



**UNIVERSITATEA POLITEHNICĂ DIN BUCUREȘTI**  
**ȘCOALA DOCTORALĂ ȘTIINȚA ȘI INGINERIA**  
**MATERIALELOR**  
**DEPARTAMENTUL DE ȘTIINȚA MATERIALELOR**  
**METALICE, METALURGIE FIZICĂ**



## **REZUMATUL TEZEI DE DOCTORAT**

# **REALIZAREA UNOR COMPONENTE PROTETICE PERSONALIZATE PRIN PRODUCȚIE ADITIVĂ**

**Doctorand: Alexandrescu Dragoș - Vivi**

**Conducător de doctorat: Prof. Univ.Habil.Dr.Ing. Antoniac Vasile Iulian**

**Președinte  
Conducător  
de doctorat  
Membri**

Prof.Dr.Ing. Augustin Semenescu  
Prof.Habil.Dr.Ing. Antoniac Vasile  
Iulian  
Prof.Dr.Ing. Munteanu Corneliu  
  
Prof.Dr.Ing. Gruionu Lucian  
Conf.Dr.Ing. Cotruț Cosmin

Universitatea Politehnica din București  
Universitatea Politehnica din București  
  
Universitatea Tehnică "Gheorghe  
Asachi" Iași  
Universitatea din Craiova  
Universitatea Politehnica din București

**BUCUREȘTI**

**2023**

# CUPRINS REZUMAT

<b>INTRODUCERE</b> .....	<b>3</b>
<b>CAPITOLUL 1</b>	
<b>Stadiul actual al cercetărilor privind utilizarea producției aditive în domeniul medical</b> .....	<b>5</b>
1.1. Considerații generale privind producția aditivă.....	5
1.2. Clasificarea procedeeleor de producție aditivă.....	5
<b>CAPITOLUL 2</b>	
<b>Obiective generale și metodologia cercetării experimentale</b> .....	<b>6</b>
2.1. Obiectivele tezei de doctorat.....	6
2.2. Metodologia cercetării experimentale.....	8
2.3. Materiale, metode de analiză și echipamente utilizate în cadrul programului experimental.....	9
<b>CAPITOLUL 3</b>	
<b>Cercetări experimentale privind digitalizarea și proiectarea unor repere în domeniul medical</b> .....	<b>10</b>
3.1. Digitalizarea prin fotogrametrie.....	10
3.2. Digitalizarea prin scanare directă.....	12
<b>CAPITOLUL 4</b>	
<b>Obținerea și caracterizarea materialelor experimentale folosite pentru producție aditivă</b> .....	<b>12</b>
4.1. Determinarea rezistenței la compresiune și a durtății materialelor experimentale.....	13
4.2. Analiza morfo-compozițională a filamentelor cu bază PLA folosite pentru producție aditivă.....	14
4.3. Determinarea structurii filamentelor cu bază PLA folosite pentru producție aditivă prin spectroscopie în infraroșu cu transformată Fourier.....	18
4.4. Investigații privind umectabilitatea suprafeței materialelor experimentale.....	18
4.5. Selecția materialului optim pentru obținerea de cupe protetice personalizate prin producție aditivă.....	18
<b>CAPITOLUL 5</b>	
<b>Execuția și testarea modelelor funcționale de cupă protetică personalizată</b> .....	<b>19</b>
5.1. Execuția modelului experimental și testarea în mediu simulat.....	19
5.1.1. Evaluarea pierderii de masă.....	19
5.1.2. Determinarea rezistenței la compresiune și a durtății.....	19
5.2. Procesarea termică a reperelor experimentale.....	21
5.3. Testarea mecanică și analiza fractografică a reperelor experimentale procesate termic.....	22
5.4. Proiectarea modelelor funcționale de cupă protetică personalizată tip multistrat.....	24
5.5. Execuția și testarea proprietăților mecanice ale modelelor funcționale de cupă protetică personalizată tip multistrat.....	25
<b>CAPITOLUL 6</b>	
<b>Concluzii, contribuții originale și perspective de dezvoltare</b> .....	<b>27</b>
6.1. Concluzii.....	27
6.2. Contribuții originale.....	29
6.3. Perspective de dezvoltare.....	31
<b>Lista lucrărilor științifice publicate</b> .....	<b>32</b>
<b>BIBLIOGRAFIE SELECTIVA</b> .....	<b>33</b>
<b>CUPRINS teza de doctorat</b> .....	<b>34</b>

## **Cuvânt înainte**

Autorul dorește să mulțumească pe aceasta cale tuturor aceluia care au contribuit în mod deosebit la finalizarea tezei de doctorat.

Profundă recunoștință și mulțumiri domnului profesor universitar Iulian Vasile Antoniac, conducătorul științific, pentru îndrumarea pe parcursul derulării cercetărilor, fiind permanent alături cu propuneri și indicații în fundamentarea teoretică și experimentală a tezei precum și la elaborarea finală a acesteia.

În mod deosebit aș dori să adresez mulțumiri referenților oficiali: domnului Prof. dr. ing. Corneliu Munteanu, domnului Prof. dr. ing. Lucian Gruionu, domnului Conf. dr. ing. Cosmin Cotruș pentru onoarea de a accepta să evalueze prezenta teză de doctorat și domnului Prof. dr. ing. Augustin Semenescu pentru onoarea că a acceptat calitatea de președinte a comisiei de evaluare.

Mulțumiri deosebite pentru sfaturile primite și pentru încrederea și sprijinul acordat în finalizarea și susținerea tezei de doctorat, domnului profesor universitar Florin Miculescu și domnului Șef Lucrări Robert Ciocoiu.

Pentru ajutorul acordat în realizarea experimentelor, mulțumiri membrilor departamentului Știința Materialelor Metalice, Metalurgie Fizică, respectiv profesor Marian Miculescu, șef lucrări Octavian Trante, șef lucrări Ana Iulia Bița, și tuturor celorlalți colegi de al căror ajutor m-am bucurat pe parcursul realizării tezei de doctorat.

Mulțumiri colegilor doctoranzi și prietenilor care m-au încurajat și susținut.

Nu în ultimul rând, calde mulțumiri familiei care a fost alături de mine pe toată perioada elaborării lucrării.

Alexandrescu Dragoș - Vivi

## INTRODUCERE

Producția sau fabricația aditivă se află în plină dezvoltare tehnică și tehnologică, și, pornind de la simpla accepțiune de a transpune un model virtual într-un model fizic doar cu un rol de vizualizare, în decursul a 30 de ani a trecut la realizarea de modele funcționale și componente cu producție de serie, cu rol structural. Această metodă de producție este implementată în toate domeniile industriale datorită avantajelor sale: posibilitatea de a obține un produs finit, cu o geometrie deosebit de complexă, cu un consum minim de material și o viteză de producție ridicată. Domeniul medical nu face rabat de la această tendință de adoptare a producției aditive care aduce un major avantaj având în vedere geometriile complexe, organice și particulare pacientului. Preponderent utilizată în realizarea de repere, modele și ghiduri chirurgicale, majoritatea cu rol vizual, odată cu dezvoltarea de noi procedee de producție aditivă apare o migrație către realizarea unor repere funcționale (proteze, orteze, componente de ansambluri) capabile să suporte solicitări comparabile cu cele realizate prin procedee clasice.

Oportunitatea acestei cercetări derivă din necesitatea realizării unor componente personalizate într-o manieră rapidă, eficientă, cu un consum redus de material și cu un preț redus. Aplicația luată în calcul este cea a cupelor protetice atașate membrilor ce au suferit amputații, o componentă ce face legătura dintre geometria complexă, organică, a structurii anatomice cu o componentă cu o geometrie simplă care preia rolul funcțional al membrului.

Metoda clasică de realizare a acestor cupe presupune realizarea unei matrițe folosind reminiscența membrului pacientului, de obicei folosind alginat, realizarea unei matrițe pozitive din ipsos care este utilizată pentru realizarea cupei prin depunere succesivă de țesături de fibră de sticlă impregnată, de obicei, cu o rășină epoxidică.

Această metodă clasică poate fi înlocuită prin digitalizare, proiectare și producție aditivă a cupei. Stabilirea unui astfel de flux tehnologic presupune implementarea procedeelelor de digitalizare a reminiscenței membrului și utilizarea modelului digitalizat ca șablon și unealtă în etapa de proiectare pentru a realiza modelul personalizat, care, ulterior, este transferat către o instalație de producție aditivă pentru realizarea produsului finit.

Actualitatea cercetării constă în implementarea și asocierea unor metode aflate în plină dezvoltare, digitalizarea și producția aditivă, cu scopul realizării unor produse personalizate cu uz în domeniul medical. Deși producția aditivă cunoaște o dezvoltare spectaculoasă în ultima perioadă, limitarea principală a acestei metode este adusă de materialele folosite, preponderent de natură polimerică, datorită costurilor reduse ale instalațiilor de producție, materialele metalice și ceramice fiind mai puțin utilizate din cauza costurilor ridicate ale instalațiilor de producție.

Alegerea unui material pentru o aplicație realizată prin producție aditivă necesită o dublă evaluare, o dată prin prisma caracteristicilor necesare aplicației și, ce-a de-a doua, prin prisma caracteristicilor fizico-chimice necesare pentru a fi utilizat în instalația de producție aditivă. În momentul de față există materiale polimerice consacrate producției aditive, limitate ca număr, care prezintă ușoare variații prin realizarea unor compozite prin adaosuri de elemente cu rol ranforsant sau funcțional, și mai puțin prin modificări structurale la nivel de legături moleculare. Realizarea unor noi polimeri pentru producția aditivă se dovedește a fi deosebit de dificilă, dar îmbunătățirea unor caracteristici ale reperului produs poate fi realizată prin postprocesarea acestuia.

Un element de noutate al acestei lucrări îl constituie stabilirea unui set de parametri de procesare termică, procedeu propus pentru îmbunătățirea caracteristicilor mecanice al reperelor.

Cel de-al doilea element de noutate îl constituie asocierea producției aditive cu procedee de producție clasică scopul fiind tot acela de a îmbunătăți caracteristicile mecanice.

Prin scopul cercetării, acela de a stabili un flux tehnologic pentru producția de componente protetice personalizate, se face apel la o abordare interdisciplinară, care

necesită, cunoștințe de proiectare, elemente de mecanică și, în principal, la cele specifice științei materialelor aplicate în caracterizarea acestora.

Pentru îndeplinirea scopului propus, s-a realizat un studiu al literaturii de specialitate, privind producția aditivă, cu un accent pentru aplicațiile în domeniul medical. Este abordată o prezentare a procedeeleor de producție aditivă, atât de uz general, cât și a celor specifice domeniului medical, evidențiind avantajele și limitările acestora, aspecte ce au facilitat alegerea unui procedeu pentru implementarea programului experimental. Programul experimental este structurat de așa natură astfel încât să acopere principalele aspecte ale fluxului de producție al cupei protetice personalizate.

Cercetările experimentale debutează cu un studiu privind posibilitatea digitalizării unui membru amputat, folosind două abordări ce necesită investiții minime: fotogrametria și scanarea directă. Prin analiza comparativă a celor două metode, sunt evidențiate avantajele și dezavantajele celor două metode în contextul aplicației, iar pentru o producție rapidă scanarea directă este procedura mai simplă și eficientă, deși pierde din acuratețea dimensională pe care o prezintă fotogrametria. Obținerea obiectului digitalizat presupune o serie de operații de conversie a unor date sub forma unui nor de puncte într-un fișier CAD, în care relațiile dintre puncte sunt descrise prin intermediul unor ecuații. Practic se utilizează acel nor de puncte pentru a defini, prin regresie, ecuațiile unor curbe, plane, suprafețe, folosind algoritmi specifici unor aplicații specializate. Reconstruirea în format CAD a obiectului digitalizat permite utilizarea acestuia ca un șablon și chiar unealtă pentru operațiile ulterioare de proiectare a elementului protetic personalizat, mai precis al cupei protezei. Odată proiectată, cupa este exportată din aplicația CAD către programul specific instalației de producție aditivă, unde este realizată parametrizarea producției, în funcție de procedeul disponibil.

Alegerea materialului reprezintă urătoarea etapă din programul experimental, fiind luat în calcul acidul polilactic, din rațiuni de disponibilitate, cost și cost al instalației de producție aditivă, cea prin extrudare, utilizată în această cercetare. Disponibilitatea într-o variată gamă de forme, culori și chiar compozit (matrice acid polilactic cu adaos de element cu rol structural sau funcțional) a impus realizarea unei cercetări privind comportarea mecanică a reperelor realizate din acest tip de filament, utilizând un filament simplu și două filamente, unul cu adaos de argint și unul cu adaos de cupru, cu rol antibacterian. Comportarea mecanică a filamentului cu adaos de argint s-a dovedit a fi nesatisfăcătoare pentru aplicație, decizia fiind utilizarea filamentului din acid polilactic cu adaos de nanoparticule de cupru, cu un conținut de 1% greutate. Această decizie a reprezentat un compromis, renunțând la performanțele mecanice în favoarea efectului antimicrobian adus de prezența cuprului.

Îmbunătățirea ulterioară a comportamentului mecanic s-a încercat prin procesarea termică a reperelor și asocierea producției aditive, folosită pentru realizarea unui perimetru exterior (o "coajă" a reperului finit), în care s-a infiltrat rășină epoxidică și s-a apelat și la armarea cu un compozit din fibră de sticlă în matrice de rășină epoxidică.

Caracterizarea mecanică efectuată prin încercări la tracțiune, compresiune și încovoiere a făcut posibilă identificarea modului de eșec a fiecărui material și a deschis oportunitatea îmbunătățirii ulterioare a ansamblului, prin adăugarea unor structuri suplimentare în etapa de producție aditivă, care să mărească suprafața de contact cu rășina epoxidică și să asigure o distribuție uniformă a tensiunilor.

Rezultatele obținute în cercetarea actuală permit, în mare măsură, stabilirea etapelor cheie din fluxul de producție al unei componente protetice personalizate, prin producție aditivă: Pentru digitalizare, metoda mai rapidă, mai simplă, dar cu acuratețe dimensională, este scanarea directă, iar ca material pentru producția aditivă se impune acidul polilactic, adaosul de cupru conferind proprietăți antimicrobiene componentei. În cazul unor componente interne solicitate mecanic, se recomandă post procesarea prin infiltrare cu rășină epoxidică.

Metodele de caracterizare utilizate în cercetare sunt consacrate pentru știința materialelor, pornind de la microscopia optică, stereomicroscopia, microscopia electronică prin baleiaj, utilizate pentru a caracteriza suprafața reperelor produse și suprafețele de rupere.

Spectroscopia în infra-roșu cu transformată Fourier a fost utilizată pentru a evalua eventualele variații în structura polimerilor. Udarea suprafeței a fost evaluată folosind metoda unghiului de contact, iar caracteristicile mecanice au fost evaluate prin încercări de tracțiune, compresiune și de duritate Shore D. Rezultatele obținute în urma caracterizărilor au fost prelucrate și comparate statistic pentru formularea concluziilor.

Rezultatele obținute în această cercetare au fost diseminate parțial prin publicarea a două articole în reviste indexate ISI și prin prezentarea a trei lucrări în cadrul unor comunicări științifice internaționale.

## CAPITOLUL 1

### Stadiul actual al cercetărilor privind utilizarea producției aditive în domeniul medical

#### 1.1. Considerații generale privind producția aditivă

Producția aditivă (AM) cunoaște o creștere rapidă și reprezintă o tehnologie inovatoare și versatilă [1]. „Producție aditivă” este terminologia oficială, definită pentru prima dată în ASTM F2792, iar „imprimare tridimensională (3D)” este sintagma utilizată în mod obișnuit [2]. Inițial terminologia utilizată pentru această metodă de producție a fost cea de ”prototipare rapidă” (RP - Rapid Prototyping, eng.) ce utiliza diferite procese pentru a crea, rapid, o componentă sau un sistem. Conform ASTM [3] terminologia de ”prototipare rapidă,, nu este adecvată pentru descrierea procesului, din moment ce componentele sunt obținute prin o abordare aditivă, și, în ultima perioadă, componentele pot fi obținute direct prin această metodă, nefiind vorba de prototipuri. Noua terminologie adoptată este cea de ”producție aditivă” (AM - Additive Manufacturing, eng.). Principiul de bază al producției aditive constă în faptul că un model generat prin proiectare asistată de calculator (CAD - Computer Aided Design, eng.), poate fi fabricat direct, fără o proiectare a unui flux tehnologic, descriind practic o metodă de producție a componentelor prin adaos de material, strat peste strat. Astfel pot fi obținute componente sau sisteme cu elemente statice și/sau mobile, deja asamblat.

Datorită avantajelor sale, fabricarea aditivă este utilizată în majoritatea domeniilor de importanță strategică și economică.

Răspândirea și domeniul de utilizare a reperelor obținute prin producție aditivă este ilustrată în Fig. 1.1.



Fig. 1.1. Principalele domenii de utilizare ale reperelor obținute prin producție aditivă [5]

#### 1.2. Clasificarea procedeeleor de producție aditivă

Pentru a realiza o clasificare a procedeeleor implicate în producția aditivă abordările sunt numeroase, dar cea mai utilizată este cea prin prisma tehnologiei de bază: utilizarea LASER-ului, tehnologia imprimării, a extrudării etc., deși poate genera unele confuzii

în ceea ce privește încadrarea unei metode sau divizarea în două clase distincte a unor metode cu principii similare.

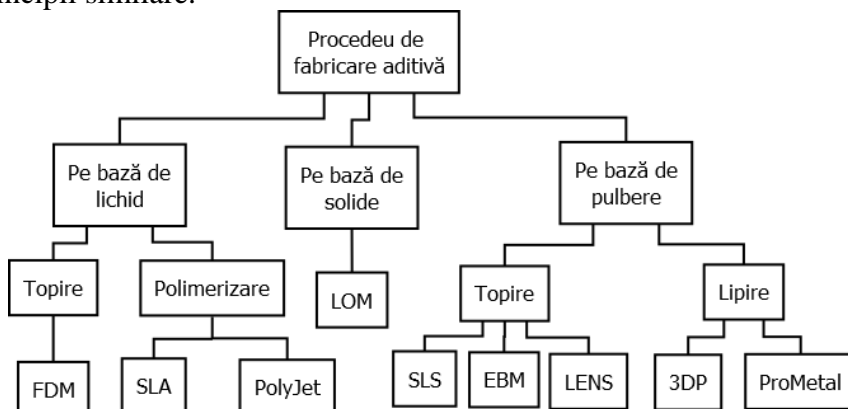


Fig. 1.3. Clasificarea metodelor de producție aditivă în funcție de material și de transformările acestuia

În tabelul 1.1. s-au realizat asocieri de clase de materiale cu procedeele de producție aditivă

Tabel 1.1 Materiale utilizabile pentru procesele de fabricare aditivă [10,11]

	Fotopolimerizare în cuvă	Pulverizare de material	Extrudare material	Pulverizare de liant	Fuziune suport de pulbere	Laminare	Depunere cu fascicul direcționat
Polimeri, amestec de polimeri	X	X	X	X	X	X	
Compozite	X	X		X	X		
Metale		X		X	X	X	X
Ceramice	X			X	X		
Hârtie						X	

## CAPITOLUL 2

### Obiective generale și metodologia cercetării experimentale

#### 2.1. Obiectivele tezei de doctorat

Studiile experimentale efectuate în prezenta teză de doctorat au pornit de la un caz clinic concret, respectiv un pacient de sex masculin, fost sportiv de performanță, care a suferit un accident de mașină în urmă căruia s-a efectuat o intervenție chirurgicală de amputație bilaterală a membrelor inferioare.

Amputația bilaterală crește în mod semnificativ cerințele metabolice ale mersului în comparație cu amputația unilaterală și necesită, de asemenea, un aport de reabilitare specializată și furnizarea de proteze pentru a maximiza mobilitatea potențială. Programul de reabilitare

pentru amputațiile transfemorale bilaterale durează până la 18 luni.

Bontul (denumit uneori membru rezidual) joacă un rol important în transmiterea forțelor de la corp la membrul protetic. Prin urmare, bontul ideal ar trebui să aibă o lungime adecvată pentru a putea găzdui echipamentul protetic, cu țesuturi moi modelate în mod corespunzător pentru a suporta ceea ce poate fi, uneori, forțe foarte mari și uneori multipli greutăți corporale a pacientului. Bontul vindecat ar trebui să aibă o lungime adecvată pentru a se potrivi protezei cu o stabilitate suficientă. Lungimea corectă a bontului este importantă pentru a încorpora componentele protetice necesare. Este de înțeles că este posibil ca bontul traumatic să nu îndeplinească criteriile chirurgicale perfecte atunci când se încearcă salvarea chirurgicală, dar este de dorit să se urmărească o lungime cât mai optimă posibil. Cu toate acestea, lungimea nu ar trebui păstrată cu orice preț, deoarece componentele protetice trebuie să se poată potrivi în spațiul potențial dintre capătul bontului și locul în care trebuie poziționat piciorul, în cazul membrului inferior, sau dispozitivul terminal, în cazul membrului superior. Acoperirea suficientă a țesuturilor moi se obține printr-o bună miodeză sau mioplastie în cazul amputației diafizare. O cicatrice de bună calitate, vindecată, neaderentă și fără durere va permite pacientului să se angajeze în reabilitare cu o proteză în timp util. Mușchii bontului secționat se atrofiază în timp, astfel încât trebuie păstrată o cantitate suficientă de mușchi în momentul intervenției chirurgicale. Cu toate acestea, țesutul moale redundant excesiv este o problemă semnificativă în confecționarea membrului protetic, precum și în limitarea modurilor de suspensie a protezei, cum ar fi suspendarea prin aspirație. Riscul de infectare a pielii este, de asemenea, crescut, din cauza invaginării excesive a țesuturilor moi. În timpul reabilitării medicale, persoana amputată este evaluată pentru o proteză definitivă și se stabilesc obiective adecvate. Se analizează cu atenție comorbiditățile care pot cauza o funcție cardiorespiratorie insuficientă, afecțiunile neurologice care determină deficite fizice și cognitive, deoarece acestea pot avea un impact asupra mersului. Pentru pacienții cu amputații transfemorale bilaterale, se utilizează proteze prescurtate pentru a determina capacitatea pacientului de a progresa către o proteză standard de lungime completă. Înălțimea pacientului este mult mai mică cu ajutorul acestor proteze specializate, ceea ce face ca centrul de greutate al pacientului să fie mai jos, ceea ce duce la un echilibru și o stabilitate mai bune în antrenamentul mersului. După protezare, persoana amputată va continua reabilitarea, adesea timp de mai multe luni, cu scopul de a pune și scoate independent membrul protetic, de a reeduca mersul și de a progresa până la o independență maximă în ceea ce privește activitățile zilnice și mobilitatea.

O imagine concretă a cazului clinic este prezentat în figura următoare.



*Fig. 2.1. Imagine clinică a amputației bilaterale de membre inferioare, utilizată în studiu*

La un an de la accident, timp în care face recuperare medicală, este protezat bilateral. Cupele protetice sunt personalizate prin metoda clasică de prelevare a mulajului de pe bontul protetic, fiind obținute proteze externe adecvate pentru fiecare membru, și începe reeducarea mersului cu ajutorul acestora și a cârjelor. Conform condițiilor precare ale musculaturii trunchiului și membrelor superioare, pacientul suferă o ruptură de mușchi supraspinos, este nevoit să întrerupă reabilitarea medicală și reeducarea mersului, în favoarea recuperării



medicale a mușchiului afectat. Datorita sincopelor în recuperarea medicală și a deselor fluctuații de greutate și tonus muscular este nevoie să comande deseori cupe protetice adaptate situației momentane a bonturilor protetice, ceea ce implica consum de timp și bani. Un alt aspect specific cazului, este faptul că pacientul a rămas cu neuropatii în urma intervenției chirurgicale de amputare, ceea ce conduce la dificultăți suplimentare în realizarea cupelor protetice prin tehnologia clasică de execuție și în utilizarea efectivă a acestora, datorită apariției durerii la contactul bontului cu componenta protetică.

## **2.2. Metodologia cercetării experimentale**

Pentru a realiza un flux tehnologic optimizat și simplificat pentru realizarea unei componente protetice personalizate au fost luate în considerare toate etapele pornind de la digitalizarea bontului, proiectarea cupei folosind bontul digitalizat și simularea obținerii prin producție aditivă. Odată stabilită succesiunea și parametrii de lucru, direcția de cercetare s-a axat pe analiza și îmbunătățirea performanțelor mecanice ale produsului finit adăugând etape de postprocesare ale reperelor obținute prin producție aditivă. În paragrafele următoare sunt prezentate infrastructura, aplicațiile software, materialele, aparatura utilizată și modul de lucru întreprins în implementarea programului experimental.

### **1. Digitalizarea bontului**

Pentru digitalizarea bontului s-au luat în calcul **două metode** eficiente din punct de vedere economic și care nu necesită o infrastructură costisitoare. Pentru aplicarea primei metode, digitalizarea bontului prin **fotogrametrie**, aparatura utilizată a fost o cameră foto cu o rezoluție de 10MP cu ajutorul căreia s-au realizat instantanee ale unui mulaj din ipsos obținut prin bunăvoința unei firme producătoare de cupe protetice. Cea de-a doua metodă de digitalizare a fost prin **scanare directă**, fiind utilizat un scanner de rezoluție redusă, acesta având o aplicație software proprietară (Skannect). În această aplicație a fost generat un fișier în format \*.stl și ulterior prelucrat în programul Meshmixer pentru a elimina elementele ce nu sunt necesare (fundal de imagine, suportul pe care se afla mulajul etc.).

### **2. Proiectarea cupei**

Pentru proiectarea cupei și a epruvetelor folosite pentru încercările desfășurate în cadrul prezentei lucrări s-au utilizat, în asociere, o serie de aplicații software ce permit prelucrarea, reconstrucția și proiectarea CAD folosind drept ghid un fișier \*.stl.

### **3. Selecția materialelor și realizarea reperelor prin producție aditivă.**

O analiză prezentată în detaliu la capitolul respectiv justifică alegerea acidului polilactic (PLA) ca material de bază pentru realizarea componentelor prin producție aditivă, alături de metoda de producție FDM. Pentru acest studiu s-au luat în calcul **3 tipuri de filamente cu baza PLA, două conținând particule de argint, respectiv cupru, pentru a conferi proprietăți antimicrobiene, și un filament din acid polilactic comercial**. Pentru realizarea reperelor a fost utilizată o imprimantă 3D Sigma BCN3D cu sistem de extrudare dual și un volum de lucru de 210x197x210mm. Materialele folosite în etapele de post-procesare au fost o rășină epoxidică 2:1, iar fibra de sticlă a fost sub formă de fibre scurte, interconectate (stratimat).

### **4. Metode de caracterizare a materialelor**

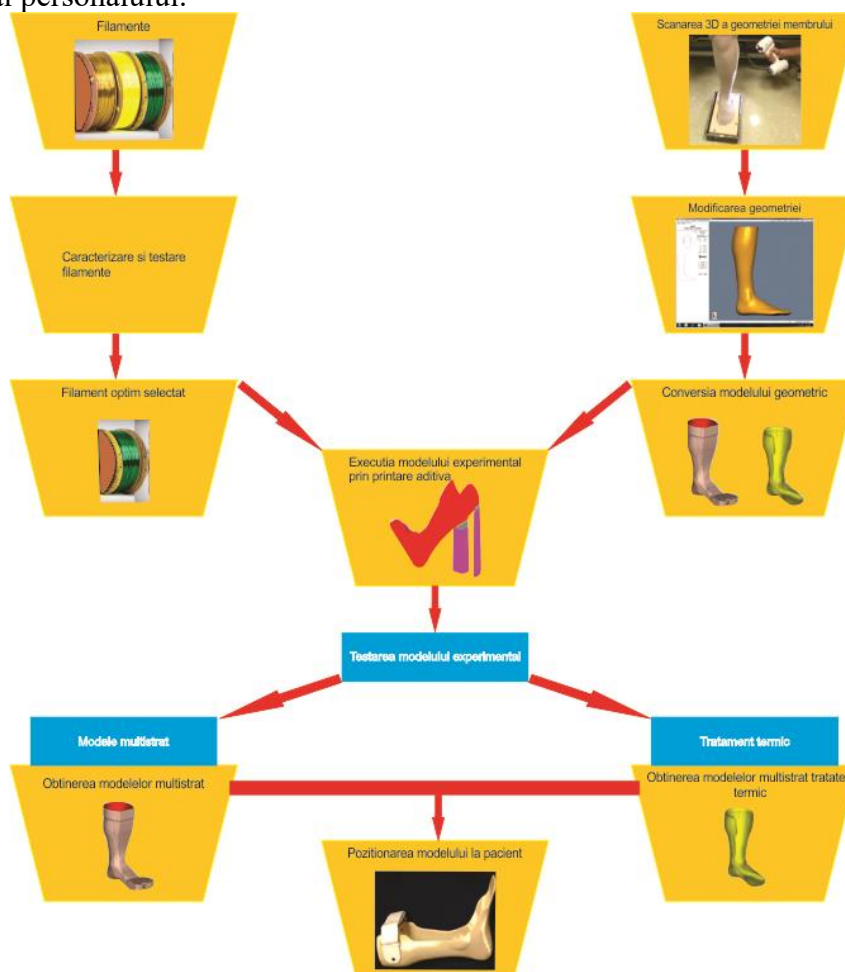
Pentru caracterizarea materialelor obținute s-au utilizat:

- încercări mecanice, mașina universală de încercări Walter + Bai LFV300, dotată cu dispozitive pentru efectuarea încercărilor de tracțiune, compresiune și încovoiere
- stereomicroscop Olympus SZX7 cu programul aferent QuickPHOTO MICRO 3.2
- microscop optic Olympus BX51
- spectrometru în infra-roșu FT-IR JASCO 6200 cu ATR Golden Gate
- instalație pentru măsurarea unghiului de contact DSA30, KRUESS
- microscop electronic prin baleiaj Philips XL 30 ESEM TMP
- balanță analitică cu precizie de 4 zecimale
- durometru Shore D manual

## 2.3. Materiale, metode de analiză și echipamente utilizate în cadrul programului experimental

### Materiale utilizate în cadrul programului experimental

Metodele de producție aditivă sunt foarte variate și se pot enumera metode ce folosesc extrudarea de material, fotopolimerizare în cuvă, fuziunea patului de pulbere, pulverizare de material, pulverizare de liant, depunere prin fascicul direcționat, microimprimare 3D și laminare. Fiecare metodă cuprinde diferite procedee de depunere de material care folosesc același principiu, iar prin numărul mare de posibilități apare necesitatea alegerii metodei adecvate destinației care să îndeplinească următoarele criterii: caracteristici mecanice adecvate, producție rapidă, costuri reduse, eliminarea etapelor de post-procesare, pe cât posibil și nivelul de pregătire al personalului.



- Fig. 2.6. Reprezentare sintetică a programului de lucru experimental al tezei de doctorat

O analiză efectuată prin consultarea unui producător de dispozitive medicale a identificat metoda de extrudare de material (FDM - Fused Deposition Modeling) drept cea mai convenabilă prin prisma următoarelor considerente:

- instalația de producție aditivă are un preț de achiziție mult mai redus în comparație cu celelalte metode, mentenanța este mult mai facilă și eficientă economică
- materialele sunt disponibile la un preț rezonabil, fiind posibilă și alegerea culorii (un criteriu important pentru client)
- viteza de producție este rezonabilă și poate fi ușor crescută prin utilizarea simultană a mai multor instalații și divizarea modelului în componente
- pregătirea personalului ce operează instalația de producție aditivă prin extrudare de material este una minimă, fiind necesară doar familiarizarea cu interfața
- caracteristicile mecanice ale reperului finit sunt adecvate pentru utilizare

- etapele de post-procesare pot fi reduse doar la finisarea suprafeței prin șlefuire/lustruire

Odată stabilită metoda de producție aditivă, cea prin extrudare de material, selecția materialului ar fi următorul aspect ce trebuie stabilit. Majoritatea instalațiilor de producție aditivă considerate semi-profesionale sau profesionale ce folosesc principiul extrudării de material pot atinge temperaturi de lucru de maximum 300°C, astfel selecția materialelor polimerice este restrânsă la acei polimeri termoplastici ce ajung în fază lichidă până la această temperatură. Ca opțiuni pentru aplicația considerată ar fi acidul polilactic (PLA), poli-acril-butadien-stirenul (ABS) sau poliuretanul termoplastic (TPU).

Pentru realizarea unei cupe protetice s-a luat în calcul, pe lângă caracteristicile mecanice, și posibilitatea de a conferi proprietăți antimicrobiene suprafeței, aceste proprietăți fiind asigurate de adaosul de particule de argint sau cupru în filamentele disponibile comercial.

În consecință, pentru selecția materialului pentru realizarea cupei protetice s-au luat în calcul trei tipuri de filamente:

- filament din acid polilactic fără niciun adaos, disponibil comercial,
- filament din acid polilactic cu adaos de particule de argint, disponibil comercial,
- filament din acid polilactic cu adaos de particule de cupru, disponibil comercial.

### **CAPITOLUL 3**

#### **Cercetări experimentale privind digitalizarea bontului și proiectarea cupei protetice personalizate**

Obținerea unei cupe personalizate în varianta tradițională presupune obținerea unui mulaj al bontului pacientului și utilizarea acestuia ca o matriță. Etapele implicate presupun obținerea negativului bontului, folosind un alginat, umplerea acestuia cu ipsos/gips pentru a obține pozitivul și utilizarea acestuia pentru a realiza cupa, prin stratificarea unor țesături impregnate cu rășini sau prin formare termică a unor polimeri termoplastici. Această succesiune de operații presupune o durată îndelungată, câteva zile, și un consum de material ce ridică prețul considerabil. Eliminarea acestor etape poate fi realizată prin o digitalizare a bontului folosind metode ce implică imagistică medicală, reconstrucție directă, prin efectuarea unor măsurări, sau o reconstrucție indirectă folosind scanarea bontului. Utilizarea imagisticii medicale, folosind imagini obținute prin computer-tomograf, ar fi metoda cea mai indicată pentru o reconstrucție precisă, dar costurile asociate și expunerea pacientului la raze X o recomandă în ultimă instanță. Reconstrucția directă, prin măsurare, este fezabilă, dar presupune o durată relativ îndelungată pentru efectuarea măsurărilor și disconfort pentru pacient, obligat să adopte poziții nefirești. Acuratețea reconstrucției este dictată, în principal, de calitatea măsurărilor efectuate pe bont. Metodele ce implică scanarea folosind scannere industriale, din cauza dimensiunilor mari, implică un cost destul de ridicat pentru achiziția unui astfel de dispozitiv. Totuși, acuratețea reconstrucției devine comparabilă cu cea realizată folosind imagistica medicală. O altă metodă, puțin uzitată în medicină, este cea de digitalizare prin intermediul fotogrametriei, o metodă intens utilizată în geografie, topografie și chiar în arheologie. În cadrul prezentei cercetări s-a apelat la utilizarea a două metode de digitalizare: prin fotogrametrie și prin scanare directă, folosind un scanner de rezoluție redusă, cu un preț de achiziție redus.

#### **3.1. Digitalizarea prin fotogrametrie**

Procesul utilizat pentru digitalizarea prin fotogrametrie presupune, în primă fază, înregistrarea sub formă fotografică digitală, din mai multe unghiuri, a obiectului vizat pentru digitalizare [164-167]. Imaginile înregistrate sunt aliniate și procesate cu ajutorul unor programe dedicate pentru a obține un fișier de tip \*.STL ce poate fi utilizat mai departe în proiectare. Pentru digitalizarea prin fotogrametrie s-a utilizat un pozitiv al unui bont ce prezintă o amputație în prima treime a femurului. S-a apelat la această metodă pentru a verifica aplicabilitatea metodei fără a crea disconfort pacientului. Acest bont, prezentat în Fig. 3.1, a fost înregistrat fotografic din mai multe perspective. Din moment ce calitatea reconstrucției

depinde de numărul și acuratețea imaginilor înregistrate, procedura de lucru adoptată a presupus înregistrarea bontului prin rotire cu câte  $10^\circ$  și înregistrarea fotografică digitală din trei unghiuri față de jumătatea înălțimii bontului.

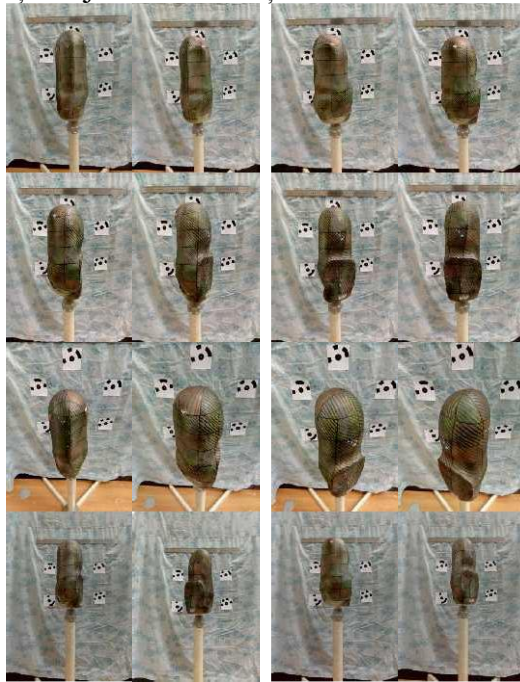


Fig. 3.1. Selecție de imagini reprezentând bontul utilizat pentru digitalizare

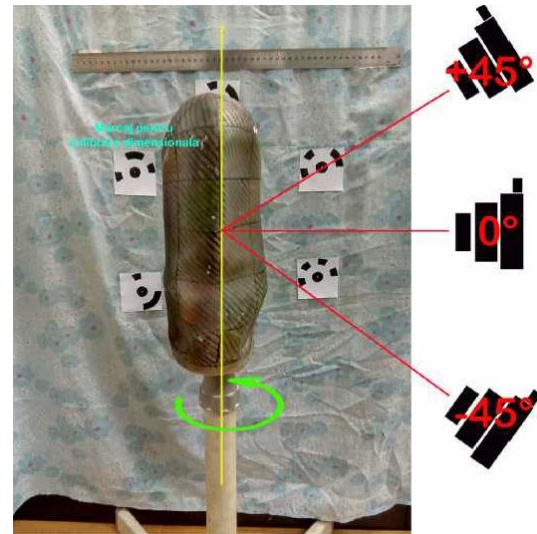


Fig. 3.2. Schiță indicând modul de înregistrare fotografică

Prima înregistrare a fost realizată la  $0^\circ$ , cea de-a doua la  $+45^\circ$  și cea de-a treia la  $-45^\circ$ , detalii indicate în schița din Fig. 3.2. S-au obținut un număr de 108 fotografii digitale. Fotografiile digitale au fost importate într-un program de reconstrucție digitală, cel ales fiind Agisoft Metashape care a oferit o perioadă de încercare a aplicației de 29 de zile. Prima etapă a fost cea de aliniere a fotografiilor în funcție de automatizat realizat de program. În cea de-a doua etapă a fost realizat norul de puncte (Dense Point Cloud) în care programul identifică, aliniază și atribuie coordonate (x,y,z) punctelor din imaginile 2D. Odată construit norul de puncte este posibilă editarea sa, prin eliminarea unor puncte/zone ce nu prezintă interes pentru reconstrucție, cum ar fi detaliile din fundal. Odată ce au fost eliminate detaliile inutile s-a trecut la ultima, și cea mai mare consumatoare de resurse de calcul, discretizarea în funcție de norul de puncte.

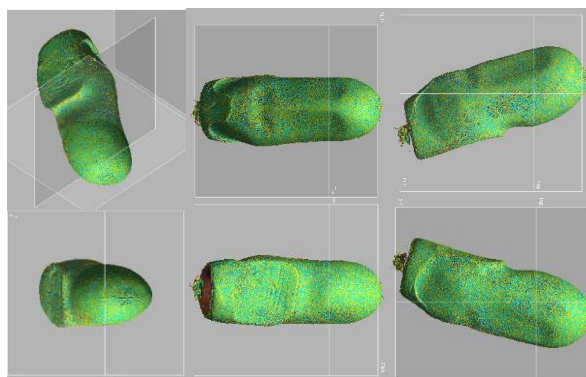


Fig. 3.5. Bontul digitalizat prin fotogrametrie. Diferite perspective din fișierul \*.STL.

În această ultimă etapă punctele în coordonate (x,y,z) sunt utilizate pentru construcția de triunghiuri și stabilirea unor vectori normali la aceste triunghiuri, rețeaua astfel obținută poate fi exportată într-un fișier format \*.STL ce va fi utilizat ulterior în programe CAD pentru proiectarea cupei. Detalii privind conținutul fișierului \*.STL pot fi observate în fig. 3.5, bontul digitalizat fiind prezentat din mai multe perspective. Procesul de digitalizare prin fotogrametrie nu se dovedește a fi complex, fiind ușor de implementat și costurile asociate fiind reduse: un aparat foto digital și licența unui program de reconstrucție, deși există variante freeware,

opțiunile prezente în acestea sunt destul de limitate.

### 3.2. Digitalizarea prin scanare directă

Pentru a obține un fișier în care se pot obține coordonate 3D pentru punctele ce definesc un obiect este necesară utilizarea unui scanner ce funcționează prin contact, o sondă atașată unui braț computerizat sau unui traductor ia contact cu obiectul fizic și înregistrează coordonatele (x,y,z) al punctului de contact. Aparatura necesară se dovedește a fi foarte costisitoare, alternativă fiind un scanner de rezoluție redusă, folosit cu predilecție în digitalizarea personajelor/obiectelor destinate jocurilor pe calculator. În ciuda rezoluției reduse, acest dispozitiv se dovedește a fi foarte util în scanarea obiectelor de dimensiuni medii - mari. Folosind un astfel de scanner și programul asociat bontul utilizat a fost scanat prin rotirea scannerului în jurul său până când programul a indicat un număr suficient de puncte pentru a putea realiza reconstrucția, detalii indicate schematic în Fig. 3.6. Procedura se dovedește a fi rapidă, acuratețea reconstrucției fiind condiționată, în principal, de dexteritatea operatorului în scanare. Curba de învățare este foarte lină, după efectuarea a 2 - 3 încercări calitatea reconstrucției este una foarte bună.

Prin cele două metode alese, fotogrametrie și scanare directă cu un scanner de rezoluție scăzută, se poate obține o digitalizare a obiectelor. Prin fotogrametrie digitalizarea obiectelor de dimensiuni mici poate genera unele dificultăți fiind necesară utilizarea unor obiective macro pentru aparatul foto, în timp ce scanarea directă în configurația utilizată în cadrul acestei lucrări poate fi utilizată la digitalizarea obiectelor de dimensiuni apropiate de 5cm. În Fig. 3.7 este indicat conținutul fișierului \*.STL obținut prin scanare directă.

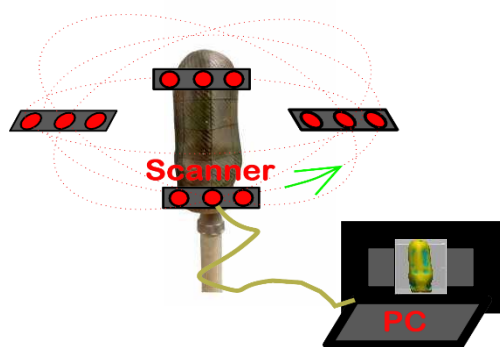


Fig. 3.6. Schiță indicând modul de scanare directă

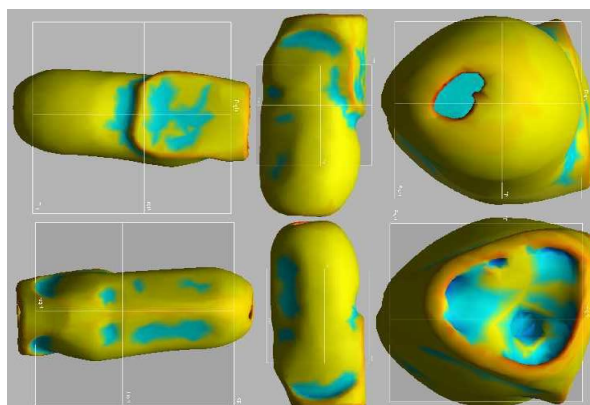


Fig. 3.7. Bontul digitalizat prin scanare directă. Diferite perspective din fișierul \*.STL.

Utilizarea unor lentile macro în fotogrametrie elimină restricțiile dimensionale în timp ce scanarea directă a obiectelor de dimensiune mai mică de 5cm necesită scannere speciale cu preț ridicat. În ceea ce privește rezoluția obiectelor digitalizate o apreciere poate fi realizată prin numărul de detalii surprins, aceasta manifestându-se în dimensiunea fișierului \*.STL obținut. Prin fotogrametrie dimensiunea medie a fișierului, pentru această aplicație, este de aproximativ  $210113,7 \pm 2086,3$ KB, iar în cazul scanării directe cu scannerul cu rezoluție redusă  $897,7 \pm 1,2$ KB, de 234,01 ori mai mic, ceea ce presupune un număr redus de informații. Totuși, cu cât numărul de puncte este mai ridicat, cu atât puterea de calcul necesară crește, iar pentru o aplicație de dimensiunile indicate și versiunea scanării directe oferă un număr suficient de puncte astfel încât reconstrucția să furnizeze informațiile necesare pentru personalizarea cupei.

## CAPITOLUL 4

### Obținerea și caracterizarea materialelor experimentale folosite pentru producție aditivă

Metodele de producție aditivă sunt foarte variate și se pot enumera metode ce folosesc extrudarea de material, fotopolimerizare în cuvă, fuziunea patului de pulbere, pulverizare de material, pulverizare de liant, depunere prin fascicul direcționat, microimprimare 3D și



laminare. Fiecare metodă cuprinde diferite procedee de depunere de material care folosesc același principiu, iar prin numărul mare de posibilități apare necesitatea alegerii metodei adecvate destinației care să îndeplinească următoarele criterii: caracteristici mecanice adecvate, producție rapidă, costuri reduse, eliminarea etapelor de post-procesare, pe cât posibil și nivelul de pregătire al personalului. O analiză efectuată prin consultarea unui producător de dispozitive medicale a identificat metoda de extrudare de material (FDM - Fused Deposition Modeling) drept cea mai convenabilă prin prisma următoarelor considerente: 1. instalația de producție aditivă are un preț de achiziție mult mai redus în comparație cu celelalte metode, mentenanța este mult mai facilă și eficientă economică; 2. materialele sunt disponibile la un preț rezonabil, fiind posibilă și alegerea culorii (un criteriu important pentru client); 3. viteza de producție este rezonabilă și poate fi ușor crescută prin utilizarea simultană a mai multor instalații și divizarea modelului în componente; 4. pregătirea personalului ce operează instalația de producție aditivă prin extrudare de material este una minimă, fiind necesară doar familiarizarea cu interfața; 5. caracteristicile mecanice ale reperului finit sunt adecvate pentru utilizare; 6. etapele de post-procesare pot fi reduse doar la finisarea suprafeței prin șlefuire/lustruire. Odată stabilită metoda de producție aditivă, cea prin extrudare de material, selecția materialului ar fi următorul aspect ce trebuie stabilit. Majoritatea instalațiilor de producție aditivă considerate semi-profesionale sau profesionale ce folosesc principiul extrudării de material pot atinge temperaturi de lucru de maximum 300°C, astfel selecția materialelor polimerice este restrânsă la acei polimeri termoplastici ce ajung în fază lichidă până la această temperatură. Ca opțiuni pentru aplicația considerată ar fi acidul polilactic (PLA), poli-acril-butadien-stirenul (ABS) sau poliuretanul termoplastic (TPU). În tabelul de mai jos sunt prezentate, comparativ, caracteristicile principale pentru fiecare clasă de polimeri. Având în vedere caracteristicile din tabelul 4.1, alegerea acidului polilactic (PLA) satisface necesitățile din punct de vedere mecanic, iar prețul de achiziție/kg este cel mai mic în momentul de față. Având în vedere biocompatibilitatea și faptul că este un polimer biodegradabil în anumite condiții pe piață sunt disponibile o serie de filamente cu diferite tipuri de ranforsări sau adaosuri de particule cu rolul de funcționalizare.

Tabel 4.1 Caracteristicile polimerilor utilizabili pentru producție aditivă [170]

Polimer / Caracteristici	PLA	ABS	TPU
Duritate Shore D	48 -87	68-103	12-79
Modul elasticitate (GPa)	0,5 - 10	0,7 - 6,10	0,003-0,870
Rezistența mecanică (MPa)	0,2 - 300	2,6 - 75	4-73
Temperatura de topire (°C)	90 - 220	180-310	100-230

Pentru realizarea unei cupe protetice s-a luat în calcul, pe lângă caracteristicile mecanice, și posibilitatea de a conferi proprietăți antimicrobiene suprafeței, aceste proprietăți fiind asigurate de adaosul de particule de argint sau cupru în filamentele disponibile comercial. În consecință, pentru selecția materialului pentru realizarea cupei protetice s-au luat în calcul trei tipuri de filamente: filament din acid polilactic fără niciun adaos, disponibil comercial, filament din acid polilactic cu adaos de particule de argint, disponibil comercial, și un filament din acid polilactic cu adaos de particule de cupru, de asemenea, disponibil comercial. Pentru a stabili comportarea mecanică a acestor filamente s-au achiziționat mostre de material ce au fost utilizate pentru realizarea unor epruvete de formă cilindrică ce au fost încercate la compresiune pentru a observa comportarea mecanică și a analiza influența adaosului de particule.

#### 4.1. Determinarea rezistenței la compresiune și a durității materialelor experimentale

Pentru încercarea la compresiune s-au utilizat epruvete de formă cilindrică obținute prin producție aditivă (metoda extrudării de material - FDM) folosind o instalație de producție aditivă FDM Sigma BCN3D. Structura epruvetelor a fost identică pentru toate, folosindu-se un

grad de umplere de 50% și aceeași direcție de producție astfel încât solicitarea din timpul încercării la compresiune să fie aplicată perpendicular pe direcția de depunere a stratului. Parametrii utilizați pentru producție (temperaturi și viteze) au respectat indicațiile specificate de către producătorul filamentului. S-au realizat câte 5 epruvete pentru fiecare tip de filament, cele trei tipuri de filament fiind codificate PLA pentru filamentul din acid polilactic comercial, PLA+Ag, pentru filamentul din acid polilactic cu adaos de 1% nanoparticule din argint și PLA+Cu pentru filamentul cu adaos de nanoparticule de cupru. În urma încercărilor la compresiune înregistrările au fost preluate și prelucrate pentru a obține curbele tensiune - deformație și determinarea parametrilor de interes, modulul de elasticitate și limita de curgere în compresiune.

#### Analiza comparativă a comportamentului mecanic

În fig. 4.4. este prezentată o selecție reprezentativă de curbe tensiune - deformație pentru comparația comportării mecanice a epruvetelor realizate din cele trei tipuri de filamente.

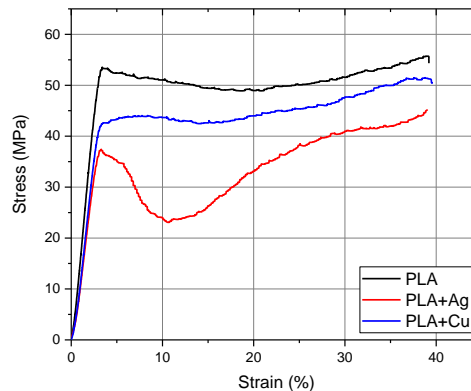


Fig. 4.4. Selecție de curbe reprezentative pentru epruvete realizate din cele trei tipuri de filamente

În ceea ce privește comportamentul mecanic al epruvetelor, se constată comportamentul fragil al epruvetelor realizate din PLA+Ag, în cazul acestora, perimetrul exterior (numărul de straturi de la exteriorul epruvetei) cedează relativ repede, în timp ce epruvetele realizate din PLA și PLA+Cu prezintă deformații plastice semnificative, perimetrul exterior nu cedează catastrofal. În fig. 4.5 sunt prezentate, comparativ, valorile medii ale modulelor de elasticitate și limitei de curgere pentru reperele obținute din cele trei tipuri de filamente.

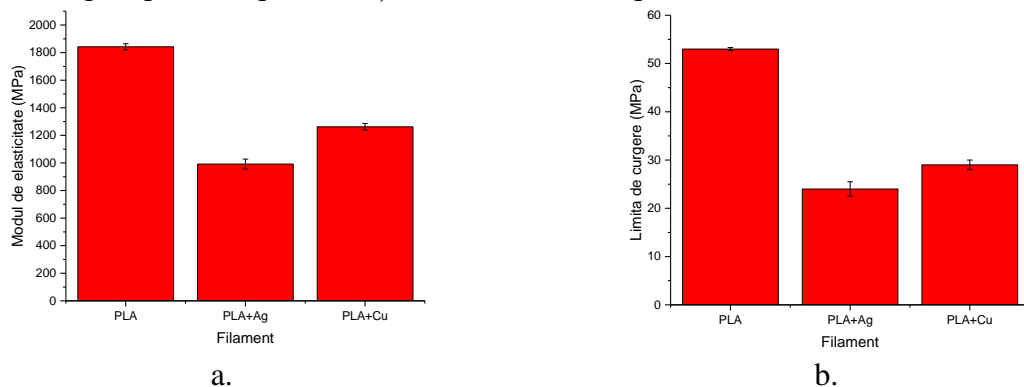


Fig. 4.5. Comparații ale caracteristicilor mecanice, valori medii ale a. modulului de elasticitate și b. limitei de curgere

## 4.2. Analiza morfo-compozițională a filamentelor cu bază PLA folosite pentru producție aditivă prin microscopie electronică de baleiaj

Prima investigație a fost realizată prin microscopie electronică prin baleiaj (SEM) pe filament, pe o suprafață de rupere, fiind prezentate aspectele suprafețelor de rupere ale celor trei filamente. În cazul filamentului fără particule, la mărimi mari, se pot observa micro-pori rezultați în urma procesului de fabricație, alături de aspectele tipice ale unei rupei fragile ale eșantionului investigat. În cazul filamentului cu adaos de particule de cupru se observă, pe

suprafața de rupere, prezența particulelor de cupru uniform dispersate în matricea polimerică. De remarcat este faptul că, față de filamentul cu argint, aceste particule nu prezintă dimensiuni de ordinul micrometrilor, astfel scăzând probabilitatea de aglomerare a particulelor în regiunea orificiului de extrudare.

Prin microscopie electronică prin baleiaj au fost studiate și suprafețele unor reperi obținute prin producție aditivă metoda FDM, aspectele sunt indicate în Fig. 4.12. - 4.14. pentru câte un reper obținut din fiecare tip de filament.

În cazul suprafeței reperului ce a utilizat filamentul PLA, în Fig. 4.12. a. se observă straturile succesive rezultate în urma procesului de depunere, fiind observate și unele debrisuri rezultate de asemenea în timpul producției. Interfața dintre straturi are o bună continuitate, după cum se observă în Fig. 4.12.c și e., adeziunea dintre straturi este un factor cheie în buna comportare mecanică a reperului. În Fig. 4.13. sunt prezentate aspecte ale suprafeței unui reper obținut folosind filamentul din acid polilactic cu particule de cupru. Filamentul cu particule de cupru prezintă particule de cupru distribuite uniform pe suprafață, Fig. 4.13.a., dar grosimea straturilor succesive prezintă o variație clară. În regiunea de interfață a straturilor se poate observa prezența unor particule de cupru, Fig. 4.13.d., prezența acestora reducând aderența dintre straturi și, inerent, comportarea mecanică a reperului. Zona de interfață, Fig. 4.13.e. și f., prezintă unele discontinuități.

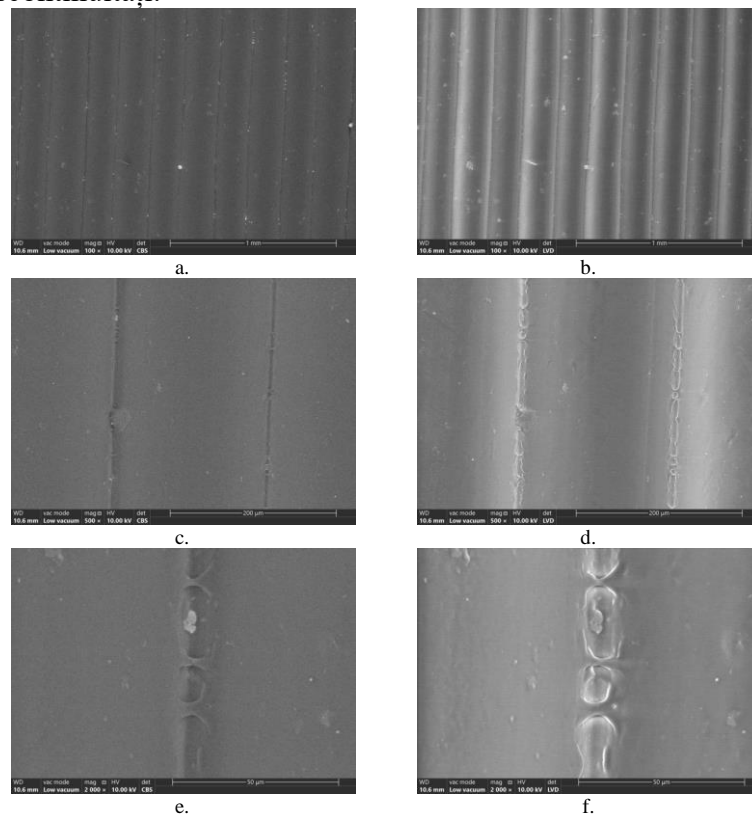


Fig. 4.12. Micrografii de microscopie electronică prin baleiaj pe suprafața a unui reper realizat din filament din acid polilactic comercial, imagini de electroni retroîmprăștiați (a.,c.,e.) și de electroni secundari (b.,d., f.)



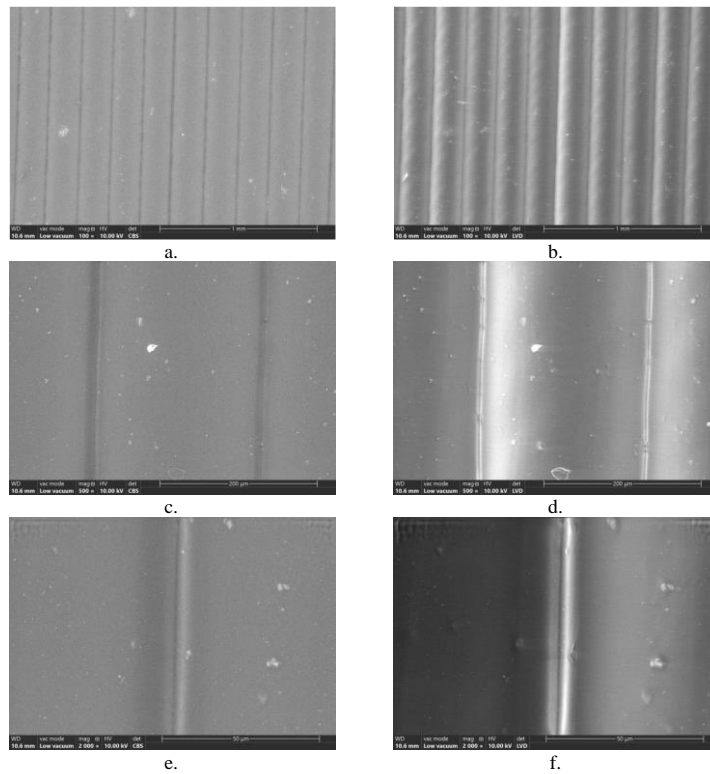


Fig. 4.13. Micrografii de microscopie electronică prin baleiaj pe suprafața a unui reper realizat din filament din acid polilactic cu particule de cupru, imagini de electroni retroîmprăștiați (a.,c.,e.) și de electroni secundari (b.,d., f.)

Analiza efectuată asupra unui reper obținut din filamentul de acid polilactic cu adaos de particule de argint este indicată în Fig. 4.14.

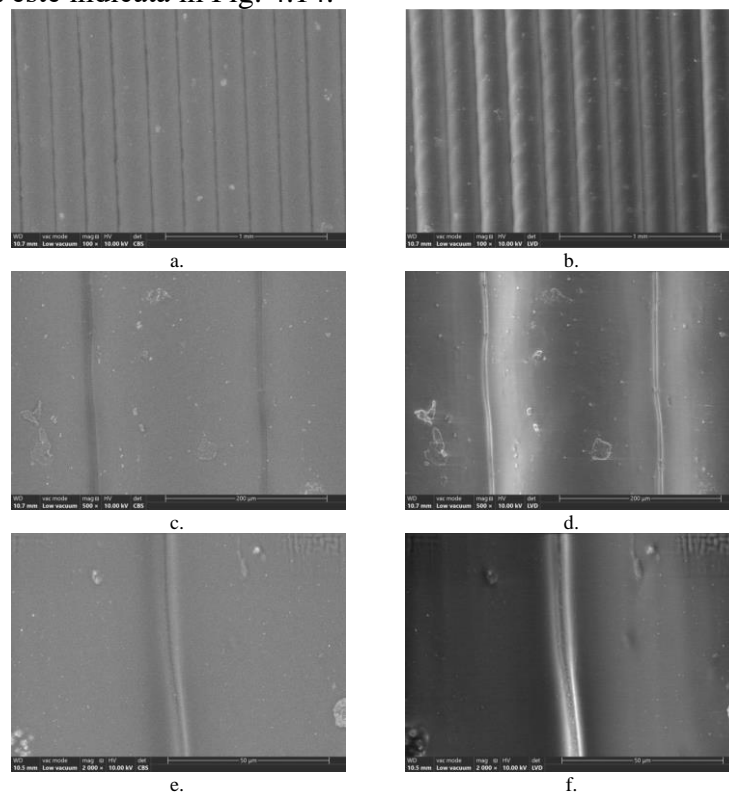


Fig. 4.14. Micrografii de microscopie electronică prin baleiaj pe suprafața a unui reper realizat din filament din acid polilactic cu particule de argint, imagini de electroni retroîmprăștiați (a.,c.,e.) și de electroni secundari (b.,d., f.)

În cazul reperului cu obținut cu acest filament se disting straturi cu grosime variabilă,

Fig. 4.14. a. și b., pe suprafață apărând aglomerări de particule de argint, Fig. 4.14. c.- f. În regiunea de contact dintre două straturi succesive se constată discontinuități, straturile având zone în care nu există un contact între ele, ceea ce induce o scădere semnificativă a caracteristicilor mecanice și o accentuare a anizotropiei. Această analiză preliminară sugerează faptul că adaosul de particule induce o variație a grosimii de strat și apariția unor aglomerări de particule. În cazul filamentului fără particule, la măriri mari, se pot observa micro-pori rezultați în urma procesului de fabricație, iar în cazul filamentelor cu particule se disting particule de dimensiuni micrometrice, de formă poliedrică, dispersate aleatoriu în matricea de acid polilactic [171]. Prin aglomerarea particulelor se poate realiza o obturare a orificiului extrudorului, ceea ce are drept consecință o variație a grosimii de strat, iar prin grosimi de strat variabile adeziunea dintre straturi este una incompletă, iar integritatea structurii suferă în sensul scăderii caracteristicilor mecanice și a accentuării anizotropiei. Inferența realizată asupra variației grosimii straturilor, a fost testată printr-o procedură descrisă în continuare.

#### Măsurarea grosimii straturilor succesive

Pentru a evalua grosimea straturilor succesive depuse în timpul producției aditive s-au efectuat o serie de măsurări pe micrografii SEM obținute pe suprafețele celor 3 repere. Protocolul a constat în efectuarea unor măsurări de grosimi de strat la distanțe egale, un exemplu de analiză fiind indicat în Fig. 4.15., fiind analizate 7 straturi succesive, pe fiecare strat fiind efectuate 12 măsurări de grosime.

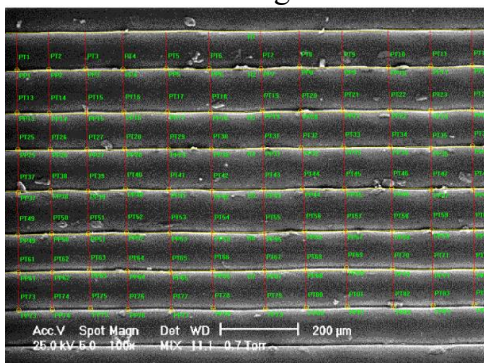


Fig. 4.15. Exemplificare a procedurii de efectuare a măsurărilor pentru grosimile de strat

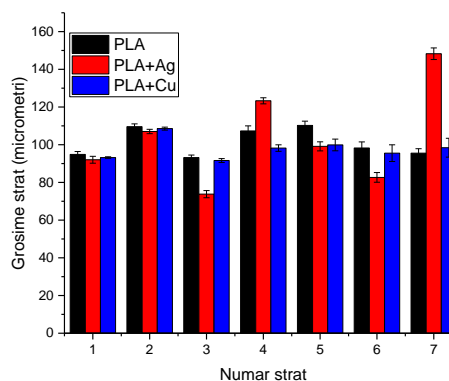


Fig. 4.16. Grosimile medii ale straturilor pentru reperele obținute folosind cele două tipuri de filamente

Rezultatele obținute în urma efectuării măsurărilor au fost prelucrate statistic, în Fig. 4.16. fiind prezentate, comparativ, valorile medii ale grosimilor pentru straturile măsurate. În cazul tuturor reperelor apare o variație a grosimii de strat, dar în cazul reperelor cu adaos de argint apare o variație mai accentuată a grosimii stratului, în cazul acestui reper înregistrându-se cea mai mare și totodată cea mai mică grosime medie din analiză. Se poate aprecia, global, tendința centrală și împrăștierea grosimii straturilor investigate. Se constată că în cazul utilizării filamentului PLA s-au obținut straturi cu o grosime mai uniformă decât în cazul utilizării celorlalte două tipuri de filamente. Adaosul de cupru induce o ușoară creștere a grosimii de strat și apare și o tendință de creștere a variației grosimii ce se remarcă prin creșterea împrăștierei valorilor măsurate. Deși grosimea medie de strat se află în zona reperelor PLA și PLA+Cu, reperele realizate din filamentul de acid polilactic cu adaos de argint înregistrează cea mai mare variabilitate a grosimii de strat, aspect remarcat prin împrăștierea foarte mare a grosimilor măsurate. Această variabilitate se presupune că ar fi datorată de blocarea de către particulele de argint a duzei, prin aglomerare, inferență indicată anterior în urma analizei efectuate prin microscopie electronică prin baleiaj.

În cazul suprafeței reperului ce a utilizat filamentul PLA se observă straturile succesive rezultate în urma procesului de depunere, fiind observate și unele debrisuri rezultate de asemenea în timpul producției. Interfața dintre straturi are o bună continuitate, adeziunea dintre straturi este un factor cheie în buna comportare mecanică a reperului [171 - 179]. Filamentul cu particule prezintă particule distribuite uniform pe suprafață, dar grosimea straturilor succesive

prezintă o variație clară. În regiunea de interfață a straturilor se poate observa prezența unor particule, prezența acestora reducând aderența dintre straturi și, inerent, comportarea mecanică a reperului [180-186]. Zona de interfață, prezintă unele discontinuități.

### 4.3. Determinarea structurii filamentelor cu bază PLA folosite pentru producție aditivă prin spectroscopie în infraroșu cu transformată Fourier

Investigațiile de spectroscopie în infraroșu cu transformată Fourier (FTIR) au fost realizate pe cele trei tipuri de filamente, spectrele suprapuse fiind indicate în Fig. 4.18. Spectrele FTIR ale probelor investigate prezintă benzile caracteristice polimerului PLA semicristalin. Între 2850-3000  $\text{cm}^{-1}$  se constată maxime pentru benzile datorate vibrațiilor de alungire (valență) simetrice și asimetrice ale legăturilor -C-H din grupările metil ( $\text{CH}_3$ ), respectiv vibrațiilor de alungire ale legăturilor -C-H din grupările metin(CH); La 1750  $\text{cm}^{-1}$  apar benzile datorate vibrațiilor de alungire ale legăturilor -C=O din grupările carbonil, iar între 1350-1460  $\text{cm}^{-1}$  apar benzile datorate vibrațiilor de deformare ale legăturilor -C-H din grupările metil și metin; La 1182  $\text{cm}^{-1}$  și 1078  $\text{cm}^{-1}$  apar benzile datorate vibrațiilor de alungire simetrice, respective asimetrice ale legăturilor -C-O- din grupările esterice; Benzile de la ~866  $\text{cm}^{-1}$  și ~753  $\text{cm}^{-1}$  pot fi atribuite fazelor amorfe și, respectiv, cristaline ale PLA-ului.

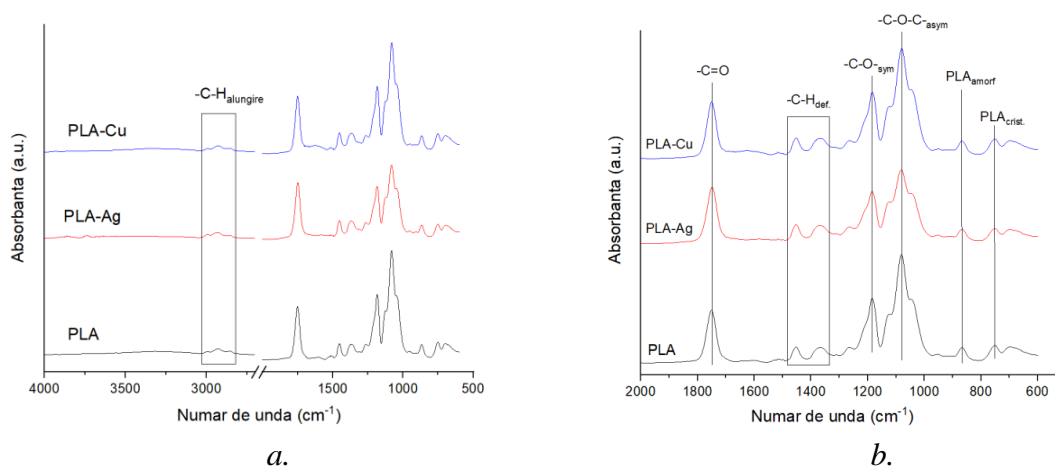


Fig. 4.18. Spectre FTIR pentru cele două tipuri de filamente: (a) spectru întreg; (b) detaliu al regiunii 2000–500  $\text{cm}^{-1}$

Acidul polilactic (PLA) este un poliester semicristalin biodegradabil utilizat pe scară largă în domeniul biomedical [179, 183, 186].

### 4.4. Investigații privind umectabilitatea suprafeței materialelor experimentale

Caracterizarea umectabilității suprafeței a fost realizată prin metoda unghiului de contact, o picătură de apă a fost depusă pe suprafața fiecărui reper obținut prin producție aditivă, iar unghiul de contact a fost măsurat folosind programul specific al aparatului. Determinările au fost repetate de câte 5 ori pentru fiecare reper. Valorile medii ale unghiurilor de contact indică faptul că, suprafața este una hidrofilă, valoarea acestuia fiind mai mică de 90°. Adăosul de particule scade ușor valoarea unghiului de contact, accentuând caracterul hidrofil al suprafeței, dar, având în vedere că suprafața analizată este cea rezultată direct în urma procesului de producție aditivă, o serie de factori pot influența acest comportament: rugozitatea suprafeței, determinată în principal de grosimile straturilor succesive depuse de instalație, asociată cu existența unor particule pe suprafață, alături de proporțiile de constituenți de la suprafață.

### 4.5. Selecția materialului optim pentru obținerea de cupe protetice personalizate prin producție aditivă

Pentru realizarea componentelor cupei protetice prin producție aditivă s-au considerat 3 tipuri de materiale, în urma analizei două fiind eliminate din cauza costului și a caracteristicilor mecanice nesatisfăcătoare pentru aplicație. Polimerul ales este acidul polilactic (PLA) datorită avantajelor privind disponibilitate, preț, parametri de procesare și caracteristici mecanice.

Pentru a îmbunătăți caracteristicile de suprafață, inducerea unui efect antimicrobian, s-au considerat două tipuri de filamente cu baza acid polilactic în care au fost introduse nanoparticule de cupru, respectiv nanoparticule de argint. O analiză comparativă a comportării mecanice a unor reperi realizate din cele două tipuri de filamente și un filament convențional a indicat scăderea caracteristicilor mecanice în urma adăosului de particule cu efect antimicrobian. Pentru a identifica cauza scăderii caracteristicilor mecanice a fost realizată o analiză comparativă a filamentelor cu particule față de filamentul convențional de PLA, urmărindu-se structura filamentului neprocesat și a reperelor obținute prin producție aditivă prin microscopie electronică de baleiaj (SEM) și spectroscopie în infraroșu cu transformată Fourier (FTIR), precum și investigații privind umectabilitatea și duritatea Shore-D. Această analiză a condus la concluzia că prezența particulelor în filament produce o variație considerabilă a grosimii stratului și poate modifica caracteristicile de adeziune dintre straturi, astfel caracteristicile mecanice sunt influențate în sensul scăderii acestora. Ca urmare a rezultatelor experimentale obținute, s-a decis utilizarea în continuare a filamentului din PLA ranforsat cu nanoparticule de cupru (Cu) ca material optim pentru execuția și testarea modelelor experimentale obținute prin producție aditivă.

## **CAPITOLUL 5**

### **Execuția și testarea modelelor funcționale de cupă protetică personalizată**

#### **5.1. Execuția modelului experimental și testarea în mediu simulat**

Din moment ce componentele realizate prin producție aditivă iau contact cu pielea, expunerea îndelungată la transpirația umană ar putea altera structura și, în consecință, caracteristicile mecanice ale materialului. Pentru a evalua comportarea mecanică în urma expunerii la transpirație artificială s-a efectuat un test de imersie a unor epruvete de formă cilindrică (dimensiuni 25 x 12 mm) realizate prin producție aditivă, metoda FDM, în transpirație artificială, recipientul folosit a avut o construcție specială, pentru a asigura o imersie completă a epruvetelor. Transpirația artificială a urmărit compoziția indicată de BS/EN 1811/2011, într-un litru de apă distilată fiind dizolvate 1g de acid lactic, 1g de uree și 5g de sare (NaCl). Seturi de câte 5 epruvete au fost extrase la 14, 28, 42, 56 și 70 de zile, măsurate, cântărite, s-a determinat duritatea Shore - D și au fost încercate ulterior la compresiune, rezultatele acestor determinări fiind ulterior centralizate, prelucrate și comparate cu valorile obținute prin investigarea unor epruvete neimersate, considerate ca referință.

##### **5.1.1. Evaluarea pierderii de masă**

După extragerea epruvetelor cilindrice din recipient acestea au fost uscate pe hârtie de filtru și cântărite folosind o balanță electronică cu o precizie de 4 zecimale. Fiecare epruvetă a fost cântărită, valoarea prezentată fiind cea a mediei aritmetice pentru fiecare set. Evaluarea pierderii de masă în funcție de numărul de zile de imersie prezintă o creștere a greutateii după 14 zile de imersie, ulterior această valoare intră într-un palier până la 58 zile, ulterior înregistrând o creștere ulterioară. Se poate afirma, în urma unei analize ANOVA, că variația de greutate este generată de durata de imersie, mecanismul implicat fiind absorbția, totuși greutatea absorbită nu poate fi eliminată în contextul unor suprafețe rugoase [189-195].

##### **5.1.2. Determinarea rezistenței la compresiune și a durității**

Epruvetele au fost încercate la compresiune folosind mașina universală de încercări pe care s-a montat dispozitivul de compresiune. Toți parametrii de încercare au fost menținuți constanți pentru toate seturile de epruvete încercate. Codificarea acestor epruvete cuprinde simbolul G urmat de un număr de ordine și un indicativ ce indică durata de imersie (0 - fără imersie, epruvetele de referință). Sunt prezentate curbele tensiune - deformație pentru epruvetele de referință, ce prezintă un comportament mecanic fragil, eșecul acestora apărând la deformații de 5-10%. Se constată, de asemenea, o împrăștiere considerabilă a rezultatelor, aceasta fiind cauzată, conform studiilor anterioare, de variabilitatea grosimilor straturilor ce intră în alcătuirea reperelor obținute prin producție aditivă. Sunt prezentate curbele tensiune - deformație obținute în urma încercării la compresiune a epruvetelor imersate în transpirație

artificială timp de 14 zile. Comportamentul mecanic rămâne în continuare unul fragil, cu deformații reduse, dar deformația la rupere tinde să crească față de cele de referință. Se prezintă curbele tensiune deformație în compresiune obținute în urma încercării epruvetelor imersate timp de 28 de zile în transpirație artificială. Față de seturile anterioare se constată o împrăștiere mai mică a rezultatelor, comportamentul fiind din nou unul fragil. Totuși deformația la rupere este una mai mare. Se prezintă curbele tensiune deformație ale epruvetelor imersate timp de 42 de zile în transpirație artificială. Comportamentul mecanic este în continuare unul fragil, acestea cedând la deformații reduse. Se observă comportamentul mecanic al epruvetelor imersate timp de 56 de zile în transpirație artificială, comportamentul fragil este din nou observat. Se prezintă curbele tensiune - deformație pentru epruvetele menținute durată cea mai îndelungată în transpirație artificială, 70 de zile. Comportamentul mecanic este unul fragil, epruvetele cedează la deformații mici. În fig. 5.8. este prezentată o selecție de curbe tensiune - deformație cu rolul de a aprecia, comparativ, comportamentul mecanic al epruvetelor în funcție de durata de menținere în transpirație artificială.

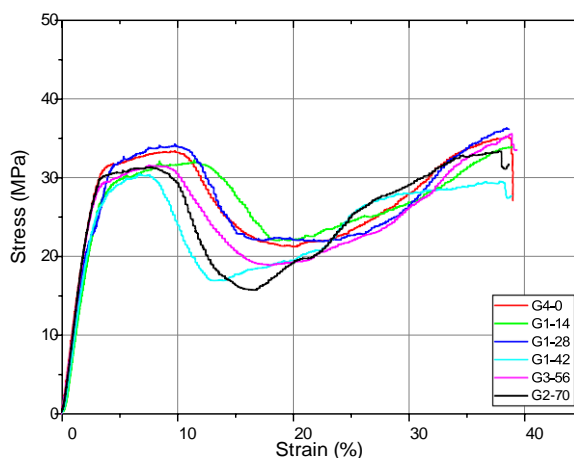


Fig. 5.8. Selecție de curbe tensiune - deformație în compresiune pentru a aprecia, comparativ, comportamentul mecanic

Analizând, comparativ, comportamentul mecanic al epruvetelor, se constată o ușoară tendință de ameliorare a plasticității în primele 28 zile de imersie, ulterior acest parametru începe să scadă din nou. Aceste ușoare modificări pot fi puse pe seama eliminării tensiunilor interne din material și un eventual efect plastifiant al lichidului în care s-a realizat imersia. Din punct de vedere al caracteristicilor mecanice, s-au determinat valorile modulului de elasticitate și ale limitei de curgere pentru seturile de epruvete, rezultatele fiind interpretate folosind valorile medii calculate. În Fig. 5.9. este prezentat grafic variația modulului de elasticitate în funcție de durata de imersie în transpirație artificială. Valoarea modulului de elasticitate aparent nu pare a fi influențată de durata de imersie, dar, având în vedere variabilitatea rezultatelor, s-a folosit testul de analiză a varianței, ANOVA, considerând ca tratament durata de imersie. Testul a fost efectuat la un nivel de încredere  $\alpha=0,05$ , rezultatul testului a indicat faptul că, din punct de vedere statistic, nu există o variație indusă de tratament (imersie în transpirație artificială). Variabilitatea rezultatelor apare din cauza neomogenităților structurale. În ceea ce privește variația valorilor limitei de curgere în funcție de durata de imersie, aceasta este indicată grafic în Fig. 5.10. Aparent se observă o ușoară creștere după o perioadă de imersare de 14 zile, urmată de o scădere, la 28 zile, valorile încep din nou să crească atingând o valoare maximă la setul de epruvete cu durata cea mai mare de imersie, 70 zile. Pentru a verifica dacă, într-adevăr, variația este produsă de imersie, s-a apelat din nou la testul de analiză a varianței. La același nivel de încredere  $\alpha=0,05$ , rezultatul testului ANOVA indică faptul că variabilitatea rezultatelor nu poate fi atribuită tratamentului.

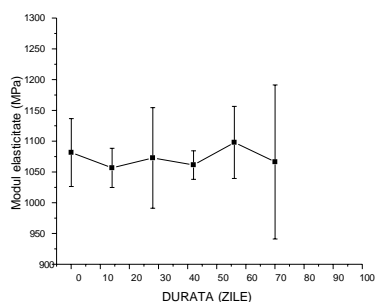


Fig. 5.9. Evoluția modului de elasticitate în funcție de durata de imersie

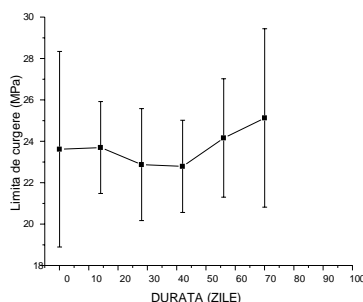


Fig. 5.10. Evoluția limitei de curgere în funcție de durata de imersie

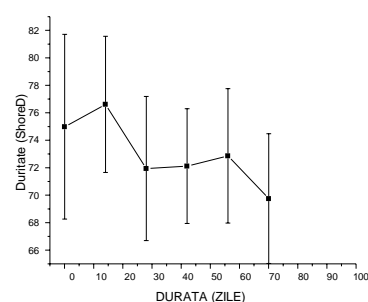


Fig. 5.11. Evoluția durtății Shore - D în funcție de durata de imersie în transpirație artificială

**Duritatea Shore - D** a fost determinată experimental utilizând un durometru Shore - D cu acționare manuală, respectând specificațiile standardului ASTM D2240/2010. Au fost efectuate 5 determinări/eprovete, pe suprafețele plane, valorile fiind ulterior mediate pentru fiecare set de epruvete. Evoluția valorii medii a durtății shore - D în funcție de durata de imersie în transpirație artificială indică o creștere inițială a durtății Shore - D după 14 zile de imersie, ulterior valorile scad sub valoarea inițială și se mențin într-un palier până la 70 zile de imersie, când apare o nouă tendință de scădere. Creșterea de duritate înregistrată la 14 zile de imersie se presupune a fi cauzată de o relaxare a tensiunilor interne induse în timpul fabricării aditive a epruvetelor. Odată ce aceste tensiuni sunt eliminate, epruvetele își modifică, de asemenea, și dimensiunile, duritatea începe să scadă, testul ANOVA indicând faptul că tratamentul, imersia în transpirație artificială, este responsabil de această variație a rezultatelor [196 - 203].

În concluzie, ca urmare a analizei variației caracteristicilor mecanice ale acidului polilactic cu adaos de nanoparticule de cupru imersat în transpirație artificială s-a constatat faptul că reperatele obținute prin utilizarea unui astfel de filament își păstrează caracteristicile mecanice, ceea ce îl recomandă pentru aplicație - evident, luându-se în calcul limitările experimentului.

## 5.2. Procesarea termică a reperelor experimentale

Scopul acestui studiu a fost acela de a stabili temperatura și durata adecvată pentru a asigura setul de caracteristici mecanice necesar aplicației. Acesta presupune implementarea unei analize de tip experiment programat ce ia în calcul doi factori de influență, temperatura de încălzire și durata de menținere, asupra factorului de răspuns, valoarea limitei de curgere.

Programul implementat a constat în efectuarea unei procesări termice la temperaturi de 120°C, 140°C, 160°C și 180°C cu o durată de menținere de 3h. În funcție de rezultatele obținute în urma primei etape, la extinderea duratei de menținere la 6h temperaturile luate în probele procesate la 180°C dimensiunile inițiale. Epruvetele utilizate au fost de formă paralelipipedică, proiectul CAD având latura de 10mm, modul de imprimare este indicat în paragrafele următoare. Materialul folosit pentru imprimare 3D a fost filamentul din acid poli(lactic) cu particule de cupru montat pe imprimanta 3D BCN3D SIGMA prevăzută cu un diametru al duzei de 0,40mm și un multiplicator de extrudare de 1,00. Respectând indicațiile producătorului filamentului, temperatura pentru imprimare a fost de 220°C, iar temperatura la care se află patul încălzit al imprimantei a fost de 80°C pentru a asigura o mai bună adeziune a componentei de-a lungul imprimării. A fost aleasă această succesiune a straturilor pentru a obține o structură cu anizotropie pe două direcții, cea paralelă și cea perpendiculară cu direcția de imprimare. Epruvetele astfel obținute au fost procesate termic, folosind un cuptor electric în care s-a introdus o cutie din tablă de oțel, în care s-a introdus pulbere de clorură de sodiu, epruvetele fiind poziționate în acest ansamblu. Utilizarea pulberii de clorură de sodiu are un rol multiplu: pe de o parte conferă o constrângere dimensională blocând deformarea excesivă a epruvetelor, asigură ecranarea față de radiația termică directă și permite o încălzire uniformă a epruvetelor. Pentru desfășurarea studiului au fost utilizate 6 epruvete pentru fiecare stare,



acestea fiind divizate, în funcție de orientare față de direcția de imprimare, în 3 orientate paralel și 3 perpendicular cu acestea. Codificarea epruvetelor utilizate face apel la simbolistica indicată tabelul 1, alături de un număr de ordine și indicarea direcție de încercare simbolizată || (pentru orientare paralelă cu direcția de imprimare) și ⊥ (pentru orientare perpendiculară cu direcția de imprimare).

### 5.3. Testarea mecanică și analiza fractografică a reperelor experimentale procesate termic

Probele procesate termic au fost încercate la compresiune folosind mașina universală de încercări Walter+Bai LFV300, încercarea fiind controlată în regim de viteză de deplasare de 5mm/min. În urma centralizării rezultatelor obținute studiul efectuat poate facilita alegerea unei asocieri de parametri pentru procesarea termică astfel încât să se poată obține caracteristicile mecanice cele mai favorabile aplicației. O primă constatare a fost modificarea maleabilității epruvetelor încercate: odată cu creșterea temperaturii de procesare s-a constatat o scădere a maleabilității, epruvetele trecând de la un comportament maleabil, cu deformări plastice semnificative, la unul fragil, după cum se poate observa în fig. 5.23 ce prezintă o suprapunere a unei selecții de curbe tensiune - deformație în compresiune pentru epruvete alese din fiecare set.

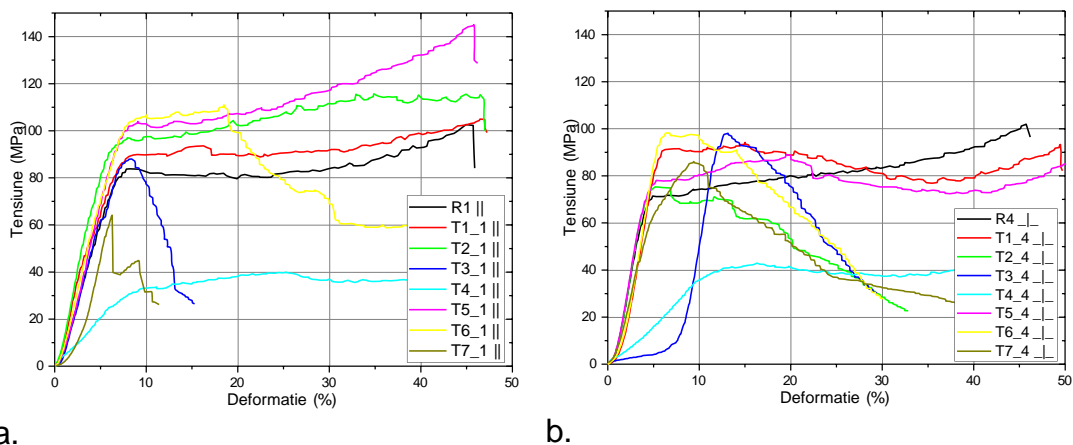


Fig. 5.23. Selecție de curbe tensiune - deformație în compresiune pentru epruvetele de referință și procesate termic orientate a. paralel și b. perpendicular cu direcția de imprimare

#### Analiza fractografică

Comportarea mecanică a epruvetelor poate fi explicată în primul rând prin structura generată de succesiunea de straturi pentru imprimare și modul de cedare al acestora, analiză efectuată cu ajutorul unui stereo-microscop. Analiza fractografică efectuată pe epruvetele încercate la compresiune este prezentată în Fig. 5.24. În cazul epruvetelor de referință "R" încercate pe direcție paralelă cu cea de imprimare se constată o butoieră semnificativă a acestora, straturile constituente încep să se deformeze puternic, după cum se observă în Fig. 5.24.a. Epruvetele încercate pe direcție perpendiculară prezintă un mod de eșec diferit, preponderent prin delaminarea straturilor și cedarea acestora într-o solicitare de încovoiere, după cum se observă în Fig. 5.24.b și c. Prin aplicarea procesării termice se observă o reducere a maleabilității materialului, epruvetele T1, orientate perpendicular cedează prin delaminare, Fig. 5.24. e și f, în timp ce epruvetele orientate paralel manifestă o cedare ce sugerează o solicitare la încovoiere a straturilor exterioare, Fig. 5.24. d. Creșterea temperaturii de menținere la 140°C, epruvetele T2, păstrează un mod de rupere similar cu cel al epruvetelor T1, în Fig. 5.24. g – i, observându-se detalii ce sugerează o rupere fragilă și delaminare. Prin procesare la 160°C, la epruvetele T3, se constată o coeziune mai bună a straturilor interioare ale epruvetelor (similar cu sinterizarea materialelor metalice), suprafața de rupere indicând un aspect fragil, cu moduri de solicitare mixte, după cum se observă în figurile anterioare (Fig. 5.24. j – l). Prin procesare la 180°C detaliile din suprafața de rupere sugerează o structură, în volum, cu straturi complet fuzionate Fig. 5.24. m - o, similară cu cea a unei piese obținute direct prin injecția polimerului. Suprafața de rupere prezintă aspecte tipice de rupere fragilă, cu aspecte

similare cu cele ale ruperii prin clivaj în cazul materialelor metalice. Totuși, regiunea exterioră prezintă o structură poroasă, predispusă cedării.

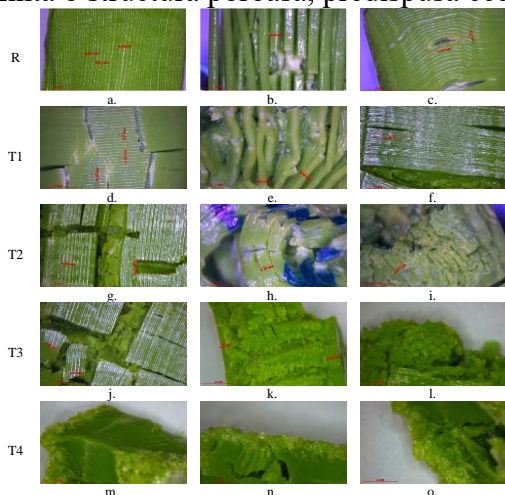


Fig. 5.24. Aspectul suprafețelor de rupere pentru probele procesate termic (timp 3h)

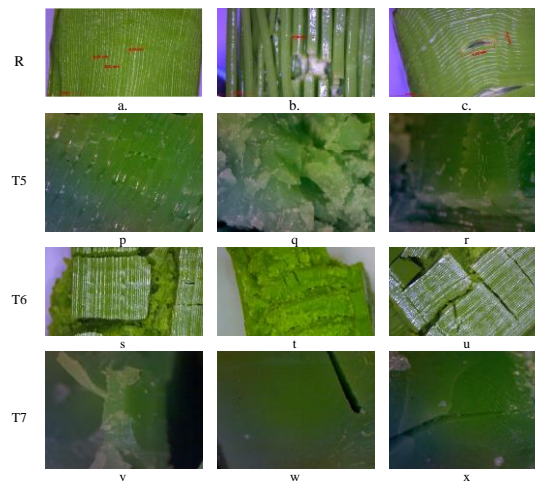


Fig. 5.24 Aspectul suprafețelor de rupere pentru probele procesate termic (timp 6h)

Odată cu creșterea temperaturii de procesare se constată o bună coeziune între straturile interioare ale materialului, dar principalul mod de eșec constă în cedarea straturilor exterioare, fie cele ale permietrului exterior sau cele ale straturilor solide, în funcție de orientare. Îmbunătățirea coeziunii dintre aceste straturi exterioare și cele interioare, de umplere, ar conduce la o creștere semnificativă a caracteristicilor mecanice. Pentru a investiga influența temperaturii și duratei de menținere alături de orientarea epruvetelor asupra caracteristicilor mecanice, au fost construite o serie de grafice pentru a urmări evoluția acestora. În cazul unei durate de menținere de 3h, indiferent de orientare, se observă o creștere a valorii odată cu creșterea temperaturii de procesare până la atingerea temperaturii de 160°C, urmată de o scădere abruptă la valori mai reduse față de cele inițiale. În cazul unei durate de menținere de 6h se observă o creștere inițială a valorii modulului de elasticitate, în urma unei mențineri la o temperatură de 120°C, urmată de o scădere continuă a valorilor odată cu creșterea temperaturii de menținere. Durata de menținere de 6h s-ar preta unei mențineri la maximum 120°C pentru a obține caracteristici de elasticitate superioare. Analizând variația valorii limitei de elasticitate în funcție de temperatura și durata de procesare și orientare, se constată că epruvetele menținute timp de 3h sugerează o creștere ușoară a valorii odată cu creșterea temperaturii de procesare pentru epruvetele orientate paralel, până la temperatura de 160°C, urmată de o scădere drastică. Epruvetele orientate perpendicular manifestă o creștere mai pronunțată a valorilor la o menținere de 120°C, urmată de o creștere mai puțin accentuată până la o temperatură de 160°C. La 180°C apare aceeași scădere drastică a caracteristicii. În cazul unei durate de menținere de 6h s-a constatat o creștere mai semnificativă a valorilor medii ale limitei de elasticitate, indiferent de orientarea epruvetelor. Pentru epruvetele orientate paralel creșterea semnificativă se constată la o menținere la 120°C, urmând un declin al valorilor odată cu creșterea temperaturii. Pentru epruvetele orientate perpendicular creșterea se produce gradual, cea mai semnificativă fiind cea obținută în urma unei mențineri la 140°C, la 160°C aprând declinul. Investigând variația limitei de curgere în funcție de cei trei parametri, temperatură și durată de menținere, alături de orientare, se constată o variație ce indică o ușoară creștere a valorii odată cu creșterea temperaturii pentru epruvetele menținute timp de 3h, până la un maximum de 160°C, urmând un declin al valorii. Cea mai semnificativă creștere a valorii a fost observată în urma unei mențineri la 160°C. În cazul epruvetelor cu o durată de menținere de 6h, în cazul unei orientări paralele, creșterea valorii limitei de curgere apare gradual, până la 140°C, urmând un declin. În cazul unei orientări perpendiculare cea mai importantă creștere se observă la o durată de menținere de 120°C, după care se constată declinul valorilor. Luând în calcul și anizotropia materialului obținut prin imprimare 3D un studiu a fost efectuat în vederea analizei ameliorării sau agravării acesteia în funcție de cei doi parametri de procesare termică,



durata și temperatura de menținere la procesarea termică. Astfel s-a definit un coeficient de anizotropie (C.A.) estimat ca un raport al caracteristicilor studiate pe o direcție la cealaltă direcție, conform ecuației (1).

$$C.A. = \frac{C_1}{C_2} \frac{p d}{p d} \frac{p}{p} \frac{p}{l} \quad (1)$$

Folosind această ecuație s-au determinat coeficienții de anizotropie pentru modulul de elasticitate, limita de elasticitate și limita de curgere. Analizând variația acestui coeficient, pentru epruvetele menținute la 3h se observă o scădere graduală a valorii până la o temperatură de menținere de 140°C, urmând o creștere la 160°C și o scădere aproape de valoarea 1.0 la epruvetele procesate la 180°C. Pentru epruvetele menținute 6h se constată o scădere ușoară a valorilor până la 140°C, urmată de o scădere semnificativă la 160°C, aproape de valoarea 1.0, specifică unui material ideal izotrop. În cazul modulului de elasticitate procesarea termică produce o ameliorare a anizotropiei. În cazul unei mențineri de 3h se observă o creștere inițială a valorii coeficientului în urma unei mențineri la 120°C, urmând o scădere graduală odată cu creșterea temperaturii de menținere. La o durată de menținere de 6h se observă o variație în oglindă față de cea de la 3h, la 120°C observându-se o scădere drastică urmată de o scădere ușoară. În ceea ce privește anizotropia valorii limitei de curgere. În cazul epruvetelor menținute 3h se observă o creștere graduală a valorii coeficientului de anizotropie odată cu creșterea temperaturii de menținere. La o temperatură de menținere de 140°C valoarea acestui coeficient este cea mai apropiată de valoarea 1.0, a unui material izotrop. Durata de menținere de 6h prezintă o variație neuniformă a valorii coeficientului de anizotropie, indicând totuși o tendință de creștere odată cu o creșterea temperaturii de menținere. Caracteristicile mecanice folosite în cadrul acestui studiu sunt obținute în urma prelucrării curbelor tensiune - deformație în compresiune, aspectul acestor curbe fiind generat în principal de comportarea mecanică a epruvetei în timpul testului. Având în vedere structura cu o anizotropie accentuată a epruvetelor și configurația folosită pentru imprimare, comportarea mecanică este determinată, în principal, de straturile exterioare (perimetrul exterior sau straturile solide, în funcție de orientare). Procesarea termică a epruvetelor indică, în principal, o ameliorare a anizotropiei materialului obținut prin imprimare 3D, totuși o proiectare atentă și o orientare adecvată a piesei în timpul imprimării poate contribui de asemenea la ameliorarea acestui fenomen.

#### **5.4. Proiectarea modelelor funcționale de cupă protetică personalizată tip multistrat**

##### **Proiectarea modelului de cupă protetică personalizată umplută cu rășină epoxidică**

Urmărind îmbunătățirea caracteristicilor mecanice ale materialului utilizat pentru realizarea cupei personalizate prima modalitatea aleasă este cea prin care cupa este concepută similar unei matrițe, imprimată 3D și umplută cu rășină epoxidică printr-un orificiu prelucrat în regiunea superioară. Pornind de la modelul proiectat anterior s-au executat o serie de operații care au permis obținerea unui model tip coajă, prezentat, în diferite perspective, în Fig. 5.44. În regiunea superioară a cupei s-a proiectat și decupat un orificiu de formă circulară pentru a introduce rășina epoxidică, lichidă, în modelul coajă imprimat 3D. După întărirea rășinii epoxidice cupa personalizată poate fi utilizată ca atare, stratul exterior obținut prin imprimare 3D nu este îndepărtat, beneficiind și de proprietățile antibacteriene ale cuprului introdus în filamentul de PLA.

##### **Proiectarea modelului de cupă protetică personalizată umplută cu fibră de sticlă și rășină epoxidică**

Cu scopul de a ridica performanțele mecanice ale materialului destinat cupei personalizate s-a luat în calcul și utilizarea unui compozit fibră de sticlă + rășină epoxidică pentru umplerea unei coji obținute prin imprimare 3D, concept similar cu cel al situației anterioare. Posibilitatea de a utiliza un compozit pentru umplerea unui model imprimat 3D tip coajă poate face apel la un amestec anterior al fibrei de sticlă, sub forma unor fibre scurte, cu rășina epoxidică și injectarea amestecului în matriță. totuși, aplicarea acestei proceduri necesită

aparatură specializată, iar caracteristicile mecanice ar fi ușor inferioare unui compozit realizat din mat (aglomerare de fibră de sticlă sub forma unui covor) impregnat cu rășină epoxidică (Fig. 5.44). Cea de-a doua variantă de armare poate fi realizată manual, fără aparatură specială, dar este necesară modificarea formei de umplere, în acest caz aceasta fiind concepută din două componente ce se unesc după armare. Cupa obținută anterior în programul CAD Autodesk Inventor a fost divizată în două componente ce pot fi imprimate 3D separat și, după armare îmbinate pentru a obține produsul finit. Aspectul celor două componente, în format CAD, poate fi observat în figurile următoare (Fig. 5.45 și Fig. 5.46.).



Fig. 5.44. Variantă constructivă a cupei pentru umplere cu rășină epoxidică



Fig. 5.45. Componentele cupei pentru varianta umplerii cu rășină epoxidică și mat de fibră de sticlă - Prima componentă (interior)

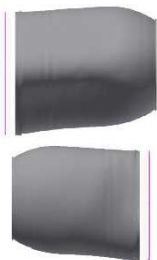


Fig. 5.46. Componentele cupei pentru varianta umplerii cu rășină epoxidică și mat de fibră de sticlă - A doua componentă (exterior)

Realizarea acestor componente se dovedește o procedură relativ facilă odată ce modelul de bază al cupei personalizate este obținut folosind bontul digitalizat anterior.

## 5.5. Execuția și testarea proprietăților mecanice ale modelelor funcționale de cupă protetică personalizată tip multistrat

Pentru a evalua comportarea mecanică a materialelor în cazul unor solicitări de tracțiune, compresiune și încovoiere au fost realizate câte 5 epruvete pentru fiecare set de determinări cu geometrii și dimensiuni specifice și conforme standardelor. Încercările au fost efectuate folosind mașina universală de încercări Walter+Bai LFV 300 pe care s-au montat, în funcție de natura încercării, dispozitivele necesare care să aplice solicitarea. În cadrul acestor determinări epruvetele au fost obținute direct prin producție aditivă, printare 3D folosind o instalație ce folosește principiul FDM și testate ca atare, fără post procesare. Al doilea set de epruvete au fost procesate termic, după ce au fost obținute prin producție aditivă, folosind parametrii stabiliți în urma studiului anterior, încălzire la 160°C și menținute timp de 3h. Al treilea set a fost obținut prin asocierea producției aditive cu metode clasice: prin producție aditivă s-a obținut forma exterioară a epruvetei (coaja), ulterior infiltrată cu rășină epoxidică, iar ultimul set de epruvete a fost obținut similar, folosind producția aditivă pentru a obține geometria exterioară a epruvetei, ulterior fiind utilizată rășina epoxidică și un mat de fibre de sticlă cu orientare aleatoare. Fiecare set a constat dintr-un număr de 5 epruvete, simbolul "X"

indicând numărul de ordine al epruvetei,  $X=1..5$ .

## **Analiza comparativă a rezultatelor**

### **E1. Încercarea la tracțiune**

Aspectul curbelor indică un comportament fragil pentru toate seturile de epruvete investigate, deformația plastică fiind neglijabilă. În cazul epruvetelor PE și PFS se constată o modificare a pantei ceea ce indică o modificare a distribuției tensiunilor în epruvetă: în cazul epruvetelor PE (infiltrate cu rășină epoxidică) se poate aprecia o bună adeziune între rășina epoxidică și acidul polilactic, în timp ce adaosul de fibră de sticlă produce un efect contrar așteptărilor prin scăderea rigidității și rezistenței mecanice. Acest lucru poate fi explicat prin incompatibilitatea caracteristicilor mecanice ale materialelor implicate: acid polilactic, rășină epoxidică și fibră de sticlă ce generează o distribuție neuniformă a tensiunilor și deformațiilor în material, eșecul fiind observat la interfețele acid polilactic - rășină epoxidică și rășină epoxidică - fibră de sticlă. Eliminarea incompatibilităților de caracteristici ar putea fi compensată prin modificarea suprafețelor, mai precis prin realizarea unor geometrii suplimentare în perimetrul exterior din acid polilactic care să asigure creșterea suprafeței laterale ce ar avea drept consecință îmbunătățirea adeziunii și o distribuție uniformă a tensiunilor și deformațiilor în întreg volumul. Procesarea termică induce o fragilitate accentuată materialului prin modificarea neuniformă a suprafețelor de contact dintre straturi. O optimizare a procedurii de procesare termică ar îmbunătăți considerabil suprafața obținută. În ceea ce privește caracteristicile mecanice obținute. Se constată faptul că modulul de elasticitate cel mai mare apare la setul PE, urmat de setul P3D, PTT și cele mai mici valori apare la setul PFS. În situația de față modulul de elasticitate nu mai poate fi privit în sensul clasic, ca o măsură a rezistenței legăturii inter-atomice, ci mai degrabă ca o măsură a coeziunii dintre interfețe ce poate fi extrapolată și către modul de distribuție a tensiunilor și implicit deformațiilor din material. În acest caz se constată o abatere de la variația constată pentru modulul de elasticitate. Setul de epruvete PE prezintă cea mai mare valoare a rezistenței mecanice, urmat de setul P3D, dar apare o inversiune între setul PTT și PFS, setul PFS prezentând o rezistență mecanică superioară setului PTT. Explicația modificării ierarhiei poate fi explicată luând în calcul și alungirile la rupere. În ceea ce privește alungirea la rupere setul PFS prezintă cea mai mare valoare, urmată de setul PE, setul P3D și setul PTT. Asociind rezistența mecanică cu alungirea la rupere se poate infera modul de distribuție al tensiunilor și deformațiilor în material: prezența fibrei de sticlă sub forma unui mat (distribuție aleatoare a fibrelor scurte) permite o alungire mai mare prin ușoare reorientări și alinieri ale fibrelor, practic solicitarea este preluată inițial de fibra de sticlă. În cazul solicitărilor uniaxiale de tracțiune utilizarea unor materiale realizate prin asocierea producției aditive cu infiltrarea de rășină epoxidică ar fi ruta de procesare cea mai adecvată pentru a obține caracteristici mecanice superioare.

### **E2. Încercarea la compresiune**

Epruvetele obținute prin producție aditivă (P3D) alături de cele obținute prin printare 3D și procesare termică prezintă un comportament deosebit de fragil, în timp ce epruvetele obținute prin post-procesare cu rășină epoxidică (PE) și rășină epoxidică armată cu fibră de sticlă (PFS) prezintă o ameliorare a comportamentului fragil, devenind mai maleabile. Prin procesare termică valoarea modulului de elasticitate crește, epruvetele PTT atingând o valoare medie de aproximativ 3000MPa cu 500MPa mai mult decât epruvetele P3D. Postprocesare conduce la o scădere a modulului de elasticitate, cel mai mic fiind observat în cazul epruvetelor din setul PE, urmat de setul PFS. Rezistența la compresiune prezintă o scădere în ordinea P3D, PTT, PFS și PE. Rezultatele obținute sunt oarecum contrar așteptărilor, dar variația lor este explicată în principal prin modul de distribuție al tensiunilor și deformațiilor în epruvetă, din moment ce nu putem considera epruveta ca fiind realizată dintr-un material omogen și izotrop, ci mai degrabă ca pe un ansamblu de materiale. În timpul solicitării de compresiune aceasta este preluată majoritar de perimetrul exterior al epruvetei, fiind ulterior transmisă și către elementele interne. Pentru a ameliora acest mod de transmitere al solicitării în cazul epruvetelor postprocesate se pot proiecta structuri interioare care să distribuie mai uniform tensiunile.

### E3. Încercarea la încovoiere

S-a efectuat o suprapunere a unor curbe reprezentative pentru epruvetele obținute prin producție aditivă fără postprocesare (P3D4), procesate termic (PTT1), infiltrate cu rășină epoxidică (PE5) și cele armate cu fibră de sticlă și rășină epoxidică (PFS5). Un comportament fragil se observă în cazul epruvetelor infiltrate cu rășină epoxidică și al celor procesate termic, acesta se ameliorează într-o oarecare măsură în cazul celor obținute direct prin producție aditivă, fără postprocesare, precum și al celor armate cu fibră de sticlă și rășină epoxidică. Prin prisma caracteristicilor mecanice, comparația este realizată folosind modulul de elasticitate și rezistența la încovoiere. Valoarea modulului de elasticitate prezintă o creștere spectaculoasă în cazul epruvetelor infiltrate cu rășină epoxidică, atingând valori de aproximativ 15GPa, urmate, la o diferență considerabilă, de cele procesate termic, acestea atingând o valoare în jurul a 6GPa. Armarea folosind fibra de sticlă nu prezintă o rigiditate ridicată la încovoiere, modulul de elasticitate atingând valori de aproximativ 4GPa, aproximativ dublu față de cele obținute direct prin producție aditivă, ce au un modul de elasticitate de aproximativ 2GPa. Această variație poate fi explicată, în principal, prin modul transferului solicitărilor în material, epruvetele infiltrate cu rășină epoxidică și procesate termic au drept rezultat un material compact, în care distribuția solicitărilor este mai uniformă decât în situația epruvetelor obținute direct prin producție aditivă sau prin armare cu fibră de sticlă: în această situație putem utiliza analogia unui compozit stratificat, rezistența epruvetei fiind, în principal, dictată de rezistența la forfecare interlaminară. Rezistența la încovoiere prezintă similarități cu cea a modulului de elasticitate: epruvetele infiltrate cu rășină epoxidică prezintă cele mai ridicate valori, în jurul a 200MPa, iar epruvetele procesate termic și cele armate cu fibră de sticlă au o rezistență la încovoiere în jurul valorii de 75MPa. Cea mai redusă valoare este din nou observată în cazul epruvetelor obținute prin producție aditivă, fără postprocesare, rezistența la încovoiere având o valoare medie de aproximativ 50MPa.

#### Concluzii

În ceea ce privește comportarea mecanică a materialelor propuse pentru îmbunătățirea performanțelor produsului se pot constata îmbunătățiri în funcție de tipul de solicitare aplicat. La solicitarea de tracțiune infiltrarea cu rășină epoxidică se dovedește a avea o rigiditate mai ridicată și o rezistență mecanică superioară, în timp ce la solicitarea în compresiune procesare termică crește rigiditatea și asigură o rezistență mecanică satisfăcătoare. În cazul unei solicitări mixte, cea de încovoiere, epruvetele infiltrate cu rășină epoxidică prezintă cele mai ridicate valori ale modulului de elasticitate și cea mai bună rezistență la încovoiere. În toate situațiile performanța mecanică a materialelor propuse depinde, în principal, de modul de distribuție al tensiunilor și deformațiilor în timpul solicitării. **Practic în cazul infiltrării cu rășină epoxidică se obține structura cea mai apropiată de cea a unui material izotrop, o tendință ce poate fi apreciată și în cazul procesării termice, dar cu o amplasare mai redusă. Producția aditivă generează, drept consecință a procedurii de fabricație, o anizotropie accentuată a produsului, iar armarea cu straturi de fibră de sticlă nu o ameliorează în vreun fel. O altă opțiune ar fi cea de a arma matricea cu fibre scurte, orientate aleatoriu, direcție ce va fi urmărită în cercetările ulterioare. Concluzia principală a acestui studiu al comportării mecanice este aceea că infiltrarea cu rășină epoxidică asigură cele mai bune caracteristici mecanice pentru aplicația considerată, fiind, totodată, cea mai simplă și eficientă metodă de producție.**

## CAPITOLUL 6

### Concluzii, contribuții originale și perspective de dezvoltare

#### 6.1. Concluzii

Din analiza prezentei teze de doctorat, se pot desprinde următoarele concluzii și aprecieri cu caracter general:

- În ceea ce privește materialele utilizate în producția aditivă, evoluția este una spectaculoasă: primele tehnologii de producție aditivă erau dezvoltate pentru a utiliza materialele existente, concepute pentru procesare prin alte metode, în prezent materialele sunt

proiectate pentru a se adapta cerințelor pentru producție aditivă. Pornind de la rășinile foto-polimerizabile utilizate la începuturi ce permiteau obținerea unor modele fragile și inexacte dimensional, în momentul de față materialele polimerice, metalice, ceramice sau compozite sunt optimizate pentru a obține viteze de producție ridicate, acuratețe dimensională, rezistență și rezoluție bună;

- Producția aditivă este strâns legată de tehnologia informației, direct prin instalațiile utilizate, dar și indirect prin tehnologia necesară pentru procesare;
- Tehnologia fabricării aditive face posibilă personalizarea anatomică a dispozitivului sau a unor componente ale dispozitivului medical;
- Procesarea imaginii rămâne și în prezent o problemă ce limitează extinderea aplicațiilor producției aditive în domeniul medical prin prisma acurateții geometrice și dimensionale;
- Implementarea producției aditive în domeniul medical este dificilă din cauza cerințelor stricte impuse prin standardele și legile ce reglementează acest domeniu;
- În cazul protezelor artificiale ale membrilor, cele care sunt adaptate anatomic aduc un confort sporit pacientului datorită esteticii și funcționalității superioare;
- Prin fabricare aditivă se pot realiza componente protetice adaptate anatomic, cu proprietăți mecanice adecvate și controlabile în etapa de producție, cu un grad de complexitate ridicat: pot fi incluse îmbinări, articulații, senzori și efectuatori în produsul ce poate fi obținut într-o singură etapă;
- Dispozitivele medicale obținute prin producție aditivă sunt mai ușoare, pot avea gradienti de proprietăți și pot ajunge la un cost de producție mai scăzut prin eliminarea pierderilor de material;
- Dificultățile de implementare a producției aditive provin din necesitatea pregătirii personalului, costul ridicat al sistemului și caracteristicile mecanice nesatisfăcătoare provenite de la numărul limitat de materiale disponibile pentru metoda de producție;
- Digitalizarea obiectelor pentru printarea ulterioară a acestora, se poate realiza prin fotogrametrie și scanare directă, cu un scanner de rezoluție scăzută. Prin fotogrametrie digitalizarea obiectelor de dimensiuni mici poate genera unele dificultăți, fiind necesară utilizarea unor obiective macro pentru aparatul foto, în timp ce scanarea directă în configurația utilizată în cadrul acestei lucrări poate fi utilizată la digitalizarea obiectelor de dimensiuni apropiate de 5cm. Fotogrametria ar avea un avantaj în ceea ce privește acuratețea dimensională, repetabilitatea și reproductibilitatea, dar procesul necesită experiență din partea operatorului în calibrarea dimensională, în timp ce scanarea directă este relativ simplă și nu necesită cunoștințe tehnice avansate din partea operatorului;
- Pentru execuția de componente protetice, se recomandă utilizarea procedurii de extrudare de material (FDM, Fused Deposition Modeling) având în vedere costurile reduse ale instalației, costul materiei prime, disponibilitatea și varietatea acestora și caracteristicile mecanice ale reperelor realizate;
- Pentru realizarea componentelor unei cupe protetice prin producție aditivă se apreciază că acidul polilactic (PLA) prezintă avantaje clare datorită disponibilității, prețului redus, parametrilor de procesare și postprocesare, caracteristicilor mecanice și de compatibilitate cu țesuturile vii;
- Producția aditivă generează, drept consecință a procedurii de fabricație, o anizotropie accentuată a produsului;
- Procesarea termică a componentelor imprimate 3D are o influență semnificativă asupra caracteristicilor și comportamentului mecanic;
- Îmbunătățirea comportării mecanice a reperelor este posibilă prin postprocesarea reperelor produse prin producție aditivă, fie prin procesare termică a reperelor fie prin armarea acestora;
- Prin încercarea la tracțiune, compresiune și încovoiere a reperelor obținute prin producție aditivă fără postprocesare, a unor repere obținute prin producție aditivă și procesate

termic, a unor repere obținute prin producție aditivă infiltrate cu rășină epoxidică și a unor repere obținute prin producție aditivă și armate cu rășină epoxidică și fibră de sticlă s-a încercat stabilirea celei mai convenabile metode de îmbunătățire a caracteristicilor mecanice;

- În cazul producției aditive, anizotropia reperului ridică mari probleme în predicția comportării în timp, din cauza modului de distribuire a tensiunilor și deformațiilor, în timp ce postprocesarea reduce în mare măsură acest aspect.

## **6.2. Contribuții originale**

Cercetările efectuate au adus o serie de contribuții cu titlu de noutate prin rezultatele originale obținute și prin interpretarea lor teoretică. Contribuțiile originale vor fi prezentate în cele ce urmează împreună cu cele mai importante rezultate obținute. Teza și-a propus stabilirea etapelor unui flux tehnologic pentru realizarea unor componente protetice personalizate, într-o manieră rapidă, ieftină și care să producă un disconfort minim pacientului, deoarece metoda clasică de realizare a componentelor protetice se dovedește astăzi a fi inefficientă, de durată, costisitoare, cu un consum ridicat de material și cu un disconfort considerabil pentru pacient prin obținerea mulajului. Implementarea tehnologiilor de digitalizare a obiectelor și a producției aditive elimină consumul de material pentru realizarea unei matrițe și a pozitivului componentei vizate prin obținerea directă a unui model tridimensional ce poate fi utilizat ca șablon pentru proiectare și ulterior transferat către instalația de producție aditivă ce este capabilă să ofere produsul finit sau aproape finit. Durata întregii proceduri poate fi considerabil scurtată, digitalizarea părții corpului fiind un proces ce se desfășoară în câteva minute, proiectarea se poate realiza în decursul a câtorva ore, iar realizarea fizică a proiectului, în funcție de complexitate și metoda de realizare aleasă, poate fi realizată între 4-36ore.

În programul experimental s-a investigat, în primă fază, etapa de digitalizare a părții corpului vizate în acest studiu, restul membrului inferior după amputație. Folosind un pozitiv obținut de la un producător de proteze acesta a fost digitalizat prin două metode, fotogrametrie și scanare directă folosind un scanner de rezoluție redusă. Aceste metode au fost alese deoarece implică costuri minime în ceea ce privește aparatura: pentru fotogrametrie sunt necesare un aparat foto cu o rezoluție bună și un calculator personal cu un program dedicat, iar în cazul scanării directe un senzor specializat cu un cost de achiziție redus și un calculator personal. Digitalizarea, în cazul ambelor metode, s-a realizat prin utilizarea unor imagini preluate de pe modelul fizic și asociate prin diferiți algoritmi pentru realizarea unui nor de puncte, un fișier în format \*.STL. Pentru a verifica repetabilitatea și reproductibilitatea procedurilor de digitalizare, s-a apelat la o analiză dimensională, prin compararea modelului digitalizat în repetate rânduri, prin fiecare metodă. Rezultatele studiului indică faptul că fotogrametria ar avea un avantaj în ceea ce privește acuratețea dimensională, repetabilitatea și reproductibilitatea, dar procesul necesită experiență din partea operatorului în calibrarea dimensională, în timp ce scanarea directă este relativ simplă și nu necesită cunoștințe tehnice avansate din partea operatorului. Odată obținut modelul scanat, sub forma unui fișier \*.STL, a fost necesară conversia acestuia într-un format acceptat de programele CAD. Fișierul \*.STL are în structura sa coordonatele (x,y,z) și normala pentru fiecare punct, de aceea majoritatea programelor CAD (ce utilizează ecuații) nu pot opera cu astfel de fișiere. În consecință s-a apelat la reconstrucția CAD a fișierului \*.STL folosind drept șablon datele scanate și, cu ajutorul unui program specializat, obiectul a fost reconstruit într-un format acceptat de programele CAD. Solidul astfel reconstruit a fost utilizat ca șablon și uneltă în vederea proiectării cupei personalizate, realizată în același program CAD. Odată ce proiectul a fost realizat, acesta este exportat în format \*.STL pentru a fi manipulat de către slicer, programul specific al instalației de producție aditivă, program ce transpune cotele proiectului în coordonate de deplasare a instalației de producție aditivă pentru realizarea obiectului fizic. Pentru realizarea componentei protetice s-a efectuat un studiu inițial luându-se în calcul acidul polilactic (PLA), poli-acril-butadien-stirenul (ABS) și poliuretanel termoplastice (TPU), parametrii de lucru, caracteristicile mecanice și prețul impunând acidul polilactic drept cel mai adecvat pentru aplicația dorită, o componentă protetică personalizată. Efectul antimicrobian obținut prin adaosul a diferite elemente a fost considerat dezirabil pentru

această aplicație, astfel s-a efectuat un studiu comparativ pe niște reperi realizate din acid polilactic simplu, acid polilactic cu adaos de nanoparticule de argint (1% greutate) și adaos de nanoparticule de cupru (1% greutate). Studiul s-a axat pe evaluarea comportării mecanice a unor reperi obținute din aceste trei filamente, prin încercarea la compresiune. Rezultatele încercărilor au indicat faptul că adaosul de nanoparticule, fie cupru sau argint, tind să scadă caracteristicile mecanice ale reperelor în comparație cu cele din acid polilactic simplu. Reperele din acid polilactic simplu au prezentat cele mai bune caracteristici mecanice, urmate de cele cu adaos de cupru și cele mai slabe au fost cele cu adaos de nanoparticule de argint.

Pentru a identifica mecanismul de eșec s-a realizat un studiu comparativ între reperi din acid polilactic simplu și cele cu adaos de argint (care au prezentat cele mai slabe caracteristici) și cu adaos de cupru. Prin microscopie electronică de baleiaj, microscopie optică și spectroscopie în infraroșu cu transformată Fourier s-a identificat cauza scăderii caracteristicilor mecanice prin adaosul de nanoparticule de argint: modificări structurale ale polimerului nu au fost observate prin FT-IR, în schimb variația grosimii straturilor succesive și aderența slabă dintre acestea reprezintă principalul factor în comportarea mecanică nesatisfăcătoare a reperelor din acid polilactic și argint. S-a inferat aglomerarea nanoparticulelor în zona orificiului de extrudare a imprimantei și modificarea fluxului de polimer în fază lichidă. Dintre cele trei tipuri de filament s-a ales filamentul din acid polilactic cu adaos de nanoparticule de cupru (1% greutate), realizând un compromis între performanțe mecanice și caracterul antimicrobian dorit pentru aplicație. Având în vedere contactul cu pielea și expunerea componentei la fluide biologice, transpirația, în acest caz, s-a efectuat și un test de imersie pentru a evalua variația caracteristicilor mecanice. S-au printat reperi ce au fost imersate în transpirație artificială și caracterizate mecanic la diferite perioade de timp, o durată maximă în cazul experimentului de 10 săptămâni. Rezultatele obținute indică o ușoară scădere a caracteristicilor mecanice în urma imersării în transpirație artificială, dar scăderea observată este nesemnificativă pentru aplicația vizată. Experimentul a confirmat menținerea unui factor de siguranță ridicat chiar și în urma contactului îndelungat cu transpirația.

O a treia direcție de cercetare abordată în această lucrare a fost îmbunătățirea comportării mecanice a reperelor, metoda aleasă fiind cea prin postprocesarea reperelor produse prin producție aditivă. S-au abordat două direcții principale: procesarea termică a reperelor și o asociere a producției aditive cu metode clasice de producție: realizarea unui perimetru exterior prin producție aditivă și infiltrarea acestuia cu rășină epoxidică, o primă variantă, și realizarea unui perimetru exterior ce va fi armat printr-un compozit alcătuit din matrice epoxidică aramată cu fibră de sticlă scurtă, interconectată.

În ceea ce privește procesarea termică a reperelor, s-a decis abordarea unui experiment programat pentru stabilirea parametrilor de procesare termică, temperatură și timp. Ca factor de răspuns a fost alese caracteristici mecanice determinate prin încercare la compresiune. Procesarea termică a fost realizată într-un cuptor electric folosind o incintă cu NaCl în care s-au introdus reperi printate 3D folosind o asociere de temperaturi și durate de menținere, temperaturile alese variind între 120 - 180°C și durate de menținere cuprinse între 3-6h. În urma caracterizării mecanice prin încercare la compresiune și efectuarea investigațiilor fractografice asupra reperelor cedate s-a constatat faptul că variația parametrilor de procesare are drept consecință o variație semnificativă asupra caracteristicilor mecanice. Parametrii care au asigurat cele mai bune rezultate au fost temperatura de menținere de 160°C și durata de menținere de 3h. Prin asocierea acestor parametri s-a constatat o reducere considerabilă a anizotropiei, practic valoarea raportului apropiindu-se de 1 și creșterea modulului de elasticitate la cele mai ridicate valori. În urma procesării termice s-a constatat și o modificare dimensională a reperelor, în planul paralel cu direcția de producție s-au constatat contracții de aproximativ 2%, în timp ce pe direcția perpendiculară s-a constatat o dilatare cu aproape 4%. Totodată, prin procesare termică, s-a constatat și o modificare a energiei superficiale estimată prin metoda unghiului de contact, valoarea acesteia crescând în asociere directă cu temperatura și durata de menținere. Aceste schimbări sunt datorate, în principal, modificărilor ce apar la nivelul suprafeței, prin

topirea superficială a straturilor succesive de polimer și modificarea rugozității.

Asocierea producției aditive cu metode clasice nu presupune, în vreun fel, modificarea caracteristicilor de suprafață ale polimerului, în consecință în acest caz s-a evaluat comportarea mecanică a reperelor. Prin încercarea la tracțiune, compresiune și încovoiere a reperelor obținute prin producție aditivă fără postprocesare, a unor reperi obținute prin producție aditivă și procesate termic, a unor reperi obținute prin producție aditivă infiltrate cu rășină epoxidică și a unor reperi obținute prin producție aditivă și armate cu rășină epoxidică și fibră de sticlă s-a încercat stabilirea celei mai convenabile metode de îmbunătățire a caracteristicilor mecanice. În cazul producției aditive anizotropia reperului ridică mari probleme în predicția comportării în timp din cauza modului de distribuire a tensiunilor și deformațiilor, în timp ce postprocesarea reduce în mare măsură acest aspect. În cazul celor trei tipuri de solicitări, pentru cele 4 tipuri de epruvete încercate s-au constatat comportamente puternic diferite, făcând dificilă alegerea unei metode. La solicitarea în tracțiune cele mai bune caracteristici le-au prezentat epruvetele infiltrate cu rășină epoxidică, urmate de cele obținute direct prin producție aditivă, cele armate cu fibră de sticlă aflându-se pe a treia poziție, iar cele mai slabe caracteristici în tracțiune fiind identificate la epruvetele procesate termic. La solicitarea în compresiune epruvetele obținute prin producție aditivă și cele procesate termic prezintă cele mai bune caracteristici, infiltrarea cu rășină epoxidică și armarea cu fibră de sticlă asigură caracteristici inferioare. În ceea ce privește rezistența la încovoiere infiltrarea cu rășină epoxidică prezintă cele mai bune caracteristici mecanice. Aceste rezultate, asociate cu analiza suprafețelor de rupere, indică faptul că modul de distribuție al tensiunilor în reper joacă un rol crucial în performanța mecanică. Reperele obținute prin asocierea producției aditive și a metodelor clasice prezintă un transfer inefficient de tensiuni între componenta realizată prin producție aditivă și cea adăugată prin postprocesare. Avantajul producției aditive este acela că permite realizarea unor structuri suport care să mărească suprafața de contact și care să permită o distribuție mai uniformă a tensiunilor în ansamblu. Prin rezultatele obținute utilizarea unor perimetre exteriorare realizate prin producție aditivă care să prezinte eșafodaje pentru a mări suprafața de contact și infiltrarea lor cu rășină epoxidică reprezintă o soluție inovativă, ieftină și rapidă pentru realizarea unor componente protetice personalizate.

Fluxul propus pentru realizarea unor componente protetice personalizate este ușor de implementat, eficient din punct de vedere economic și asigură productivitate ridicată, iar materialele și metodele de producție propuse conduc la realizarea unor componente într-o manieră eficientă prin reducerea consumului de material și duratei de fabricație, obținerea unor produse cu caracteristici controlabile și chiar migrarea către materiale complet biodegradabile.

În urma analizei variației caracteristicilor mecanice ale acidului polilactic cu adaos de nanoparticule de cupru imersat în transpirație artificială s-a constatat faptul că reperatele obținute prin utilizarea unui astfel de filament își păstrează caracteristicile mecanice, ceea ce îl recomandă pentru aplicație - evident, luându-se în calcul limitările experimentului

Se menționează faptul că partea experimentală a fost efectuată preponderent în laboratoarele din Departamentul Știința Materialelor Metalice și Metalurgie Fizică, Facultatea Știința și Ingineria Materialelor, Universitatea Politehnică din București, deși au fost efectuate determinări experimentale și în alte laboratoare. Departamentul deține și pretinde că epuizează cercetările teoretice și experimentale în domeniul realizării unor componente protetice personalizate prin producție aditivă, lucrarea își aduce o importantă contribuție teoretică și practică, deschizând în același timp noi orizonturi pentru cercetările viitoare în acest domeniu.

### **6.3. Perspective de dezvoltare ulterioară**

Prezenta teză de doctorat are perspective de dezvoltare ulterioară în mai multe direcții. Astfel, este posibilă extinderea studiilor privind potențiala modificare a proprietăților de suprafață ale reperelor printate, cu ajutorul unor acoperiri nanostructurate și urmărirea evoluției suprafețelor degradate din punct de vedere al compușilor care se formează în funcție de mediile simulate de testare utilizate. Pot fi dezvoltate cercetări ulterioare privind îmbunătățirea metodelor de post-procesare a reperelor printate sau de utilizarea nanotuburilor



de carbon sau grafenelor, precum și înglobarea în straturile depuse a unor substanțe cu rol protector pentru pielea pacientului. Evident, este posibilă extinderea cercetărilor privind testarea biofuncționalității pe modele specifice. Nu în ultimul rând, pot fi dezvoltate și studiate noi materiale și noi fluxuri de producție pentru execuția de componente protetice personalizate.

## **Lista lucrărilor științifice publicate**

### **Lucrări publicate în reviste indexate ISI:**

1. Alexandrescu, D., Antoniac, I., Olteanu, C., Anghel, L., Sarbu, N., Ciocoiu, R., Scutariu M.M., Surlari, Z., Ioanid, N., Stefanescu, V., Influence of thermal processing for 3D printed components, *Materiale Plastice*, 58, 4, 250-260, 2021, DOI: 10.37358/MP.21.4.5550
2. Alexandrescu, D., Vasilescu, M., Sfat, C., Tabaras, D., Gheorghita, D., Antoniac, I., Ciocoiu, R., A study on 3D printed components surface made of PLA with silver particles, *University Politehnica of Bucharest Scientific Bulletin Series B - Chemistry and Materials Science*, 83, 2, 303-312, 2021

### **Lucrări prezentate în cadrul unor comunicări științifice:**

1. Alexandrescu, D., Ciocoiu, R., Turcu, R., Popescu, D., Streza, A., Stere, A., Miculescu, M., Antoniac, I., Immersion of 3D printed PLA parts in artificial sweat - changes in mechanical properties, 9th International Conference “Biomaterials, Tissue Engineering & Medical Devices” BIOMMEDD, July 20-22th, 2022, Bucharest (Romania).
2. Alexandrescu, D., Antoniac, I., Ciocoiu, R., Stere, A., Robu, A., Combining additive manufacturing with conventional production methods to obtain new materials for prosthetic cups, 9th International Conference “Biomaterials, Tissue Engineering & Medical Devices” BIOMMEDD, July 20-22th, 2022, Bucharest (Romania).
3. Bololoi, R., Ciocoiu, R., Tecu, C., Gradinaru, V., Manea, A., Alexandrescu, D., Antoniac, I., Physical 3D spine model created from DICOM images, International Conference BIOREMEDI2019. September 26-28th, 2019, Craiova (Romania).

## **BIBLIOGRAFIE SELECTIVĂ**

- [2] Chepelev, L., Giannopoulos, A., Tang, A., Mitsouras, D., & Rybicki, F. J. (2017). Medical 3D printing: methods to standardize terminology and report trends. *3D Printing in Medicine*, 3(1), 4.
- [52] Pantea, M.; Ciocoiu, R.; Tancu, A. M. C.; Nina, D. M.; Petre, A.; Antoniac, I. V.; Melescanu-Imre, M.: Comparative Study on Two Methods Used in Obtaining 3D Printed Dental Models. *Mater Plast* 2019, 56, 812-816
- [53] Güth, J.-F.; Keul, C.; Stimmelmayer, M.; Beuer, F. & Edelhoff, D. (2013): »Accuracy of digital models obtained by direct and indirect data capturing. *Clinical Oral Investigations* 17, 1201-1208
- [54] Vecsei, B.; Joós-Kovács, G.; Borbély, J. & Hermann, P. (2016): Comparison of the accuracy of direct and indirect three-dimensional digitizing processes for CAD/CAM systems – An in vitro study. *Journal of Prosthodontic Research* 61(2), 177-184
- [121] S.F.S. Shirazi, S. Gharehkhani, M. Mehrali, H. Yarmand, H.S.C. Metselaar, N.A. Kadri, N.A.A. Osman, A review on powder-based additive manufacturing for tissue engineering: selective laser sintering and inkjet 3d printing, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 16 (3) (2015) 033502
- [122] K.C. Kolan, M.C. Leu, G.E. Hilmas, M. Velez, Effect of material, process parameters, and simulated body fluids on mechanical properties of 13-93 bioactive glass porous constructs made by selective laser sintering, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 13 (2012) 14-24
- [123] G.V. Salmoria, P. Klauss, R.A. Paggi, L.A. Kanis, A. Lago, Structure and mechanical properties of cellulose based scaffolds fabricated by selective laser sintering, *Polym. Test.* 28 (6) (2009) 648-652
- [124] J.M. Williams, A. Adewunmi, R.M. Schek, C.L. Flanagan, P.H. Krebsbach, S.E. Feinberg, S.J. Hollister, S. Das, Bone tissue engineering using polycaprolactone scaffolds fabricated via selective laser sintering, *Biomaterials* 26 (23) (2005) 4817-4827
- [125] G. Ciardelli, V. Chiono, G. Vozzi, M. Pracella, A. Ahluwalia, N. Barbani, C. Cristallini, P. Giusti, Blends of poly-( $\epsilon$ -caprolactone) and polysaccharides in tissue engineering applications, *Biomacromolecules* 6 (4) (2005) 1961-1976
- [126] S. Eosoly, D. Brabazon, S. Lohfeld, L. Looney, Selective laser sintering of hydroxyapatite/poly- $\epsilon$ -caprolactone scaffolds, *Acta Biomater.* 6 (7) (2010) 2511-2517.
- [190] Kucharczyk, P.; Hnatkova, E.; Dvorak, Z.; Sedlarik, V.: Novel aspects of the degradation process of PLA based bulky samples under conditions of high partial pressure of water vapour. *Polym Degrad Stabil* 2013, 98, 150-157.
- [196] Huang, D.; Hu, Z. D.; Liu, T. Y.; Lu, B.; Zhen, Z. C.; Wang, G. X.; Ji, J. H.: Seawater degradation of PLA accelerated by water-soluble PVA. *E-Polymers* 2020, 20, 759-772.
- [199] Chandran, V.; Kalman, J.; Fayazbakhsh, K.; Bougherara, H.: A comparative study of the tensile properties of compression molded and 3D printed PLA specimens in dry and water saturated conditions. *J Mech Sci Technol* 2021, 35, 1977-1985.
- [200] Mishra, P. K.; Ponnusamy, S.; Nallamilli, M. S. R.: The influence of process parameters on the impact resistance of 3D printed PLA specimens under water-absorption and heat-treated conditions. *Rapid Prototyping J* 2021, 27, 1108-1123.
- [201] Amjad, A.; Awais, H.; Ab Rahman, A. A.; Abidin, M. S. Z.: Effect of nanofillers on mechanical and water absorption properties of alkaline treated flax/PLA fibre reinforced epoxy hybrid nanocomposites. *Adv Compos Mater* 2022, 31, 351-369.
- [202] Pantaloni, D.; Melelli, A.; Shah, D. U.; Baley, C.; Bourmaud, A.: Influence of water ageing on the mechanical properties of flax/PLA non-woven composites. *Polym Degrad Stabil* 2022, 200.
- [203] Alexandrescu, D, Antoniac, I, Olteanu, C., Anghel, L, Sarbu, N, Ciocoiu, R, Scutariu, MM, Surlari, Z, Ioanid, N, Stefanescu, V, Influence of thermal processing for 3D printed components, *MATERIALE PLASTICE*, 2021, 58 (4), 250-260.

# CUPRINS

<b>INTRODUCERE.....</b>	<b>4</b>
<b>CAPITOLUL 1</b>	
<b>Stadiul actual al cercetărilor privind utilizarea producției aditive în domeniul medical.....</b>	<b>8</b>
1.1. Considerații generale privind producția aditivă.....	8
1.2. Clasificarea procedeeleor de producție aditivă.....	20
1.3. Aplicații ale producției aditive în diferite specializări medicale.....	29
<b>CAPITOLUL 2</b>	
<b>Obiective generale și metodologia cercetării experimentale.....</b>	<b>54</b>
2.1. Obiectivele tezei de doctorat.....	54
2.2. Metodologia cercetării experimentale.....	56
2.3. Materiale, metode de analiză și echipamente utilizate în cadrul programului experimental.....	62
<b>CAPITOLUL 3</b>	
<b>Cercetări experimentale privind digitalizarea și proiectarea unor repere în domeniul medical.....</b>	<b>70</b>
4.1. Digitalizarea prin fotogrametrie.....	70
3.2. Digitalizarea prin scanare directă.....	71
3.3. Evaluarea prin analiză dimensională a acurateții procedurii de digitalizare.....	77
3.4. Procesarea informatică a modelelor digitalizate.....	91
<b>CAPITOLUL 4</b>	
<b>Obținerea și caracterizarea materialelor experimentale folosite pentru producție aditivă.....</b>	<b>97</b>
4.1. Determinarea rezistenței la compresiune și a durității materialelor experimentale.....	99
4.2. Analiza morfo-compozițională a filamentelor cu bază PLA folosite pentru producție aditivă.....	105
4.3. Determinarea structurii filamentelor cu bază PLA folosite pentru producție aditivă prin spectroscopie în infraroșu cu transformată Fourier.....	113

4.4. Investigații privind umectabilitatea suprafeței materialelor experimentale.....	115
4.5. Selecția materialului optim pentru obținerea de cupe protetice personalizate prin producție aditivă.....	116

## **CAPITOLUL 5**

<b>Execuția și testarea modelelor funcționale de cupă protetică personalizată.....</b>	<b>117</b>
5.1. Execuția modelului experimental și testarea în mediu simulat.....	117
5.1.1. Evaluarea pierderii de masă.....	117
5.1.2. Determinarea rezistenței la compresiune și a durității.....	118
5.2. Procesarea termică a reperelor experimentale.....	126
5.3. Testarea mecanică și analiza fractografică a reperelor experimentale procesate termic.....	128
5.3.1. Evaluarea influenței parametrilor de procesare termică asupra proprietăților mecanice.....	143
5.3.2. Analiza dimensională a reperelor experimentale procesate termic.....	151
5.3.3. Caracterizarea suprafețelor reperelor experimentale procesate termic.....	155
5.4. Proiectarea modelelor funcționale de cupă protetică personalizată tip multistrat.....	158
5.5. Execuția și testarea proprietăților mecanice ale modelelor funcționale de cupă protetică personalizată tip multistrat.....	161

## **CAPITOLUL 6**

<b>Concluzii, contribuții originale și perspective de dezvoltare.....</b>	<b>177</b>
6.1. Concluzii.....	177
6.2. Contribuții originale.....	179
6.3. Perspective de dezvoltare.....	184

## **BIBLIOGRAFIE**

<b>Lista lucrărilor științifice publicate.....</b>	<b>203</b>
<b>Lista figurilor.....</b>	<b>204</b>
<b>Listă tabelor.....</b>	<b>210</b>