

Dr hab. inż. Marek Hebda, prof.PK  
Politechnika Krakowska  
Wydział Inżynierii Materiałowej i Fizyki  
Katedra Inżynierii Materiałowej

Kraków, 13 listopad 2024r.

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr Aleksandry Szatkowskiej  
pod tytułem  
*„Wpływ wybranych technologii wytwarzania stopów Co-Cr-Mo  
z proszków na ich strukturę i własności”*

wykonanej pod opieką promotora  
dr hab. inż. Grzegorza Matula, prof. PŚ

opracowana na zlecenie  
Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa  
Politechniki Śląskiej  
zgodnie z uchwałą z dnia 22 października 2024 roku  
(pismo Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa  
Prof. dr hab. inż. Adama Grajcar z dnia 22.10.2024 r.)

### Przedmiot i zakres rozprawy

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska Pani mgr Aleksandry Szatkowskiej pod tytułem „*Wpływ wybranych technologii wytwarzania stopów Co-Cr-Mo z proszków na ich strukturę i własności*” wykonana pod opieką promotora Pana dr hab. inż. Grzegorza Matula, prof. PŚ.

Praca o objętości 216 stron napisana została w języku polskim i ma charakter eksperymentalno-badawczy. Układ rozprawy jest klasyczny, z podziałem na część literaturową i eksperymentalną, podzielony na 6 rozdziałów, w których zaprezentowano przejrzyste i czytelne 141 rysunki i 30 tablic. Bibliografia zawiera 226 pozycji literaturowych zgodnych z tematyką rozprawy. Nazwisko Doktorantki, jako współautorki publikacji w czasopismach o zasięgu międzynarodowym oraz w krajowych i międzynarodowych materiałach konferencyjnych, pojawia się w pięciu wymienionych opracowaniach literaturowych. Rozprawa doktorska zawiera również streszczenie w języku polskim i angielskim.

Należy podkreślić bardzo dobry poziom edycyjny pracy zarówno od strony przygotowania tekstu, jak i szaty graficznej. Nieliczne błędy interpunkcyjne i językowe, nie wpływają na mój wysoce pozytywny odbiór całej dysertacji.

### **Charakterystyka rozprawy**

Tematyka recenzowanej pracy doktorskiej autorstwa Pani mgr Aleksandry Szatkowskiej obejmuje analizę wytwarzania biomateriałów z tego samego proszku stopu Co-Cr-Mo trzema technologiami: jednoosiowego prasowania matrycowego (PM), formowania wtryskowego (MIM) oraz selektywnego topienia laserowego (SLM). Realizację postawionych celów Doktorantka próbował uzyskać poprzez odpowiednie przygotowanie tego samego proszku dla każdej stosowanej w pracy technologii. Praca podejmuje również zagadnienia dotyczące oceny wpływu atmosfery ochronnej stosowanej podczas procesu spiekania na strukturę oraz właściwości mechaniczne otrzymanych materiałów.

Tytuł recenzowanej rozprawy „*Wpływ wybranych technologii wytwarzania stopów Co-Cr-Mo z proszków na ich strukturę i własności*” w pełni odzwierciedla treści zawarte w pracy.

Pod względem formalnym rozprawa została opracowana poprawnie, jej struktura odpowiada przyjętym zasadom, a treść poszczególnych rozdziałów rozmieszczona jest zgodnie z postawionymi celami.

Praca rozpoczyna się wstępem, który stanowi wprowadzenie do tematyki rozprawy doktorskiej. Autorka opisała aktualne wyzwania i potrzeby w dziedzinie biomateriałów. Przedstawiła również zalety stopów Co-Cr-Mo, takie jak np. wysoka wytrzymałość i odporność na korozję, a także wyjaśniła, dlaczego stopy te są kluczowe dla aplikacji medycznych m.in. w implantologii i protetyce. Zaprezentowano również przydatność różnych procesów produkcyjnych w zależności od złożoności geometrycznej wytwarzanego detalu oraz ilość produkowanych części.

Rozdział drugi zatytułowany „*Przegląd piśmiennictwa*” prezentuje aktualnego stanu wiedzy na temat biomedycznych zastosowań stopów Co-Cr-Mo, ich struktury i właściwości oraz technologii wytwarzania. W podrozdziale zatytułowanym *Charakterystyka i zastosowanie biomedycznych stopów kobaltu* opisano, w jaki sposób specyficzne właściwości mechaniczne i odporność na korozję sprawiają, że stopy kobaltu są jednym z najlepszych biomateriałów, szczególnie w zastosowaniach wymagających trwałości i wysokiej wytrzymałości. Kolejne dwa podrozdziały omawiają wpływ pierwiastków m.in. chromu i molibdenu na mikrostrukturę i wytrzymałość mechaniczną materiału, co jest kluczowe dla odporności na zmienne warunki mechaniczne występujące w implantach ortopedycznych. Poruszono również zagadnienie wpływu pierwiastków stopowych na dalsze modyfikacje właściwości mechanicznych stopów ich twardość i odporność na korozję, co ma kluczowe znaczenie w kontekście ich długotrwałego wykorzystania jako biomateriałów wszczepialnych.



W podrozdziale 2.2 zatytułowanym „*Wybrane technologie wytwarzania stopów kobaltu*” syntetycznie przedstawiono wprowadzenie do klasycznej technologii metalurgii proszków (PM) wykorzystującej proces formowania matrycowego i spiekania. Wskazano zalety takiego rozwiązania oraz wyzwania związane np. z zastosowaniem odpowiedniej atmosfery ochronnej i kontrolą parametrów procesu, w celu uzyskanie stabilnej i trwałej struktury biomateriału.

Następnie opisano proces formowania wtryskowego proszku (PIM/MIM) pozwalającego na otrzymanie niewielkich elementów o skomplikowanych kształtach, wysokiej gęstości i jednolitej strukturze, co jest korzystne w produkcji precyzyjnych komponentów medycznych.

Omówiono również technologie przyrostowe ze szczególnym uwzględnieniem metody selektywnego topienia laserowego (SLM) umożliwiającego formowanie precyzyjnych i niestandardowych kształtów implantów. Na zakończenie rozdziału Pani mgr Aleksandra Szatkowska zestawia omawiane technologie, porównując ich efektywność i właściwości biomateriałów uzyskiwanych różnymi metodami. Wskazuje również na korzyści i ograniczenia technologii prasowania matrycowego, formowania wtryskowego i metod addytywnych w kontekście ich zastosowań w medycynie.

W rozdziale trzecim Pani mgr Aleksandra Szatkowska sformułowała cel naukowy pracy którym było: „*zbadać wpływ wybranych technologii wytwarzania biomateriałów z proszku stopu Co-28Cr-6Mo tj. formowania wtryskowego, selektywnego topienia laserem oraz prasowania jednoosiowego w matrycy zamkniętej, a także wpływu atmosfery zastosowanej podczas spiekania lub topienia na strukturę i własności wytworzonych biomateriałów*”.

Autorka postawiła również tezę badawczą pracy: „*Zastosowanie azotu jako atmosfery ochronnej w wybranych trzech technologiach wytwarzania biomateriałów z proszków stopu Co-28Cr-6Mo spowoduje wydzielanie się azotków chromu, które umocnią osnowę zapewniając wysokie własności użytkowe tego materiału.*”

Teza i cele pracy zostały sformułowane prawidłowo i jasno określają kierunki badań, które należało zrealizować aby je udowodnić. Ponadto, dotyczą one zarówno aspektów naukowo-badawczych jak również mają istotne znaczenie utylitarne, co Doktorantka w sposób jednoznaczny podkreśliła w rozprawie.

Rozdział ten prezentuje również informacje dotyczące materiału stosowanego w badaniach, sposobu przygotowania próbek dedykowanego dla każdej ze stosowanych w pracy technologii oraz metodykę przeprowadzonych analiz.

Doktorantka sporządziła uproszczony schemat programu badawczego obejmującego wykonanie materiałów technologią PM, MIM i SLM oraz realizacji serii badań na poszczególnych etapach pracy (Rysunek 3.1 i Tablica 3.2), co przy tak dużym zakresie prac badawczo-eksperymentalnych jest niezwykle pomocne do analizy rozprawy.

W celu udowodnienia sformułowanej tezy pracy Pani mgr Aleksandra Szatkowska zaplanowała realizację badań eksperymentalnych, które podzieliła na zadania skoncentrowane na:

- charakterystyce właściwości proszku Co-Cr-Mo, składników lepiszczy, ich blend oraz gotowych gęstw polimerowo-proszkowych, (podrozdział 4.1),
- badaniach materiałów uzyskanych metodą prasowania matrycowego i spiekania (podrozdział 4.2),
- analizie materiałów wytwarzanych w procesie formowania wtryskowego (podrozdział 4.3),
- ocenie materiałów otrzymanych technologią SLM (podrozdział 4.4),

Rozdział czwarty zakończony jest porównaniem własności stopu Co-Cr-Mo wytwarzanego trzema wspomnianymi powyżej technologiami (podrozdział 4.5).

Rozdział piąty to podsumowanie uzyskanych wyników badań. Natomiast wnioski końcowe rozprawy zaprezentowano w rozdziale szóstym.

W zakończeniu pracy doktorskiej Autor zamieścił bibliografię oraz streszczenie w języku polskim i angielskim

Tematyka badawcza rozprawy jest trafnie wybrana i stanowi oryginalne rozwiązanie podjętego problemu naukowego. Należy podkreślić, że Doktorantka zastosowała w badaniach różne technologie wytwarzania oraz szerokie spektrum nowoczesnych metod badawczych, które zostały właściwie dobrane do weryfikacji tezy pracy i umożliwiły uzyskanie interesujących wyników. Ponadto zaprezentowane rezultaty badań dotyczą zagadnień związanych z nauką podstawową jak również mogą znaleźć zastosowanie w praktyce przemysłowej.

### **Merytoryczna ocena rozprawy**

Rozprawa doktorska Pani mgr Aleksandry Szatkowskiej pt. „*Wpływ wybranych technologii wytwarzania stopów Co-Cr-Mo z proszków na ich strukturę i własności*” stanowi oryginalne opracowanie, które ze względu na tematykę oraz zastosowaną metodologię badań mieści się w obszarze dyscypliny inżynieria materiałowa.

Należy podkreślić szeroki zakres przeprowadzonych przez Doktorantkę analiz, ich kompleksowy charakter oraz różnorodność zastosowanych technik badawczych.

Uważam, że problematyka naukowo-badawcza podjęta w rozprawie doktorskiej przez Panią mgr Aleksandrę Szatkowską jest wysoce aktualna, spełnia cechy nowości naukowej, posiada także spory potencjał aplikacyjny. Wybór tematyki rozprawy, jak i materiałów do badań należy uznać za trafny i uzasadniony w kontekście stanu aktualnej wiedzy na temat wytwarzania różnymi technologiami biomateriałów z proszku stopu Co-Cr-Mo.

Do najważniejszych osiągnięć Pani mgr Aleksandry Szatkowskiej należy zaliczyć:

- analizę blend stosowanych w procesie formowania wtryskowego (MIM) oraz ocenę ich wpływu na kształtowanie się struktury wewnętrznej biomateriałów,
- wykazanie wpływu atmosfery azotu na formowanie się azotków chromu, w zależności od zastosowanej technologii wytwarzania, co bezpośrednio przekłada się na własności spieków,



- porównanie właściwości fizycznych i mechanicznych spieków wytworzonych z tego samego proszku trzema metodami: klasycznej technologii metalurgii proszków (PM), proces formowania wtryskowego (MIM) i selektywnego topienia laserowego (SLM), co może stanowić podstawę doboru metody produkcji w zależności od zamierzonych zastosowań biomateriału.

Dokładne zapoznanie się z treścią rozprawy doktorskiej Pani mgr Aleksandry Szatkowskiej skłania do sformułowania pod adresem Doktorantki kilku pytań dotyczących niektórych jej fragmentów:

- W pracy zaprezentowano wyniki jakościowej i ilościowej mikroanalizy składu chemicznego, przedstawione m.in. na rysunkach 4.2.14 - 4.2.16, 4.3.20 oraz 4.4.8, uzyskane za pomocą spektrometru dyspersji energii (EDS). Proszę o komentarz, czy metoda ta jest odpowiednia do detekcji pierwiastków o niskiej liczbie atomowej, takich jak węgiel.

- Na stronie 125 napisano: „*Z mieszanin polimerowo-proszkowych o różnym udziale objętościowym proszku oraz różnych składnikach lepiszcza, formowano wtryskowo belki i wiosełka do spiekania*”. Proszę o informację, dla jakich udziałów objętościowych proszku przeprowadzono analizy.

- Na rysunku 4.3.12 zaprezentowano przykładowy proces degradacji termicznej i spiekania kształtek formowanych wtryskowo. Proszę o komentarz dotyczący porównania zaproponowanego profilu względem dobranego cyklu degradacji cieplnej materiału O3, zaprezentowanego na rysunku 4.3.10.

- Proszę o komentarz dotyczący powstania utlenionej warstwy w kolorze zielonym na powierzchni spieczonych próbek wytworzonych technologią MIM, widocznej na rysunku 4.3.13.

- Na stronie 132 napisano: „*Podobnie jak w próbkach prasowanych, również próbki formowane wtryskowo zbadano pod kątem skurczu liniowego, podczas którego badano ich długość aby obniżyć błąd pomiarowy*”. Proszę o informację, jak pomiar długości wpływa na błąd pomiarowy.

- Proszę o informację, jakie kryterium zastosowano przy wyborze materiałów spiekanych w atmosferze  $N_2-5\%H_2$  oraz  $Ar-5\%H_2$  w temperaturze  $1350^\circ C$  (a nie z  $1380^\circ C$ , dla których w dalszej części pracy zaprezentowano wyniki badań własności wytrzymałościowych) do badań rentgenowskich (rysunek 4.3.32).

- Proszę o informację, na ilu próbkach dla każdego wariantu materiału wykonywano pomiary, których wyniki zaprezentowano na rysunkach 4.5.1, 4.5.2, 4.5.4 i 4.5.6.

- Proszę o wyjaśnienie wniosku: „*Niewątpliwie technologia SLM jest najmniej skomplikowaną metodą wytwarzania biomateriałów Co-Cr-Mo i pozwala osiągnąć najlepsze własności mechaniczne, wynikające z dużych naprężeń cieplnych wygenerowanych podczas wytwarzania, na co wskazuje ich dystorsja*”.

W pracy znajdują się również nieliczne błędy redakcyjne, przykładowo:

- Odniesienia literaturowe w pracy nie są cytowane za kolejnością.

- Skrót CAD został rozwinięty jako *Computer Aided Sesing*, a prawidłowo powinno być Design.

- W tabeli 2.1 podano „... Skład chemiczny F1537 jest bardzo podobny do F75, z wyjątkiem większej zawartości węgla i azotu. ...” jednak wartości tych pierwiastków podane dla obu stopów są identyczne.
- W tabeli 3.2 umieszczono odniesienie \*, lecz brak jest jego wyjaśnienia.
- Na stronie 91 napisano: „Maksymalny moment skręcający dla temperatury uplastyczniania 170°C i czasu 70 minut wynosił 2Nm”, podczas gdy wykres prezentujący wyniki kończy się na 60 minutach.
- Dla rysunku 4.1.15 w legendzie oznaczeń podano błędny opis jednostek.
- Dla danych w tabeli 4.1.3. nie podano jednostki.
- Na stronie 97 napisano: „... a na rysunku 4.1.21 porównanie gęstwy O1 o najwyższej lepkości z czystym polimerem PP i gęstwą o obniżonym udziale proszku do 60% i podwyższonym udziale SA do 4%”. Jeżeli udział proszku zmniejszono o 4%, a SA zwiększono o 2%, proszę o wyjaśnienie, jakie dodatkowe 2% zmiany wprowadzono w gęstwie?
- Tabela 4.3.1 nie została zacytowana w tekście.
- Na rysunkach 4.3.1. – 4.3.3. brakuje oznaczeń wskazujących, czy zarejestrowane efekty są egzotermiczne czy endotermiczne.
- Na rysunku 4.3.18. brakuje zdjęć c) i d), bądź opis zdjęć e) i f) jest błędny.
- Na rysunku 4.4.3. brakuje opisu słupka przedstawiającego wynik pomiaru gęstości.
- Na stronie 184 napisano: „Próżni nie stosowano również do materiałów formowanych wtryskowo ponieważ całkowita degradacja lepiszcza stosowana bezpośrednio przed spiekaniem mogłaby spowodować uszkodzenie pompy próżniowej przez produkty degradacji.” czy chodziło o „... nie całkowita degradacja ...”?
- We wnioskach należy unikać wyrażania przypuszczeń. Na przykład stwierdzenie: „Niewątpliwie zastosowanie obróbki cieplnej zapewni odpowiednie właściwości tym spiekom” powinno zostać zredagowane w sposób oparty na wynikach badań lub, alternatywnie, przeniesione do sekcji dyskusji i poparte odpowiednimi doniesieniami literaturowymi.

Przytoczone powyżej uwagi traktuję raczej jako element dyskusji z Doktorantką, nie umniejszają one merytorycznej wartości rozprawy ani nie wpływają na pozytywną ocenę realizację całej pracy. Rozprawa Pani mgr Aleksandry Szatkowskiej zawiera wartościowe wyniki, świadczy o wysokich kompetencjach, umiejętności planowania badań oraz doświadczeniu Doktorantka w ich realizacji. Opracowana rozprawa dotyczy aktualnej problematyki badawczej, a w wielu miejscach wnosi nowe treści o istotnych walorach poznawczych i użytkowych.

### **Ocena końcowa rozprawy**

Opiniowana rozprawa doktorska Pani mgr Aleksandry Szatkowskiej pt. „Wpływ wybranych technologii wytwarzania stopów Co-Cr-Mo z proszków na ich strukturę i własności” stanowi istotne osiągnięcie badawcze w obszarze trudnych i złożonych zagadnień, wskazując na dobre teoretyczne przygotowanie Doktorantki oraz jej umiejętności w zakresie samodzielnego prowadzenia badań doświadczalnych. Rozprawa została napisana przejrzyście i rzetelnie przeprowadzona od strony eksperymentalnej. Autorka sformułowała oryginalny problem naukowy, istotny zarówno od strony badawczej, jak i technologicznej, potwierdzając



przy tym umiejętność wykorzystania nowoczesnych metod badawczych stosowanych w inżynierii materiałowej oraz poprawnego i przekonującego przedstawiania otrzymanych wyników badań. Wszystkie stwierdzenia w omówieniu wyników oraz wnioski są odpowiednio udokumentowane w pracy i nie budzą zastrzeżeń. Rezultaty przeprowadzonych analiz przedstawione w rozprawie stanowią istotny wkład w rozwój wiedzy w zakresie wytwarzania biomateriałów z proszku stopu Co-Cr-Mo metodą jednoosiowego prasowania matrycowego, formowania wtryskowego (MIM) oraz selektywnego topienia laserowego (SLM). Praca charakteryzuje się wysokim poziomem merytorycznym oraz znaczną wartością aplikacyjną.

Oceniając w całości przesłaną do recenzji rozprawę doktorską pt. „*Wpływ wybranych technologii wytwarzania stopów Co-Cr-Mo z proszków na ich strukturę i własności*” stwierdzam, że praca Pani mgr Aleksandry Szatkowskiej spełnia wszelkie wymagania formalne stawiane pracom doktorskim w aktualnie obowiązującej ustawie o stopniach i tytułach naukowych i wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej o przyjęcie rozprawy doktorskiej i dopuszczenie Autorki do publicznej obrony.

