

Dr hab. Tomasz Goryczka prof. UŚ
Instytut Inżynierii Materiałowej
Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych
Uniwersytet Śląski w Katowicach
Ul. 75 Pułku Piechoty 1A
41-500 Chorzów

Chorzów, 28.06.2021r.

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Macieja Wiśniowskiego
pt.: "Wytwarzanie kompozytowych warstw powierzchniowych na podłożu tytanu GRADE 1
metodą laserowego wtapiania proszków żelazo-niklu i żelazo-chromu"**

Podstawa opracowania

Podstawę opracowania niniejszej recenzji stanowiła uchwała Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej przekazana w piśmie Pani Przewodniczącej – prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej (pismo z dnia 25.05.2021r. o numerze RD(IM)600006/2020/2021)

Informacje ogólne

Tytan i jego stopy cieszą się nieustannie zainteresowaniem ze względu na praktyczne możliwości aplikacyjne w obszarze technicznym jak i medycynie. Specyficznymi zastosowaniami są implanty medyczne, których materiał musi spełniać wszystkie wymogi oraz standardy bezpieczeństwa. Stąd prowadzone są liczne badania nad modyfikacją samego tytanu oraz jego stopów pod kątem zastosowań w chirurgii kostnej. Modyfikacje składu chemicznego takich stopów, idące w kierunku wytwarzania stopów wieloskładnikowych zawierających pierwiastki o wysokiej biotolerancji takie jak cyrkon i/lub niob umożliwiają zastąpienie dotychczas powszechnie stosowanych stopów tytanu zawierających aluminium oraz wanad. Niejednokrotnie stopy te były przyczyną powstawania ognisk zapalnych lub wystąpienia objawów alergii u osób wrażliwych na obecność tego typu pierwiastków. Z kolei wprowadzenie dodatków stopowych do tytanu takich jak cyrkon i/lub niob stosowanych jako wszczepy medyczne przyczynia się do podniesienia ich ceny, co w niektórych przypadkach może być determinantem przeprowadzenia operacji medycznej. Alternatywą dla takich stopów pozostaje wprowadzenie tytanu np. GRADE 1 o zmodyfikowanej powierzchni charakteryzującej się wzrostem właściwości mechanicznych oraz odporności korozyjnej. Stąd podjęta tematyka badań przez Pana mgr inż. Macieja Wiśniowskiego jest aktualna z potencjalnymi możliwościami aplikacyjnymi oraz wpisuje się w najnowsze trendy prac naukowych dotyczących tytanu i jego stopów.

Ocena pracy

Rozprawa doktorska została napisana w układzie klasycznym - charakterystycznym dla większości rozpraw doktorskich. Obejmuje 154 strony z podziałem na pięć głównych rozdziałów, które w mojej ocenie tworzą zwartą i logiczną całość. Nie mam zastrzeżeń, co do zastosowanej szaty graficznej. Natomiast sama treść pracy zawiera nieliczne błędy lub nieścisłości (uwagi szczegółowe).

W pierwszej części Autor dokonał przeglądu piśmiennictwa w oparciu o prawidłowo dobranych 189 pozycji literaturowych. Szczegółowej analizie poddał strukturę, właściwości tytanu i jego wybranych stopów w odniesieniu do występujących przemian fazowych wywoływanych zmianą temperatury oraz wybrane praktyczne zastosowania. Druga część tej analizy obejmuje budowę, działanie oraz zastosowanie w inżynierii materiałowej wybranych typów laserów stosowanych do obróbki materiałów inżynierskich. Części te stanowią kompendium wiedzy mogące być z powodzeniem wykorzystywane przez studentów, doktorantów oraz pracowników dydaktycznych, jako materiał w przygotowaniu do ćwiczeń laboratoryjnych czy też wykładów. Jednakże w kontekście tematu pracy doktorskiej oczekiwanym było uzupełnienie tej wiedzy o przedyskutowanie podstaw modyfikacji powierzchni materiałów metalicznych w zamian za podrozdział "Wybrane aplikacje wykorzystujące światło laserowe". Wiedza tam zawarta jest interesująca, ale z punktu widzenia problematyki rozprawy niewykorzystana. Reasumując stwierdzam, że dokonany przegląd stanu zagadnienia **świadczy o dobrym rozeznaniu podjętej tematyki jak również i problemów związanych z tytanem, jego stopami oraz zastosowaniem laserów na użytek inżynierii materiałowej.**

W oparciu o analizę stanu zagadnienia Autor stawia tezę, której przesłanie jest jasne, chociaż samo jej sformułowanie mogłoby być korzystniejsze patrząc na przegląd piśmiennictwa oraz wyniki badań własnych. Z tezy wynika przyjęty przez Autora przejrzysty program badań naukowych zmierzający do eksperymentalnego potwierdzenia poszukiwanych zależności. **W mojej opinii dobór technik/metod badawczych był właściwy wynikający z potrzeb realizowanej zadań.**

Na podstawie przeprowadzonych obserwacji mikrostruktury, badań składu chemicznego oraz fazowego Autor dokonał analizy przebiegu procesu krzepnięcia w obszarze strefy przetopienia w zależności od dobranych parametrów laserowego wtapiania proszków Fe-Cr oraz Fe-Ni. Poprawnie zinterpretowane wyniki badań strukturalnych umożliwiły określenie sekwencji krystalizujących faz. Wyniki te zostały uzupełnione pomiarem twardości, badaniami odporności na zużycie ścierne oraz odporności na korozję. Na tej podstawie Autor określił parametry obróbki laserowej prowadzące do podwyższenia właściwości mechanicznych oraz odporności na korozję wiążąc je ze wcześniej określonym składem fazowym. **Te elementy pracy uważam za cenne i poznawcze będące wkładem Autora w rozwój inżynierii materiałowej.** W podsumowaniu Autor przeprowadził dyskusję najważniejszych wyników własnych na tle wyników publikowanych w artykułach naukowych udowadniając przesłanie zawarte w tezie pracy. Szkoda jedynie, że te najważniejsze

osiągnięcia nie zostały krótko zasygnalizowane w wyciągniętych wnioskach. Wnioski sformułowane opisowo zatracają najważniejsze osiągnięcie Autora rozprawy.

Uwagi szczegółowe

Wczytując się wnikliwie w rozprawę doktorską nasuwają się następujące uwagi, komentarze, czy też pytania:

1. Stosowanie odnośników literaturowych w postaci zgrupowanej np.: [1-9] i inne wprowadza dezorientację. Korzystniej byłoby wybrać jedno lub dwa źródła, które najtrafniej odnoszą się do opisywanej kwestii. Niezrozumiały jest też oznaczenie odnośnika [1-6, 8-15, 59-70-89] na stronie 19.
2. Niewłaściwym jest użycie określenia "alotropowe" w stosunku do stopów. Jest ono zarezerwowane dla czystych pierwiastków, natomiast w przypadku stopów lub związków używany jest polimorfizm lub politypia.
3. Zamieszczenie listy projektów naukowych realizowanych w polskich placówkach badawczych, których tematyka dotyczy materiałów na osnowie tytanu jest niepotrzebne. Nie wnosi nic istotnego do przeglądu literatury, a jedynie sztucznie poszerza objętość pracy.
4. Brak korelacji pomiędzy opisem fazy Ti- β (str. 6) a zamieszczonym rysunkiem 2.1.1. W treści można wyczytać, że struktura takiego tytanu to komórka regularna przestrzennie centrowana, a na rysunku Autor przedstawił komórkę prymitywną.
5. Podobny brak korelacji występuje w opisie fazy Ti(Fe, Ni) (str. 78) a rysunkiem 4.1.8 gdzie oznaczona jest jedynie faza Ti₂(Fe, Ni). Poza tym rysunek ten odnosi się do wyników badań próbki P7, w której był użyty proszek Fe-Cr. Skąd zidentyfikowana na obrazie faza zawierająca nikiel - Ti₂(Fe,Ni)?
6. Autor nie ustrzegł się błędów edycyjnych oraz użycia potocznych zwrotów np.:
 - na stronie 63 znajduje się powtórzony fragment tekstu z ostatniego akapitu strony 62;
 - str. 22 - w tekście znajduje się odniesienie do Rys 10, którego w pracy brak; podobnie brak rysunków 4.2.6-4.2.14 (str. 117);
 - niefortunne sformułowania jak "obciążony wszczep", "warstwa naazotowana", "...steksturowana powierzchnia zapewnia dodatkowe połączenia tkanki...", itd.;
 - str. 47 - pozostawiony nawias [] bez numery pozycji literatury;
 - itd.
7. W kontekście obaw wyrażanych w rozprawie przez Autora, a dotyczących analizy składu chemicznego z wykorzystaniem detektora EDS nasuwa się pytanie o metodę analizy widm EDS, na podstawie, której Autor dokonał ilościowej oceny zawartości poszczególnych pierwiastków. Ponadto sama analiza EDS obarczona jest błędem, który umożliwia określenie składu chemicznego z dokładnością do 0.1%. Autor wyznaczył skład chemiczny metodą EDS z dokładnością do 0,01. Jak to możliwe?
8. O jaki "fałszywy sygnał" chodzi na str. 64 w kontekście analizy składu fazowego.

9. Jeżeli Autor przedstawia wartości średnie np. wymiarów strefy przetopienia, należałoby zamieścić również wartości odchylenia standardowego.
10. Skąd w tabelach przedstawiających skład chemiczny zmierzony dla próbek P8-P16 pojawia się chrom skoro na widmach EDS nie został on zidentyfikowany?
11. Jeżeli Autor dysponuje badaniami składu chemicznego oraz dyfrakcjami (TEM, XRD) to niezrozumiała jest identyfikacja "zbiorcza" azotków tytanu (Str. 104).

Wniosek końcowy

Podsumowując stwierdzam, że praca wnosi elementy nowości do dyscypliny inżynieria materiałowa, w zakresie poznania wpływu zmian strukturalnych oraz fazowych tytanu GRADE 1 wywołanych modyfikacją powierzchni z zastosowaniem obróbki laserowej. Rozprawa doktorska zawiera wnikliwie analizowany materiał badawczy uzyskany na podstawie przeprowadzonych wzajemnie uzupełniających się badań strukturalnych, właściwości mechanicznych oraz odporności korozyjnej.

Przedstawione przeze mnie uwagi nie wpływają na poznawcze wartości pracy naukowej, mają charakter dyskusyjny i nie umniejszają merytorycznej wartości rozprawy. Mogą stanowić inspirację do dyskusji, czy też uzupełnienia lub poszerzenia niektórych wątków badań.

W mojej opinii przedstawiona do recenzji praca Pana mgr inż. Macieja Wiśniowskiego pt.: "Wytwarzanie kompozytowych warstw powierzchniowych na podłożu tytanu GRADE 1 metodą laserowego wtapiania proszków żelazo-niklu i żelazo-chromu" spełnia ustawowe wymogi stawiane pracom doktorskim. W związku z powyższym wnoszę do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej o jej dopuszczenie do dalszego procedowania.

