

Prof. dr hab. inż. Jan Sieniawski
Katedra Nauki o Materiałach
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa
Politechnika Rzeszowska
ul. Żwirki i Wigury 4, 35-959 Rzeszów

Rzeszów, 9 listopada 2024 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Jerzego DYBICHA

pt.: „*Badanie sekwencyjnych odkształceń plastycznych celem uzyskania optymalnych właściwości mechanicznych, przy jednoczesnym zachowaniu zapasu plastyczności oraz wdrożenie do produkcji gwoździ ortopedycznych przeznaczonych do osteosyntezy śródszpikowej kości w okresie wzrostowym*”. Podstawa opracowania recenzji:
**pismo Przewodniczącego Rady Naukowej Instytutu Inżynierii Materiałowej
Uniwersytetu Śląskiego nr WNST/BEOL.411.17.2024 z dnia 21 października 2024 r.**

Ogólna charakterystyka rozprawy

Przełom 20. i 21. wieku cechuje intensywny rozwój nieorganicznych i organicznych materiałów funkcjonalnych stosowanych w medycynie. Szczególne zastosowanie, od początkowego stadium opracowania i wprowadzenia implantów do medycyny, miały materiały metaliczne, przede wszystkim określone gatunki austenitycznej stali nierdzewnej kwasoodpornej oraz w stadium kolejnym tytan i stopy tytanu – obecnie także stopy innych pierwiastków. Spełniały bowiem w stopniu najwyższym podstawowe kryteria medycyny – biogodności z płynami organicznymi człowieka, także cechowały się określoną charakterystyką ich właściwości wytrzymałościowych. Jednocześnie w dziedzinie medycyny występuje wraz z rozwojem techniki wyjątkowo duże zainteresowanie szerokim wprowadzaniem implantów, często z pionierskimi rozwiązaniami konstrukcyjnymi. Użytkowanie implantów medycznych wprowadziło dodatkowe kryteria doboru ich materiałów z wyodrębnieniem zarówno zastosowania w układzie budowy człowieka, do którego są wprowadzane, jak również spełniania czynności funkcjonalnych w tym układzie. Właściwości biologiczne, także mechaniczne materiałów implantów powinny być zbliżone do właściwości tkanek

przejętych przez implanty i które spełniają ich funkcje w wyznaczonym układzie człowieka. Realizowane są więc ciągle badania skoncentrowane na opracowaniu nowych materiałów oraz procesów ich wytwarzania i przetwarzania dla uzyskania implantów z materiałów metalicznych spełniających prognozowane wymagania w zakresie właściwości biologicznych i fizycznych oraz mechanicznych, także funkcjonalnych. Materiały metaliczne – funkcjonalne, stosowane we współczesnej medycynie muszą więc spełniać jej wysokie wymagania. Wymusza to jednak pokonywanie wielu barier metalurgicznych, technologicznych i konstrukcyjnych. Przede wszystkim wymaga gruntownego rozszerzenia wiedzy o podstawowych czynnikach strukturalnych występujących w procesach ich wytwarzania i charakterystycznych dla danego obszaru nauki o materiałach.

Racjonalne zastosowanie nowych materiałów – także w medycynie – spełniających najwyższe wymagania w zakresie technologii i medycyny, uwzględnia więc obecnie zarówno kryteria doboru ich właściwości biologicznych, fizycznych i mechanicznych, jak również kryteria ekonomiczne w zakresie charakteryzowania i prognozowania ich właściwości – także doboru technik wytwarzania oraz opracowania procesu technologicznego projektowanych wyrobów dla ich wdrożenia do produkcji.

Opiniowana rozprawa doktorska mgr. inż. Jerzego Dybicha pt. *„Badanie sekwencyjnych odkształceń plastycznych celem uzyskania optymalnych właściwości mechanicznych, przy jednoczesnym zachowaniu zapasu plastyczności oraz wdrożenie do produkcji gwoździ ortopedycznych przeznaczonych do osteosyntezy śródszpikowej kości w okresie wzrostowym”* stanowi obszernie opracowanie charakteryzowanych zagadnień metaloznawstwa stali oraz jej technologii uściślonych w tytule rozprawy. Dotyczy opracowania składu chemicznego nowego gatunku stali austenitycznej kwasoodpornej BIOVAL 5832-1 oraz warunków jej procesu wytwarzania i przetwarzania, analizy składu fazowego i charakteryzacji morfologii składników fazowych jej mikrostruktury, kształtowanej zabiegami obróbki cieplnej i cieplno-plastycznej, także ich oddziaływania na właściwości mechaniczne – wytrzymałość na rozciąganie i granicę plastyczności oraz wydłużenie determinujące jej zastosowanie w produkcji gwoździ ortopedycznych przeznaczonych do osteosyntezy śródszpikowej kości.

Gatunki stali austenitycznej grupy AISI 316L szczególnie stali 316LVM znajdują obecnie szerokie zastosowanie w produkcji m.in. gwoździ, wkrętów kostnych i drutów dla ortopedii. Dotychczas podstawowa stal AISI 316L tej grupy stali nie jest wytwarzana w kraju. Analiza danych w obszarze medycyny wskazuje ponadto na konieczność ciągłego zwiększania właściwości wytrzymałościowych tej stali przy zapewnieniu wystarczającej jej plastyczności determinowanej rozwojem konstrukcji implantów i wymaganiami medycyny klinicznej oraz pacjentów. Jednocześnie analiza danych literaturowych charakteryzujących procesy metalurgiczne tej stali w warunkach

prowadzących do ograniczenia objętości względnej wtrąceń niemetalicznych – technika próżniowa – wskazuje na możliwość modyfikowania jej właściwości użytkowych. Dotyczą w szczególności oddziaływania składu chemicznego i fazowego, jednorodności ziarn austenitu i średniej średnicy jego ziarna na mechanizm odkształcania plastycznego stali i jej stopień umocnienia. Warunkują zapewnienie wymaganej plastyczności stali w procesach jej wytwarzania i przetwarzania dla uzyskania implantów ortopedycznych o wysokich właściwościach użytkowych. Stąd w mojej ocenie zagadnienia naukowo-badawcze podjęte w ramach opiniowanej rozprawy doktorskiej są aktualne w inżynierii materiałowej i medycynie i w pełni uzasadnione.

Ocena rozprawy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr. inż. Jerzego Dybicha pt. *„Badanie sekwencyjnych odkształceń plastycznych celem uzyskania optymalnych właściwości mechanicznych, przy jednoczesnym zachowaniu zapasu plastyczności oraz wdrożenie do produkcji gwoździ ortopedycznych przeznaczonych do osteosyntezy śródszpikowej kości w okresie wzrostowym”* dotyczy ustalenia wpływu stopnia modyfikowania składu chemicznego austenitycznej stali 316L w zakresie ustalonych wymagań wg normy ISO 5832 dla opracowania nowego gatunku stali tej grupy, cechującej się większymi właściwościami użytkowymi oraz dużą biogodnością w zastosowaniach na nieblokowane gwoździe śródszpikowe typu Kirschner i Steiman. Określono warunki procesu metalurgicznego opracowanej stali, także warunki kolejnych procesów jej przetwarzania – obróbki cieplnej i cieplno-plastycznej prowadzonej w założonych warunkach termodynamicznych, również w złożonym stanie naprężenia i odkształcenia półwyrobów – prętów, dla uzyskania podwyższonej ich plastyczności. Stwierdzam, że w opiniowanej rozprawie uwzględniono szeroki i wyczerpujący zakres badań dotyczących wpływu pierwiastków stopowych na skład fazowy i morfologię mikrostruktury stali, także na mechanizmy jej umocnienia. Uzyskane wyniki stanowiły podstawę do ustalenia ich synergii oddziaływania na rezultaty opracowanych procesów metalurgicznych, przyjętych w realizacji wielowątkowych zadań badawczych.

Treść opiniowanej rozprawy doktorskiej mgr. inż. Jerzego Dybicha (stron 130) podzielona jest na 6 rozdziałów i uzupełniona wykazem literatury oraz najważniejszych oznaczeń i skrótów, spisem tablic i rysunków, streszczeniami pracy w języku polskim i angielskim, także rezultatami prac wdrożeniowych i załącznikiem. Zawiera 88 rysunków i 35 tablic oraz wykaz 57 pozycji literatury. Rozprawa została przygotowana w konwencjonalnej formie – przedstawiono stan zagadnienia na podstawie danych literaturowych i wyników badań własnych z zakresu jej tematyki, sformułowano tezy oraz cel realizowanych zadań badawczych. Scharakteryzowano następnie i poddano analizie uzyskane wyniki badań własnych oraz dokonano ich podsumowania i sformułowano wnioski.

Wstęp do zagadnień omawianych w rozprawie zawarto w rozdziałach 1. i 2. odpowiednio *Wprowadzenie* i *Stan zagadnienia*. Przedstawiono gatunki stali nierdzewnej kwasoodpornej stosowane na implanty w medycynie z uwzględnieniem rozwoju grupy stali 316. Podano ogólną charakterystykę tej stali – skład chemiczny i fazowy, mikrostrukturę i właściwości mechaniczne. Wykazano wymagania procesu metalurgicznego dla uzyskania prognozowanych jej właściwości użytkowych i jakości, zapewniającej wykorzystanie w wytwarzaniu implantów szczególnie w chirurgii kostnej.

W rozdziale 3. *Cel i teza pracy* sformułowano tezę rozprawy, że uzupełnienie unormowanego składu chemicznego stali 316 o większą zawartość molibdenu przy jednoczesnym zmniejszeniu zawartości miedzi oraz zastosowanie w przeróbce plastycznej na zimno półwyrobów gniotu <40%, umożliwi wytworzenie z niej drutu o podwyższonej plastyczności przeznaczonego do produkcji nieblokowanych gwoździ śródszpikowych. Wykazano jednocześnie cele naukowe i technologiczne rozprawy – ustalenie zależności składu fazowego oraz struktury i mikrostruktury od opracowanego składu chemicznego stali, od warunków realizacji procesu metalurgicznego oraz procesów obróbki cieplnej i cieplno-plastycznej i ich wpływu na jej właściwości mechaniczne. Także wykazano możliwości kontroli właściwości plastycznych w procesie przeróbki plastycznej na zimno wytwarzanych prętów determinujących ich wdrożenie do produkcji gwoździ śródszpikowych.

Metodykę badań przyjętą w rozprawie omówiono w rozdziale 4. *Zastosowane metody badawcze i metodyka badań*. Prowadzono analizę składu chemicznego i fazowego wytwarzanej stali. Wykonano badania mikroskopowe oraz właściwości mechanicznych stali w próbie statycznej rozciągania i próbie twardości. Stosowano metody dyfrakcji rentgenowskiej do charakteryzacji struktury krystalicznej wytworzonej stali. Wykonano także badania biologiczne stali i jej odporności korozyjnej. Stwierdzam, w ocenie tej części pracy, prawidłowe zdefiniowanie celu naukowego i wdrożeniowego rozprawy, jak również poprawne przyjęcie metod badawczych dla scharakteryzowania struktury i mikrostruktury opracowanej i wytworzonej stali.

Wyniki badań własnych przedstawiono w rozdziale 5. *Badania własne*. Omówiono kryteria przyjęte w opracowaniu składu chemicznego stali, warunków jej procesu metalurgicznego oraz procesów wytwarzania i przetwarzania. Wykonano wytopy stali BIOVAL 5832-1 oraz jej przeróbkę plastyczną do półwyrobu w postaci walcówki. Przeprowadzono dobór narzędzi i warunków procesu przeróbki plastycznej do wytworzenia drutów stali BIOVAL 5832-1 – opracowano sekwencję jego przebiegu z różną wartością gniotu oraz określono wpływ obróbki cieplnej międzyoperacyjnej na kształtowanie mikrostruktury i właściwości mechaniczne. Określono wpływ stopnia odkształcenia plastycznego stali oraz zabiegów prostowania prętów na wydzielanie się cząstek faz wyróżniających się właściwościami magnetycznymi. Ustalono stopień

oddziaływania struktury geometrycznej powierzchni prętów stali na właściwości technologiczne i mechaniczne wytwarzanych gwoździ śródszpikowych. Przeprowadzono charakteryzację mikrostruktury i składu fazowego wytworzonych gwoździ śródszpikowych oraz ich właściwości biologicznych i mechanicznych. Wykonano analizę SWOT dla opracowanej dokumentacji technologicznej i technicznej dla procesu ich produkcji.

Wyróżniająco i na wysokim poziomie prowadzono charakteryzację składu fazowego oraz struktury i mikrostruktury opracowanej stali BIOVAL 5832-1 w kolejnych etapach jej procesu metalurgicznego realizowanego z uwzględnieniem techniki próżniowej, także w procesach jej przetwarzania i wytwarzania półwyrobów i wyrobów. Analiza uzyskanych wyników badań metodami mikroskopii świetlnej i elektronowej oraz dyfrakcji rentgenowskiej uznają za szczególnie istotne uzupełnienie aktualnego stanu wiedzy w obszarze charakteryzacji zjawisk fizycznych determinujących sekwencję i przebieg przemian fazowych i procesów wydzieleniowych cechujących gatunki grupy austenitycznej stali nierdzewnej kwasoodpornej określonej normą ISO 5832-1 oraz mających wpływ na morfologię i rozmiary ziarna austenitu. Oddziałują także na jej właściwości mechaniczne, przede wszystkim plastyczność tej stali w temperaturze pokojowej oraz umożliwiają uzyskanie prawidłowej jakości wytwarzanych półwyrobów bądź wyrobów w procesie produkcyjnym gwoździ ortopedycznych.

W rozdziałach 6. *Dyskusja wyników*, 7. *Wnioski* i 8. *Rezultaty prac wdrożeniowych* zawarto syntetyczne podsumowanie wyników wykonanych badań. Doktorant mgr inż. Jerzy Dybich wykazuje, że stanowią one pełne uzasadnienie dla uzyskanych i sformułowanych wniosków o charakterze poznawczym i aplikacyjnym, skutkującym opracowaniem i wdrożeniem nowego gatunku stali austenitycznej kwasoodpornej dla zastosowania w medycynie. Stara się, z powodzeniem, potwierdzić wyznaczony cel rozprawy i opiera się na powszechnie akceptowanej wiedzy dotyczącej zagadnień badawczych podjętych dla jego osiągnięcia.

Rozdziały 5÷7 – części rozprawy w zakresie badań własnych – eksperymentalnych, potwierdzają jednocześnie dobrą organizację szeroko zaplanowanych i realizowanych kolejnych zadań badawczych. Niewątpliwym walorem prowadzonych badań weryfikujących przyjęte założenia i hipotezę badawczą jest skrupulatność i dążenie do uzyskania maksymalnej liczby informacji zwiększających stopień prawdopodobieństwa przyjętych założeń oraz wykazania synergii oddziaływania czynników strukturalnych, metalurgicznych i technologicznych charakteryzujących procesy wytwarzania i przetwarzania opracowanej autorskiej stali BIOVAL 5832-1 stanowiących podstawę jej wdrożenia do produkcji.

Podsumowanie oceny rozprawy i wnioski końcowe

Analiza treści rozprawy doktorskiej mgr. inż. Jerzego Dybicha zawierającej wyniki badań własnych, również ich analizę, pozwala stwierdzić, że spełnione zostały założone cele realizowanych kolejnych zadań badawczych. Ustalono, z uwzględnieniem danych literaturowych, skład chemiczny stali oraz kolejność operacji i zabiegów jej procesu metalurgicznego, także procesów przeróbki plastycznej i obróbki cieplnej półwyrobów. Poprawnie prowadzono analizę składu chemicznego i fazowego oraz równie poprawnie stosowano przyjętą metodykę badań dla charakteryzacji struktury i mikrostruktury wytwarzanej stali, także prawidłowo wyodrębniono główne ich rezultaty.

Oceniam, że przyjęty sposób prowadzenia dyskusji wyników jest na dobrym poziomie. Doktorant prawidłowo wyodrębnił w wykonanej analizie główne rezultaty badań i niezbędne – stanowiące podstawę do dalszej ich kontynuacji i uzyskania przyjętego celu badawczego w kolejnym etapie badań. Potwierdza więc jednocześnie dobrą znajomość zagadnień związanych z tematyką rozprawy. Wykazuje się umiejętnością formułowania problemów naukowo-badawczych o charakterze interdyscyplinarnym oraz ich rozwiązywania. Udowodnił, że jest możliwość opracowania nowego gatunku stali oraz procesów jej wytwarzania i przetwarzania o prognozowanych właściwościach mechanicznych i biologicznych z uwzględnieniem kryteriów ustalonych i wymaganych dla zastosowania w medycynie.

Osiągnięcia technologiczne i naukowe scharakteryzowane w rozprawie uważam za nowatorskie i o dużym znaczeniu dla rozwoju technologii grupy gatunków stali nierdzewnej austenitycznej stosowanych w medycynie, przede wszystkim na implanty w układzie kostnym człowieka. Sformułowane wnioski, zarówno w poszczególnych etapach prowadzonych badań, jak również zawarte w podsumowaniu uzyskanych wyników badań realizowanych w ramach rozprawy, nie wchodzą poza zakres wykonanych eksperymentów i stanowią solidną podstawę do ich kontynuacji. Uznaję i podkreślam, że mgr inż. Jerzy Dybich dokonuje jednocześnie ich podsumowania poprzez przedstawienie zgłoszenia patentu i opracowanej technologii stali BIOVAL 5832-1 stanowiących podstawę wdrożenia do przemysłu.

W mojej ocenie mgr inż. Jerzy Dybich osiągnął założony cel rozprawy. Potwierdzeniem jest wykazanie kryteriów doboru składu chemicznego stali oraz opracowanie warunków procesów wytwarzania i przetwarzania stali BIOVAL 5832-1. Podstawą opracowania technologii tej stali była analiza wyników szerokich badań realizowanych w zakresie analizy składu chemicznego i fazowego, charakteryzacji struktury i mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych i biologicznych, także szczegółowa analiza uzyskanych wyników badań, prowadząca do poprawy jakości stali (plastyczność w temperaturze pokojowej).

Stwierdzam, że rozprawę doktorską przedstawioną do oceny przygotowano starannie. Usterki występujące w jej treści nie są liczne, w większości dotyczą terminologii i przyjętego słownictwa technicznego, niekiedy również usterek stylistycznych i nie wpływają na obniżenie jej poziomu. Zostały przekazane Doktorantowi do przemyślenia i wprowadzenia w przyszłej pracy naukowo-badawczej.

W podsumowaniu mojej opinii stwierdzam, że przedstawiona rozprawa doktorska mgr. inż. Jerzego Dybicha prezentuje solidny poziom naukowy i technologiczny. Uzyskane osiągnięcie naukowe i technologiczne stanowi interdyscyplinarne opracowanie zagadnień określonych w celu rozprawy i ma cechy nowości w zakresie technologii stali dla medycyny. Stanowi także podstawę wdrożenia do przemysłu. Uzyskane rezultaty wymagały zrealizowania złożonych i szeroko rozbudowanych zadań badawczych oraz wnikliwej analizy ich wyników. Dlatego uznaję rozprawę za wyróżniającą w scharakteryzowanym obszarze wiedzy i technologii. W mojej ocenie wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim przez Ustawę z dnia 20 lipca 2018 r. są w pełni spełnione. Stąd wnioskuję o dopuszczenie mgr. inż. Jerzego Dybicha do jej obrony przed Radą Naukową Instytutu Inżynierii Materiałowej Uniwersytetu Śląskiego.

