

dr hab. inż. Sebastian Wroński, prof. AGH
Katedra Fizyki Materii Skondensowanej
Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej
Akademia Górniczo-Hutnicza im Stanisława Staszica w Krakowie
Al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

Kraków. 10.11.2023 r.

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Magdaleny Zorychty-Tomisi
*Laserowe przetwarzanie proszków SLM w zastosowaniu na implanty ubytków żuchwy w oparciu o
numeryczne badania przenoszenia obciążeń zgryzowych*

Promotor: dr hab. inż. Jarosław Żmudzki, prof. PŚ
Promotor pomocniczy: dr inż. Mariusz Król

1. Formalna podstawa wykonania recenzji

Recenzja została opracowana na podstawie pisma wystosowanego przez prof. dr hab. inż. Marię Sozańską przewodniczącą Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej z dnia 19.09.2023 r. informującego o powołaniu na recenzenta ww. rozprawy, zgodnie z uchwałą Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa.

2. Tematyka rozprawy

Podjęta tematyka rozprawy dotyczy opracowania metodyki wytwarzania tytanowych implantów rozległych ubytków żuchwy, projektowanych personalnie na potrzeby zastosowania klinicznego. Praca koncentruje się na trzech etapach, których rozważenie jest niezbędne do osiągnięcia celu. Pierwszy dotyczy metodyki badań przenoszenia obciążeń zgryzowych w materiale implantu oraz w żuchwie. W tym celu wykonano odpowiednie symulacje dla różnych przypadków obciążenia żuchwy wraz z umieszczonym w niej implantem przy pomocy metody elementów skończonych. Drugi etap dotyczy samego procesu wytwarzania implantów przy pomocy techniki druku 3D metodą SLM. Tutaj doktorantka postawiła sobie za cel optymalizację parametrów druku, w celu otrzymania materiału o optymalnych własnościach. Z kolei etap trzeci dotyczy szczegółowych badań strukturalnych i własności materiału z którego wydrukowany jest element, pod kątem jego zastosowania klinicznego. W tym etapie skoncentrowano się na własnościach, które są ważne dla aplikacji klinicznej, a więc parametrach takich jak: wytrzymałość, odporność korozyjna czy odporność na zużycie cierne.

3. Ogólna charakterystyka i ocena formalna

Praca liczy łącznie 185 stron i ma typowy układ treści stosowany w rozprawach doktorskich. Składa się ona z 5 rozdziałów, wniosków, literatury oraz streszczenia w języku polskim i angielskim. Rozdział pierwszy stanowi wstęp w którym poruszono zagadnienia związane z interdyscyplinarnymi badaniami lekarzy i inżynierów mającymi na celu opracowanie metodologii projektowania

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 13.11.2023
RDJMa/RMT/179/51/2023
nr zał.

spersonalizowanych implantów. Na tym etapie doktorantka sformułowała w ogólny sposób cel swojej pracy, którym jest opracowanie metodyki personalnego projektowania rozległych implantów żuchwy oraz ich wytwarzania z tytanu metodą przetapiania proszków, na którą wybrano selektywne przetapianie laserowe. Rozdział drugi to studium literaturowe obejmujące zagadnienia takie jak: opis technologii laserowego przetapiania proszków SLM, charakterystykę tytanu oraz jego własności pod kątem możliwości zastosowania w implantologii. W rozdziale tym poruszono także zagadnienia z zakresu biomechaniki i przenoszenia obciążeń zgryzowych w żuchwie. W podrozdziale dotyczącym technologii laserowego przetapiania proszków przedstawiono różne techniki druku 3D ze szczególnym uwzględnieniem techniki, którą wykorzystano w badaniach, czyli SLM. Doktorantka przedstawiła także podstawowe informacje na temat wpływu parametrów procesu na własności wytworzonego materiału. W kolejnym podrozdziale zawarto szczegółowe informacje o charakterystyce stopów tytanu i ich własnościach. Przedstawiono między innymi wpływ pierwiastków stopowych na strukturę, typy struktur w jakich one występują, a także jego podstawowe własności, zarówno mechaniczne jak i korozyjne. W rozdziale 3 przedstawiono wyniki badań własnych. Rozpoczyna się on podrozdziałem w którym przedstawiono tezę jak i zakres pracy. Doktorantka formułując tezę iż: Symulacje numeryczne z wykorzystaniem metody elementów skończonych implantu żuchwy otrzymanej techniką druku 3D oraz odpowiedni dobór parametrów technologicznych ich wytwarzania umożliwiają wytwarzanie spersonalizowanych implantów ubytków żuchwy. W kolejnym podrozdziale przedstawiono numeryczne badania przenoszenia obciążeń zgryzowych w materiale implantu i w żuchwie. Przedstawiono etapy tworzenia modelu żuchwy wraz z doбором stałych materiałowych kości i implantu, a także warunków brzegowych i obciążeń. Po analizie danych literaturowych doktorantka stwierdziła iż w swoich dalszych badaniach skoncentruje się na obciążeniu asymetrycznym żuchwy. Dlatego też dalsze obliczenia wykonano na dla 4 wariantów (model podparty z obu stron, model podparty jednostronnie oraz modele uwzględniające oraz nieuwzględniające zrostu kości z implantem). Dalsze podrozdziały dotyczą już badania samego implantu, technologii jego wydruku, składu chemicznego, własności mechanicznych oraz korozyjnych. Opisano w nich wszystkie techniki badawcze jakie zostały użyte w badaniach wydrukowanego materiału. W rozdziale 4 znajduje się szczegółowe omówienie wyników własnych badań własnych. W rozdziale tym przedstawiono w pierwszej kolejności wyniki obliczeń MES w postaci rozkładów naprężeń Hubera-Missesa oraz kierunków głównych naprężeń zarówno z implantu jak i kości żuchwy. W dalszej części pracy koncentruje się na badaniach samego materiału, a więc techniki jego wytwarzania, własności strukturalnych oraz mechanicznych. Ostatni rozdział 5 zawiera dyskusję wyników. Pracę kończą: Wnioski, Literatura, Streszczenie i Abstrakt.

4. Ocena merytoryczna i uwagi krytyczne

Podjęty temat pracy jest niezwykle ciekawym, interesującym i złożonym zagadnieniem interdyscyplinarnym, który łączy zagadnienia z obszaru mechaniki, a w szczególności biomechaniki, modelowania z wykorzystaniem metody elementów skończonych oraz inżynierii materiałowej. Budowa modelu kości żuchwy oraz umieszczonego w niej implantu, wybór własności materiałowych i obciążeń został przedstawiony w sposób przekonujący i dobrze uargumentowany, a także poprzedzony krytyczną analizą, co potwierdza szeroką wiedzę doktorantki w obszarze biomechaniki i modelowania MES. Analiza wyników symulacji umożliwiła zlokalizowanie pewnych obszarów zarówno w kości jak i w implantu, w których obciążenia mają duże wartości i w których możliwe jest wystąpienie potencjalnych zniszczeń. Opracowany model może w przyszłości przysłużyć się do projektowania i testowania spersonalizowanych implantów uwzględniających anatomiczną budowę pacjenta. Wykonanie analiz numerycznych oraz

oszacowanie naprężeń jakim podlega implant umożliwiło doktorantce prowadzenie dalszych badań już nad samym materiałem, z którego ma on zostać wykonany. W pracy przeprowadzono wiele szczegółowych badań materiałowych drukowanego tytanu. Miały one na celu między innymi optymalizację parametrów wydruku, w celu otrzymania materiału o jak najlepszych własnościach. W ramach prac przeprowadzono wiele badań materiału określając jego: skład, porowatość, naprężenia resztkowe, korozyjność i ścieralność. Badania te są czasochłonne i wymagają dużego zaangażowania doktoranta. Przeprowadzone analizy oraz opisane wnioski z pewnością pokazują, że doktorantka posiada dużą wiedzę w zakresie inżynierii materiałowej.

Poniżej przedstawiam moje krytyczne uwagi oraz zwracam uwagę na pewne nieścisłości, co do których jako recenzent oczekiwałbym wyjaśnień.

Na stronie 13 w objaśnieniu wzoru 1 istnieje informacja, iż E to objętościowa gęstość energii, tymczasem w zdaniu powyżej doktorant pisze o liniowej gęstości energii.

W pracy pojawiają się liczne powtórzenia. Na przykład równanie 1 oraz jego opis pojawia się w rozdziale 2.1, a następnie to samo równanie oraz jego ponowny opis pojawia się jako równanie 7 w rozdziale 3.3.

Na stronie 22 autorka wspomina o odmianie alotropowej tytanu $Ti\alpha$, podczas gdy w dalszej części tekstu oraz na obrazkach jest to odmiana α .

Na stronie 28 doktorantka podaje aktywne systemy poślizgu oraz bliźniakowania występujące w tytanie. W mojej opinii jest to zbędne, gdyż w dalszej części pracy nigdzie się do nich nie odnosi. Dodatkowo systemy poślizgu w postaci kierunku i płaszczyzny podane są w konwencji 4 wskaźnikowej, natomiast w rozdziale 4.4, gdzie omawiane są wyniki otrzymane przy pomocy techniki dyfrakcji rentgenowskiej, używa konwencji 3 wskaźnikowej.

Na stronie 54 doktorantka pisze: Przemieszczająca się żuchwa zmienia swą orientację oraz położenie, a poszczególne grupy mięśni ulegają wydłużeniu lub skróceniu. Zdanie to jest powtórzone po raz kolejny 3 linijki dalej. Podobnie jest na stronie 57. Pierwsze zdania są powtórzeniem ze strony 49 – 4 akapit.

Niektóre ze zdań są bardzo rozbudowane, np. na stronie 60 jedno ze zdań zawiera aż 6 linii tekstu.

Niewątpliwym osiągnięciem pracy jest wykonanie symulacji numerycznej obciążenia kości żuchwy wraz z umieszczonym w niej implantem, przy założeniu jednostronnej siły zgryzowej oraz przy asymetrycznym podparciu stawowym. Przygotowanie odpowiedniego modelu MES na podstawie danych tomograficznych jest skomplikowanym procesem. Niestety ten etap został w pracy opisany bardzo pobieżnie. Wiele problemów z którymi doktorantka musiała się zmierzyć przy tworzeniu modelu w ogóle nie zostało wspomnianych. W jaki sposób dokonano rozróżniania kości zbitej i gąbczastej? Grubość kości zbitej nie jest stała w kości żuchwy, czy uwzględniono ten fakt w modelu? We wnętrzu żuchwy występują także puste przestrzenie czy wzięto je pod uwagę w modelu? W jaki sposób wybrano własności materiałowe dla kości, skoro kość gąbczasta jest materiałem o niejednorodnej budowie i w samej kości żuchwy jej porowatość zmienia się w dość szerokim zakresie?

W rozdziale 2.3 doktorantka opisuje anizotropowe własności kości żuchwy pokazując, że np. moduł Younga może zmieniać się 2-krotnie, w zależności od kierunku. W mojej opinii przypisanie prostej anizotropii transwersalnej do kości byłoby łatwe. Wiele programów posiada taką opcję umożliwiającą zdefiniowanie np. linii (może to być oś kości), na podstawie której przypisuje się orientację stałych materiałowych.

Na stronie 69. drugie zdanie drugiego akapitu powinno brzmieć: „przepływ gazu miał za zadanie oczyszczać komorę” a nie „przepływ gazu miał za zadanie oczyszczać komorę”

Na stronie 84 doktorant pisze: Badania zostały wykonane na stanowisku do badań nieniszczących za pomocą tomografii komputerowej typu XT H225 ST 2x (Nikon) wraz z zainstalowanym detektorem płaskim CsI:TI Gd2 O2 S:Tb”. Oznaczenie CsI:TI oraz Gd2 O2 S:Tb to dwa różne typy scyntylatorów promieniowania rentgenowskiego. Wykorzystany w badaniach tomograf musiał być wyposażony w jeden z nich.

Na stronie 86 na rysunku 44 przedstawione są wyniki obliczeń przy pomocy modelu MES. Obrazki przedstawiają mapę rozkładów naprężeń Hubera-Misesa oraz odkształcenia. Niestety w przypadku naprężeń Hubera-Misesa dobór skali praktycznie uniemożliwia jakąkolwiek ich głębszą analizę.

Na stronach od 104 do 109 doktorantka przedstawiła wyniki w postaci pomiarów naprężeń przy pomocy metody $\sin^2\psi$. W tekście wspomniano, iż wykorzystano lampę z anodą miedzianą o długości fali równej $\lambda=1.54050\text{\AA}$. Dla tytanu o wartości współczynnika absorpcji $\mu=919.5\text{ 1/cm}$ co powoduje, iż głębokość wnikania promieniowania dla kąta $2\theta=63^\circ$ zmienia się przy pochyleniu wektora rozpraszania od ok $2.5\mu\text{m}$ dla $\sin^2\psi=0$ do ok $1\mu\text{m}$ dla $\sin^2\psi=0.9$. To bardzo małe głębokości wnikania. Stąd rodzi się pytanie, na ile wyniki podane w pracy reprezentują wartości naprężeń we wnętrzu materiału. Wielkości ziaren są wielokrotnie większe, a więc o wyniku ewentualnych naprężeń decydują ziarna tylko na powierzchni, a w przypadku takich ziaren, składowa naprężeń $\sigma_{33}=0$, co ma wpływ na pozostałe składowe. Dodatkowo duży wpływ na wynik ma tu jakość powierzchni (chropowatość, porowatość) oraz technika jej przygotowania. Bardzo proszę o komentarz w tej sprawie.

Naprężenia o wartości ok. 200MPa w tytanie po dość intensywnej obróbce termicznej (750°C przez 2 godziny) to duże wartości. Być może są one wynikiem polerowania mechanicznego? Czy zbadano jak zmieniają się naprężenia w głąb materiału np. przez elektrochemiczne usuwanie warstwy wierzchniej?

Dlaczego do pomiarów naprężeń wybrano pik o kącie $2\theta=63^\circ$? Na ogół korzysta się z pików wysokokątowych o $2\theta>120^\circ$. W dyfraktometrach dedykowanych do pomiarów naprężeń np. Proto, Stresstech kąty te osiągają wartości np. $140\text{-}150^\circ$. Wynika to między innymi z faktu, iż błąd wyznaczenia stałej sieci opisany jest jako: $\frac{da}{d} = -ctg(\theta)d\theta$.

Na rysunku 65 widoczna jest zmiana położenia pików. Pewne piki (np. czerwony) jednak mają kształty znacznie odbiegające od funkcji Gaussa, Lorentza lub pseudo-Voigta. W jaki sposób dokonano ich fitowania oraz wyznaczenia ich pozycji? Jakiego modelu pików użyto? Na innych rysunkach także widoczne są piki, na których widać, że składają się one z kilku mniejszych.

Prawdopodobnie jest to wynikiem istnienia dużych ziaren w próbce, które pojawiły się podczas wygrzewania materiału.

Na rysunkach 64, 67, 70, 73 przedstawione są wyniki zmierzone dla kierunku wektora rozpraszania opisanego kątem $\varphi=90^{\circ}$ względem układu próbki. Dlaczego nie wykonano pomiarów dla kąta $\varphi=0^{\circ}$? W zależności od strategii drukowania oraz wpływu kolejności druku w poszczególnych warstwach na lokalne warunki termiczne można się spodziewać występowania różnych składowych naprężeń resztkowych $\sigma_{22} \neq \sigma_{11}$.

Ujemne naprężenia resztkowe sugerują, że są to naprężenia termiczne wygenerowane w wyniku zbyt szybkiego chłodzenia próbki.

Na stronie 125 doktorantka prezentuje krzywe potencjału otwartego. O ile próbki H1, H2 oraz V1 i V2 mają podobny przebieg, to H3 i V3 znacząco odstaje od pozostałych. Nie doszukałem się w pracy wytłumaczenia tego zjawiska.

Na stronie 126 krzywa polaryzacji próbki V3 znacząco różni się od pozostałych. Jaki może być powód tak odmiennego zachowania?

Na stronie 142 przedstawiono wynik analizy porowatości uzyskany na podstawie danych tomograficznych. Skale na wykresie się nieczytelne.

5. Konkluzja

Tematyka ocenianej pracy mieści się w zakresie dyscypliny Inżynieria Materiałowa. Rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Zorychty-Tomisi obejmuje ważne zagadnienia zarówno w aspekcie teoretycznym jak i praktycznym. W trakcie jej realizacji doktorantka wykazała się bardzo dobrą znajomością metod badawczych i analitycznych stosowanych w inżynierii materiałowej oraz metodami symulacji komputerowej przy pomocy metody elementów skończonych.

Konkludując stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Zorychty-Tomisi spełnia warunki określone w art. 13.1 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. nr 65 poz. 595 z późn. zmianami) i wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa o dopuszczenie mgr inż. Magdaleny Zorychty-Tomisi do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Wroński Sebastian

Dr hab. inż. Sebastian Wroński, prof. AGH