



AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA
IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE
AGH UNIVERSITY OF SCIENCE
AND TECHNOLOGY

Prof. dr hab. inż. Piotr Bała

Kraków, dn. 08.05.2023

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej
Akademickie Centrum Materiałów i Nanotechnologii
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica
Al. A. Mickiewicza 30
30-059 Kraków

RECENZJA

rozprawy doktorskiej **mgr inż. Izabeli Matuły**

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

Niniejsza recenzja została opracowana na zlecenie Dyrektora Instytutu Inżynierii Materiałowej Uniwersytetu Śląskiego, w związku z uchwałą Rady Naukowej Instytutu z dnia 04 kwietnia 2023 roku (pismo z dnia 12 kwietnia 2023 roku)

1. Ogólna charakterystyka pracy

Praca doktorska Pani mgr inż. Izabeli Matuły, napisana pod kierownictwem dra hab. inż. Grzegorza Dercza, prof. UŚ i dra inż. Macieja Sowy, dotyczy badań nad technologią wytwarzania porowatych spieków na osnowie tytanu. Praca składa się z monotematycznego cyklu 5 publikacji naukowych, przy czym czterech już opublikowanych w czasopismach z bazy JCR (Materials 3 prace IF~3,6); Physics of Metals and Metallography 1 praca IF=1,06) oraz jednej na etapie recenzji (Journal of Alloys and Compounds IF=6,371) powstałych, zgodnie z oświadczeniami współautorów przy znaczącym udziale Doktorantki. Praca zawiera streszczenie w języku polskim i angielskim, po którym zamieszczono wykaz ww. publikacji

z krótką charakterystyką. Do przedstawionego cyklu Autorka przygotowała obszerny wstęp teoretyczny, wprowadzając w temat implantów, ze szczególnym uwzględnieniem implantów metalicznych, oraz w materiały porowate, materiały gradientowe i ogólnie ujmując metalurgię proszków. Następnie Autorka przedstawiła cel i tezę pracy, metodykę badawczą, szersze omówienie prac wchodzących w skład cyklu publikacji stanowiących osiągnięcie oraz wnioski. Na końcu rozprawy zamieszczony jest spis literatury i ww. wspomniane publikacje w formie odrębnych załączników. Przegląd literatury obejmuje głównie prace z ostatnich lat. W mojej opinii świadczy to o bardzo dobrej orientacji Autorki w temacie implantów metalicznych oraz metalurgii proszków. Praca napisana jest na ogół poprawnym językiem technicznym z dobrze opracowanymi rysunkami oraz wysoką jakością badań.

Oceniając cały układ pracy uważam, że jest on właściwy i odpowiada wymaganiom prac doktorskich bazujących na cyklu publikacji.

2. Ocena doboru tematyki i zakresu pracy

Rosnące tempo życia oraz wydłużający się czas życia ludzkiego wymusza na współczesnej medycynie ciągły postęp, którego efektem jest lawinowo rosnąca liczba implantacji, zarówno implantami krótko jak i długoterminowymi. Podstawą jest jak najszybsze przewrócenie sprawności pacjenta jak również podniesienie komfortu życia. Aby osiągnąć dalszy postęp nieustannie prowadzone są dalsze prace, których celem są między innymi różne rozwiązania materiałowe, które powinny przyczynić się do zmniejszenia liczby odrzutów poimplantacyjnych, skrócenia czasu osteointegracji, czy też jak w przypadku implantów bioresorbowalnych zmniejszenie stopnia ingerencji w organizm ludzki poprzez brak konieczności reoperacji lub usunięcia implantu. Do grupy znanych i stosowanych powszechnie na implanty biomateriałów metalicznych zalicza się Ti i jego stopy, stal austenityczną 316LVM, stopy Co oraz bioresorbowalne stopy Mg, Fe i Zn. Spośród wymienionych najszersze zastosowanie mają implanty na bazie tytanu, czy to czysty technicznie tytan czy też jego stopy. Warto jednak podkreślić, że każda z ww. grup w odniesieniu do implantów ma zalety i wady (ograniczenia).

Jedną z dróg jaką prowadzi się badania jest próba wytworzenia implantów porowatych, zwiększających szanse na ograniczenie odrzutów, poprzez skrócenie czasu osteointegracji i zbliżenie się właściwościami mechanicznymi do właściwości ludzkich kości. Spore nadzieje

wiązано m. in. z wytworzeniem tytanowych pian o dużej porowatości otwartej. Niemniej jednak jak dotychczas nie opanowano problemów powtarzalności procesu oraz kontroli porowatości. Obecnie najwięcej uwagi poświęca się metodom przyrostowym, potocznie zwanymi drukiem 3D. Autorka przedstawiła swoją alternatywę pozwalającą na kontrolę udziału objętościowego i wielkości porów jaką jest wykorzystanie metod metalurgii proszków. Uważam, że problematyka naukowa podjęta w opiniowanej rozprawie doktorskiej Pani Izabeli Matuły jest aktualna, a patrząc z punktu widzenia technologii wytwarzania porowatych implantów na bazie tytanu istotna. W oparciu o studia literaturowe i wyniki własnych badań doświadczalnych sformułowano tezę pracy: „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.” i postawiono główny cel, jakim było wytworzenie ww. materiałów. Praca ma zarówno charakter badań podstawowych jak i stosowanych.

3. Ocena merytoryczna pracy

Oceniając pracę od strony merytorycznej warto podkreślić, że zaplanowane eksperymenty oraz interpretacja wyników wykonane są starannie i jako całość stanowią dobre opracowanie tematu wytwarzania detali ze stopów na osnowie tytanu o założonej porowatości. Wszystkie materiały służące do realizacji postawionej tezy, zostały wytworzone metodą metalurgii proszków z wyróżnieniem trzech etapów: wysokoenergetyczne mielenie/mieszanie proszków, izostatyczne prasowanie oraz spiekanie. Podstawą wytwarzania materiału było opracowanie technologii wytwarzania odpowiednio aglomerowanych cząstek i syntezy materiału metodą metalurgii proszków, a także określenie wpływu parametrów procesu na rozmiar i kształt cząstek proszków oraz ich rozmieszczenie w odniesieniu do utworzenia porów w detalu. Badania wykonano w sposób przemyślany i wykorzystano odpowiedni zestaw badań w celu charakterystyki wytworzonych materiałów. Uzyskano różne materiały na bazie tytanu o założonej porowatości oraz materiały gradientowe, czym Autorka udowodniła postawioną tezę. Rozprawę doktorską Pani mgr inż. Izabeli Matuły oceniam jednoznacznie pozytywnie. Za

największe osiągnięcie Autorki uważam zastosowanie dodatku biozgodnej cyny jako czynnika kontrolującego proces mielenia pozwalający na regulację wielkości cząstek proszku, poprawę uzysku materiału oraz jego ujednorodnienie, a jednocześnie nie wpływającego negatywnie na uzyskany materiał na bazie tytanu oraz opanowanej technologii wytwarzania gradientowych materiałów o zmiennej kontrolowanej porowatości. Podczas jej uważnej lektury nasuwają się jednak pewne spostrzeżenia natury polemicznej i krytycznej oraz uwagi szczegółowe (natury edycyjnej oraz inne drobne uwagi), które wyrażam poniżej:

Uwagi ogólne i dyskusyjne:

1. Wielokrotnie w rozprawie użyte jest pojęcie podejścia holistycznego do wytwarzania nowych materiałów. Trudno się z takim stwierdzeniem zgodzić. Moim zdaniem nie wskazano np. jakiego typu implant ma być wytwarzany i jakiego typu obciążenia będzie przynosił, nie wskazano jak planuje się rozwiązanie problemu ewentualnej zmiennej geometrii wytwarzanych implantów itd. Nie poruszana jest też problematyka obróbki cieplnej i stanu w jakim miałyby być stosowany taki materiał i wiele innych aspektów.
2. Do szerszego opisu wytworzonych materiałów brakuje opisu mechanizmów zużycia w konkretnych warunkach zużycia (zależnych od typu implantu) oraz badań zmęczeniowych, które wskazałyby zachowanie się porowatych elementów w warunkach cyklicznie zmiennych obciążeń. Czy np. nie dochodziłoby w takich warunkach do pęknięcia mostków?
3. Na stronie 11 znajduje się stwierdzenie „niewielki dodatek cyny pozwolił również na poprawę nanokrystalizacji materiału”. Jakie zjawisko Autorka miała na myśli?
4. Na stronie 13 znajduje się stwierdzenie „Zaprojektowany zostały cały element ...”. W rzeczywistości mówimy nie o elemencie konstrukcyjnym lecz strefach w próbce, a to jednak spora różnica.
5. Na stronie 23 błędnie przypisano niektóre cechy tytanu α i β , które pozostają w sprzeczności z danymi zamieszczonymi w tabeli 1 na stronie 24.
6. W pracy D1 określono średnie przekroje ziarn jako 35,06; 33,15; 21,17 i 34,85 μm^2 odpowiednio uzyskane przy nacisku prasowania 250, 500, 750 oraz 1000 MPa. W pracy tej nie wyjaśniono dostatecznie dlaczego przy największym nacisku prasowania uzyskano niemal identyczne przekroje ziarn jak przy najmniejszym zastosowanym nacisku (250 MPa).

7. W opisie mechanicznej syntezy użyto niefortunnie pojęcia spawania cząstek. Spawanie polega na łączeniu materiałów przez ich nagrzanie i stopienie w miejscu łączenia z dodaniem lub bez dodania spoiwa, raczej powinno się użyć słowa łączenie cząstek.
8. Opisywane na stronie 48 zmiany w mikrotwardości badanych próbek cechuje bardzo duży rozrzut. Czy jest pewność, że porowatość nie miała wpływu na pomiary twardości?
9. Czy przy badaniach modułu Younga w nanoindenterze korelowano wyniki z orientacją krystalograficzną badanych faz (ziarn)?
10. Zamieszczone na stronie 53 informacje zatytułowane wnioski są w moim odczuciu nie wnioskami lecz podsumowaniem.

Uwagi edycyjne:

1. W rozprawie w odniesieniu do właściwości mechanicznych używane są naprzemiennie właściwości i własności mechaniczne. Należało wybrać jeden sposób nazewnictwa.
2. W rozprawie znajdują się nietechniczne sformułowania jak np. zaprojektowanie konstrukcji materiału (w odniesieniu do zmiennej mikrostruktury na przekroju); kompozycja materiału (w odniesieniu do składu chemicznego); materiału po spieku (materiał po spiekaniu), metale ogniotrwałe (zamiast stopy żaroodporne).
3. Wymienione w rozprawie osiągnięcia Doktorantki nie powinny być integralną jej częścią, lecz co najwyżej należało umieścić te informacje w stosownym załączniku.
4. Na stronie 28 błędnie odniesiono się do rysunku 3 powinno być rysunek 6.
5. Na stronie 29 znajduje się mało precyzyjne stwierdzenie „granicą wytrzymałości”
6. Na stronie 31 cyt. „...większy niż rozmiar użytych cząstek węgla...”. Powinno być cząstek mocznika.
7. Strona 31 mało precyzyjne stwierdzenie „Jednakże bliższa analiza wykazała...”
8. Uwaga do rysunku 10 z pracy D5, czy twardość materiału może wynosić „0”?
9. W pracy znaleziono inne niewymienione wyżej literówki lub błędy stylistyczne, które wskazano Doktorantce.

Wszystkie przedstawione uwagi mają charakter uzupełniający i dyskusyjny oraz nie wpływają na obiór pracy jako całości. Moim zdaniem Autorka poradziła sobie z rozwiązaniem sformułowanego problemu badawczego i potwierdziła postawioną tezę.

4. Wniosek końcowy

Podsumowując stwierdzam, że rozprawa jest dobrze ulokowana w obecnym stanie wiedzy, została wykonana i napisana na odpowiednim poziomie naukowym i stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego. Autorka wykazała, że posiada szeroką wiedzę teoretyczną i praktyczną w zakresie wytwarzania i charakterystyki porowatych oraz gradientowych spieków na osnowie tytanu, zaplanowała i przeprowadziła obszerne badania, których wyniki zinterpretowała i opisała poprawnie, wyciągając logiczne i praktyczne wnioski, czym udowodniła ponad wszelką wątpliwość, że potrafi samodzielnie prowadzić badania naukowe.

Po zapoznaniu się z rozprawą doktorską mgr inż. Izabeli Matuły pt.: „Porowate materiały na bazie tytanu do potencjalnego zastosowania w medycynie” stwierdzam, że spełnia ona wymagania formalne stawiane rozprawom doktorskim zawarte w stosownej ustawie oraz wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Inżynierii Materiałowej Uniwersytetu Śląskiego o dopuszczenie jej do publicznej obrony.



Prof. dr hab. inż. Piotr Bała