



Katowice, 7 maja 2023

## Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. IZABELI MATUŁA

pt. „Porowate materiały na bazie tytanu

do potencjalnego zastosowania w medycynie”

### Uwagi formalne

Opinię niniejszą wykonałam na podstawie przesłanego do mnie pisma Pana Dyrektora Instytutu Inżynierii Materiałowej, Wydziału Nauk Ścisłych i Technicznych, Uniwersytetu Śląskiego dr hab. inż. Józefa Deniszczak, prof. UŚ z dnia 12.04.2023 roku.

Opracowując recenzję rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Izabeli Matuła kierowałam się zgodnie z przyjętymi standardami oraz literą i duchem regulacji prawnych, głównie następującymi kryteriami:

- trafność wyboru tematyki badawczej oraz umiejętność określenia przedmiotu i zakresu pracy,
- oryginalność rozwiązania problemu naukowego, poprawność ustalenia celów rozprawy, tez rozprawy, strategii i procedur badawczych oraz struktury rozprawy,
- jakość rozprawy z punktu widzenia warsztatu naukowego i poziomu pisarskiego,
- stopień realizacji przyjętego celu rozprawy,
- wykazanie ogólnej wiedzy z zakresu objętego tematyką rozprawy oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia dyskursu naukowego.

### **Ocena istotności problemu naukowego rozprawy**

Zasadniczym problemem podjętym w rozprawie doktorskiej Pani mgr inż. Izabeli Matuła, jest próba holistycznego podejścia do projektowania długoterminowych implantów kostnych, uwzględniającego takie elementy składowe jak: struktura, skład chemiczny, własności mechaniczne a także wymagania specyficzne

stawiane materiałom do potencjalnych aplikacji medycznych, do których zaliczamy jakość oraz wysoką biogodność.

Zagadnienia związane z rozwojem implantów w tym długoterminowych są od wielu lat przedmiotem opracowań zarówno ośrodków krajowych jak i zagranicznych. Wymagają one nie tylko wysiłków inżynierów materiałowych, pracujących nad stworzeniem odpowiedniego składu chemicznego materiału na tego typu implanty oraz opracowaniem technologii jego wytwarzania, ale jednocześnie wysiłków ze strony lekarzy specjalistów odpowiedzialnych za proces przygotowania i realizacji wszczepiania implantu, już na etapie konfrontacji z pacjentem. Częste przedwczesne rewizje materiału wszczepianego, następują między innymi w efekcie niestabilności mechanicznej samego implantu, czego jednym z powodów są różnice własności mechanicznych, między kością a materiałem implantu; jak również są następstwem zakażenia i zapalenia związanych zarówno z samym zabiegiem operacyjnym, jak i odpowiedzią immunologiczną organizmu.

Z uwagi na swoją biogodność jak i na właściwości mechaniczne najbardziej predystynowanym i rozpowszechnionym materiałem stosowanym od lat w implantologii kostnej długoterminowej jest tytan i jego stopy. Jak powszechnie wiadomo w tym ujęciu stop Ti-6Al-4V jest aktualnie powszechnie stosowanym stopem tytanu w medycynie. Pomimo rozlicznych zalet nadal niedoskonałości te materiałowe jak i charakterystyk mechanicznych, takie jak między innymi obecność Al i V jako pierwiastków biotoksycznych, zbyt wysoki moduł Younga w porównaniu z modułem Younga ludzkiej kości, niska wytrzymałość na ścinanie oraz niska odporność na ścieranie stopu Ti-6Al-4V stanowią wyzwanie w dobie oczekiwań i możliwości jakie daje inżynieria materiałowa w tym obszarze. Jednymi z odpowiedzi na powyższe wyzwania są możliwości jakie niesie z sobą zmiana składu chemicznego implantów, jak również zmiana sposobu ich wytwarzania a ściślej mówiąc, zmiana obecnego podejścia do wytwarzania stopów tytanu jako materiałów porowatych zamiast litych. Doktorantka na podstawie przeglądu literaturowego skorzystała z wspomnianych możliwości.

W tym kontekście wybór tematyki rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Izabeli Matuła jest w pełni uzasadniony. Ma to odzwierciedlenie w przyjętej holistycznej strategii, zarówno zaprojektowania technologii wytwarzania wybranych stopów tytanu metodą metalurgii proszków, jak i skrupulatnej realizacji poszczególnych etapów badań w pracach, które Autorka przemyślała, na podstawie przeanalizowanej literatury i doświadczeń zespołu a szczególnie promotora rozprawy Pana dr hab. inż. Grzegorza Dercza prof. UŚ. **Przedłożona do recenzji praca doktorska wpisuje się więc, swoją tematyką w interesujące i bardzo aktualne obszary badań podstawowych ale jednocześnie dających realne podstawy aplikacyjne w dziedzinie nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.**

Przedłożone do oceny kompleksowe opracowanie zostało przygotowane w formie oprawionego wydruku komputerowego formatu A4 o objętości 187 stron. Nie ma ono charakteru standardowej rozprawy doktorskiej. Zawiera streszczenie oraz siedem rozdziałów dysertacji, z czego najważniejsze to rozdział III gdzie mgr inż. Izabela Matuła prezentuje swój Autoreferat oraz rozdział VII w którym zawarte są dzieła publikacyjne Autorki. Niewątpliwie atutem rozprawy doktorskiej w tej strukturze jest bardzo przejrzysty układ rozprawy, estetyczna i klarowna forma przedstawienia tezy i celu rozprawy, priorytetów ustalonych na podstawie przeglądu literaturowego oraz osiągnięć Autorki, zarówno tych stanowiących monolityczne dzieła w postaci publikacji naukowych jak również pozostałych osiągnięć zawodowych.

Doktorantka podzieliła, jak wspomniałam, pracę na siedem zasadniczych rozdziałów.

Pierwszy prezentuje wykaz dzieł Autorki w porządku chronologicznym wraz z danymi bibliometrycznymi. Drugi rozdział zatytułowany „Wprowadzenie teoretyczne”, zajmuje 15 stron maszynopisu. Autorka wprowadza czytelnika w tematykę zagadnień związanych z materiałami na implanty w medycynie, charakteryzuje ogólnie stopy tytanu, w tym stop Ti-6Al-4V opisując metody jego wytwarzania i właściwości fizyczne oraz mechaniczne, a także wskazuje na potencjał aplikacyjny i zalety możliwości zastosowania technologii metalurgii proszków w wytwarzaniu porowatych stopów tytanu z przeznaczeniem na implanty długoterminowe. Literatura pracy jest właściwie dobrana i aktualna. W spisie literatury, Doktorantka podaje 107 pozycji krajowych i zagranicznych, do których odwołuje się w swojej rozprawie.

**W tej grupie, znajdują się dwie prace współautorstwa Doktorantki co zasługuje na uwagę.**

Trzeci rozdział rozprawy, którym jest Autoreferat Doktorantki, należy zaliczyć do części eksperymentalnej. Przedstawiony został na 20 stronach i opisuje wyniki prac jakie zostały zawarte w publikacjach stanowiących dorobek autorski mg inż. Izabeli Matuła. W rozdziale tym znajdujemy tezę i cel pracy, metody wytwarzania materiału, metody badawcze, omówienie prac publikacyjnych stanowiących cykl publikacyjny oraz wnioski. W rozdziale IV przytoczono literaturę przedmiotu a rozdział V to wykaz osiągnięć Doktorantki stanowiący opis Jej dorobku około naukowego. W Rozdziale VI Autorka wymienia spis rysunków i tabel natomiast rozdział ostatni VII zatytułowany „Załączniki” jest przedrukiem wszystkich dzieł publikacyjnych stanowiących cykl i będących dziełem tematycznym stanowiącym merytoryczną część rozprawy.

### **Merytoryczna ocena pracy**

Zwarte studium literaturowe jakie Doktorantka zaprezentowała w rozdziale 2 rozprawy wprowadza nas w tematykę jaka stanowi obszar zainteresowań Autorki w zakresie wytwarzania i analizy stopów Ti, z przeznaczeniem na implanty w medycynie. Zwraca przy tym uwagę, na funkcjonalne materiały gradientowe (FGM – Functionally Graded Materials) a zatem takie, których struktura, skład i porowatość jest rozmieszczona w układzie w sposób gradientowy. Autorka przedstawia w tym kontekście możliwy wysoki potencjał aplikacyjny, z uwagi na uzyskiwanie przez takie materiały synergii właściwości mechanicznych nie możliwych do uzyskania w stopach klasycznych. Tak więc zwarte studium literaturowe zostało przeprowadzone w sposób logiczny, a omówiona w nim problematyka koresponduje z problematyką zaprezentowaną w części naukowej dysertacji.

Na podstawie analizy przeglądu literatury Doktorantka stawia **tezę rozprawy**, która brzmi: możliwe jest wytworzenie metodą metalurgii proszków, funkcjonalnych materiałów gradientowych do potencjalnego zastosowania w medycynie na długoterminowe implanty kostne, poprzez opracowanie technologii produkcji stopów na bazie tytanu ze ściśle zdefiniowaną porowatością, w szczególności: określeniem wpływu parametrów procesu na rozmiar i kształt cząstek proszków oraz ich rozmieszczeniem w kontekście utworzenia porów w materiale.

Dalej znajdujemy **cel rozprawy**: opracowanie i wytworzenie metodą metalurgii proszków porowatych funkcjonalnych materiałów gradientowych do potencjalnego zastosowania w medycynie na długoterminowe implanty kostne oraz określeniem wpływu parametrów procesu na rozmiar i kształt cząstek proszków oraz ich rozmieszczeniem w kontekście utworzenia porów w materiale.

Zasadniczo zatem, jeśli przyjęto określony cel rozprawy jakim jest wytworzenie proszków porowatych funkcjonalnych materiałów gradientowych tj. stopów na bazie tytanu ze ściśle zdefiniowaną porowatością metodą metalurgii proszków, o tyle teza wydaje się mieć tę samą treść i być powtórzeniem celu. **Zdaniem recenzentki w tezie, zabrakło bardziej precyzyjnego określenia jakie to parametry technologiczne procesu spiekania zapewnią uzyskanie półwyrobu o zespole pożądanych cech**, takich jak udział objętościowy i rozmieszczenie porów w celu uzyskania półwyrobu o zespole pożądanych właściwości mechanicznych.

W dalszej części dysertacji Doktorantka opisuje proces wytwarzania tj. metodą metalurgii proszków składającą się z trzech etapów: wysokoenergetycznego mielenia/mieszania proszków, izostatycznego prasowania oraz spiekania. Już w pierwszym etapie pada stwierdzenie, że technika mielenia umożliwia przeprowadzenie kilku odmiennych procesów technologicznych i pozwala otrzymać finalny materiał w różnej postaci. **Zachodzi więc wątpliwość co Doktorantka rozumie przez pojęcie proces technologiczny oraz materiał finalny?** Bowiem zdaniem recenzentki zbyt dowolnie Autorka używa obu stwierdzeń. **Również jakie to korelacje zachodzą między poszczególnymi parametrami procesu mielenia proszków badanych stopów? Czy opracowano takowe korelacje i jeśli tak to jakie współczynniki uzyskano, które decydują o skuteczności mechanicznej syntezy, aglomeracji czy też samego tylko mieszania proszków?**

W tym miejscu pozwolę sobie stwierdzić, że **cel został dobrze i jasno sprecyzowany. W opinii recenzentki na podkreślenie zasługuje dobrze dobrana strategia jego realizacji** w oparciu o prowadzenie dysertacji (cyklu publikacji), zarówno w aspekcie wytworzenia porowatych materiałów o różnych składach chemicznych metodami metalurgii proszków oraz szczegółowej analizy uzyskanych stopów z zastosowaniem wielu metod badawczych takich jak: dyfrakcja rentgenowska, w tym z użyciem metody Rietveld'a i metody Williamsona-Halla, mikroskopia świetlna, skaningowa i transmisyjna mikroskopia elektronowa, tomografia komputerowa, analiza porozymetryczna, analiza stereologiczna, analiza własności mechanicznych i badania tribologiczne oraz testy odporności korozyjnej. **Takie szerokie spectrum metod badawczych świadczy nie tylko o dobrym warsztacie metodycznym Doktorantki ale również o przemyślanym prowadzeniu i realizacji badań z uwzględnieniem ich analizy na poziomie świadczącym o dojrzałości naukowej.**

Powyższe elementy znalazły swoje znamiona i opisy w cyklu pięciu publikacji (załączniki D1÷D5 do rozprawy).

W toku realizacji poszczególnych etapów planowania, przygotowania i procesu publikacyjnego wyników Doktorantka inteligentnie prowadziła swe zamierzenia naukowe a w autoreferacie dysertacji, umiejętnie prowadzi czytelnika w Jej tok rozumowania uwydatniając **aspekty wynikające z naukowo-poznawczego i aplikacyjnego charakteru prowadzonych badań, co w opinii recenzentki stanowi istotną wartość dodaną rozprawy.**

Zatem muszę podkreślić, iż pomimo wątpliwości w doprecyzowaniu tezy rozprawy odnosząc się do słuszności i dobrze postawionego celu oraz przy jednoczesnym, konsekwentnym prowadzeniu szerokiego, adekwatnego i właściwie dobranego programu badań, **całość opracowania posiada bez wątpienia znamiona oryginalności, i rzetelnej sztuki pisarskiej publikacji o wysokim poziomie naukowym i międzynarodowym zasięgu.** Ponadto analizując treść publikacji stanowiącą niejako część doświadczalną pracy uznaję, iż. Doktorantka zebrała ciekawy poznawczo, o wysokiej wartości naukowej, materiał z badań, jaki zaprezentowała i zsyntezowała w rozdziale III.4 niniejszej dysertacji.

**W tym miejscu chciałabym poruszyć kilka kwestii dyskusyjnych,** do których Pani mgr inż. Izabela Matuła będzie miała możliwość ustosunkować się podczas publicznej obrony:

1. W pracy prowadzono badania dla różnych stopów o zmiennej porowatości. Czy zatem można na podstawie przeprowadzonych badań dokonywać predykcji jakie parametry technologiczne tj. skład chemiczny, czystość techniczna pierwiastków, wyjściowa wielkość i morfologia proszku, parametry procesu mielenia, należy zastosować w celu uzyskania stopu o danej porowatości? Na podstawie analizowanych prac i analizy wyników nie można bowiem posłużyć się wspomnianymi w dysertacji korelacjami, których Autorka nie wskazuje. Czy można takowe przewidywać na przykład dla jednego konkretnego rodzaju stopu dotychczas badanego. To byłby właściwy przyczynek do opracowania technologii wytwarzania stopów gradientowych.
2. Jak Autorka odniesie się do istotnej cechy implantów jaką jest stabilność bio-mechaniczna w aspekcie udziału objętościowego porów w materiałach o budowie gradientowej? Jak wpływa obecność porów na moduł Younga a jak na inne własności mechaniczne, i jak wpływa na nie gradient porowatości? Czy istnienie stref przejściowych nie wpłynie niekorzystnie na wyżej wymienione, w ujęciu wyrobu gotowego?

Uwaga dodatkowa: w swych pracach Autorka posługuje się pojęciem z ang. „welding”. W dysertacji tłumaczy to dosłownie jako „spawanie proszków”. W literaturze przedmiotu bardzo rzadko mamy do czynienia a takim pojęciem (recenzentka nie spotkała się z takim określeniem). Czy w literaturze przedmiotu nie znajduje się pojęcia bardziej adekwatnego do procesów syntezy w technologii metalurgii proszków lub też samego procesu mielenia w młynach kulowych czy planetarnych?

Nasuwa się również pewna sugestia. Bardzo ciekawym byłoby podsumowanie graficzne wyników dysertacji pokazujące schematycznie jak parametry proszku wyjściowego i parametry technologiczne wpływają na rozmieszczenie i udział porów w danej grupie stopów gradientowych. W przyszłych pracach takie ujęcie będzie niewątpliwie stanowiło nowość w literaturze przedmiotu.

Powyższe pytania oraz uwagi, w tym dyskusyjne, nie umniejszają mojej nader pozytywnej opinii o recenzowanej pracy doktorskiej Pani mgr inż. Izabeli Matuła.

**Stwierdzam, iż przedstawiona do recenzji dysertacja stanowi cenną bazę informacji dla dalszych, celowych badań w obszarze wytwarzania i możliwych zastosowań porowatych stopów tytanu**

**o strukturze gradientowej. Ponadto przedstawione i opisane w pracy wyniki badań nakreślają wiele kierunków dalszych prac badawczych z tego obszaru.**

Dodatkowo pragnę odnieść się do rozdziału V dysertacji jakim jest **wykaz osiągnięć pani mgr inż. Izabeli Matuła**. W trakcie swej pracy na uczelni Doktorantka rozwija swoje umiejętności zarówno w obszarze ściśle naukowym jak również w działalności organizacyjnej i popularyzującej naukę. W obszarze naukowym uczestniczyła i wygłaszała referaty na konferencjach zarówno krajowych jak też międzynarodowych, była kierownikiem projektu PRELUDIUM pt.: Nowe porowate stopy tytanowe do zastosowań medycznych o podniesionej odporności na korozję wytworzone w procesie mechanicznego stopowania (2016/23/N/ST8/03809) finansowanego przez Narodowe Centrum Nauki a także uczestniczyła w projektach i pracach badawczych. W obszarze działalności organizacyjnej i dydaktycznej uczestniczyła w projektach dydaktycznych, w których przygotowywała dedykowane wykłady i zajęcia jak również realizowała działalność popularyzująca naukę. Jest Członkinią Rady Naukowej Instytutu Inżynierii Materiałowej w kadencji, 2022-2026 oraz Członkinią Polskiego Towarzystwa Mikroskopii, European Microscopy Society (EMS) i Federation of Societies for Electron Microscopy (IFSM). Pełni także funkcję zastępcy kierownika Laboratorium Dyfrakcji Rentgenowskiej. Jest lauretką nagród JM Rektora UŚ za osiągnięcia naukowo-badawcze i organizacyjne, posiada zgłoszenia patentowe i liczne medale targów czy wystaw wynalazków. **Te elementy dorobku i działalności Doktorantki są niezmiernie istotne z punktu widzenia społecznego aspektu Jej pracy, zaangażowania i interpersonalnych umiejętności komunikacyjnych.**

#### **Wniosek końcowy**

Moja ogólna ocena pracy jest bardzo pozytywna. Doktorantka rozwiązała problemy o ważnym znaczeniu poznawczym, naukowym a częściowo też aplikacyjnym z zakresu technologicznych aspektów kształtowania gradientowych porowatych stopów Ti. Wykazała się niezbędną wiedzą z zakresu stosowanych technik i metod badawczych oraz przede wszystkim umiejętności połączenia wielu wyników badań i logicznego wnioskowania.

Stwierdzam, że przedłożona do recenzji rozprawa doktorska

Pani mgr inż. Izabeli Matuła pt.:

**„Porowate materiały na bazie tytanu  
do potencjalnego zastosowania w medycynie”**

**jest jak najbardziej dziełem dysertabilnym i spełnia** wymagania określone w Ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2022 r. poz. 574 z późn. zm.). W związku z tym **wnoszę o przyjęcie rozprawy mgr inż. Izabeli Matuła i dopuszczenie jej Autorki do publicznej obrony.** Ponadto uznaję, że dysertacja posiada wysoką wartość merytoryczną, naukową i poznawczą, stąd też wnoszę o wyróżnienie rozprawy.

*Nagdalena Jabłońska*