

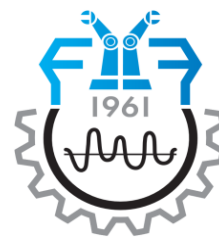


Universitatea Națională de Știință și Tehnologie
POLITEHNICA București

Facultatea de **Inginerie Industrială și Robotică**

☎ (021) 4029520, (021) 4029302/ Fax: 0213107753

<http://www.fiir.upb.ro>



REZUMAT AL TEZEI DE ABILITARE

Studii experimentale si teoretice privind fabricatia
aditiva de dispozitive biomedicale

Dr. Andrei Popescu

Bucuresti 2025

Abstract

The habilitation thesis presents the main scientific results obtained by Dr. Andrei POPESCU in the field of industrial engineering, after defending his doctoral thesis in 2013. After a post-doc internship in Switzerland, at the Thun branch of EMPA (Swiss Federal Laboratories for Materials Science and Technology), the author changed his field of activity from thin layer deposition using various laser techniques to laser material processing (laser welding of metallic and composite materials, laser cutting, marking and additive manufacturing using directed energy deposition techniques). The change of topic coincided with the commissioning of a new Center for Advanced Laser Technologies – CETAL within the National Institute for Laser, Plasma and Radiation Physics - INFLPR, equipped with CNC machines, robots and state-of-the-art laser sources at that time. The open research topics represented premieres in INFLPR, and in 2017, the undersigned was appointed head of the Laser Materials Processing Laboratory – LaMP. In the last 7 years, he has formed a young team of engineers from the Faculty of Robotics Engineering of the National University of Science and Technology Politehnica Bucharest and has developed technologies that have generated scientific publications, national patents and technology transfers to economic operators in Romania. The laboratory focuses mainly on the additive manufacturing of metallic and metal matrix composite materials, incorporating an important part of simulation in research, in order to reduce the consumption of time and material resources in experimental activity.

The habilitation thesis is structured in 5 chapters:

Chapter I is an introduction to the most important laser additive manufacturing techniques for metal and metal matrix composite parts, SLM (Selective Laser Melting) and LMD (Laser Melting Deposition). The main advantages of each method over the other are described, the disadvantages of the methods are reinforced and their complementarity is highlighted, none of the techniques being in a favorable situation to replace the other, the selection being made depending on the needs of the targeted application.

Chapter II focuses on 3D printing applications for biomedical devices: tibia plates and metal abutments obtained by LMD in a collaboration with the University of Medicine and Pharmacy of Craiova and cranial prostheses covered with a bioactive layer obtained in a long-term collaboration with Dr. Oblu Hospital in Iasi.

The experimental conditions for 3D printing, the technological flow for obtaining the devices are described, and the microstructure is analyzed by optical and metallographic microscopy techniques, the surface morphology by scanning electron microscopy, the elemental composition by energy dispersive X-ray spectroscopy, as well as the functionality by in vitro tests of cell viability and proliferation, and in vivo by implantation in New Zealand rabbits.



Chapter III is dedicated to the simulation of LMD processes, developed in our group, using analytical methods. Simulation codes are presented to predict the size of the samples obtained, the internal stresses in the generated parts and the microstructure of the material. One of the biggest impediments in additive manufacturing through LMD is the difficulty of achieving congruence between the dimensions of the part in the CAD file and the dimensions of the part obtained through additive manufacturing. The authors have developed a code that allows drawing a calibration curve for each material and determining the number of layers that must be deposited to obtain the desired height of the part.

Chapter IV is a presentation of the work carried out so far by the candidate Andrei POPESCU, the novel elements in the scientific research activity, the main international collaborations and future activity plans. The main scientometric indicators are presented, 48 scientific articles in ISI journals in 7 years since the completion of the doctoral thesis, 82 papers throughout his career, accumulating 1210 citations (according to the website www.webofscience.com), corresponding to an H index=21 and an average of 15

citations/paper. In addition, the undersigned is co-author of 6 book chapters, 7 patent applications filed at OSIM, of which 4 have been approved and 3 are still under evaluation.

The thesis ends with *a chapter of Conclusions*, in which the main elements of novelty and interest that emerge from the articles on which this dissertation thesis is based, are presented.

- Metallographic analyses showed that the samples were free of porosity or defects usually caused by rapid heating/cooling cycles. In the case of objects printed by LMD, the structure was formed by $\alpha+\beta$ grains. The micro-hardness of LMD printed Ti6Al4V was higher than that of the cast material, probably due to a woven Widmanstatten structure in the form of a wicker basket, finer than the standard structure of the cast material. The LMD printed Ti6Al4V alloy was biocompatible. Bone density measurements of functionalized Ti implants tested in vivo showed superior values compared to those of uncoated Ti (control). The results of extraction tests after 9 weeks of implantation indicated improved bond strength values (~5 times higher) compared to the same structures, implanted for 4 weeks.

- In the case of the cranial plates obtained by SLM, the microstructure of Ti6Al4V deposited by SLM was martensitic α' . In a second technological step, the implants produced by SLM were coated by radiofrequency magnetron sputtering with a ~600 nm layer of hydroxyapatite derived from sustainable biogenic resources. The films sprayed with Bio-HA achieved promising biological performances: a) Chemical stability in simulated physiological solutions; b) Biomineralization capacity; c) Absent cytotoxicity; d) Optimal proliferation and adhesion of osteoblast cells.

- Mathematical models for estimating the dimensions of a plated material line and the corresponding distribution of residual stresses were validated with experimental data and it was determined that the analytical model can estimate the width, height, depth and corresponding residual stresses, within the mean absolute error range of 8-15%.

- We developed a mathematical model to calculate the number of grains and their average size. Mechanical properties, including ultimate tensile strength, yield strength and hardness, were estimated based on the average grain size. A comparison was made between the experimental and simulation results, with differences within 10-12% between them.

- We developed a calibration curve between the number of layers and the total deposited height for Ti6Al4V. A direct correlation was determined between the number of layers

deposited and the total height through an optimized set of parameters. The analytical model presented average deviations in the range of 7%–9% compared to the experimental results.

Rezumat

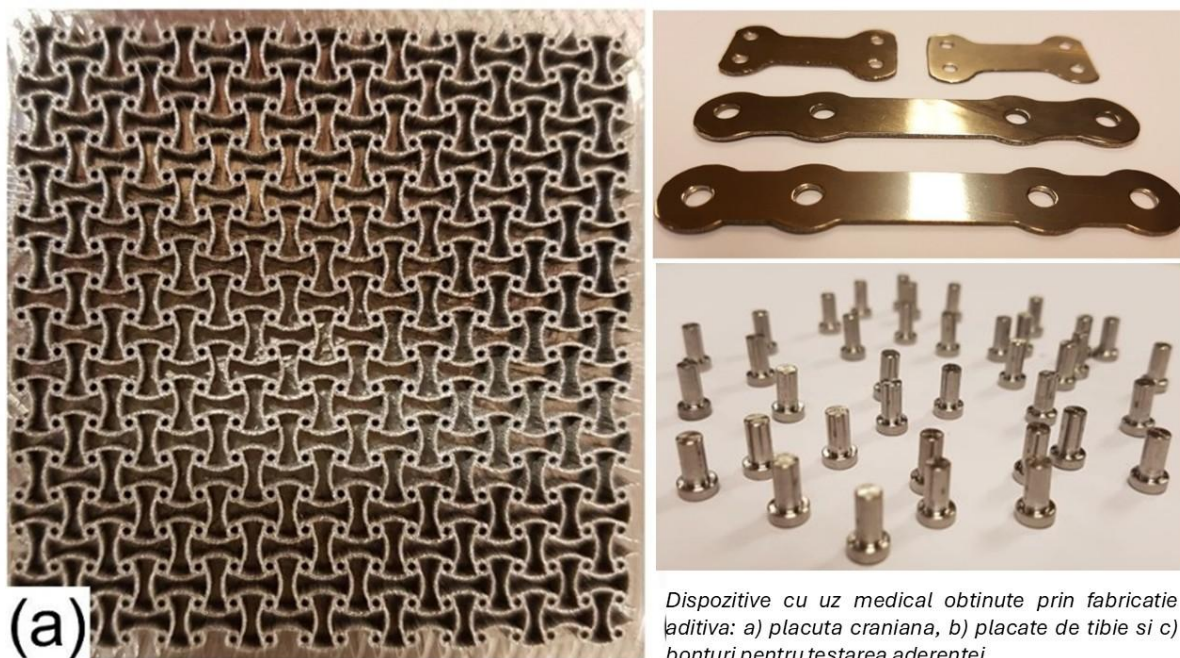
Teza de abilitare prezintă principalele rezultate științifice obținute de Dr. Andrei POPESCU în domeniul ingineriei industriale, după susținerea tezei de doctorat în anul 2013. După un stagiu post doc în Elveția, la filiala din orașul Thun a EMPA (Laboratoarele Federale Elvețiene pentru Știința Materialelor și Tehnologii), autorul tezei și-a schimbat domeniul de activitate de la depuneri de straturi subțiri prin diferite tehnici laser la procesarea materialelor cu laser (sudura laser de materiale metalice și compozite, taiere laser, marcare și fabricație aditivă prin tehnici de depunere cu energie direcționată). Schimbarea de tematică a coincis cu punerea în folosință a unui nou Centru de Tehnologii Avansate cu Laser – CETAL în cadrul Institutului National pentru Fizica Laserilor, Plasmei și Radiației - INFLPR, dotat cu mașini CNC, roboți și surse laser de ultimă generație la acea dată. Tematicile de cercetare deschise au reprezentat premiere în INFLPR, iar în anul 2017, subsemnatul a fost numit șeful Laboratorului de Procesarea Materialelor cu Laser – LaMP. În ultimii 7 ani, și-a format o echipă tânără de ingineri care provin din cadrul facultății de Inginerie Robotica din cadrul Universității Naționale de Știință și Tehnologie Politehnica București și a dezvoltat tehnologii care au generat publicații științifice, brevete naționale și transferuri tehnologice la operatori economici din România. Laboratorul se focalizează în principal pe fabricația aditivă de materiale metalice și compozite cu matrice metalică, incorporând o parte importantă de simulare în cercetare, pentru a reduce consumul de timp și resurse materiale în activitatea experimentală.

Teza de abilitare este structurată în 5 capitole:

Capitolul I reprezintă o introducere a celor mai importante tehnici de fabricație aditivă cu laser pentru piese metalice și compozite cu matrice metalică, SLM (Selective Laser Melting) și LMD (Laser Melting Deposition). Sunt descrise principalele avantaje ale fiecăreia dintre metode față de cealaltă, dezavantajele metodelor și este rafinată complementaritatea lor, niciuna dintre tehnici nefiind în situația favorabilă de a o înlocui pe cealaltă, alegerea uneia sau alteia dintre metode fiind făcută în funcție de nevoile aplicației țintite.

Capitolul II se focalizează pe 3 aplicații de imprimare 3D pentru dispozitive medicale: plăcute de tibie și bonturi metalice obținute prin LMD în cadrul unei colaborări cu Universitatea de Medicină și Farmacie din Craiova și proteze craniene acoperite cu un strat bioactiv obținute în cadrul unei colaborări de lungă durată cu Spitalul Dr. Obil din Iași.

Sunt descrise condițiile experimentale pentru imprimarea 3D, fluxul tehnologic pentru obținerea dispozitivelor, și se analizează microstructura prin tehnici de microscopie optică și metalografice, morfologia suprafețelor prin microscopie electronică cu baleiaj, compoziția elementală prin spectroscopie cu energie dispersivă, precum și funcționalitatea prin teste *in vitro* de viabilitate și proliferare celulară, și *in vivo* prin implantare în iepuri din rasa New Zealand.



Capitolul III este dedicat componentei de simulare prin metode analitice a proceselor LMD, principala metodă de fabricație aditivă din laborator. Se prezintă codurile de simulare pentru a prezice dimensiunea probelor obținute, tensiunile interne din piesele generate și microstructura materialului. Unul dintre cele mai mari impedimente în fabricația aditivă prin LMD este dificultatea atingerii congruenței dintre dimensiunile piesei din fișierul CAD și dimensiunile piesei obținute prin fabricație aditivă. Autorii au dezvoltat un cod care permite trasarea unei curbe de calibrare pentru fiecare material și determinarea numărului de straturi care trebuie depuse pentru a obține înălțimea dorită a piesei.

Capitolul IV este o prezentare a activității desfășurate până în prezent de către candidatul Andrei POPESCU, elementele de noutate din activitatea de cercetare științifică, principalele colaborări internaționale și planurile de activitate viitoare. Sunt prezentați principalii indicatori scientometrici, 48 articole științifice în reviste ISI în 7 ani de la finalizarea tezei de doctorat, 82 de lucrări în toată cariera, cumulând 1210 citări (conform site-ului www.webofscience.com), corespunzând unui indice $H=21$ și unei medii de 15 citări/lucrare. În plus, subsemnatul este coautor a 6 capitole de carte, 7 cereri de brevet depuse la OSIM, dintre care 4 au fost aprobate și 3 se află încă în evaluare.

Teza se încheie cu un capitol de Concluzii, în care sunt prezentate principalele elemente de noutate și de interes care reies din articolele la baza cărora stă această teză de dizertație.

- Analizele metalografice au arătat că probele au fost lipsite de porozitate sau defecte cauzate de obicei de ciclurile rapide de încălzire/răcire. În cazul obiectelor imprimate prin LMD, structura a fost formată din grăunți $\alpha+\beta$. Micro-duritatea Ti6Al4V imprimat LMD a fost mai mare decât cea a materialului turnat, probabil datorită unei structuri Widmanstätten împletite în formă de coș de nuielă, mai fină decât structura standard a materialului turnat. Aliajul Ti6Al4V imprimat prin LMD a fost biocompatibil. Măsurătorile densității osoase ale implanturilor de Ti funcționalizate testate in vivo au arătat valori superioare în comparație cu cele din Ti, neacoperite (de control). Rezultatele testelor de extracție după 9 săptămâni de la implantare au indicat valori îmbunătățite ale aderenței (de ~5 ori mai mari) în comparație cu aceleași structuri, implantate timp de 4 săptămâni.
- În cazul plăcutelor craniene obținute prin SLM, microstructura Ti6Al4V depusă de SLM a fost martensitică α' . Într-o a doua etapă tehnologică, implanturile produse prin SLM au fost acoperite prin pulverizare magnetron cu radiofrecvență cu un strat de ~600 nm de hidroxiapatită derivată din resurse sustenabile biogene. Filmele pulverizate cu Bio-HA au obținut performanțe biologice promițătoare: a) Stabilitate chimică în soluții fiziologice simulate; b) Capacitate de biomineralizare; c) Citotoxicitate absentă; d) Proliferarea și aderența optimă a celulelor osteoblaste.
- Modelele matematice pentru estimarea dimensiunilor unei linii de material placate și distribuția corespunzătoare a tensiunilor reziduale au fost validate cu date experimentale și s-a determinat că modelul analitic poate estima lățimea, înălțimea, adâncimea și tensiunile reziduale corespunzătoare, în intervalul de eroare absolută medie de 8-15%.
- Am dezvoltat un model matematic pentru a calcula numărul de grăunți și dimensiunea medie a acestora. Proprietățile mecanice, inclusiv rezistența finală la tracțiune, rezistența la curgere și

duritatea, au fost estimate pe baza mărimii medii a grăunților. S-a efectuat o comparație între rezultatele experimentale și cele de simulare, cu diferențe în limita 10-12% între ele.

- Am dezvoltat o curbă de calibrare între numărul de straturi și înălțimea totală depusă pentru Ti6Al4V. S-a determinat o corelație directă între numărul de straturi depuse și înălțimea totală printr-un set optimizat de parametri. Modelul analitic a prezentat abateri medii în intervalul de 7%–9% în comparație cu rezultatele experimentale.