

Kraków, 26. 09. 2022

Dr hab. inż. Marek Iwaniec, prof. AGH  
Katedra Biocybernetyki i Inżynierii Biomedycznej  
Wydział Elektrotechniki, Automatyki, Informatyki i Inżynierii Biomedycznej  
Akademia Górniczo-Hutnicza im. S. Staszica w Krakowie  
Al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków  
email: iwaniec@agh.edu.pl

Recenzja rozprawy doktorskiej  
**mgr inż. Viktorii Hoppe**

pod tytułem:

**“Opracowanie technologii selektywnej laserowej mikrometalurgii proszków dla stopu Ti-13Nb-13Zr na potrzeby medycyny weterynaryjnej”**

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska została napisana pod opieką naukową dwóch Promotorów. Pierwszym promotorem jest dr hab. inż. Bogdan Dybała. Natomiast drugim Promotorem jest Prof. dr hab. inż. Maciej Janeczek. Promotorem pomocniczym jest dr inż. Patrycja Szymczyk-Ziółkowska.

Podstawą do opracowania niniejszej recenzji jest pismo nr W10/D/57/2022 Pana Prof. dr hab. inż. Zbigniewa Gronostajskiego, Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Mechaniczna Politechniki Wrocławskiej z dnia 15 lipca 2022. W piśmie zawarto informację, iż przewod doktorski wszczęto w dyscyplinie wiodącej: budowa i eksploatacja maszyn i tą dyscyplinę tj. „budowa i eksploatacja maszyn”, reprezentuje przedstawiona do recenzji praca doktorska. Podstawą prawną niniejszej recenzji jest Ustawa z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (tekst jedn. Dz. U. z 2017 r., poz. 1789 z późn. zm.) oraz Ustawa z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce Art. 187. Dz.U.2022.574 Wersja od: 1 września 2022 r. do: 30 września 2022 r.

## **1. Ocena aktualności wybranego tematu**

Rozprawa doktorska Pani mgr inż. Viktorii Hoppe dotyczy opracowania nowej technologii selektywnej laserowej mikrometalurgii proszków stopu Ti-13Nb-13Zr do wytwarzania zindywidualizowanych implantów kostnych wykorzystywanych w medycynie weterynaryjnej.

Analiza materiałów źródłowych pozwala stwierdzić, że w literaturze światowej wyżej wymienione zagadnienia nie były przedmiotem tak kompleksowych badań.

W ostatnich latach prowadzone są intensywne badania dotyczące opracowania nowych procesów wytwarzania przyrostowego. Technologia druku przestrzennego znajduje obecnie coraz więcej zastosowań w wielu dziedzinach aktywności człowieka, w szczególności w gospodarce i medycynie. Pomimo gwałtownego rozwoju i licznych wdrożeń, technologia ta jest jednakże wciąż na etapie badań. Niemal codziennie pojawiają się nowe doniesienia o nowych technologiach druku 3D i ich zastosowaniach, również w różnych dziedzinach medycyny. W ten sposób wytwarzane są między innymi protezy, implanty, modele anatomiczne do nauki, modele przedoperacyjne, elementy sprzętu medycznego i urządzeń do rehabilitacji czy nawet niektóre leki. Trwają też prace nad tworzeniem tak zwanych biowydruków: tkanek czy nawet całych narządów. Z kolei oczekiwania implementacyjne, zwłaszcza wobec nowych stopów tytanu dotyczą przede wszystkim zmniejszenia ilości kancerogennych składników, zmniejszenia modułu Younga do poziomu porównywalnego z modułem Younga kości przy zachowaniu dobrych innych parametrów mechanicznych np. twardości, odporności na ścieranie, granicy sprężystości, elektrochemicznych (np. korozyjności) i biologicznych np. cytotoksyczności. Najistotniejszym wyzwaniem (zdrowotnym) w przypadku implantów kości jest wymóg osteointegracji, czyli stworzenia bezpośredniego połączenia pomiędzy implantem a kością oraz zapewnienia dobrych warunków współpracy implantu z kością skutkujących m.in. optymalnym przenoszeniem obciążeń mechanicznych, zmniejszeniem ryzyka infekcji, a w rezultacie uzyskania trwałego i biozgodnego efektu implantacji.

Podjęta w rozprawie tematyka stanowi więc istotny i aktualny problem badawczy. Opracowane metody badań mogą zostać uogólnione bądź wykorzystane do badania wyselekcjonowanych własności syntezowanych biozgodnych materiałów metalicznych. Zakres i otrzymane wyniki badań są odpowiedzią na aktualne oczekiwania dotyczące opracowania nowych technologii wytwarzania implantów kości ze stopów tytanu o zmniejszonej ilości toksycznych składników oraz o wartości modułu Younga porównywalnej z modułem Younga kości przy zachowaniu innych korzystnych właściwości materiałowych, eksploatacyjnych i biologicznych.

Uważam, że problem badawczy podjęty przez mgr inż. Viktorię Hoppe w rozprawie doktorskiej jest uzasadniony, a samo sformułowanie tematu rozprawy jest właściwe. Uzasadniając wybór tematu, Autorka wskazała także na istotne znaczenie badanych zagadnień w praktyce, a zwłaszcza w zastosowaniach w medycynie weterynaryjnej.

## **2. Struktura pracy**

Przedłożona do recenzji Rozprawa doktorska została napisana w języku polskim i ma formę maszynopisu i obejmującego 175 stron. Praca składa się z XIV rozdziałów obejmujących 153 strony tekstu zasadniczego, 16 stron bibliografii liczącej 214 pozycji oraz spisu tabel

i rysunków. Dwa rozdziały III i IV stanowią wymagane ustawą streszczenia w języku polskim i angielskim. Również wykaz akronimów stanowi osobny, jednostronicowy rozdział II.

Przyjęta struktura Rozprawy doktorskiej mgr Wioletty Hoppe jest poprawna pod względem formalnym i zgodna z przyjętą koncepcją badawczą.

### Przegląd treści pracy

Motywację podjęcia badań Autorka przedstawiła już we **Wstępie**. Wskazała, iż wybór tematu i zakresu pracy został uzasadniany i poparty odpowiednimi badaniami literaturowymi.

Autorka wskazała na:

- Potrzebę wdrożenia w medycynie implantacyjnej stopów o obniżonej zawartości pierwiastków kancerogennych
- Konieczność dostosowania sprężystości materiału implantu do parametrów wytrzymałościowych kości
- Brak technologii wytwarzania implantów ze stopu Ti-13Nb-13Zr z wykorzystaniem selektywnej laserowej mikrometalurgii proszków.
- Możliwość wdrożenia technologii w medycynie weterynaryjnej

W **rozdziale VI** został przedstawiony aktualny stan wiedzy. Autorka przeprowadziła szerokie badania literaturowe współczesnych trendów technologii wytwarzania przyrostowego i zastosowania implantów kostnych w weterynarii. Analizując najnowsze trendy rozwoju stopów tytanu wiele uwagi poświęciła stopom tytanu nowej generacji, a zwłaszcza stopom opartym na układzie Ti-Nb-Zr oraz zagadnieniom kształtowania ich szczególnych własności poprzez dodatki pierwiastków stopowych, obróbkę cieplną bądź też złożoną mechaniczno-chemiczną obróbkę powierzchni. Przedstawiła także zagadnienia związane z oceną biogodności oraz zastosowaniami w implantologii weterynaryjnej.

W **rozdziale VII** Doktorantka wskazała cel rozprawy oraz sformułowała tezę: *„Materiał oparty na stopie w układzie Ti-Nb-Zr przetwarzany z zastosowaniem technologii L-PBF umożliwia otrzymanie składu stechiometrycznego odpowiadającego materiałowi Ti-13Nb-13Zr zgodnie z normą ASIM F-1713 i charakteryzuje się zespołem własności mechanicznych, bioelektrycznych i fizykochemicznych powierzchni umożliwiających zastosowanie do wytwarzania implantów kostnych dla medycyny weterynaryjnej.”*

Z tezy pracy wynika jej cel naukowy ściśle związany z możliwościami praktycznego zastosowania uzyskanych wyników badań. Celem tym jest opracowanie kompleksowej metody wytwarzania i badania własności funkcjonalnych oraz biofizykochemicznych nie tylko materiału Ti-13Nb-13 Zr jak wskazano w pracy, ale również implantów wytwarzanych w technologii L-PBF z tego materiału na potrzeby medycyny weterynaryjnej. Tak więc zrealizowany cel pracy jest nawet szerszy niż zadeklarowany przez Panią Doktorantkę w pracy doktorskiej. Warto zauważyć, że teza i cel dysertacji są logicznie sformułowane, i wynikają z luki poznawczej zidentyfikowanej przeprowadzonymi badaniami literaturowymi.

W **rozdziale VIII** została przedstawiona metodyka badań dotyczących badań własności materiału przed i po wytworzeniu implantów z wykorzystaniem opracowanej technologii. Metodyka badań obejmuje 7 etapów badań materiałowych, doboru i oceny wpływu parametrów technologii wytwarzania implantów z wykorzystaniem metody L-PBF oraz badania własności biologicznych, w tym cytotoksyczności. Przedstawiając szczegółowo metodykę badań w każdym etapie Autorka omówiła także niejako sprzężoną z nią metodologię prowadzonych badań, wyjaśniając jakie własności i jakie nowe informacje oraz wiedza będzie uzyskiwana w wyniku prowadzonych badań. Przewidziane metody i badania objęły w sposób kompleksowy cały ciąg technologiczny wytwarzania implantów umożliwiając ocenę i kontrolę wpływu projektowanego procesu na własności strukturalne, mechaniczne, fizykochemiczne i biochemiczne stopu implantu.

W **rozdziale IX** zebrano znaczną część wyników badań eksperymentalnych. Badania stopu Ti-13Nb-13 Zr dotyczyły trzech jego form: litego materiału wyjściowego spełniającego wymogi normy ASTM F1713, materiału w postaci proszku oraz materiału litego powstającego w projektowanym procesie L-PBF. Materiał lity został rozdrobniony do formy proszku z wykorzystaniem technologii EIGA przez dostawcę firmę TLS technik (Bitterfield-Wolfen, Niemcy). Znaczna część badań dotyczyła określenia optymalnych parametrów reżimu technologicznego selektywnej laserowej mikrometalurgii proszków dla stopu Ti-13Nb-13Zr oraz oceny możliwości i ograniczeń technologii L-PBF. W tym celu zaprojektowano także eksperyment polegający na wytwarzaniu cienkich ścianek, co z jednej strony pozwoliło na ocenę rozdzielczości metody a także możliwość jej zastosowania do budowy struktur przestrzennych, np. szkieletów. Możliwości wytwórcze cienkich ścianek techniką L-PBF oceniano poprzez pomiar geometrii wytwarzanych struktur. W tym celu sformułowane zostało kryterium stabilności ściegu oraz została przeprowadzona analiza statystyczna rozrzutu wymiarów ściegu. Parametry w procesie L-PBF zostały zbadane na podstawie eksperymentu zaplanowanego metodą planowania eksperymentów na podstawie planu statycznego, zdeterminowanego trójpoziomowego o liczbie eksperymentów  $3^3$ , w którym wielkościami wejściowymi były: moc lasera, czas ekspozycji, grubość warstwy, prędkość skanowania, gęstość energii liniowej w procesie skanowania oraz gęstość objętościowa energii.

Kolejny eksperyment identyfikacji optymalnych parametrów procesu L-PBF dotyczył wytwarzania próbek w kształcie prostopadłościanu z wypełnieniem. Również ten eksperyment przeprowadzono na podstawie planu statycznego, zdeterminowanego, o trzech poziomach. Całkowita liczba eksperymentów wynosiła również 27 doświadczeń. W celu lepszego opisu energetycznego procesu L-PBF Autorka wprowadziła dodatkowe miary, takie jak energia objętościowa i energia powierzchniowa wiązki światła lasera. Wyniki eksperymentu przedstawione zostały w ujęciu tabelarycznym i umożliwiły wyznaczenie porowatości próbek i powiązanie jej z parametrami procesu L-PBF. Porowatość w tych eksperymentach była wyznaczana metodami analizy obrazów otrzymanych za pomocą laserowej mikroskopii konfokalnej zglądów metalograficznych próbek wycinanych w płaszczyznach o różnej orientacji przestrzennej w stosunku do kierunku ściegu.

Na podkreślenie zasługuje znakomity wynik gęstości względnej materiału wytworzonego wg opracowanej technologii i sięgającej 99,8% dla przekroju dwuwymiarowego.

Po ustaleniu optymalnych parametrów procesu L-PBF i wykonaniu próbek zostały przeprowadzone badania porównawcze własności materiału przed i po procesie L-PBF.

Do badania i analizy składu chemicznego materiału surowego (przed EIGA), proszku i po przetworzeniu w procesie L-PBF wykorzystano fluorescencyjną spektroskopię rentgenowską (XRF). Identyfikację odmian alotropowych oraz mikrostruktury stopu przeprowadzono z wykorzystaniem mikroskopii skaningowej SEM oraz dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego. Wykorzystując metody analizy obrazów, na podstawie wyników badania tomografem komputerowym CT, określono porowatość proszku oraz gotowego wyrobu. Kolejna seria badań dotyczyła wyznaczenia makroskopowych własności mechanicznych poprzez przeprowadzenie prób twardości Vickersa, statycznych prób ściskania, rozciągania i zginania próbek uwzględniających anizotropię wydruków otrzymywanych w technologii L-PBF.

Końcowy etap badań dotyczył właściwości powierzchni. Zostały przeprowadzone badania odporności na korozję metodą potencjometryczną w roztworze Hanka, zwilżalności oraz toksyczności. Przeprowadzone testy cytotoxycności wykorzystywały linię komórek mysich preostoblastów MC3T3 oraz fibroblastów skóry ludzkiej linii NHDF.

W **rozdziale X** przedstawiono analizę możliwości zastosowania spersonalizowanych implantów wykonywanych z materiału Ti-13Nb-13Zr w medycynie weterynaryjnej. W pracy zawarto analizę gotowości technologicznej opracowanego procesu przetwarzania stopu Ti-13Nb-13Zr z zastosowaniem technologii L-PBF do zastosowań w medycynie weterynaryjnej, co jest rzadkością w pracach doktorskich. Autorka wskazała także kolejne, konieczne do przeprowadzenia etapy badań przedwdrożeniowych oraz przedstawiła przykłady implantacji spersonalizowanych implantów kończyny tylnej u psów.

Podsumowanie wyników badań przedstawiono w **rozdziale XI**.

Wnioski końcowe zostały podzielone na dwie grupy: poznawcze i praktyczne i w sposób syntetyczny przedstawione w **rozdziale XII**.

### 3. Ocena merytoryczna

Rozprawa doktorska Pani mgr inż. Viktorii Hoppe zawiera nowe osiągnięcia w zakresie opracowania technologii selektywnej laserowej mikrometalurgii proszków stopu Ti-13Nb-13Zr do wytwarzania spersonalizowanych implantów i ich zastosowań w medycynie weterynaryjnej.

Treść pracy jest podporządkowana przyjętemu celowi naukowemu.

Za główne zalety i osiągnięcia opiniowanej rozprawy uważam:

1. Przeprowadzenie wnikliwego przeglądu literatury oraz wskazanie luki poznawczej dotyczącej braku kompleksowej technologii wytwarzania addytywnego ze stopów w układzie trójskładnikowym Ti-Nb-Zr jak np. Ti-13Nb-13Zr-charakteryzującym się korzystniejszymi własnościami biokompatybilności. Wskazana przez Autorkę luka poznawcza dotyczy w szczególności braku znajomości parametrów reżimu technologicznego wytwarzania spersonalizowanych implantów do zastosowań medycznych lub weterynaryjnych z wykorzystaniem selektywnej laserowej mikrometalurgii proszku stopu Ti-13Nb-13Zr oraz wpływu tego procesu na zmianę

własności strukturalnych, mechanicznych i fizykochemicznych zachodzących w materiale i na jego obróbiej różnymi metodami powierzchni.

2. Opracowanie metodyki badań wyselekcjonowanych mikro- i makroskopowych własności stopu Ti-13Nb-13Zr istotnych dla procesu wytwarzania, implantacji i użytkowania implantatów.
3. Ustalenie warunków badań, które w sposób kompleksowy objęły cały proces i ciąg technologiczny wytwarzania implantów, oraz badania własności stopu Ti-13Nb-13Zr w stanie dostarczenia, rozdrobnionego do postaci proszku, spojonego/przetopionego w procesie selektywnej laserowej mikrometalurgii proszku.
4. Dobór i optymalizację parametrów procesu selektywnej laserowej mikrometalurgii proszku stopu Ti-13Nb-13Zr.
5. Dobór i optymalizację parametrów oraz badanie stabilności i jakości procesu wytwarzania ścianek mikrostruktur przestrzennych, np. tzw. skafoldów.
6. Wyznaczenie szerokiego spektrum charakterystyk i własności strukturalnych, mechanicznych, fizykochemicznych i biochemicznych i biologicznych dotyczących biokompatybilności materiału implantu.
7. Przeprowadzenie badań wpływu obróbki wykańczającej powierzchni implantów wytwarzanych z wykorzystaniem technologii selektywnej laserowej mikrometalurgii proszku stopu Ti-13Nb-13Zr na własności korozyjne i biogodność.
8. Analizę możliwości wdrożenia opracowanej technologii selektywnej laserowej mikrometalurgii proszków dla stopu Ti-13Nb-13Zr do wytwarzania implantów kosztowych na potrzeby medycyny weterynaryjnej.

Należy podkreślić interdyscyplinarną wiedzę i duży nakład pracy Autorki niezbędny do przeprowadzenia badań zakrojonych na tak szeroką skalę, co umożliwiło kompleksowe ujęcie problematyki i realizację postawionego celu pracy.

### **Uwagi krytyczne:**

Moim zadaniem najistotniejszym mankamentem przedstawionego od oceny manuskryptu Pracy doktorskiej jest sposób jej zredagowania. Niestety w bieżącej wersji pracy znajdują się liczne błędy wszelkiego rodzaju: począwszy od błędów stylistycznych, składniowych, leksykalnych, aż po błędy merytoryczne czy logiczne, które, co jest pewnym usprawiedliwieniem, wynikają głównie z zastosowanych skrótów myślowych. (Z uwagi na dużą liczbę poprawek nie wszystkie znalazły się w recenzji, natomiast znajdują się w poprawionym manuskrypcie). Przez publikacją pracy powinna być ona gruntownie poprawiona.

W całej pracy brak jest komentarza, iż dopasowanie modułu Younga materiału protezy do modułu Younga kości nie jest jedyną możliwością uzyskania zgodności przemieszczeń i odkształceń w kości i implancie.

Kolejnym dostrzeżonym brakiem jest brak autorskich badań „in vivo” implantów w zastosowaniach weterynaryjnych. Jest to jednak brak do pewnego stopnia pozorny z punktu widzenia wymagań merytorycznych stawianych pracom naukowym, w tym doktorskim. Większość projektów badawczych kończy się bowiem na 5 poziomie TRL, a pozostałe etapy

mają charakter już prac wdrożeniowych czy przedwdrożeńiowych. Podobnie, w ocenianej pracy doktorskiej - empirycznie potwierdzona technologia wytwarzania cienkich ścianek umożliwi jej wdrożenie w celu wytwarzania implantów poprzez wykonanie prac o charakterze wdrożeniowym.

#### **Pozostałe uwagi:**

- Str. 14: „Twórcy ortopedii nieustrudzenie pracowali nad rozumieniem kości i biomechaniki” – styl wymaga poprawy.
- Str. 14: „Jedną z grup technologii o największej dynamice rozwoju w kierunku zastosowań chirurgicznych materiałów biometalicznych...” - styl wymaga poprawy.
- Str. 18: „Kolejnym etapem jest skorzystanie umożliwiającego podzielenie siatki na szereg odrębnych warstw” – zdanie wymaga poprawy.
- Str. 20: „...szybkim nagrzewaniu ze względu na wysoką energochłonność materiału.” - nie jest jasny związek pomiędzy szybkim nagrzewaniem a ”wysoką energochłonnością materiału”, pojęciem niezdefiniowanym przez Autorkę.
- Str. 28: Wyrażenie: „... stosunku modułu Younga do wytrzymałości” - wymaga uściślenia.
- Str. 36: „Główna różnica między wykorzystaniem powszechnie używanych stopów Ti a stopami zawierającymi Ta, Nb, Zr i Hf polega na tym, że społeczność kliniczna ma o wiele większe doświadczenie i długoterminowe dane oceniające pokazujące konwencjonalnie wykorzystywany stop ti-6Al-4V jako funkcjonalny materiał do zastosowań w implantologii” – zdanie wymaga poprawy.
- Str. 39: „... że przy  $R_a$  poniżej 24,9 mm chropowatość powierzchni ma pozytywny wpływ i może promować proliferację i różnicowanie komórek osteoblastów... natomiast gdy  $R_a$  przekracza 56.9 mm chropowatość powierzchni ma negatywny wpływ na proliferację komórek” – błędna jednostka  $R_a$  [ $\mu\text{m}$ ], także wartość  $R_a$  jest wartością statystyczną więc uzyskanie 3 znaczących miejsc jest trudne.
- Str. 39: „... o chropowatości  $R_a$  na poziomie 1-2 [ $\mu\text{m}$ ]” – raczej o wartości. W wielu miejscach podając wartość, zwłaszcza przybliżoną, Autorka używa zwrotu „poziom”, co może sugerować np. skalę logarytmiczną, płaszczyznę odniesienia itp.
- Str. 39: „Falistość oraz porowatość powierzchni implantu jest kolejnym aspektem, który gra kluczową rolę w procesie osteointegracji”. Falistość oraz porowatość nie są aspektami.
- Str. 50: „... Opracowanie przetwarzania proszku Ti-13Nb-13Zr z wykorzystaniem laserowej... „ – zdanie wymaga uzupełnienia (technologii?).
- Stwierdzenie „W prezentowanych badaniach, większość dotyczyła uziarnienia proszku...” wymaga poprawy.
- Str. 53: „Wytwarzanie materiału o możliwie jak najwyższej gęstości względnej jest głównym celem wytwarzania elementów wykorzystujących technologię AM, z zużyciem dowolnego nowego materiału”. Można podać kontrprzykłady.

- Str. 54: „Atermiczna faza  $\omega$  występuje w stopach podczas szybkiego chłodzenia z wysokotemperaturowej fazy  $\beta$ , co byłoby tożsame z mechanizmem termodynamicznym występującym podczas procesu L-PBF”. W wielu miejscach pracy pojawia się raczej matematyczne pojęcie tożsamości do określenia luźnego podobieństwa, trendu, często ocenianego bez ścisłego kryterium.
- Str. 57: „...najwyższa gęstość względna” - czy jest to najważniejsze kryterium jakości stopu i optymalizacji procesu L-PBF w przypadku implantów kości, kiedy własności stopu mogą być wielokrotnie lepsze od własności mechanicznych kości?
- Str. 57: „Celem tego etapu było wyznaczenie macierzy parametrów do przetwarzania z wykorzystaniem procesu L-PBF, a następnie wybór zestawu parametrów dającego możliwie najwyższą gęstość względną oraz najwyższą efektywność procesu”. Brak wyjaśnienia terminu „najwyższej efektywności procesu”, brak opisu macierzy parametrów.
- Str. 59: „... szybkość podania proszku została ustalona na poziomie 100%”- wymaga doprecyzowania - z czego wynika jednostka? Poziom- czego?
- Str. 60: „... uzyskać rozdzielczość (wielkość woksela) na poziomie 2,3  $\mu\text{m}$ ” – po prostu: wynoszącą 2,3  $\mu\text{m}$ .
- Str. 61: Sformułowanie: „Test został przeprowadzony prędkości trawersy równej stałej prędkości wynoszącej 1 mm/min” wymaga poprawy.
- Str. 61: Jaki jest sposób wycinania i obróbki próbek i jego wpływ na własności mechaniczne. (np. działanie karbu) – brak komentarza. Wpływ kierunkowości próbek, wpływ lokalnej porowatości na pomiar twardości – brak komentarza.
- Str. 62: Jaka jest kierunkowość próbek użytych w próbie zginania? Brak komentarza.
- Str. 67: Czy były przeprowadzone próby wstępnej obróbki proszku z satelitami np. poprzez ścieranie w bębnie w celu pozbycia się luźno związanych satelitów?
- Str. 69: rys. rozkład średnicy ziaren proszku po przesianiu. Duża zawartość frakcji powyżej 50 $\mu\text{m}$  (10% obserwacji). Jak wpływa ta frakcja na jednorodność warstwy nasypowej?
- Str. 70: Wyrażenie: „... laser włóknowy o tożsamej długości fali jak w przedmiotowym pomiarze.” jest formalnie poprawne, jednak styl nie ułatwia szybkiej i bezbłędnej percepcji informacji.
- Str. 73: „ocena sypkości proszku metodą akwizycji wizualnej”. Autorka ma prawo tak nazywać metodę obserwacji wizualnych i porównania z wzorcem.
- Str. 75: stwierdzenie, że „na podstawie badań z wykorzystaniem bębna rotacyjnego można stwierdzić, że analizowany proszek w zakresie prędkości () posiada niekorzystane własności reologiczne.” Taki wniosek nie jest prawdziwy, ponieważ badana była tylko sypkość proszku, a nie wszystkie jego własności reologiczne.
- Str. 76: „Przyjęto założenie, iż optymalizacja zestawu parametrów procesowych powinna umożliwić wytworzenie materiału o możliwie wysokiej gęstości względnej (100%)”. Jakie jest uzasadnienie tak przyjętego „a priori” kryterium?



- Str. 79: „W przeprowadzonych analizach za kryterium lekkiej niestabilności uznano nie więcej niż 3 przewężenia ściegu na całej analizowanej długości, natomiast kryterium niestabilności spełniały takie ściegi, na których widoczne było przerwanie ciągłości ściegu oraz obecność więcej niż 3 przewężeń na całej analizowanej długości.” Czy sformułowano jakieś kryterium oceniające znaczne lokalne zwiększenie grubości ściegu?
- Str. 82: „wysokie czasy naświetlania” lub niepotrzebnie dużo słów np. „niskich wartości odległości pomiędzy kolejnymi punktami naświetlania” chodzi o długie czasy, małe odległości?
- Str. 83: Co Autorka miała na myśli pisząc „pośrednia” moc lasera?
- Str. 84: „Nakładanie się wektorów skanu wynosiło co najmniej 30%.” Wektor jest pojęciem matematycznym. Wcześniej używane było pojęcie ściegu i kierunku ściegu, skanowania.
- Str. 85, Rys. 21: W podpisie znajduje się wyrażenie „Umiejscowienie płaszczyzn poddanych akwizycji w rzucie izometrycznym na platformie roboczej.” Proponuje rozważyć: położenie płaszczyzn, nie wiem, co oznacza poddanych akwizycji.
- Str. 85: Stwierdzenie „... aby nakładanie się kolejnych wektorów skanu wynosiło co najmniej 30%” wymaga uściślenia.
- Str. 86, Tabela 10: „Zestaw parametrów do budowy próbek testowych” – można usunąć skrót myślowy.
- Str. 87: „Na podkreślenie zasługuje znakomity wynik gęstości względnej materiału wytworzonego wg opracowanej technologii i sięgającej 99,8% dla przekroju dwuwymiarowego.” Brak jest jednak informacji, jak ta gęstość może się zmieniać w płaszczyźnie prostopadłej do badanej oraz jak sterować np. grubością warstwy aby uzyskiwać dużą gęstość objętościową.
- Str. 87: „tożsamy trend” - w pracy nadużywane jest pojęcie tożsamości, które jako definicja matematyczna jest ścisłe. Moim zdaniem nie powinno być stosowane do porównań dokonywanych z techniczną dokładnością, np. szacowania podobieństwa trendów.
- Str. 89: Jak wyznaczono temperaturę przemiany fazowej  $T_{\beta} \sim 735^{\circ}\text{C}$ ?
- Str. 90: „... deformację, obróbkę cieplną i hartowanie” - hartowanie też jest obróbką cieplną.
- Str. 95: „Badania proszku z zastosowaniem technicznej tomografii komputerowej umożliwiły nie tylko analizę kształtu, rozkładu i porowatości proszku – określono względną gęstość przesianego proszku po procesie EIGA na poziomie 99,86%”. Jak określono względną gęstość, i czy obecność satelitów umożliwia osiągnięcie tak dużej wartości gęstości?
- Str. 96, czwarte zdanie rozdziału IX.7.2 zaczynające się od słów „Analiza porowatości ...” nie jest jasne i wymaga uzupełnienia lub uściślenia.
- Str. 97: „W sytuacji kiedy kierunek obciążenia zewnętrznego jest zgodny z kierunkiem wytwarzania, tzn. wektor siły obciążenia jest równoległy do kierunku wytwarzania

powoduje to zwiększoną podatność na uszkodzenia i utratę wytrzymałości w tej orientacji.” Opis jest nieprecyzyjny: raczej obciążenie zewnętrzne jest w postaci siły punktowej lub momentu siły, natomiast w warstwie ścięgu raczej można mówić o naprężeniach (zasada Saint Venanta). Jeżeli prosta działania zastępczej siły skupionej nie leży w warstwie, to mamy do czynienia ze zginaniem i oprócz naprężeń ścinających pojawią się naprężenia normalne do powierzchni warstwy. Stąd opis jest nieprecyzyjny.

- Str. 98: Podpis rysunku: Czy próbki zostały wycięte w różnych orientacjach z próbek wykonanych w jednym procesie, czy też drukowane pod kątem?
- Str. 100: „Wysoka twardość biomateriału na implanty sprzyja obniżeniu zdolności do zużycia ściernego implantu [205,211], a więc stanowi wartość dodaną ze względu na możliwe przedłużenie trwałości implantów.” Komentarz: tylko w przypadku występowania ruchu względnego na powierzchni implantu.
- Str. 111: „Analizując obecny stan wiedzy, wskazuje na fakt, że najlepsze wyniki w kwestii adhezji komórek uzyskuje się dla kąta zwilżania 55” – styl wymaga poprawy.
- Str. 113: „Dla modyfikacji polegającej na trawieniu chemicznym próbek L-PBF, zastosowano w niniejszej pracy oznaczenie L-PBF+CE; natomiast dla modyfikacji polegającej na SLA zastosowano oznaczenie L-PBF+SLA.” Nie znalazłem wyjaśnienia terminu „modyfikacji polegającej na SLA”.
- Str. 124: Dane zawarte w tabelach (Tabela 23 – Tabela26), oprócz danych ilościowych dotyczących przeżywalności komórek, wskazują dane jakościowe w postaci szczegółowych zmian morfologicznych w hodowlach oraz ocenę zmian morfologicznych w hodowlach. Może warto zamienić „wskazują” na „zawierają”?
- Str. 146: „Istotnym uzupełnieniem wypracowanych w ramach niniejszych badań (czego?) było dokładne zdefiniowanie okna procesowego oraz zaprojektowanie eksperymentu w taki sposób, że osiągnięto powtarzalność dla porowatości materiału po procesie poniżej 0,1%, a reprezentatywny zestaw parametrów procesowych wykorzystano do budowy próbek wykorzystanych w ramach dalszych prac badawczych”. Jak rozumieć „reprezentatywny zestaw parametrów procesowych”? optymalny? I kolejne pytanie: czy zestaw parametrów procesowych można wykorzystać do budowy próbek?

#### 4. Ocena końcowa

Rozprawa doktorska Pani mgr inż. Viktorii Hoppe stanowi istotny wkład w rozwój metod wytwarzania i badania własności stopów tytanu, w szczególności stopu Ti-13Nb-13Zr przetwarzanego według opracowanego reżimu technologicznego selektywnej laserowej mikrometalurgii w celu wytwarzania implantów na potrzeby medycyny weterynaryjnej.

Autorka dostrzegła i rozwiązała istotny interdyscyplinarny problem badawczy, który mieści się w problematyce szeregu dziedzin nauk technicznych i biomedycznych, tym m.in.: budowy i eksploatacji maszyn, inżynierii materiałowej, inżynierii mechanicznej, metalurgii proszków oraz inżynierii biomedycznej, mikrobiologii i medycynie weterynaryjnej

Pracę wyróżnia kompleksowy sposób rozwiązywania problemów naukowo-badawczych, obejmujący wnikliwe badania literaturowe, opracowanie metodyki i metodologii badań materiałowych i procesów wytwarzania, zaprojektowanie przebiegu eksperymentów, a następnie przeprowadzenie multiskalowych badań: począwszy od badań mikrostruktury po makroskopowe i interdyscyplinarne badania własności mechanicznych, fizykochemicznych, elektrochemicznych i biologicznych własności stopu Ti-13Nb-13Zr przetwarzanego wg zaproponowanej procedury selektywnej laserowej mikrometalurgii proszku stopu Ti-13Nb-13Zr.

Metody te mają charakter uniwersalny: z powodzeniem mogą zostać zastosowane w badaniach całej klasy podobnych zagadnień związanych z budową, wytwarzaniem i eksploatacją sprzętu rehabilitacyjnego i medycznego, protez, modeli przedoperacyjnych, a nawet leków czy ciągle jeszcze eksperymentalnych, tak zwanych biowydruków tkanek czy nawet całych narządów.

Autorka przedstawiła więc oryginalne rozwiązanie problemu naukowego oraz wykazała się wiedzą teoretyczną w dyscyplinie naukowej *budowa i eksploatacja maszyn* oraz umiejętnością samodzielnego prowadzenia pracy naukowo-badawczej.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Viktorii Hoppe „**Opracowanie technologii selektywnej laserowej mikrometalurgii proszków dla stopu Ti-13Nb-13Zr na potrzeby medycyny weterynaryjnej**” spełnia warunki określone w Ustawie z dnia 14 marca 2003 roku o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2017 r. poz. 1789) i mieści się w zakresie dyscypliny *budowa i eksploatacja maszyn*.

Wnoszę o dopuszczenie Kandydatki do publicznej obrony.

M. Iwaszka