

ZAŁĄCZNIK 6

**OŚWIADCZENIA WSPÓŁAUTORÓW O ICH ZAKRESIE PRAC I UDZIALE
PROCENTOWYM W PUBLIKACJACH WSPÓŁAUTORSKICH**

SCIENTIFIC REPORTS

OPEN

Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography

Received: 9 January 2017

Accepted: 20 July 2017

Published online: 22 August 2017

Izabela Zgrobicka¹, Qiong Li^{2,3}, Jürgen Gluch², Magdalena Płocińska¹, Teresa Noga⁴, Romuald Dobosz¹, Robert Szoszkiewicz^{3,5}, Andrzej Witkowski⁶, Ehrenfried Zschech^{2,3} & Krzysztof J. Kurzydłowski⁷

For the first time, the three-dimensional (3D) internal structure of naturally produced *Didymosphenia geminata* frustules were nondestructively visualized at sub-100 nm resolution. The well-optimized hierarchical structures of these natural organisms provide insight that is needed to design novel, environmentally friendly functional materials. Diatoms, which are widely distributed in freshwater, seawater and wet soils, are well known for their intricate, siliceous cell walls called 'frustules'. Each type of diatom has a specific morphology with various pores, ribs, minute spines, marginal ridges and elevations. In this paper, the visualization is performed using nondestructive nano X-ray computed tomography (nano-XCT). Arbitrary cross-sections through the frustules, which can be extracted from the nano-XCT 3D data set for each direction, are validated via the destructive focused ion beam (FIB) cross-sectioning of regions of interest (ROIs) and subsequent observation by scanning electron microscopy (SEM). These 3D data are essential for understanding the functionality and potential applications of diatom cells.

Diatoms (Bacillariophyceae) are unicellular, eukaryotic and photoautotrophic organisms that inhabit aquatic and terrestrial environments. An estimate of diatom diversity ranges from 100,000 to 200,000 species^{1–3}. Diatoms are characterized by the presence of a siliceous cell wall called a 'frustule'. The size of a single diatom frustule ranges between 1 μm and 5.6 mm^{4–6}. The species from the lowermost region of the spectrum can range from 1 μm to a couple of dozen micrometres (e.g. Li *et al.*, 2016)⁷. Likewise, the species from the largest part of the size spectrum can exceed 5 mm at the maximum but are never smaller than ca. 0.8–1.0 mm. Despite a broad size range of the siliceous exoskeleton in diatom cells, their ultrastructural elements (ornamentation) possess a strict pattern and quantitative measure. Morphometric characters, where characters are described in proportion to the cell size, such as the density of ribs, stria, or pores in 10 μm, or mathematical descriptions of the pore shape have become more common in diatom identification. These morphometric characters have been shown to be species specific and genetically controlled⁸. Therefore, if the measurements are performed on cells across the size range, these patterns of ornamentation remain the same. For example, the stria density in 10 μm will remain within the same range in a species, regardless of cell size.

The diatom frustule is mainly composed of biogenic opaline silica and either organic polymers⁹ or chitin¹⁰. The frustule comprises two overlapping valves with a few to many girdle bands that enclose the protoplast^{11–15}.

¹Faculty of Materials Science and Engineering, Warsaw University of Technology, 141 Wołoska Str., 02-507, Warsaw, Poland. ²Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS, Maria-Reiche-Strasse 2, 01109, Dresden, Germany. ³Dresden Center for Nanoanalysis, Technische Universität Dresden, 10 Helmholtzstraße, 01069, Dresden, Germany. ⁴Faculty of Biology and Agriculture, University of Rzeszów, 1 Cwiklińska Str., 35-601, Rzeszów, Poland. ⁵Faculty of Chemistry, University of Warsaw, 1 Pasteura Str., 02-093, Warsaw, Poland. ⁶Faculty of Geosciences, Paleoceanology Unit, Natural Science Research and Educational Center, University of Szczecin, 18 Mickiewicza Str., 70-383, Szczecin, Poland. ⁷Faculty of Mechanical Engineering, Bialystok University of Technology, 45C Wiejska Str., 15-351, Bialystok, Poland. Correspondence and requests for materials should be addressed to I.Z. (email: izabela.zgrobicka@inmat.pw.edu.pl)

Dr inż. Izabela Barbara Zglobicka
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale habilitanta – dr inż. Izabeli Barbary Zglobickiej
w publikacji naukowej**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. Scientific Reports, 7, 9086. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstaniu publikacji polegał na opracowaniu koncepcji artykułu, przygotowaniu przeglądu literaturowego, zaplanowaniu eksperymentu, pobraniu ze środowiska naturalnego i przygotowaniu (oczyszczeniu) materiału badawczego (pancerzyków okrzemek), przeprowadzeniu obserwacji z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej, udziale w obserwacjach z wykorzystaniem mikroskopii jonowej, analizie obrazów mikroskopowych, przygotowaniu pierwszej wersji tekstu manuskryptu, interpretacji uzyskanych wyników badań, opracowaniu graficznemu, przygotowaniu odpowiedzi dla recenzentów, recenzji i edytowaniu manuskryptu, przygotowaniu ostatecznej wersji artykułu.

Izabela Zglobicka

Qiong Li

Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. Scientific Reports, 7, 9086. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował przeprowadzenie obserwacji z wykorzystaniem nanotomografii rentgenowskiej, wstępne opracowanie danych, a także wsparcie w recenzji i pracach edytorskich ostatecznej wersji manuskryptu.

English version

My contribution to the publication included conducting observations using X-ray nanotomography, preliminary data processing, review and editing of the final version of the manuscript.

Dr Eng. Jürgen Gluch
Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. *Scientific Reports*, 7, 9086.
<https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w przeprowadzeniu i opracowaniu wyników z nanotomografii rentgenowskiej, recenzji i edytowaniu ostatecznej wersji manuskryptu.

English version

My contribution to the publication included support in carrying out and processing the results from X-ray nanotomography, review and editing of the final manuscript.

14.06.2022

Jürgen Gluch

Dr inż. Magdalena Płocińska
Zakład Projektowania Materiałów
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Płocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. *Scientific Reports*, 7, 9086.
<https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne podczas badań eksperymentalnych – obrazowania z wykorzystaniem mikroskopii jonowej.



Dr hab. Teresa Noga, prof. UR

Rzeszów, 14.06.2022

Zakład Gleboznawstwa, Chemii Środowiska i Hydrologii
Instytut Nauk Rolniczych, Ochrony i Kształtowania Środowiska
Uniwersytet Rzeszowski
ul. Zelwerowicza 8b
35-601 Rzeszów

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. *Scientific Reports*, 7, 9086.
<https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji dotyczył wsparcia technicznego podczas poboru prób ze środowiska naturalnego.



Dr inż. Romuald Dobosz
Zakład Projektowania Materiałów
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. *Scientific Reports*, 7, 9086.
<https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje w zakresie ostatecznej wersji artykułu.



Dr hab. Robert Szoszkiewicz, prof. ucz.
Wydział Chemiczny
Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych
Uniwersytet Warszawski
ul. Żwirki i Wigury 101
02-089 Warszawa

Warszawa, 13.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. *Scientific Reports*, 7, 9086.
<https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w korekcie językowej oraz konsultacje w zakresie ostatecznej wersji artykułu.

Prof. dr hab. Andrzej Witkowski
Instytut Nauk o Morzu i Środowisku
Uniwersytet Szczeciński
ul. Mickiewicza 16A
70-383 Szczecin

Szczecin, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. *Scientific Reports*, 7, 9086.
<https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje w zakresie ostatecznej wersji artykułu.



Prof. Dr. rer. nat. habil. Ehrenfried Zschech
deepXscan GmbH
Zeppelinstr. 1
01324 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. *Scientific Reports*, 7, 9086.
<https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje w zakresie ostatecznej wersji artykułu oraz nadzór nad pracami związanymi z obserwacjami z wykorzystaniem nanotomografii rentgenowskiej.

English version

My contribution to the publication included consultations on the final version of the article and supervision of work related to observations using X-ray nanotomography.

Ehrenfried Zschech

Prof. dr hab. inż. Krzysztof J. Kurzydlowski
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Li Q., Gluch J., Plocinska M., Noga T., Dobosz R., Szoszkiewicz R., Witkowski A., Zschech E., Kurzydlowski K. J. (2017): Visualization of the internal structure of *Didymosphenia geminata* frustules using nano X-ray tomography. *Scientific Reports*, 7, 9086. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-08960-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące koncepcji i ostatecznej wersji artykułu, wsparcie w przygotowaniu odpowiedzi dla recenzentów oraz nadzór nad całym projektem.

K. Kurzydłowski.

OPEN 3D Diatom–Designed and Selective Laser Melting (SLM) Manufactured Metallic Structures

Izabela Zglobicka^{1,2*}, Agnieszka Chmielewska^{3,4}, Emre Topal^{2,5}, Kristina Kutukova², Jürgen Gluch², Peter Krüger², Cathy Kilroy⁶, Wojciech Swieszkowski³, Krzysztof J. Kurzydłowski¹ & Ehrenfried Zschech^{2,5}

Diatom frustules, with their diverse three-dimensional regular silica structures and nano- to micrometer dimensions, represent perfect model systems for biomimetic fabrication of materials and devices. The structure of a frustule of the diatom *Didymosphenia geminata* was nondestructively visualized using nano X-ray computed tomography (XCT) and transferred into a CAD file for the first time. Subsequently, this CAD file was used as the input for an engineered object, which was manufactured by applying an additive manufacturing technique (3D Selective Laser Melting, SLM) and using titanium powder. The self-similarity of the natural and the engineered objects was verified using nano and micro XCT. The biomimetic approach described in this paper is a proof-of-concept for future developments in the scaling-up of manufacturing based on special properties of microorganisms.

Diatoms have been studied by biologists since the 18th century because of their unique, intricately patterned silica cell walls (frustules) coupled with their abundance in various aquatic and terrestrial environments. Even today, frustule shape, size, patterning and structure, observed in light and electron microscopes, are still the primary characteristics to identify diatom species^{1–3}. Recently, diatoms have attracted growing attention from the engineering community since their hierarchical structure and the functionality of their frustules (which is comprised of parts or two valves) have, through the long evolution of the group, achieved levels of precision not accomplished with artificial structures manufactured by humans. Natural organisms like diatoms, which are characterized by a hierarchical architecture and a large variety of morphology, have a huge potential to be utilized as original patterns for the design of advanced materials with dedicated application-specific properties. Some applications have been described in literature (see^{4–6}).

The major engineering approaches based on diatoms include:

- (a) understanding and modelling of their mechanical properties^{7,8};
- (b) exploring the use of diatom shells in drug delivery^{9,10};
- (c) development of a next-generation solar cells^{11,12}, micro-lenses^{13,14}, optical sensors and biosensors^{15,16};
- (d) production of biofuels on a commercial scale¹⁷;
- (e) formation of nanostructured metallic micro-shells using frustules as templates^{18–21}.

To understand the unique properties of diatoms, their interior (hierarchical sub-structure) has been studied based on microscopic imaging of cross-sections of the shells^{22,23}. Such two-dimensional (2D) visualization of biological objects is a routine task. Commonly, focused ion beam (FIB) serial cutting and subsequent scanning electron microscopy (SEM) imaging is the approach of choice for preparing and examining specimens at target sites²⁴. The three-dimensional (3D) object is reconstructed from a large number of 2D images. However, the serial cutting approach has several disadvantages for the accurate representation of structures. A major drawback

¹Faculty of Mechanical Engineering, Bialystok University of Technology, 45C Wiejska Str., 15–351, Bialystok, Poland.
²Fraunhofer Institute for Ceramic Technologies and Systems IKTS, Maria-Reiche-Strasse 2, 01109, Dresden, Germany.
³Faculty of Materials Science and Engineering, Warsaw University of Technology, 141 Woloska Str., 02–507, Warsaw, Poland.
⁴MaterialsCare LTD, 10/1 Zwierzyniecka Str., 15–333, Bialystok, Poland.
⁵Dresden Center for Nanoanalysis, Dresden University of Technology, 01062, Dresden, Germany.
⁶National Institute of Water & Atmospheric Research Ltd., 10 Kyle Str., Riccarton, P.O. Box 8602, Christchurch, New Zealand. *email: i.zglobicka@pb.edu.pl

Dr inż. Izabela Barbara Zglobicka
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale habilitanta – dr inż. Izabeli Barbary Zglobickiej
w publikacji naukowej**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydlowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstaniu publikacji polegał na opracowaniu koncepcji artykułu, przygotowaniu przeglądu literaturowego, zaplanowaniu eksperymentu, przygotowaniu materiału badawczego (oczyszczenie pancerzyków okrzemek), udziale w obserwacjach z wykorzystaniem nano- i mikrotomografii komputerowej (pancerzyków okrzemek oraz wydrukowanych analogów), analizie danych tomograficznych, przygotowaniu pierwszej wersji tekstu manuskryptu, interpretacji uzyskanych wyników badań, opracowaniu graficznemu, przygotowaniu odpowiedzi dla recenzentów, recenzji i edytowaniu manuskryptu, przygotowaniu ostatecznej wersji artykułu, nadzorze nad realizacją projektu DAAD.

Izabela Zglobicka

mgr inż. Agnieszka Chmielewska
Zakład Projektowania Materiałów
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydlowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne dotyczące przygotowania modeli 3D pancerzyków okrzemek do druku, wydruku i obróbki po procesowej analogów pancerzyków okrzemek z Ti6Al4V, a także konsultacje dot. opisu i graficznego przedstawienia procesu i jego wyników.

Agnieszka Chmielewska

Dr Eng. Emre Topal

Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydlowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne dotyczące przygotowania modelu pancerzyka okrzemki.

English version

My contribution to the publication included technical support for the preparation of a model of diatom frustule.



Kristina Kutukova

Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydlowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne podczas badań eksperymentalnych – obrazowania pancerzyków okrzemek z wykorzystaniem nanotomografii komputerowej.

English version

My contribution to the publication included technical support during experimental research - imaging of diatom shells with the use of X-ray computed nanotomography.

Kristina Kutukova



14.06.2022

Dr Eng. Jürgen Gluch
Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krtiger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydlowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne podczas badań eksperymentalnych – obrazowania pancerzyków okrzemek z wykorzystaniem rentgenowskiej nanotomografii komputerowej oraz konsultacje podczas opracowywania danych tomograficznych.

English version

My contribution to the publication included technical support during experimental research - imaging of diatom shells with the use of X-ray computed nanotomography and consultations during the preparation of tomographic data.

14.06.2022

Jürgen Gluch

Dr Eng. Peter Krüger
Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zgłobicką**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydlowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne podczas badań eksperymentalnych – obrazowania wydrukowanych analogów z wykorzystaniem tomografii komputerowej.

English version

My contribution to the publication included technical support during experimental research – visualization of printed analogues using computed tomography.

Peter


Peter Krueger
2022.06.20
15:32:15
+02'00'

Dr Cathy Kilroy
National Institute of Water and Atmospheric Research Ltd. (NIWA)
10 Kyle Str., Riccarton
P.O. Box 8602 Christchurch
New Zealand

Christchurch, 14.06.2022

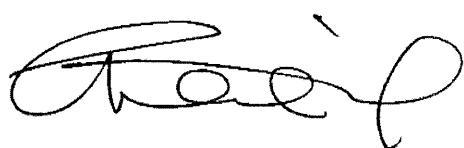
**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydłowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie dotyczące pobrania materiału naturalnego z obszaru Nowej Zelandii.

English version

My contribution to the publication included support for the collection of natural material from New Zealand.



Dr Cathy Kilroy

Prof. dr hab. inż. Wojciech Święszkowski
Zakład Projektowania Materiałów
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zgłobicką**

Zgłobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C.,
Świeszkowski W., Kurzydłowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective
laser melting (SLM) manufactured metallic structures. Scientific Reports, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące ostatecznej wersji
manuskryptu.



Prof. dr hab. inż. Krzysztof J. Kurzydłowski
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydłowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące ostatecznej wersji manuskryptu oraz przygotowania odpowiedzi dla recenzentów.

K.Kurzydłowski

Prof. Dr. rer. nat. habil. Ehrenfried Zschech
deepXscan GmbH
Zeppelinstr. 1
01324 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Chmielewska A., Topal E., Kutukova K., Gluch J., Krüger P., Kilroy C., Swieszkowski W., Kurzydłowski K.J., Zschech E. (2019): 3D diatom-designed and selective laser melting (SLM) manufactured metallic structures. *Scientific Reports*, 9, 19777.
<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56434-7>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące koncepcji i ostatecznej wersji artykułu.

English version

My contribution to the publication included consultations regarding the concept and final version of the article.



Article

Investigation of Energy-Absorbing Properties of a Bio-Inspired Structure

Adrian Dubicki, Izabela Zglobicka * and Krzysztof J. Kurzydłowski 

Faculty of Mechanical Engineering, Białystok University of Technology, Wiejska 45C, 15-352 Białystok, Poland; a.dubicki@pb.edu.pl (A.D.); krzysztof.kurzydłowski@pw.edu.pl or k.kurzydłowski@pb.edu.pl (K.J.K.)

* Correspondence: i.zglobicka@pb.edu.pl

Abstract: Numerous engineering applications require lightweight structures with excellent absorption capacity. The problem of obtaining such structures may be solved by nature and especially biological structures with such properties. The paper concerns an attempt to develop a new energy-absorbing material using a biomimetic approach. The lightweight structure investigated here is mimicking geometry of diatom shells, which are known to be optimized by nature in terms of the resistance to mechanical loading. The structures mimicking frustule of diatoms, retaining the similarity with the natural shell, were 3D printed and subjected to compression tests. As required, the bio-inspired structure deformed continuously with the increase in deformation force. Finite element analysis (FEA) was carried out to gain insight into the mechanism of damage of the samples mimicking diatoms shells. The experimental results showed a good agreement with the numerical results. The results are discussed in the context of further investigations which need to be conducted as well as possible applications in the energy absorbing structures.



Citation: Dubicki, A.; Zglobicka, I.; Kurzydłowski, K.J. Investigation of Energy-Absorbing Properties of a Bio-Inspired Structure. *Metals* **2021**, *11*, 881. <https://doi.org/10.3390/met11060881>

Academic Editors: Jürgen Eckert and Dmytro Orlov

Received: 3 April 2021

Accepted: 25 May 2021

Published: 28 May 2021

Publisher's Note: MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Copyright: © 2021 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

Nowadays, light materials are of high interest almost in every branch of industry. Examples of extensively researched materials of light specific weight include high closed porosity foams and open porosity percolated structures. In the case of foams, the metal-based one, especially metal matrix syntactic foams (MMSFs) have become more and more important due to their desired properties (high energy absorbing and damping capability and low density) as well as numerous perspective applications (e.g., automotive) [1–6].

A relatively new research line emerging recently is focused on filling out load-bearing elements with light constructs of specific morphology—see for example [7–12]. The direction of these experiments is strictly related to their (materials and structures) energy-absorption properties.

The crushing behavior of axially loaded square aluminum extrusions with aluminum foam filler has been investigated by Hanssen et al. [7]. The parameters which were considered by Authors were: loading condition, foam density, extrusion wall strength as well as extrusion wall thickness. The experimental data were used to develop design formulas in order to predict average crush forces for both quasi-static and dynamic loading conditions. Nevertheless, also numerical prediction of the crushing behavior of aluminum foam-filled columns, can be investigated [8]. The finite element modeling developed by Santosa et al., based on available experimental data, clearly showed that crush behavior of the foam-filled column may be correctly predicted. In turn, Toksoy et al. investigated the strengthening effect of commercially available polystyrene foam as a filler for Al tubes [9]. As a result, the existence of an interaction effect which appeared as increase in average crushing load for foam filled tubes, in comparison to results of investigations of the tube and the foam, has been separately confirmed. Further experiments of the mechanisms of interaction effect between the tube and foam has been conducted by Yamada et al. [10]. The internal

mgr inż. Adrian Dubicki
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Dubicki A., Zglobicka I.*, Kurzydlowski K.J. (2021): Investigation of energy-absorbing properties of a bio-inspired structure. Metals, 11(6): 881.
<https://doi.org/10.3390/met11060881>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w badaniach eksperymentalnych – próbie ściskania oraz graficznym opracowaniu wyników.



Dr inż. Izabela Barbara Zgłobicka
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale habilitanta – dr inż. Izabeli Barbary Zgłobickiej
w publikacji naukowej**

Dubicki A., Zgłobicka I.*, Kurzydlowski K.J. (2021): Investigation of energy-absorbing properties of a bio-inspired structure. Metals, 11(6): 881.
<https://doi.org/10.3390/met11060881>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstaniu publikacji polegał na opracowaniu koncepcji artykułu, przygotowaniu przeglądu literaturowego, zaplanowaniu eksperymentu, przeprowadzeniu badań eksperymentalnych (próba ściskania oraz obserwacje z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej), analizie obrazów mikroskopowych, przygotowaniu pierwszej wersji tekstu manuskryptu, interpretacji uzyskanych wyników badań, opracowaniu graficznemu, przygotowaniu odpowiedzi dla recenzentów, recenzji i edytowaniu manuskryptu, przygotowaniu ostatecznej wersji artykułu, nadzorowaniu prac, realizacji projektu i zapewnieniu finansowania badań.

Izabela
Zgłobicka

Prof. dr hab. inż. Krzysztof J. Kurzydłowski
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Dubicki A., Zglobicka I.*, Kurzydłowski K.J. (2021): Investigation of energy-absorbing properties of a bio-inspired structure. Metals, 11(6): 881.
<https://doi.org/10.3390/met11060881>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące koncepcji artykułu, przygotowania odpowiedzi dla recenzentów, a także ostatecznej wersji manuskryptu.





OPEN **Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques**

Izabela Zg³obicka^{1,2*}, Jürgen Gluch², Zhongquan Liao², Stephan Werner³, Peter Guttmann³, Qiong Li², Piotr Bazarnik⁴, Tomasz Plocinski⁴, Andrzej Witkowski⁵ & Krzysztof J. Kurzydlowski²

The diatom shell is an example of complex siliceous structure which is a suitable model to demonstrate the process of digging into the third dimension using modern visualization techniques. This paper demonstrates importance of a comprehensive multi-length scale approach to the bio-structures/materials with the usage of state-of-the-art imaging techniques. Imaging of diatoms applying visible light, electron and X-ray microscopy provide a deeper insight into the morphology of their frustules.

Nature is a source of complex materials which possess a wide range of complementary or synergistic properties. Multi-scale structures in biological organisms determine their behaviour, simultaneously this elegant perfection makes scientists awestruck. Beyond delight, engineers make attempts to emulate solutions as well as designs invented by Nature in man-made innovations. A range of technological advances inspired by living organisms also known as biomimicry is broad and become widespread^{1–8}. There is no doubt that solutions presented by Nature are well ahead of every engineering material. The standard approach in materials science as well as mechanical engineering is to conduct insightful observations of such materials/structures. Nevertheless, the key for understanding the structures of natural organisms is to develop new but firstly adapt already known methods for high resolution imaging.

One group of ubiquitous microorganisms demonstrating the diversity in the morphology and structure, on various scales, are diatoms^{9–13}. The morphology of their siliceous shells (=frustules) is highly elaborated. Substantially, many details responsible for the properties of these structures, e.g. mechanical ones, may be observed by high-resolution imaging^{14–16}. According to the literature, the mechanical properties of the diatom frustule depends on the location. Experiments conducted on *Navicula pelliculosa* showed that the highest values of the elastic and hardness modulus, respectively up to hundreds of GPa and up to 12 GPa, have been obtained at the central part of the frustule¹⁴. These results have been confirmed by Subhash et al.¹⁷ conducting investigations of hardness and fracture modes of the frustule of *Coscinodiscus concinnus*, higher values have been obtained in the central nodule which is solid. In addition to this, the fracture resistance also depends on the size of the diatoms¹⁸. These values are regarded as remarkably high, for shells made of relatively soft bio-silica¹⁹ and discussed in terms of guarding cells inside frustules against predators¹⁸.

Advances in studies of diatoms are dating back until the early nineteenth century²⁰. Beginnings were associated with hand illustrations, based on light microscopy observations. The further development of this technique, lead to the possibility to record images of observed samples using a camera. Further improvement of the research methods include application of electron microscopy (EM), both scanning and transmission electron microscopy (SEM, TEM)²⁰. Electron microscopy allows to examine the structures of a single shell with much greater detail. Nevertheless, progress in knowledge of the construction, based on EM, is always a matter of good luck—as a consequence of the sample position arrangement. Authors made also attempts of various sample preparation procedures relying on putting a single frustule on a stub. However, none of these approaches did allow to observe cross-sections of the natural structure. This limitation has been overcome by the Focused Ion Beam (FIB) technique. This technique is an option to provide information about internal structure by ion-based cutting of the sample. Several diatoms species have been investigated using FIB-SEM^{14,21–24}. Non-destructive investigations

¹Faculty of Mechanical Engineering, Bialystok University of Technology, Bialystok, Poland. ²Fraunhofer Institute for Ceramic Technologies and Systems (IKTS), Dresden, Germany. ³X-Ray Microscopy Department, Helmholtz-Zentrum Berlin (HZB), Berlin, Germany. ⁴Faculty of Materials Science and Engineering, Warsaw University of Technology, Warsaw, Poland. ⁵Institute of Marine and Environmental Sciences, University of Szczecin, Szczecin, Poland. ^{*}email: i.zglobicka@pb.edu.pl

Dr inż. Izabela Barbara Zglobicka
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale habilitanta – dr inż. Izabeli Barbary Zglobickiej
w publikacji naukowej**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. *Scientific Reports*, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie tej pracy polegał na opracowaniu koncepcji artykułu, zaplanowaniu eksperymentu i nadzorowaniu prac eksperimentalnych oraz projektów, przeglądzie literatury, pobraniu ze środowiska naturalnego i przygotowaniu (oczyszczeniu) materiału badawczego (pancerzyków okrzemek), przeprowadzeniu obserwacji z wykorzystaniem mikroskopii elektronowej, jonowej, tomografii rentgenowskiej oraz promieniowania synchrotronowego, analizie i opracowaniu uzyskanych wyników, przygotowaniu pierwszej wersji tekstu manuskryptu, interpretacji uzyskanych wyników badań i opracowaniu graficznemu, przygotowaniu odpowiedzi dla recenzentów, a także ostatecznej wersji artykułu, sfinansowaniu przeprowadzonych badań.

Izabela
Zglobicka

Jürgen Gluch

Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. *Scientific Reports*, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie podczas przeprowadzania wizualizacji z wykorzystaniem promieniowania synchrotronowego, wizualizacji z wykorzystaniem rentgenowskiej nanotomografii komputerowej, a także konsultacje dotyczące opracowania uzyskanych danych tomograficznych oraz ostatecznej wersji manuskryptu.

English version

My contribution to the publication included support during visualization using synchrotron radiation, visualization using X-ray computed nanotomography, as well as consultations on the preparation of the obtained tomographic data and the final version of the manuscript.

14.06.2022

Jürgen Gluch

Dr Eng. Zhongquan Liao

Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022



**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. Scientific Reports, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w przeprowadzeniu obserwacji z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej.

English version

My contribution to the publication included support in conducting observations using transmission electron microscopy.

Stephan Werner

X-Ray Microscopy Department
Helmholtz-Zentrum Berlin (HZB)
Hahn-Meitner-Platz 1
14109 Berlin
Germany

Berlin, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. *Scientific Reports*, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne podczas przeprowadzania obserwacji z wykorzystaniem promieniowania synchrotronowego.

English version

My contribution to the publication included technical support during observations using synchrotron radiation.



Peter Guttmann
X-Ray Microscopy Department
Helmholtz-Zentrum Berlin (HZB)
Hahn-Meitner-Platz 1
14109 Berlin
Germany

Berlin, 31.05.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. *Scientific Reports*, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne podczas przeprowadzania obserwacji z wykorzystaniem promieniowania synchrotronowego.

English version

My contribution to the publication included technical support during observations using synchrotron radiation.



Dr. Peter Guttmann

Qiong Li

Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Maria-Reiche-Strasse 2
01109 Drezno
Niemcy

Drezno, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. Scientific Reports, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w postaci wizualizacji pancerzyków okrzemek z wykorzystaniem rentgenowskiej nanotomografii komputerowej.

English version

My contribution to the publication included support in the form of visualization of diatom shells with the use of X-ray computer nanotomography.

Dr inż. Piotr Bazarnik
Zakład Projektowania Materiałów
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. Scientific Reports, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne w przygotowaniu próbek (lamelek) do badań z wykorzystaniem promieniowania synchrotronowego.

Piotr Bazarnik

Dr inż. Tomasz Płociński
Zakład Projektowania Materiałów
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. Scientific Reports, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne w przygotowaniu próbek (lamelek) do badań z wykorzystaniem promieniowania synchrotronowego.



Prof. dr hab. Andrzej Witkowski
Instytut Nauk o Morzu i Środowisku
Uniwersytet Szczeciński
ul. Mickiewicza 16A
70-383 Szczecin

Szczecin, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T.,
Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various
imaging techniques. Scientific Reports, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące ostatecznej wersji
manuskryptu.



Prof. dr hab. inż. Krzysztof J. Kurzydlowski
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Gluch J., Liao Z., Werner S., Guttmann P., Li Q., Bazarnik P., Plocinski T., Witkowski A., Kurzydlowski K.J. (2021): Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques. Scientific Reports, 11, 14555. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94069-9>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące koncepcji artykułu, przygotowania odpowiedzi dla recenzentów, a także ostatecznej wersji manuskryptu.

K. Kurzydlowski



OPEN Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler

Izabela Zglobicka^{1,✉}, Rafal Zybala^{2,3}, Kamil Kaszyca², Rafal Molak³, Monika Wieczorek³, Katarzyna Recko⁴, Barbara Fiedoruk¹ & Krzysztof J. Kurzydlowski¹

Novel metal matrix composites (MMCs) have been fabricated with Ti6Al4V matrix and a biogenic ceramic filler in the form of diatomaceous earth (DE). Mixtures of DE and Ti6Al4V powders were consolidated by the spark plasma sintering (SPS) method. Microstructure of the consolidated samples has been investigated with microscopic techniques and XRD. Thermomechanical characteristics have been obtained using small-sample techniques. The results obtained indicate that the fabricated composites show outstanding mechanical and thermal properties due to synergic effects between the filler and the matrix (beyond the rule of mixtures).

Metal matrix composites (MMCs) are a new class of engineering materials of tunable mechanical and functional properties¹. One of the most frequently used matrices of MMCs is titanium and titanium alloys, such as dual-phase Ti6Al4V².

Widely used reinforcements of Ti alloys-based composites reported in the literature are: TiB, TiC, TiB₂, TiN, B₄C, ZrC, SiC, Al₂O₃, and carbon nanotubes^{3–7}. Because of the high chemical reactivity of Ti during the conventional ingot metallurgy process, but also to reduce the cost and material loss in the manufacturing process, the commonly employed method of manufacturing TMC with discontinuous filler (particles or short fibers) is powder metallurgy (PM)^{8–10}. The key parameters that ensure good composite performance are homogeneous dispersion of reinforcement and high adhesion to the matrix.

Depending on the reinforcement and matrix reactions, ex-situ and in-situ fabrication methods may be distinguished¹¹. Composites with thermodynamically stable ceramics, such as SiC, TiC, TiB₂, or ZrC, are processed ex-situ. This route does not change either the particle size or their morphology and results in superior mechanical properties (wear resistance and friction coefficient under dry sliding conditions, etc.). The reactivity of the titanium matrix with boron, carbon and nitrogen allows for in-situ processing. The better interfacial bonding obtained by in-situ methods results in enhanced tribological performance of these composites.

Furthermore, there are two possible approaches of MMC in PM, known as the blended elemental (BE) method and the pre-alloyed (PA) powder method^{12,13}. The elements obtained via the BE method show lower mechanical properties, whereas the mechanical properties of MMCs in PM manufactured by the PA method are comparable to those produced with Ti alloys⁸.

Wrought Ti6Al4V alloy exhibits tensile strength in the range of 850–1200 MPa, with ductility between 3 and 26%^{8,13–16}. Tensile strength of PM Ti6Al4V depends on the porosity and microstructure.

Element sintered by BE imparts strength in the range 750 to 900 MPa^{8,17–20}, with elongation 3 to 13%^{8,17–20}. PA Ti6Al4V exhibits a wide range of the tensile properties – 700 to 1070 MPa with 7.5–21% for ductility^{8,17,21–24}. The higher limit of strength is obtained for PA elements with 100% density²⁵.

Ti is also known to react with Si, and because of the beneficial effect of Si addition on the oxidation and creep resistance of Ti-X-Si alloys, Ti-Si systems continue to attract technological interest^{26,27}. The equilibrium phase diagram indicates five silicide phases, four fully stoichiometric (TiSi₂, TiSi, Ti₃Si₄, and Ti₂Si), and one non-stoichiometric (Ti₂Si₃). Metal silicides, among intermetallic compounds, are generally considered as imparting good mechanical/physical properties²⁸.

The potential source of Si may be silica (SiO₂) which occurs in different types, i.e., fumed silica, precipitated silica from alkali silicates, clays, glass as well as silica from the dissolution of minerals^{29–36}.

As previously mentioned, Si-rich fillers for advanced composite materials are diatom frustules. There has been a systematic growth in the number of publications reporting advanced applications of diatoms in recent years³⁷. The interest in material properties of diatoms is determined by their unique hierarchical organization

¹Faculty of Mechanical Engineering, Bialystok University of Technology, Wielka 45C, 15-351 Bialystok, Poland. ²Lukasiewicz Research Network—Institute of Microelectronics and Photonics, Al. Lotników 32/46, Warsaw, Poland. ³Faculty of Materials Science and Engineering, Warsaw University of Technology, Wołoska 141, 02-507 Warsaw, Poland. ⁴Faculty of Physics, University of Bialystok, K. Ciołkowskiego 1L, 15-245 Bialystok, Poland. ✉email: i.zglobicka@pb.edu.pl

Dr inż. Izabela Barbara Zglobicka
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale habilitanta – dr inż. Izabeli Barbary Zglobickiej
w publikacji naukowej**

Zglobicka I.*, Zybala R., Kaszyca K., Molak R., Wieczorek M., Recko K., Fiedoruk B., Kurzydlowski K.J. (2022): Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler. Scientific Reports, 12, 8700. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-12855-5>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstaniu publikacji polegał na opracowaniu koncepcji artykułu, przygotowaniu przeglądu literaturowego, zaplanowaniu eksperymentu, nadzorowaniu prac eksperymentalnych, przygotowaniu próbek i przeprowadzeniu obserwacji z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego wraz z analizą składu chemicznego metodą EDS, udziale w przygotowaniu materiałów kompozytowych, analizie i opracowaniu uzyskanych wyników, opracowaniu graficznemu, przygotowaniu pierwszej wersji manuskryptu, opracowaniu odpowiedzi dla recenzentów, recenzji i pracach edytorskich, przygotowaniu ostatecznej wersji artykułu, nadzorowaniu realizowanego projektu, sfinansowaniu przeprowadzonych badań, nadzorze nad realizacją projektu SONATA.

*Izabela -
Zglobicka*

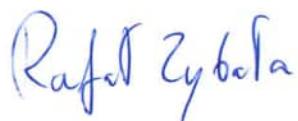
Dr inż. Rafał Zybała
Sieć Badawcza Łukasiewicz
Instytut Mikroelektroniki i Fotoniki (IMIF)
Al. Lotników 32/46
01-919 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Zybala R., Kaszyca K., Molak R., Wieczorek M., Recko K., Fiedoruk B., Kurzydlowski K.J. (2022): Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler. Scientific Reports, 12, 8700. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-12855-5>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w przygotowaniu materiałów kompozytowych (proces spiekania), przeprowadzeniu badań właściwości cieplnych, a także konsultacje dotyczące odpowiedzi dla recenzentów.



mgr inż. Kamil Kaszyca
Sieć Badawcza Łukasiewicz
Instytut Mikroelektroniki i Fotoniki (IMIF)
Al. Lotników 32/46
01-919 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Zybala R., Kaszyca K., Molak R., Wieczorek M., Recko K., Fiedoruk B., Kurzydlowski K.J. (2022): Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler. Scientific Reports, 12, 8700. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-12855-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w przygotowaniu materiałów kompozytowych – proces spiekania oraz w opracowaniu graficznym uzyskanych wyników.



Dr inż. Rafał Molak
Zakład Projektowania Materiałów
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Zybara R., Kaszyca K., Molak R., Wieczorek M., Recko K., Fiedoruk B., Kurzydlowski K.J. (2022): Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler. Scientific Reports, 12, 8700. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-12855-5>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował przeprowadzenie statycznej próby rozciągania, próby ściskania, wstępne opracowanie wyników, konsultacje dotyczące odpowiedzi dla recenzentów.



mgr inż. Monika Wieczorek
Zakład Projektowania Materiałów
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Zybara R., Kaszyca K., Molak R., Wieczorek M., Recko K., Fiedoruk B., Kurzydlowski K.J. (2022): Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler. Scientific Reports, 12, 8700. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-12855-5>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne podczas przeprowadzania statycznej próby rozciągania, próby ściskania.

Monika Wieczorek

Dr hab. Katarzyna Rećko, prof. UwB
Katedra Fizyki Materii Skondensowanej
Wydział Fizyki
Uniwersytet w Białymostku
ul. Ciołkowskiego 1L
15-245 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Zybala R., Kaszyca K., Molak R., Wieczorek M., Recko K., Fiedoruk B., Kurzydłowski K.J. (2022): Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler. Scientific Reports, 12, 8700. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-12855-5>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w badaniach eksperymentalnych – przeprowadzenie badań metodą dyfrakcji rentgenowskiej, konsultacje dotyczące analizy wyników składu fazowego oraz odpowiedzi na pytania recenzentów.

Katarzyna M. Rećko

mgr inż. Barbara Fiedoruk
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Zybala R., Kaszyca K., Molak R., Wieczorek M., Recko K., Fiedoruk B., Kurzydlowski K.J. (2022): Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler. Scientific Reports, 12, 8700. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-12855-5>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne w przygotowaniu materiału badawczego oraz przeprowadzenie badania zwilżalności i badania twardości wytworzonych materiałów.

Barbara Fiedoruk

Prof. dr hab. inż. Krzysztof J. Kurzydłowski
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 14.06.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Zybala R., Kaszyca K., Molak R., Wieczorek M., Recko K., Fiedoruk B.,
Kurzydłowski K.J. (2022): Titanium matrix composites reinforced with biogenic filler.
Scientific Reports, 12, 8700. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-12855-5>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące przygotowania
odpowiedzi dla recenzentów, a także ostatecznej wersji manuskryptu.

K. Kurzydłowski

Article

Poly(lactic acid) Matrix Reinforced with Diatomaceous Earth

Izabela Zglobicka ^{1,*}, Magdalena Joka-Yildiz ², Rafal Molak ¹, Michal Kawalec ¹, Adrian Dubicki ¹, Jakub Wroblewski ¹, Kamil Dydek ³, Anna Boczkowska ³ and Krzysztof J. Kurzydlowski ¹

¹ Faculty of Mechanical Engineering, Białystok University of Technology, Wiejska 45C, 15-351 Białystok, Poland

² Faculty of Civil Engineering and Environmental Sciences, Białystok University of Technology, Wiejska 45E, 15-351 Białystok, Poland

³ Faculty of Materials Science and Engineering, Warsaw University of Technology, Wołoska 141, 02-507 Warsaw, Poland

* Correspondence: i.zglobicka@pb.edu.pl

Abstract: The poly(lactic acid) (PLA) biodegradable polymer, as well as natural, siliceous reinforcement in the form of diatomaceous earth, fit perfectly into the circular economy trend. In this study, various kinds of commercial PLA have been reinforced with diatomaceous earth (DE) to prepare biodegradable composites via the extrusion process. The structure of the manufactured composites as well as adhesion between the matrix and the filler were investigated using scanning electron microscopy (SEM). Differential scanning calorimetry (DSC) analyses were carried out to determine crystallinity of PLA matrix as function of DE additions. Additionally, the effect of the ceramic-based reinforcement on the mechanical properties (Young's modulus, elongation to failure, ultimate tensile strength) of PLA has been investigated. The results are discussed in terms of possible applications of PLA + DE composites.



Citation: Zglobicka, I.; Joka-Yildiz, M.; Molak, R.; Kawalec, M.; Dubicki, A.; Wroblewski, J.; Dydek, K.; Boczkowska, A.; Kurzydlowski, K.J. Poly(lactic acid) Matrix Reinforced with Diatomaceous Earth. *Materials* **2022**, *15*, 6210. <https://doi.org/10.3390/ma15186210>

Academic Editor: Mingchun Zhao

Received: 22 July 2022

Accepted: 5 September 2022

Published: 7 September 2022

Publisher's Note: MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Copyright: © 2022 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Keywords: PLA composites; diatomaceous earth; extrusion; biodegradable composites

1. Introduction

The latest trends in the development and manufacturing of novel materials are strictly related to the idea of the circular economy because of the environmental concerns as well as finite petroleum resources [1]. This approach particularly applies to polymer-based materials and results in increasing interest in research and development (R and D) work focused on biodegradable polymers.

One of the most promising and during the last decade the most intensively investigated biodegradable polymer is poly(lactic acid) (PLA). An advantage of the PLA is its commercial availability and remarkable properties which shall be tuned-up to meet the needs of specific applications. Properties of PLA can be further enhanced by various reinforcements: fibers (e.g., flax, kenaf, glass fibers) as well as particles (e.g., talc, hydroxyapatite, calcium carbonate) [2]. In the context of circular economy, diatomaceous earth—naturally occurring and consisting of fossilized remains of diatoms—is a promising modifier of PLA. One characteristic feature of diatoms is their highly ornamented siliceous shells, called frustules, which are known to have excellent resistance to cracking [3,4]. Recent research results clearly show that diatoms may also impart useful functional properties to diatom-reinforced composite materials [5–7].

Composites of PLA modified by DE have been recently studied by Dobrosielska et al. [6]. They demonstrated that addition of diatomaceous earth results in an increase in the tensile strength. Highest mechanical strength has been observed for the composites with 1 wt% of reinforcement, which transforms to 5.5 vol%. Additionally, intact diatoms frustules, obtained by aqua-agriculture, have been used as PLA reinforcement by Li et al. [8]. They reported penetration of the siliceous frustules by polymeric matrix. The results obtained by X-ray diffraction and differential scanning calorimetry analysis revealed that this type

Dr inż. Izabela Barbara Zglobicka
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 09.09.2022

**Oświadczenie o udziale habilitanta – dr inż. Izabeli Barbary Zglobickiej
w publikacji naukowej**

Zglobicka I.*, Joka Yildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wroblewski J., Dydek K., Boczkowska A., Kurzydlowski K. J. (2022): PLA matrix composites reinforced with diatomaceous earth

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie tej pracy polegał na opracowaniu koncepcji artykułu, przeglądzie literaturowym, zaplanowaniu eksperymentu, nadzorowaniu prac eksperimentalnych, przygotowaniu materiału badawczego, udziale w wytworzeniu materiału kompozytowego i przygotowaniu do dalszych badań, przeprowadzeniu obserwacji z wykorzystaniem mikroskopii elektronowej, przeprowadzeniu badań gęstości metodą Archimedesa, analizie i interpretacji uzyskanych wyników, przygotowaniu pierwszej wersji manuskryptu, opracowaniu graficznemu, opracowaniu odpowiedzi dla recenzentów, recenzji i pracach edytorskich, przygotowaniu ostatecznej wersji artykułu.

Izabela
Zglobicka

Dr inż. Magdalena Joka Yildiz

Katedra Inżynierii Rolno-Spożywczej i Kształtowania Środowiska
Instytut Inżynierii Środowiska i Energetyki
Wydział Budownictwa i Nauk o Środowisku
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45E
15-351 Białystok

Białystok, 09.09.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Joka Yildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wroblewski J., Dydek K., Boczkowska A., Kurzydłowski K. J. (2022): Poly(lactic acid) matrix reinforced with diatomaceous earth. Materials, 15, 6210. <https://doi.org/10.3390/ma15186210>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w postaci przeprowadzenia badań eksperymentalnych (DSC, TGA), wstępnej analizie wyników oraz opracowaniu wyników.



Dr inż. Rafał Molak
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 09.09.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, JokaYildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wroblewski J., Dydek K., Boczkowska A., Kurzydlowski K. J. (2022): Poly(lactic acid) matrix reinforced with diatomaceous earth. Materials, 15, 6210. <https://doi.org/10.3390/ma15186210>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w przygotowaniu materiałów kompozytowych w formie filamentów, przeprowadzenie badań eksperymentalnych (statycznej próby rozciągania), wstępnej analizie wyników, opracowaniu wyników.



Dr inż. Michał Kawalec
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 09.09.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Joka Yildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wroblewski J., Dydek K., Boczkowska A., Kurzydlowski K. J. (2022): Poly(lactic acid) matrix reinforced with diatomaceous earth. Materials, 15, 6210. <https://doi.org/10.3390/ma15186210>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w przygotowaniu materiałów kompozytowych w formie filamentów, konsultacje dotyczące analizy i opracowania wyników, nadzór nad realizacją projektu.

Michał Kawalec

mgr inż. Adrian Dubicki
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 09.09.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Joka Yildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wroblewski J., Dydek K., Boczkowska A., Kurzydlowski K. J. (2022): Poly(lactic acid) matrix reinforced with diatomaceous earth. Materials, 15, 6210. <https://doi.org/10.3390/ma15186210>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne w badaniach eksperymentalnych – przygotowanie wstępnych wyprasek.



inż. Jakub Wróblewski
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 27.09.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Joka-Yildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wróblewski J., Dydek K., Boczkowska A., Kurzydlowski K. J. (2022): PLA matrix composites reinforced with diatomaceous earth

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie techniczne w badaniach eksperymentalnych – przygotowanie mieszanek i wstępnych wyprasek.

Jakub Wróblewski

mgr inż. Kamil Dydek
Zakład Materiałów Ceramicznych i Polimerowych
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 13.09.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Joka Yildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wroblewski J., Dydek K., Boczkowska A., Kurzydlowski K. J. (2022): Poly(lactic acid) matrix reinforced with diatomaceous earth. Materials, 15, 6210. <https://doi.org/10.3390/ma15186210>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w przeprowadzeniu prac eksperymentalnych: wsparcie w badaniach eksperymentalnych, a także konsultacje ostatecznej wersji artykułu.

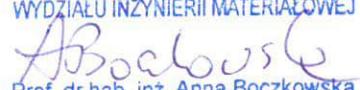
Prof. dr hab. inż. Anna Boczkowska
Zakład Materiałów Ceramicznych i Polimerowych
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141A
02-507 Warszawa

Warszawa, 09.09.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Joka Yildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wroblewski J., Dydek K.,
Boczkowska A., Kurzydlowski K. J. (2022): PLA matrix composites reinforced with
diatomaceous earth
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował wsparcie w przeprowadzeniu prac eksperymentalnych: udostępnienie aparatury badawczej, a także konsultacje ostatecznej wersji artykułu.

DZIEKAN
WYDZIAŁU INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ

Prof. dr hab. inż. Anna Boczkowska

Prof. dr hab. inż. Krzysztof J. Kurzydłowski
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 09.09.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Joka Yildiz M., Molak R., Kawalec M., Dubicki A., Wroblewski J., Dydek K., Boczkowska A., Kurzydłowski K. J. (2022): Poly(lactic acid) matrix reinforced with diatomaceous earth. Materials, 15, 6210. <https://doi.org/10.3390/ma15186210>

*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował konsultacje dotyczące analizy wyników, przygotowania odpowiedzi dla recenzentów i ostatecznej wersji artykułu.

K. Kurzydłowski

Multi-length scale characterization of frustule showing highly hierachal structure in the context of understanding their mechanical properties

Izabela Zglobicka^{1*}, Krzysztof J. Kurzydłowski¹

¹Bialystok University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Wiejska 45C, 15-351 Bialystok, Poland

* i.zglobicka@pb.edu.pl

Abstract

Materials with complex hierarchical structure; called architected materials or archimats, allow to obtain properties unattainable for their standard form. This paper demonstrates that a multi-length scale imaging is essential for explaining unique properties of such materials/structures, in particular mechanical resilience. Original procedures for multi-scale imaging of biological structures/materials using modern microscopic techniques (electron, ion and X-ray microscopy) are described as applied to an integrated multi-scale description of the diatoms' frustules. The results obtained allowed to advance understanding of their mechanical properties and set the stage for production of advanced structural and functional composite materials.

Keywords

architected/hierarchical materials, frustules, imaging techniques, properties, bioinspiration

1. Introduction

Properties of standard materials are determined by their chemical compositions and microstructures, the latter being controlled by fabrication technologies. With the variety of technologies available nowadays and large number of well-established ways to select chemical composition, modern materials science offers access to abundance of engineering materials with required mechanical and functional properties. Nevertheless, for some advanced applications there is need to go beyond properties offered by materials already to our disposal. This in particular is likely to happen if high mechanical properties need to be combined with specific characteristics, e.g. light weight. Composites are one of the examples of the ways of increasing the degree of freedom in shaping properties of engineering materials. Over last decades, a number of metal-ceramic composites have been developed for a variety of applications, among others for heat management [1,2]. However, the composites, which by definition are made of dissimilar materials, have some inherent shortcomings related to the interfacial phenomena (such residual stresses, heat and electricity resistance). Also, recycling of devices made of composites is by far more difficult in comparison to one-material solutions.

Thus, a new approach has been recently proposed which is based on the concept of so called architected materials [3–6], morphology of which imparts functionalities otherwise not achievable. This is possible because of the inner makeup of these architected materials, or archimats which include composition and internal structure designed at various scale levels. Examples of engineering archimats include periodic cellular or 'lattice' materials, frequently 3D printed, which depending on topology may have unusual mechanical properties, *i.e.*, negative Poisson's ratio [7,8]. It should be noted that complexity of currently designed lattice materials is much reduced in comparison with

Dr inż. Izabela Barbara Zglobicka
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 26.10.2022

**Oświadczenie o udziale habilitanta – dr inż. Izabeli Barbary Zglobickiej
w publikacji naukowej**

Zglobicka I.*, Kurzydlowski K.J. (2022): Multi-length scale characterization of frustule showing highly hierarchical structure in the context of understanding their mechanical properties. Materials Today Communications, no. 104741.
<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.104741>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji polegał na opracowaniu koncepcji artykułu, przygotowaniu przeglądu literaturowego, zaplanowaniu eksperymentów, nadzorowaniu i przeprowadzeniu prac eksperimentalnych, pobraniu ze środowiska naturalnego oraz przygotowaniu materiału badawczego (pancerzyków okrzemek), przeprowadzeniu obserwacji z wykorzystaniem mikroskopii elektronowej, jonowej i rentgenowskiej, nadzorowaniu symulacji komputerowych, analizie i opracowaniu uzyskanych wyników, opracowaniu graficznemu, przygotowaniu pierwszej wersji manuskryptu, opracowaniu odpowiedzi dla recenzentów, recenzji i pracach edytorskich, przygotowaniu ostatecznej wersji artykułu.

Izabela
Zglobicka

Prof. dr hab. inż. Krzysztof J. Kurzydłowski
Katedra Inżynierii Materiałowej i Produkcji
Instytut Inżynierii Mechanicznej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45C
15-351 Białystok

Białystok, 26.10.2022

**Oświadczenie o udziale w publikacji naukowej i pracach realizowanych
z dr inż. Izabelą Barbarą Zglobicką**

Zglobicka I.*, Kurzydłowski K.J. (2022): Multi-length scale characterization of frustule showing highly hierarchical structure in the context of understanding their mechanical properties. Materials Today Communications, no. 104741.
<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.104741>
*autor korespondencyjny

Mój wkład w powstanie publikacji obejmował nadzorowanie prac eksperymentalnych, opracowanie wyników, rewizję artykułu, konsultacje w zakresie opracowania odpowiedzi dla recenzentów i ostatecznej wersji artykułu.

K. Kurzydłowski