliwymi dodatkami stopowymi bez konieczności użycia metody plazmowego topienia. W przypadku tego typu stopów było to podejście nowatorskie i stanowiło technologiczne podstawy do otrzymania wielofunkcyjnych biomateriałów tytanowych.

Oprócz własnego projektu badawczego jestem obecnie lub byłem głównym wykonawcą lub wykonawcą 15 krajowych projektów badawczych (w 1 tym jako kierownik [Zał. IV, pkt. II J, poz. 1] oraz 1 jako opiekun naukowy [Zał. IV, pkt. II J, poz. 15]) finansowanych przez Narodowe Centrum Nauki oraz Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego [Zał. IV, pkt. II J, poz. 1-15]. Ponadto, brałem udział w realizacji 2 prac wdrożeniowych [Zał. IV, pkt. II J, poz. 13,14]. Obecnie jestem Opiekunem naukowym projektu Preludium finansowanego przez Narodowe Centrum Nauki nr 2016/23/N/ST8/03809 pt. „Nowe porowate stopy tytanowe do zastosowań medycznych o podniesionej odporności na korozję wytworzone w procesie mechanicznego stopowania” [Zał. IV, pkt. II J, poz. 1].

Brałem czynny udział w realizacji 13 projektów (w 5 tym jako kierownik) w ramach Badań Statutowych oraz Badań Własnych realizowanych w Instytucie Nauki o Materiałach [Zał. IV, pkt. II J, poz. 16-28].

W latach 2010-2015 w ramach realizacji projektu badawczego PBU-20/RM3/2012 oraz projektu strategicznego nr FSB-71/RM3/2010 zajmowałem się badaniem struktury nowoczesnych stopów magnezu z dodatkiem metali ziem alkalicznych uzyskanych metodą odlewania grawitacyjnego oraz wysokokrzemowych stopów Mg-Si-X(Mn,Sn,Zn) otrzymanych metodą odlewania mieszanego [Zał. IV, pkt. II J, poz. 9]. Ponadto, w zakresie realizacji projektu badawczego 2013/09/D/ST8/04005 brałem udział w badaniach nad wytwarzaniem bezchromianowych powłok konwersyjnych metodą utleniania anodowego

na galwanicznych powłokach stopowych Zn-Co [Zał. IV, pkt. II J, poz. 10]. Swoją dotychczasową wiedzę nad tytanem i jego stopach wykorzystałem również przy realizacji projektu 2014/13/B/ST8/04280 (wykonawca) dotyczącym badań właściwości termomechanicznych Gumo Metalu - nowego stopu tytanu, który posiada wysokie właściwości sprężysto-plastyczne [Zał. IV, pkt. II J, poz. 11].

Oprócz wyżej opisanej tematyki badawczej moje najszersze zainteresowania badawczo-naukowe dotyczą modyfikacji powierzchni oraz właściwości strukturalnych i elektrochemicznych stopów przeznaczonych do potencjalnych zastosowań jako implanty biomedyczne. Przedmiotem badań prowadzonych przeze mnie w tym zakresie były zarówno stopy NiTi z pamięcią kształtu przeznaczone na wszcepy krótkoterminowe jak i perspektywiczne pod wieloma względami dla medycyny stopy Ti15Mo oraz Ti-13Nb-13Zr. Badania prowadziłem w ramach 5 projektów (2 badawczo-wdrożeniowych i 3 badawczych). Grant badawczo-wdrożeniowy nr INNOTECH-K1/IN1/157239/NCBR/12 przy udziale Politechniki Warszawskiej, MIKROHUTY oraz BPH "MIKROMED" Sp. z o. o. w Dąbrowie Górniczej w którym pełniłem rolę wykonawcy [Zał. IV, pkt. II J, poz. 13]. Celem projektu było wprowadzenie na rynek polski produkcji stopów NiTi z pamięcią kształtu oraz przygotowanie wdrożenia prototypowych implantów z tych stopów do konkretnych zastosowań medycznych. W celu poprawy ich odporności na korozję wżerową i bioaktywności stopów tytanu na powierzchni wytwarzane były warstwy wierzchnie w wyniku niskotemperaturowego azotowania i tlenoazotowania jarzeniowego. W ramach projektów badawczych oraz grantów badawczych nr IP 2010 0377 70 [Zał. IV, pkt. II J, poz. 4], nr PBS1/B5/5/2012 [Zał. IV, pkt. II J, poz. 5] oraz nr IP 2012 0459 72 [Zał. IV, pkt. II J, poz. 6], w których pełniłem rolę wykonawcy lub głównego wykonawcy zajmowałem się modyfikacją warstwy wierzchniej medycznych bezwanadowych stopów tytanu oraz niobu, tantalum i cyrkonu metodą plazmowego utleniania elektrochemicznego w roztworach związków krzemu oraz funkcjonalizacją powierzchni medycznych bezwanadowych stopów tytanu metodą PEO-EPD w zawiesinach związków wapnia, fosforu i krzemu. W zakresie modyfikacji powierzchni materiałów do potencjalnych zastosowań medycznych prowadziłem badania struktury bioaktywnych powłok z polimerów naturalnych na nowoczesnych stopach stopach Ti15Mo oraz Ti-13Nb-13Zr. Poprawę biogodności uzyskano poprzez elektroforetyczne osadzenie powłok chitozanowych, alginianowych i hialuronowych a uzyskane wyniki stanowiły podstawę zgłoszenia patentowego

nr P.407556 (decyzja o udzieleniu patentu z dnia 05. 12. 2017 roku) pt. *Sposób osadzania bioaktywnej powłoki z anionowego polimeru naturalnego w postaci alginianu lub hialuronianu na elemencie wykonanym ze stopu tytanu* [Zał. IV, pkt. II C, poz. 1]. Ponadto w wyniku przeprowadzonych badań zoptymalizowano proces elektroredukcji w wyniku którego *istnieje możliwość* osadzania cienkich powłok fosforanowych na stopach z pamięcią kształtu bez konieczności wysokotemperaturowego spiekania. W tym zakresie jestem także współautorem zgłoszenia patentowego nr P.419712 (01.12.2016) pt. *Sposób osadzania bioaktywnej powłoki fosforanu wapnia na elemencie wykonanym z tytanu, który przeszedł wstępną, pozytywną weryfikację Urzędu Patentowego RP* [Zał. IV, pkt. II D, poz. 1]. Ponadto, w ramach pracy zleconej przez Osteoplast Research and Development sp. z o.o. z siedzibą w Dębicy (NB-73/RCH1/2018), zajmowałem się opracowaniem technologii modyfikacji warstwy wierzchniej implantów stomatologicznych oraz walidacją tejże technologii w skali produkcji pilotażowej [Zał. IV, pkt. II J, poz. 14].

W ramach realizowanej tematyki badawczej pełnię rolę promotora pomocniczego w 1 pracy doktorskiej [Zał. IV, pkt. II K, poz. 1], której interdyscyplinarny temat polega na anodowym utlenianiu powierzchni $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ w celu wytworzenia samoorganizujących się nanotubularnych struktur tlenkowych będących potencjalnym nośnikiem leków w ściśle określone miejsce oraz umożliwiać ich kontrolowane uwalnianie do organizmu z określoną szybkością. Uzyskane wyniki badań dotyczących kształtowania właściwości tytanu i jego stopów na drodze elektrochemicznej modyfikacji powierzchni do zastosowań w medycynie były prezentowane podczas Międzynarodowej Warszawskiej Wystawy Wynalazków, na której otrzymały: jeden Złoty [Zał. IV, pkt. II K, poz. 1] oraz dwa Srebrne Medale [Zał. IV, pkt. II K, poz. 2,3].

W wyniku oceny konkursowej dorobku naukowego za okres 2011-2014 zostałem laureatem *Stypendium dla młodych wybitnych naukowców* przyznane przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego [Zał. IV, pkt. II K, poz. 5]. Ponadto, od 2011 roku co roku otrzymuję nagrody indywidualne lub zespołowe JM Rektora Uniwersytetu Śląskiego w Katowicach za działalność naukowo-badawczą i organizacyjną [Zał. IV, pkt. II K, poz. 6-13].

Zdobyte doświadczenie w prowadzeniu badań własnych oraz opracowaniu publikacji naukowych zostały dostrzeżone przez gremia międzynarodowe, które w latach 2007-2019 powierzyły mi recenzowanie publikacji naukowych w czasopiśmie o zasięgu międzynarodowym oraz jednego projektu NCN. Wykonałem łącznie 80 recenzji publikacji

w 15 czasopismach, w tym 12 czasopismach naukowych posiadających współczynnik wpływu IF, znajdujących się w bazie JCR [Zał. IV, pkt. III P, poz. 1-15]. Ponadto wykonałem 1 recenzję projektu badawczego jako recenzent oceniający wnioski w konkursie Preludium dla Narodowego Centrum Nauki [Zał. IV, pkt. III O, poz. 1].

Efektom mojej dotychczasowej działalności naukowo-badawczej jest 156 oryginalnych publikacji naukowych [Zał. IV, pkt. I B, II A, II E], w tym 36 prac opublikowanych przed uzyskaniem stopnia doktora. Sumaryczny wskaźnik IF moich publikacji wynosi 133,609 wg listy JCR zgodnie z rokiem opublikowania, a sumaryczny 5-letni IF2016/2017 wg listy JCR wynosi 118,556, co stanowi 2508 punktów w ocenie parametrycznej według danych Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego [Zał. VII, Zał. IV, pkt. II G].

Wyniki zostały zaprezentowane w postaci 19 referatów na międzynarodowych i krajowych konferencjach tematycznych, w tym 3 referaty przed uzyskaniem stopnia doktora [Zał. IV, pkt. II L]. Brałem aktywny udział w międzynarodowych i krajowych konferencjach naukowych prezentując 52 postery, w tym 12 posterów przed uzyskaniem stopnia doktora [Zał. IV, pkt. III B].

Liczba cytowań moich publikacji na dzień 19.04.2019 r. wynosi: 798 wg bazy Web of Science Core Collection, 871 wg bazy Scopus i 1154 wg bazy Google Scholar. Suma cytowań wg baz Web of Science Core Collection i Scopus wynosi 939 [Zał. VII, Zał. IV, pkt. II H].

Mój Indeks Hirscha na dzień 19.04.2019 r. wynosi: 14 wg. bazy Web of Science Core Collection, 16 wg. bazy Scopus, 16 wg. baz Web of Science Core Collection i Scopus oraz 19 wg bazy Google Scholar [Zał. VII, Zał. IV, pkt. II I].

Działalność dydaktyczna

W ramach działalności dydaktycznej prowadziłem zajęcia dla studentów I i II stopnia studiów stacjonarnych na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach na kierunkach: edukacja techniczno-informatyczna, inżynieria materiałowa, inżynieria biomedyczna, zajęcia w ramach Programu Erasmus i Erasmus+ ciągle uzupełniając ich treść o najnowsze osiągnięcia [Zał. IV, pkt. III I, poz. 1-5]. Prowadziłem 7 autorskich wykładów w języku polskim z zakresu: Inżynieria powierzchni materiałów, Metale i ich stopy, Struktura powierzchni i jej modyfikacje, Implanty i sztuczne narządy oraz Metrologia [Zał. IV, pkt. III I, poz. 6-10]. Ponadto prowadziłem 2 autorskie wykłady w języku angielskim: Materials Surface Engineering oraz Metals and Alloys [Zał. IV, pkt. III I, poz. 12,13].

Dodatkowo prowadziłem 6 autorskich ćwiczeń laboratoryjnych: Inżynieria powierzchni materiałów, Struktura powierzchni i jej modyfikacje, Implanty i sztuczne narządy, Biomateriały metaliczne, Metody badań materiałów, Metrologia oraz Seminarium magisterskie [Zał. IV, pkt. III I, poz. 14-19]. Do ćwiczeń laboratoryjnych modułów: Inżynieria powierzchni materiałów, Struktura powierzchni i jej modyfikacje, Implanty i sztuczne narządy oraz Metrologia, opracowałem treści ćwiczeń oraz organizowałem od podstaw laboratoria. W latach 2007-2015 w Wyższej Szkole Ochrony Pracy (WSZOP) w Katowicach dla studentów studiów niestacjonarnych prowadziłem zajęcia dydaktyczne w formie autorskiego wykładu z przedmiotu Elektrotechnika i zagrożenia elektryczne w środowisku pracy [Zał. IV, pkt. III I, poz. 11] oraz laboratoria z przedmiotów: Elektrotechnika i zagrożenia elektryczne w środowisku pracy, Podstawy metrologii, Metrologia oraz Informatyka [Zał. IV, pkt. III I, poz. 20-22].

W ramach opieki na studentami w latach 2007-2019 byłem promotorem 5 prac dyplomowych inżynierskich [Zał. IV, pkt. III J, poz. 1-5], promotorem 5 prac dyplomowych magisterskich [Zał. IV, pkt. III J, poz. 6-10] oraz opiekunem 1 pracy magisterskiej [Zał. IV, pkt. III J, poz. 11]. Prace dyplomowe były realizowane w Instytucie Nauki o Materiałach na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego w Katowicach z zakresu Inżynierii materiałowej. Ponadto w Wyższej Szkole Ochrony Pracy byłem recenzentem 8 prac inżynierskich.

Działalność popularyzatorska nauki

W zakresie działalności popularyzatorskiej nauki prowadziłem aktywną działalność poprzez udział w wykładach stacjonarnych oraz wyjazdowych dla uczniów I Liceum Ogólnokształcącego im. Waleriana Łukasińskiego w Dąbrowie Górniczej [Zał. IV, pkt. III I, poz.27].. Organizowałem i prowadziłem cykliczne pokazy w ramach współpracy Instytutu Nauki o Materiałach ze szkołami ponadgimnazjalnymi. Brałem udział w postaci pokazów w „Chorzowskim Festiwalu Nauki”, w corocznych „Dniach Otwartych” Instytutu Nauki o Materiałach [Zał. IV, pkt. III I, poz. 28,29].

Ponadto, tematyka naukowa którą się zajmuję została w 2016 roku przedstawiona i opublikowane w 2 artykułach o charakterze popularno-naukowym w Gazecie Uniwersyteckiej UŚ przez innych autorów [Zał. IV, pkt. III I, poz. 31,32]. Natomiast

netografia dotycząca prowadzonych przeze mnie badań zawiera 3 dostępne pozycje [Zał. IV, pkt. III I, poz. 33-35].

Działalność organizacyjna

W zakresie działalności organizacyjnej Instytutu Nauki o Materiałach aktywnie uczestniczyłem w tworzeniu Laboratorium Dyfrakcji Rentgenowskiej (L-DR) oraz w uzyskaniu w 2010 r. akredytacji PCA AB 1332 dla Zespołu Laboratoriów Badawczych (ZLB), w którym od 2009 roku pełnię funkcję Kierownika L-DR [Zał. IV, pkt. III Q, poz. 4]. Od 2009 pełnię funkcje z-cy Kierownika ds. Jakości ZLB [Zał. IV, pkt. III Q, poz. 4]. W ramach przygotowań do uzyskania akredytacji przez ZLB brałem udział w tworzeniu Księgi Jakości, stosownych procedur badawczych oraz procedur systemowych. Na potrzeby działalności akredytowanego Laboratorium Dyfrakcji Rentgenowskiej przygotowałem procedurę badawczą L-DR-01 oraz instrukcje laboratoryjne: IL-L-DR-01 oraz IL-L-DR-02 [Zał. IV, pkt. II F, poz. 1]. Ponadto, po przeniesieniu w 2012 r. lokalizacji Instytutu Nauki o Materiałach z Katowic do Chorzowa organizowałem pracę laboratoriów badawczych i dydaktycznych.

W nowej siedzibie Instytutu utworzyłem od podstaw nowoczesne laboratorium badawczego do pracy naukowej i dydaktycznej z zakresu wytwarzania materiałów metalurgią proszków oraz topienia indukcyjnego zapewniając środki finansowe na wyposażenie aparaturowe: młynek planetarny Fritsch pulverisette 7 premium line, indukcyjny piec wysokotemperaturowy typu Enterprise UltraCast, oporowy piec komorowy SNOL, piaskarka dwupojemnikowa i prasa hydrauliczna 20T [Zał. IV, pkt. II J, poz. 1]. Wymienione zaplecze aparaturowe wykorzystywane jest zarówno do realizacji kolejnych projektów badawczych w Instytucie Nauki o Materiałach, jak również do prowadzenia zajęć dydaktycznych w ramach przedmiotów: Biomateriały metaliczne oraz Niekonwencjonalne techniki wytwarzania materiałów.

W latach 2007-2009 brałem czynny udział w pracach oraz działalności organizacyjnej Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach jako członek Rady Wydziału będąc przedstawicielem pracowników technicznych [Zał. IV, pkt. III Q, poz. 1]. Ponadto, od 2010 do chwili obecnej biorę czynny udział w pracach i działalności organizacyjnej Instytutu Nauki o Materiałach jako członek Rady Instytutu będąc przedstawicielem niesamodzielnych pracowników naukowych [Zał. IV, pkt. III Q, poz. 2]. W latach 2011-2015 byłem asystentem koordynatora dla zamawianego kierunku „Inżynier Materiałów – Materiał na Inżyniera [Zał.

IV, pkt. III A, poz. 1] *Kształcenie zamawiane na kierunku Inżynieria Materiałowa Uniwersytetu Śląskiego*” współfinansowanego przez Unię Europejską w ramach środków Europejskiego Funduszu Społecznego - Program Operacyjny Kapitał Ludzki, Priorytet IV, Działanie 4.1., Poddziałanie 4.1.2. (PO KL 4.1.2), którego beneficjentami byli studenci studiów stacjonarnych I stopnia – kierunku Inżynieria Materiałowa na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach.

Brałem czynny udział w organizacji 5 konferencji naukowych (4 międzynarodowych oraz 1 krajowej) [Zał. IV, pkt. III C, poz. 1-5] w tym w 2 konferencjach pełniłem funkcję Sekretarza [Zał. IV, pkt. III C, poz. 2,3]. Ponadto byłem współredaktorem materiałów konferencyjnych *XXII Conference on Applied Crystallography (CAC 2012)* w czasopiśmie *Solid State Phenomena* vol. 203-204 [Zał. IV, pkt. III Q, poz. 8].

Na działalność organizacyjną, którą prowadziłem w jednostce macierzystej, składa się również pełnienie w latach 2010-2016 rolę protokolanta w 6 komisjach przewodów habilitacyjnych prowadzonych przez Radę Wydziału na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach [Zał. IV, pkt. III Q, poz. 6].

Jestem członkiem dwóch towarzystw naukowych: Polskiego Towarzystwa Materiałoznawczego oraz Polskiego Stowarzyszenia Biomateriałów [Zał. IV, pkt. III , poz. 1,2].

W czasie swojej pracy na Uniwersytecie Śląskim pełniłem rolę Opiekuna I roku studiów kierunku Nauka o materiałach w roku akademickim 2008-2009.

6. Osiągnięcia zgodnie z wymogami Rozporządzenia Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 1 września 2011 roku w sprawie kryteriów oceny osiągnięć osoby ubiegającej się o nadanie stopnia doktora habilitowanego (Dz.U. Nr 196, poz. 1165)

Kryterium według § 3 p.4, §4 i §5 Rozporządzenia	Wypełnienie kryterium	
	Tak/Nie	Liczba
Publikacje naukowe w czasopismach znajdujące się w bazie Journal Citation Reports (JCR)	Tak	76
Zrealizowane oryginalne osiągnięcia projektowe, konstrukcyjne i technologiczne	Tak	1
Udzielone patenty/zgłoszenia patentowe międzynarodowe i krajowe	Tak	1/1

Wynalazki oraz wzory użytkowe i przemysłowe, które uzyskały ochronę i zostały wystawione na międzynarodowych lub krajowych wystawach i targach	Tak	5
Monografie, publikacje naukowe w czasopismach międzynarodowych lub krajowych	Tak	64
Opracowania zbiorowe, katalogi zbiorów, dokumentacja prac badawczych, ekspertyz, utworów i dzieł artystycznych	Tak	4
Materiały konferencyjne	Tak	16
Sumaryczny impact factor według listy Journal Citation Reports (JCR)	Tak	133,609
Liczba cytowań publikacji według bazy Web of Science (WoS)	Tak	798
Indeks Hirscha według bazy Web of Science (WoS)	Tak	14
Kierowanie międzynarodowymi i krajowymi projektami badawczymi/udział w takich projektach	Tak	1/14
Międzynarodowe i krajowe nagrody za działalność naukową lub artystyczną	Tak	13
Wygłoszenie referatów na międzynarodowych i krajowych konferencjach / Aktywny udział w międzynarodowych i krajowych konferencjach naukowych	Tak	19/40
Udział w komitetach organizacyjnych międzynarodowych i krajowych konferencji naukowych	Tak	5
Otrzymane nagrody i wyróżnienia inne niż wymienione wyżej	Tak	1
Udział w konsorcjach i sieciach badawczych	Tak	1
Kierowanie projektami realizowanymi we współpracy z naukowcami z innych ośrodków polskich i zagranicznych oraz we współpracy z przedsiębiorstwami	Nie	0
Członkostwo w międzynarodowych i krajowych organizacjach oraz towarzystwach naukowych	Tak	2
Osiągnięcia dydaktyczne i w zakresie popularyzacji nauki lub sztuki	Tak	35
Opieka naukowa nad studentami i lekarzami w toku specjalizacji	Tak	11
Opieka naukowa nad doktorantami w charakterze opiekuna naukowego lub promotora pomocniczego	Tak	1
Staże w zagranicznych i krajowych ośrodkach naukowych lub akademickich	Tak	8
Wykonanie ekspertyzy lub innego opracowania na zamówienie	Tak	4
Udział w zespołach eksperckich lub konkursowych	Nie	0
Recenzowanie projektów międzynarodowych i krajowych/ recenzowanie publikacji w czasopismach międzynarodowych i krajowych	Tak	1/80