

Recenzja pracy doktorskiej

mgr inż. Jerzego Dybicha pt.:

Badanie sekwencyjnych odkształceń plastycznych celem uzyskania optymalnych własności mechanicznych, przy jednoczesnym zachowaniu zapasu plastyczności oraz wdrożenie do produkcji gwoździ ortopedycznych przeznaczonych do osteosyntezy śródszpikowej kości w okresie wzrostowym

Niniejszą recenzję opracowano na zlecenie Przewodniczącego Rady Naukowej Instytutu Inżynierii Materiałowej Wydziału Nauk Ścisłych i Technicznych Uniwersytetu Śląskiego w Katowicach (z dnia 21.10.2024r).

Ocena istotności problemu naukowego rozprawy

Materiały biomedyczne, ich dostępność oraz niezawodność w kontakcie z żywą tkanką stanowią o rozwoju dziedziny jaką jest medycyna, a szczególnie implantologia. Badaniom naukowym, które są skupione wokół tej tematyki przypisuje się duże znaczenie poznawcze a przede wszystkim użytkowe z tego względu, że zapotrzebowanie na materiały te nie słabnie a w ostatnich niespokojnych czasach zapotrzebowanie na ich produkcję jest coraz większe. Należy podkreślić, że zasadniczymi biomateriałami wykorzystywanymi w implantologii są metale i ich stopy, ze względu na to, że cechują się korzystnym zespołem właściwości mechanicznych (odporność na kruche pękanie, odporność na korozję zmęczeniową oraz wytrzymałość na rozciąganie). Zastosowanie takich materiałów, które dobrze spełniają swoje funkcje biologiczne jak biogodność czy bioresorbowalność jest również istotne ze względu na fakt, że mogą być w pełni poddane recyklingowi. Należy jednoznacznie stwierdzić, że w obszarze nauk technicznych nad biomateriałami do tej pory poszukuje się rozwiązań, które zwiększą dokładność implantacji oraz zwiększą skuteczność i niezawodność eksploatacyjną. Jedną z technik operacyjnego leczenia złamań oraz nieprawidłowości zrostu kości długich jest proces zespalania kości z użyciem implantów kostnych typu wkretów lub gwoździ, które często

wykonuje się ze stali austenitycznej. Szczególnie zastosowanie stali austenitycznych staje się uniwersalnym rozwiązaniem ze względu na to, że materiał po zastosowaniu odpowiednich zabiegów technologicznych może zapewnić wymaganą sztywność, wytrzymałość, elastyczność a także dopasowanie do kości, która zapewni idealny ich zrost. Jednakże proces technologiczny dotyczący wytwarzania biomateriałów ze stali austenitycznych jest niezwykle skomplikowany, bowiem stosowane technologie obejmują operacje odlewania, przetwarzania i kształtowanie w stanie stałym za pomocą przeróbki plastycznej, obróbki cieplnej oraz obróbki powierzchniowej. Należy wspomnieć, że procesy te wymagają zastosowań odpowiedniego oprzyrządowania, jak np. skomplikowanego doprowadzenia atmosfery ochronnej podczas stapiania. Czynnikiem decydującym o poprawności wytworzonego implantu podczas tak złożonych zabiegów technologicznych jest wiele. Są to przede wszystkim techniki wytwarzania oraz ich parametry, skład chemiczny stopu oraz mikrostruktura. Należy również dodać, że każdy z etapów produkcji jest ściśle kontrolowany, aby w efekcie finalnym produkt nadawał się do zastosowań w medycynie.

Szczególnym zagadnieniem w obszarze implantologii jest znalezienie odpowiedniej stali, która byłaby dostosowana do zespoleń kostnych dla pacjentów w fazie wzrostu. Jest to istotny problem związany z użytkowaniem stabilizującego implantu, tak aby odpowiednio przenosił obciążenia. Należy podkreślić, iż do tej pory problem ten nie został jednoznacznie rozwiązany. Znalezienie zatem nowego materiału, który będzie jednocześnie wykazywał odpowiednie właściwości wytrzymałościowe (lepsza elastyczność i plastyczność) oraz charakteryzował się właściwą mikrostrukturą ma ogromne znaczenie użytkowe.

Zdefiniowanym problemem podjętym w rozprawie doktorskiej Pana mgr inż. Jerzego Dybicha jest opracowanie technologii wytwarzania ortopedycznych gwoździ śródszpikowych wykonanych ze stali austenitycznych, które są dostosowane do wymagań stawianych implantom przeznaczonych dla pacjentów w fazie wzrostu oraz wdrożenie ich do produkcji. Aspektem naukowym niniejszej pracy było scharakteryzowanie właściwości fizykochemicznych, mechanicznych oraz struktury na poszczególnych etapach wytwarzania oraz powiązanie zależności pomiędzy parametrami przeróbki plastycznej na zimno uzyskanych drutów i prętów.

Stwierdzam, że w tym kontekście podjęta przez Pana mgr inż. Jerzego Dybicha tematyka pracy doktorskiej jest aktualna oraz ważna z punktu widzenia zarówno praktycznego jak i poznawczego. Należy dodać, iż praca ta wpisuje się także w nurt tematyki badawczej realizowanej w Instytucie Inżynierii Materiałowej Wydziału Nauk Ścisłych i Technicznych Uniwersytetu Śląskiego.

Sformułowanie tezy i celu pracy otwiera część eksperymentalną. Główny cel pracy sprowadza się do wytworzenia ortopedycznych gwoździ śródszpikowych nieblokowanych wykonanych ze stali austenitycznej o podwyższonej plastyczności oraz powiązanie zależności pomiędzy parametrami procesowymi wytwarzania i przetwarzania stali za pomocą techniki odkształcania plastycznego z właściwościami mechanicznymi, fizykochemicznymi oraz mikrostrukturą. Cel ten został zrealizowany z uwzględnieniem trzech aspektów: naukowego, biznesowego i medycznego.

Zakres badań, który zawiera się w szczegółowo opisanym rozdziale „Zastosowane metody badawcze i metodyka badań” jest wyczerpujący, rzeczowo zaplanowany i adekwatny do podjętej problematyki niniejszej pracy. Zaproponowany przez Doktoranta program badań eksperymentalnych, obejmował:

- 1) Analizę składu chemicznego oraz czystości wlewka nowo wytworzonej stali z zastosowaniem spektrometrów emisyjnego oraz spektrometrów analitycznych.
- 2) Badania mikrostruktury z zastosowaniem mikroskopii świetlnej, mikroskopii elektronowej skaningowej, transmisyjnej oraz badania z zastosowaniem dyfrakcji rentgenowskiej.
- 3) Badania właściwości mechanicznych z zastosowaniem statycznej próby rozciągania oraz pomiary mikrotwardości.
- 4) Badania właściwości magnetycznych z zastosowaniem frytometru Foerstera oraz z wykorzystaniem magnetometru.
- 5) Badania odporności korozyjnej w komorze solnej (medium stanowił roztwór chlorku sodu).
- 6) Badania biologiczne z zastosowaniem kontroli hodowli, negatywną, pozytywną i odczynnikową.

W rozdziale „Badania własne” Doktorant w przejrzysty sposób opisał część technologiczną dotyczącą wytworzenia oraz przetworzenia stali do postaci końcowych wyrobów. Umiejętność przedstawienia najistotniejszych informacji w bardzo dostępnej i zwartej formie z uwzględnieniem ważnych szczegółów technologicznych świadczy o dużej znajomości zagadnień z branży hutniczej. Wymienię tutaj najistotniejsze operacje, które były realizowane:

- Wytopienie nowej stali o nazwie BIOVAL 5832-1 w piecu elektrycznym w połączeniu z pozapiecową obróbką konwertorową mającą na celu usunięcie zanieczyszczeń oraz wtrąceń niemetalicznych.
- Przetopienie stali w próżniowym piecu łukowym.

- Przeróbka plastyczna na gorąco wlewków do postaci kęsisk a następnie kęsów. (w celu uzyskania odpowiednich kształtów półwyrobów przeprowadzono kolejno: kucie wlewków na gorąco a następnie walcowanie kęsisk do postaci kęsów).
- Wytworzenie walcówki na linii walcowniczej o regulowanym chłodzeniu natryskiem wody.
- Obróbka cieplna walcówki (przesycanie) oraz trawienie chemiczne powierzchni celem usunięcia warstwy tlenków.

Materiał w postaci walcówki przed operacją odkształcania plastycznego na zimno, został poddany szczegółowym badaniom składu chemicznego, fazowego oraz struktury. Przeprowadzone badania potwierdziły, że udziały pierwiastków stopowych mieściły się w przedziałach określonych w normie ISO- 5832-1. Eksperymentalne badania składu fazowego z wykorzystaniem dyfrakcji rentgenowskiej i metody Rietvelda na podstawie których wyznaczono parametry sieci powstałej fazy dowiodły, że w całej objętości materiału występuje jedna faza austenityczna. Natomiast badania z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) i transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) potwierdziły obecność wyznaczonego wcześniej składu fazowego, a dodatkowo wykazały obecność nielicznych wtrąceń niemetalicznych. Pragnę szczególnie podkreślić wagę cennych badań pomiaru tekstury techniką dyfrakcji rentgenowskiej. Na podstawie tych badań wykazano, że w materiale kształtują się tekstury osiowe a stopień stekstrowania półwyrobu nie był wysoki i jednoznacznie wskazywał na zachodzenie w materiale dwóch mechanizmów odkształcenia plastycznego- poślizgu i bliźniakowania. Dodatkowo wyznaczono średnią średnicę ziarna na przekrojach wzdłużnych i poprzecznych (za pomocą opracowanej własnej metody). Określono ponadto właściwości mechaniczne i odporność korozyjną. Przeprowadzone badania walcówki po procesie kształtowania plastycznego na gorąco potwierdziły, że uzyskano wysoką czystość metalurgiczną oraz drobnoziarnistą jednofazową strukturę. Natomiast wysoki zapas plastyczności „pretendował” materiał do dalszego odkształcania na zimno w celu otrzymania finalnego produktu jakim są druty. Do otrzymania drutów zastosowano przeróbkę na zimno poprzez przeciąganie osiowo-centryczne. Pomijając opisane w pracy elementy stricte technologiczne jak np. dobór ciągadeł, środków smarnych, czy eksperymentalne określenie krytycznej prędkości ciągnięcia. Należy szczególnie podkreślić istotne osiągnięcie Doktoranta jakim jest zaprojektowanie i zrealizowanie procesu ciągnięcia dla trzech kolejno sekwencji:

- I- redukcja średnicy z 5,5 do 1,2 mm realizowana w 12 przepustach z gniotem sumarycznym wynoszącym 95,2%.

- II- redukcja średnicy z 5,5 do 1,8 mm zrealizowana w 8 przepustach z gniotem sumarycznym wynoszącym 88,5%. Przed przystąpieniem do drugiego przepustu (średnia średnica wynosiła 5,3 mm) zastosowano przesycanie międzyoperacyjne.
- III- redukcja średnicy z 5,5 do 1,2 mm zrealizowana 10 przepustach z gniotem sumarycznym wynoszącym 84%. Przed przystąpieniem do czwartego przepustu (średnia średnica wynosiła 3 mm) zastosowano przesycanie międzyoperacyjne.

W celu przeanalizowania wpływu zastosowanych sekwencji/parametrów redukcji średnicy drutu na strukturę i właściwości mechaniczne posłużono się podobnym pakietem badań mechanicznych i strukturalnych, który był zastosowany do analizy walcówki uzyskanej podczas kształtowania na gorąco. Badania dyfraktometryczne potwierdziły, że parametry sieci materiału odkształcanego na zimno nie zmieniły się w porównaniu z materiałem walcówki a materiał nadal składał się z jednej fazy. Zmianie uległa średnia wielkość krystalitów oraz wartości naprężeń sieciowych. W przypadku sekwencji II i III, gdzie stosowano międzyoperacyjne wyżarzanie, eksperymentalnie wytypowano temperaturę przesycania spośród trzech zastosowanych wariantów: 950°C, 1000°C, i 1050°C. Na podstawie przeprowadzonych badań strukturalnych dowiedziono, że przesycanie w temperaturze 1050 °C jest najodpowiedniejszym wariantem obróbki cieplnej z uwagi na jednorodność wielkości ziarna zrekrystalizowanego.

Powiązanie średniej wielkości ziarna dla przekroju poprzecznego i wzdłużnego w zależności od średnicy drutu oraz zależność stosunków średnic ziaren od średnicy drutu dla wszystkich sekwencji przeróbki plastycznej zestawiono kolejno na rys. (5.28, 5.29, 5.40, 5.41). Są to cenne wyniki, które w połączeniu z badaniami za pomocą mikroskopii SEM/EBSD, a także w połączeniu z badaniami tekstury pozwoliły na wyciągnięcie konkretnych wniosków dotyczących odkształcania z wykorzystaniem wybranych sekwencji. W zakresie badań mechanicznych opracowano zależność wytrzymałości na rozciąganie R_m i umownej granicy plastyczności $R_{0,2}$ w zależności od średnicy drutu dla poszczególnych sekwencji. Dodatkowo wyznaczono zależność współczynnika „gama”, który ujmuje stosunek granicy plastyczności do wytrzymałości na rozciąganie od średnicy drutu (rys. 5.35, 5.42, 5.43). Wyniki badań mechanicznych (poszerzone o właściwości plastyczne – wydłużenie i przewężenie oraz moduł Younga zostały również zebrane w postaci tabelarycznej (Tab.5.13, 5.14) Przedstawiony sposób prezentacji danych oraz opis wyników jest czytelny i przejrzysty. Doktorant dochodzi do słusznych wniosków wykazując na fakt, że im mniejsza średnica drutu (mniejsze ziarno) tym większa wytrzymałość na rozciąganie, i większa umowna granica plastyczności. Jednocześnie zauważa odstępstwo od tej zasady przy redukcji drutu do średnicy 2.65 mm

tłumacząc to występowaniem rekrytalizacji dynamicznej (gdyż dla drutu o średnicy 2.65 można było odkształcać materiał w większym zakresie odkształceń plastycznych nie powodując jego zniszczenia), jednoznacznie wskazując na najkorzystniejsze warianty odkształcenia plastycznego.

Doktorant zwrócił uwagę na zjawisko niejednorodności odkształcenia podczas kształtowania plastycznego na zimno, która poprzez strukturę przekłada się na otrzymane właściwości mechaniczne. W celu zbadania jednorodności przeprowadzono pomiary mikrotwardości w osi drutu, w odległości 50% oraz w odległości 90% od osi drutu. Zmiany twardości od stopnia gniotu opisano na rys. 5.44 i 5.45. Szczegółowe badania potwierdziły, że zastosowane technologie ciągnięcia nie powodują zróżnicowania jednorodności właściwości na przekrojach poprzecznych. Przeprowadzone w tej części badania są bardzo wartościowe i istotne z uwagi na fakt, że uzyskane wyniki „badań wstępnych” drutu, pozwoliły na wytypowanie technologii przeróbki plastycznej drutu, przeznaczonego do wytworzenia partii gwoździ śródszpikowych oraz zaprojektowania gniotów jednostkowych do uzyskania przyjętych średnic drutów: 3.6; 2.5; 2.1; 1.9. Przeprowadzono chronologicznie badania strukturalne i badania właściwości mechanicznych wyprodukowanych drutów o dedykowanej średnicy dla uzyskania końcowych wyrobów. Średnie średnice ziaren wyprodukowanych prętów nie były większe niż 12 mm, co jest zgodne z wymogami normatywnymi. Natomiast przyjęta liczba przepustów oraz gnioty jednostkowe spowodowały poprawę właściwości mechanicznych.

Pewnym osiągnięciem są również badania właściwości magnetycznych, które nie wykazały obecności fazy magnetycznej dla całego zakresu gniotów sumarycznych. Na wytworzonych prętach dedykowanych do produkcji gwoździ śródszpikowych wytworzonych kolejno poprzez proces prostowania, cięcia oraz przygotowanie powierzchni poprzez szlifowanie dokonano pomiarów chropowatości z wykorzystaniem mikroskopii SEM. Na wytworzonych w 7 operacjach gwoździach śródszpikowych dokonano oceny struktury, właściwości mechanicznych, fizycznych i biologicznych. Wykonano dodatkowo badania na gotowych elementach przy użyciu prostych testów w oparciu o metody mikroskopii świetlnej mającej na celu ocenę jakości wykonanego ostrza, gładkości powierzchni czy badania powierzchni materiału po przeprowadzonych testach zginania w celu oceny tzw. efektu „skórki pomarańczy”. Uwieńczeniem licznych i kolejno usystematyzowanych badań było przeprowadzenie badań cytotoxyczności z wykorzystaniem testu in-vitro za pomocą metody bezpośredniej.

Część teoretyczną pracy kończą rozdziały „Dyskusja wyników”, oraz „wnioski” które uwzględniają najważniejsze spostrzeżenia wynikające ze zrealizowanych badań. Stwierdzam,

że Doktorant poprzez zrealizowany rozległy program badań oraz analizę uzyskanych wyników uzyskał poszerzoną wiedzę na temat mikrostruktury, właściwości mechanicznych i fizykochemicznych nowej austenitycznej stali do zastosowań na gwoździe ortopedyczne przeznaczone do osteosyntezy śródszpikowej.

Muszę zaznaczyć, iż tekst rozprawy został przygotowany z poszanowaniem reguł języka polskiego. Strona redaktorska pracy nie budzi większych zastrzeżeń, a dostrzeżone gdyż błędy redakcyjne były nieliczne. Wymienię najważniejsze uchybienia:

Str. 31. (Wiersz 3 licząc od dołu) zamiast „przyłożonej” powinno być „przyłożonego”

Str. 44. (wiersz 3 od dołu) zamiast „linie trawiąca” powinno być „linie trawiące”

Str. 44 (wiersz 10 od góry) zamiast piaskowa powinno być „piaskowana”

Str. 41 (wiersz 7 od dołu) niepotrzebnie pojawiło się słowo „mechanicznych” w zdaniu rozpoczynającym się od słów „ W celu zapewnienia odpowiednich właściwości itd....”

Str. 41 (wiersz 6 od dołu) niepotrzebnie pojawiło się słowo „przed” w zdaniu rozpoczynającym się od słów „ Cały proces przerabiania....”

Czuję się zobligowana do poruszenia kilku kwestii dyskusyjnych, do których Pan mgr inż. Jerzy Dybich będzie miała możliwość ustosunkować się podczas publicznej obrony:

- 1) Wiadomo, że za uzyskanie dużej plastyczności odpowiedzialny jest efekt bliźnikowania. Proszę o wyjaśnienie jaka jest rola procesu bliźniakowania (tekstura od bliźniaków jest na poziome ok. 18%) w procesie odkształcania plastycznego i jak ten proces może wpływać na tzw. zapas plastyczności wyrażony współczynnikiem „gama” w Pańskiej pracy.
- 2) Na stronie 51, rys. 5.16 widoczna jest struktura austenitu z bliźniakami. Proszę o informację w jaki sposób do takiej struktury zastosowano opracowaną metodykę liczenia średniej średnicy ziarna. Czy omijano granice bliźniacze?
- 3) Na str. 45 czytamy: „Na poprawę plastyczności stali ma również niewielki dodatek miedzi (poniżej 1%). Ponadto miedź wspomaga odporność na korozję”. Proszę o uzupełnienie tej wypowiedzi w kontekście poprawy plastyczności oraz odporności korozyjnej przez ten dodatek.

Pytania dyskusyjne nie umniejszają mojej pozytywnej opinii o recenzowanej rozprawie i spodziewam się, że Doktorant zadawalająco ustosunkuje się do nich podczas publicznej obrony.

Wniosek końcowy

Biorąc pod uwagę fakt, iż recenzowana praca stanowi doktorat wdrożeniowy, który zgodnie z definicją jest doktoratem przemysłowym lub doktoratem w obszarze stosowanym i skupia się na rozwiązywaniu konkretnych problemów praktycznych w przemyśle. Stwierdzam, że

niniejsza praca spełnia podstawowe cele doktoratu wdrożeniowego, a nade wszystko powiódł się cel wdrożenia efektów badań w praktyce. Mgr inż. Jerzy Dybich rozwiązał podjęte zadania badawcze, prawidłowo zinterpretował i podsumował wyniki badań, potwierdzając słuszność przyjętej tezy rozprawy. Świadczy to o dobrym opanowaniu przez Doktoranta wiedzy i metod badań z zakresu inżynierii materiałowej. Mając powyższe na względzie stwierdzam, że przedłożona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Jerzego Dybicha pt.:

„Badanie sekwencyjnych odkształceń plastycznych celem uzyskania optymalnych własności mechanicznych, przy jednoczesnym zachowaniu zapasu plastyczności oraz wdrożenie do produkcji gwoździ ortopedycznych przeznaczonych do osteosyntezy śródszpikowej kości w okresie wzrostowym”

spełnia wymagania określone w w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (t.j. Dz. U. z 2020 roku poz. 85, z późn. zm.). W związku z tym wnoszę do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Uniwersytetu Śląskiego o przyjęcie rozprawy mgr inż. Jerzego Dybicha i dopuszczenie jej Autora do publicznej obrony.

Biorąc pod uwagę wartość aplikacyjną rozprawy, zakres wykonanych badań i wynikające z nich m.in. praktyczne wnioski, a także to, że Doktorant wykazał należytą i dogłębną wiedzę z zakresu przedmiotu pracy wnoszę o wyróżnienie rozprawy doktorskiej mgr inż. Jerzego Dybicha.

