

3D-tulosteiden pinnoitus ja karakterisointi

FMT-päivät 2024

28.5.2024

UEF Teknillisen fysiikan laitos
Kimmo Laitinen, Hannu Korhonen,
Tuomo Silvast, Reijo Lappalainen



UNIVERSITY OF
EASTERN FINLAND



Euroopan unionin
osarahoittama



UEF 3DTY-hankkeessa

WP1 (suurten rakenteiden 3D-tulostus)

- Biokuitukomposiittimateriaalit

WP3 (3D-tulosteiden jälkikäsittelyt)

- Pintakäsittelyt/pinnoitteet

WP4 (3D-tulosteiden laadunvarmistus), koordinaattorit UEF & FMT

- Dimensioiden, pintojen ja rakenteen karakterisointi
- Tulostetun materiaalin ja kappaleiden ominaisuuksien testaukset ja vertailut
- Mallinnus ja optimointi
- Toiminnalliset testaukset



3D-tulosteiden pinnoitus



Euroopan unionin
osarahoittama



UEF:n pinnoitusmenetelmiä

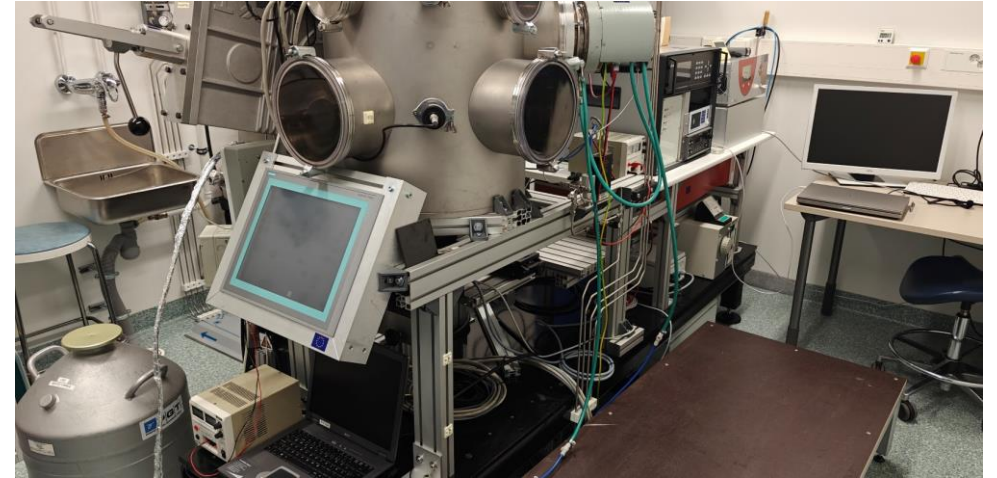
Lyhytpulssilaserablaatio (USPLD)/sputterointi

- Monikerros-/seospinnoitteet eri pinnoite- ja pohjamateriaaleilla
- Alhainen lämpötila → sopii myös lämpöherkkien polymeerien pinnoitukseen

Spin & dip coating

- Ohutkalvot tasaisille tai eri muotoisille kappaleille

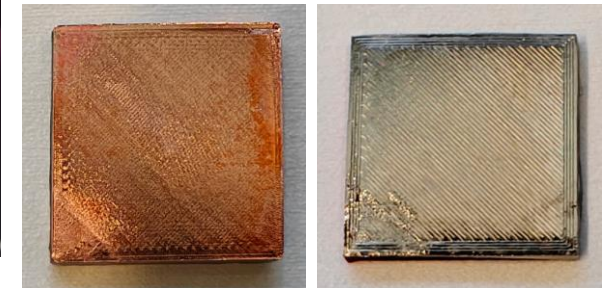
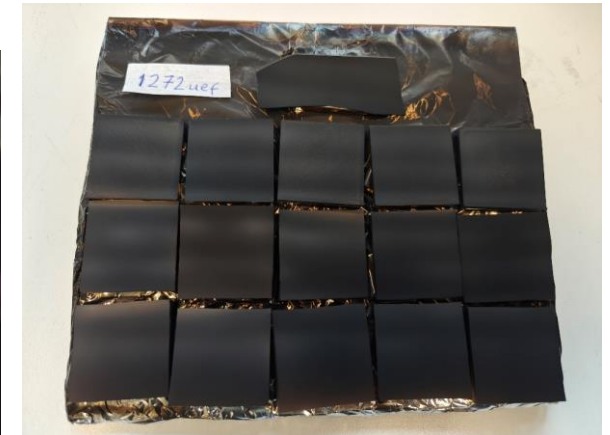
Pienen mittakaavan sähkökemialliset pinnoitukset



Meneillään olevia pinnoitustutkimuksia

3D-tulostettujen polymeerien sähkökemiallinen metallipinnoitus

- Pohjamateriaaleina 3D-tulostetut PUR, PA ja PP + referenssit levytavarasta
- Metallointi laserablaatiolla (Ti+Ni ~300 nm)
- Sähkökemiallinen Cu+Ni+Cr-pinnoitus (yht. ~20 µm)
- Esikäsittelyt ilman haitallisia kemikaaleja
- Yksinkertaistettu prosessi ilman etsausta/aktivointia
- Vastaava prosessi osoitettu toimivaksi mm. alumiinille/RST:lle (DOI: [10.1016/j.surfcoat.2016.05.031](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.05.031))



Meneillään olevia pinnoitustutkimuksia

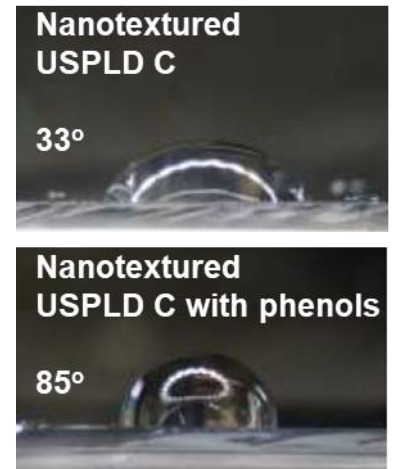
Antimikrobiset pinnoitteet eri tavoin toteutettuna

- Lisäämällä puhdistettuja biopohjaisia fenoleja termisesti tai UV:llä kovetettaviin polymeeripinnoitteisiin
- Sitomalla fenoleja nanoteksturoituihin USPLD-pinnoitteisiin (oikealla)

Lisätyt aineet vaikuttavat hyödyllisesti pinnoitteiden rakenteeseen ja mm. antimikrobisiin ominaisuuksiin.

Testattujen fenolien tapauksessa ne pysyvät pinnoiterakenteessa, eivätkä liukene vesialtistuksessa.

Lupaavat tulokset ovat todennäköisesti sovellettavissa 3D-tulostukseen ja komposiitteihin.



3D-tulosteiden karakterisointi



Euroopan unionin
osarahoittama

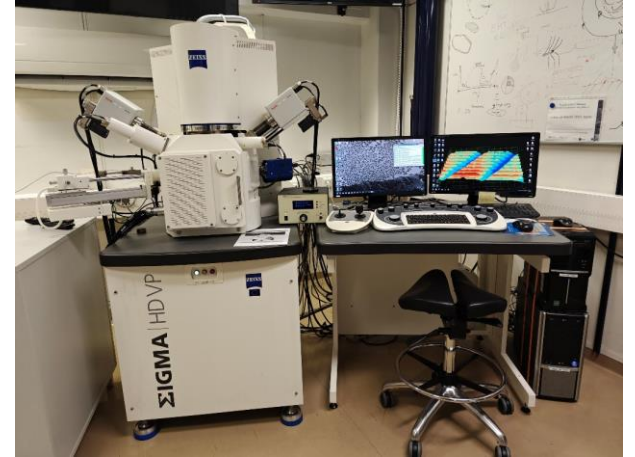


UEF:n karakterisointimenetelmiä

Dimensioiden, pintojen ja rakenteen karakterisointi

- Pyyhkäiselektronimikroskopia (SEM) (Zeiss SIGMA-HD)
 - Pintarakenteet suurella erotuskyvyllä (< 2 nm)
 - Alkuainejakaumat pintakerroksesta (EDS)
- MikroCT-röntgentomografia (Nikon XTH 225 & Skyscan 1172)
 - Kappaleen sisärakenne näytettä rikkomatta mikrometriluokan tarkkuudella
 - Leikekuvasarjat/videot
 - Rakennevirheet, huokoset, mittapoikkeamat jne.
- TEM, FTIR(I), Raman, XRD, XPS, ...

www.materiakeskus.fi



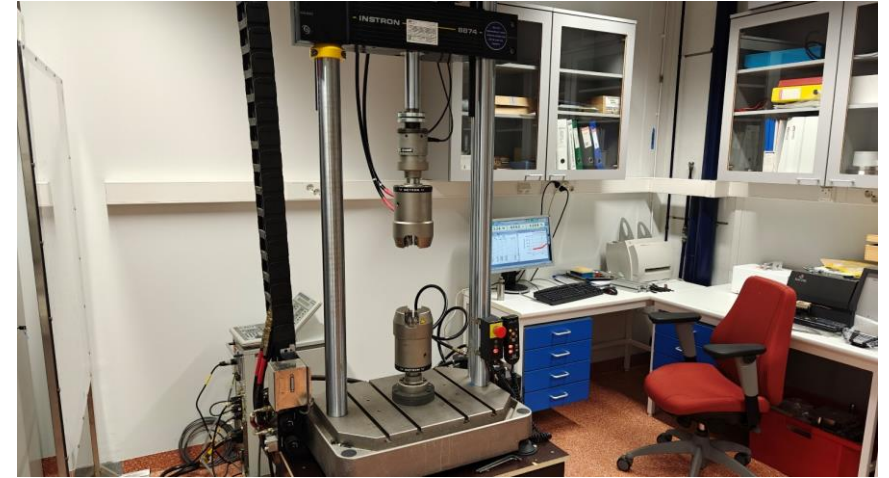
Euroopan unionin
osarahoittama



UEF:n karakterisointimenetelmiä

Mekaaninen testaus

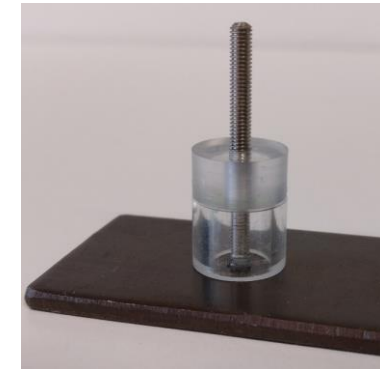
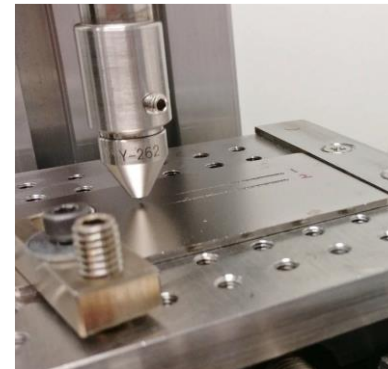
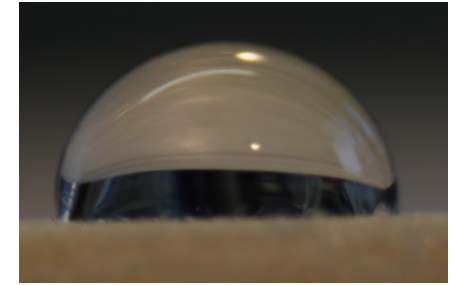
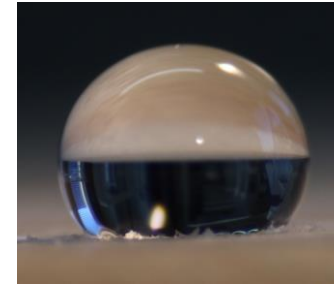
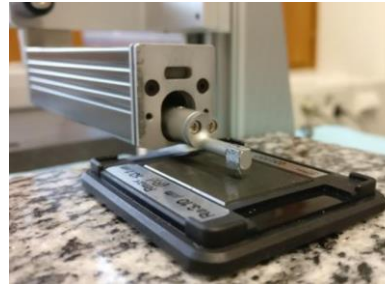
- Dynaaminen aineenkoestus (Instron 8874)
 - Veto-, puristus-, taivutus-, kierto-, väsytykokeet jne.
 - Kapasiteetti 1 N – 25 kN
 - Olosuhdekammio
- Hienomekaaninen aineenkoestus (Lloyd LFPlus)
 - Veto-, puristus-, taivutuskokeet jne.
 - Kapasiteetti 0.01 N – 1 kN



UEF:n karakterisointimenetelmiä

Pinnan/pinnoitteen ominaisuudet

- Pinnankarheus, kontaktikulma
- Kitka/kuluminen
 - Pin on disk -tappikulutusko
- Adheesio
 - Naarmutustesti
 - Liimatappitesti
- Korroosipotentiaali
 - Korroosipotentiaali ja –virrantiheys nopeutetulla korroosiotestillä



Case-esimerkki: sisärakenteen analysointia mikroCT:llä

tuomo.silvast@uef.fi

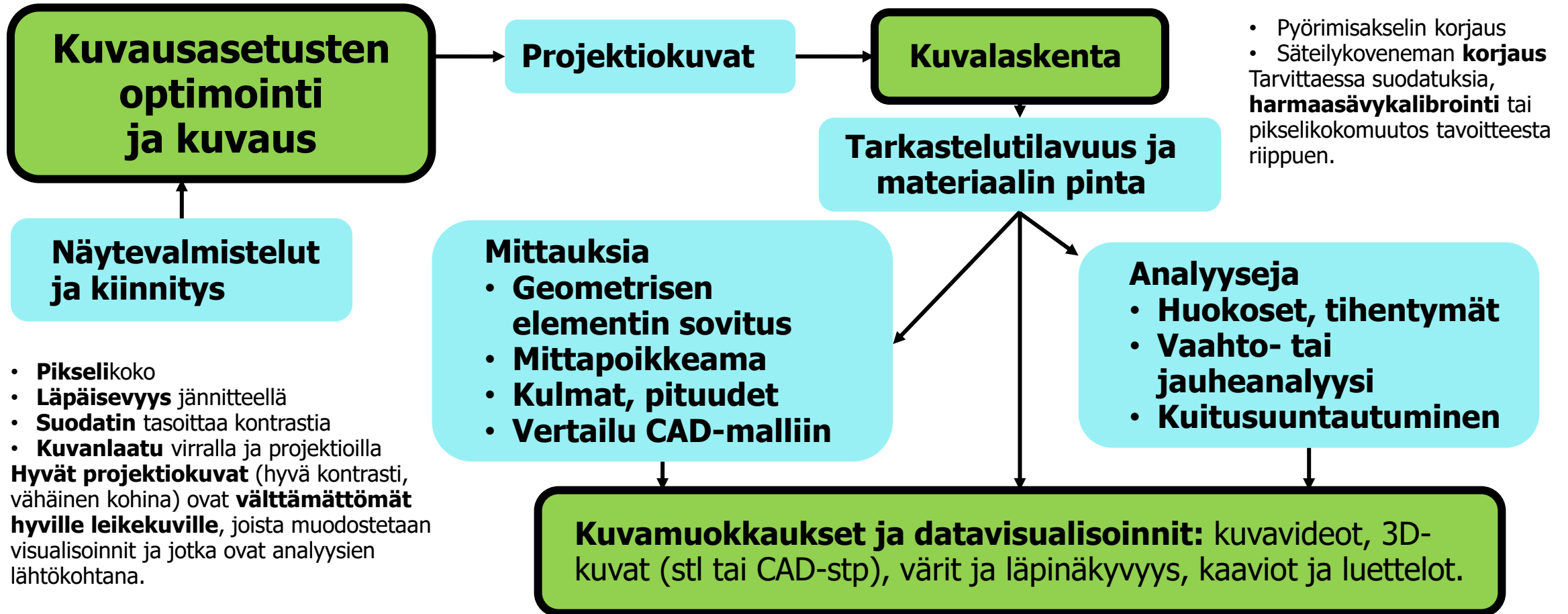
www.uef.fi/fi/sib-labs-rontgentomografia



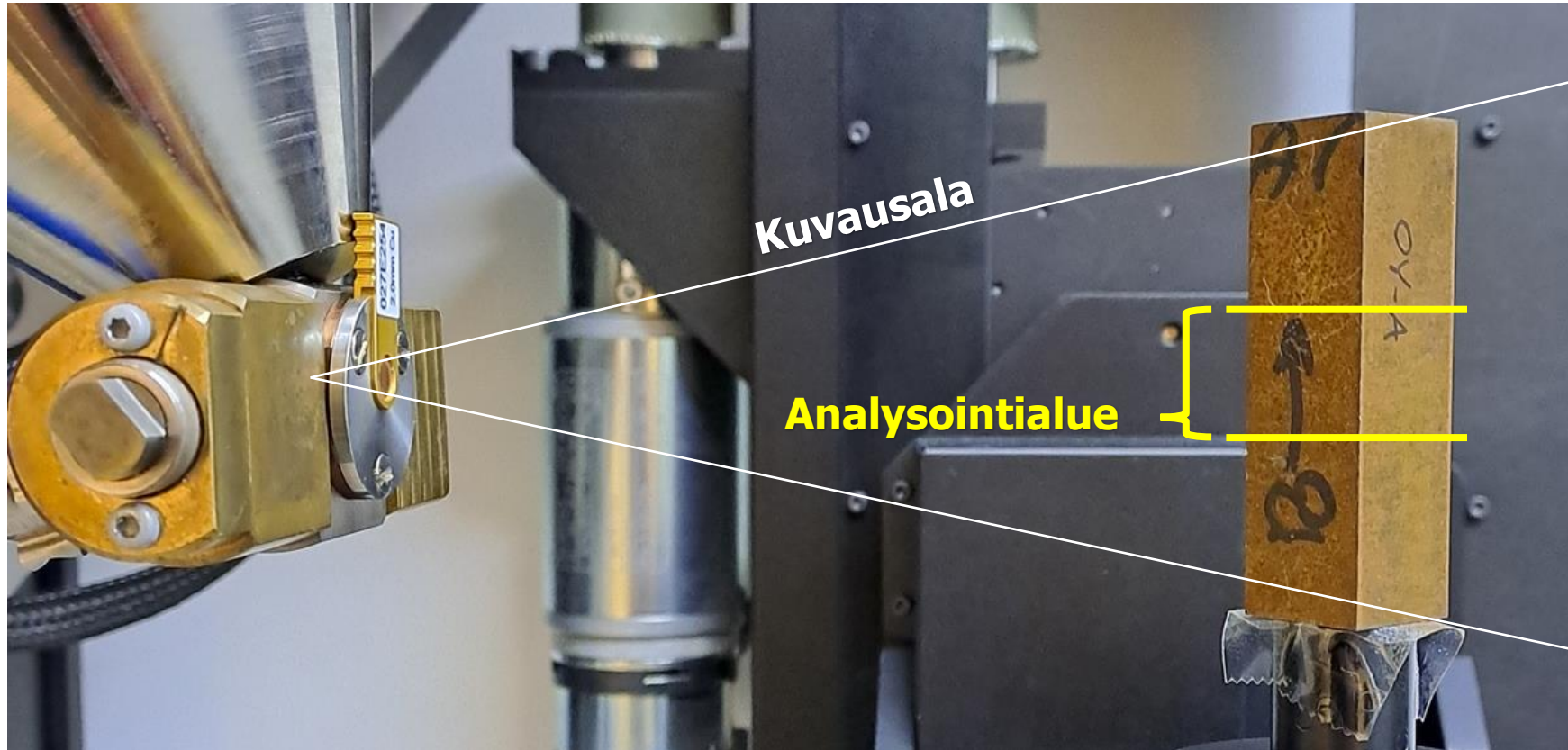
Euroopan unionin
osarahoittama



Rakenneanalyysin työnkulku



Näytekappaleena waam-tuloste



Nikon XT H 225

Kuvaus

- 200 kV 20 W
- 20 μm pikseli
- 3600 projektiota
(2x 500 ms kuva)

Analysointialueena
kuutio 17x17x17 mm.

Volume Graphics
Studio Max 2022.4



Euroopan unionin
osarahoittama

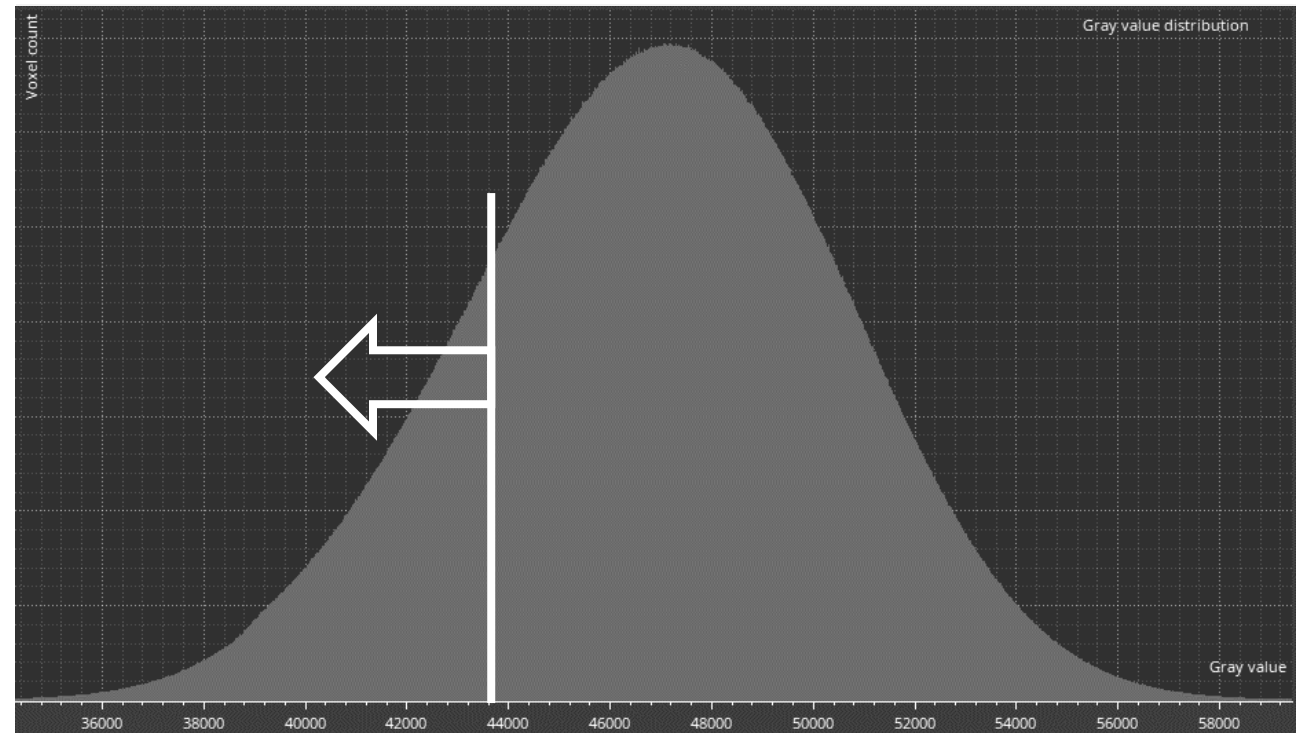


Sävyjakauma

Esimerkinäyte "waam 12b"

- Sävyasteikko 0-65535 (16 bit tiff).
- Materiaalin harmaasävyalue 25600-65400.
- Huokosiksi tulkittujen alueiden tummin kohta enintään 43700.
- Huokosella vähintään **20% kontrastiero** paikalliseen keskimääräiseen materiaalisävyyyn nähden.
- Paikallisen **sävyvertailualueen läpimitta 10 vokselia**.

Materiaalin harmaasävyjakauma



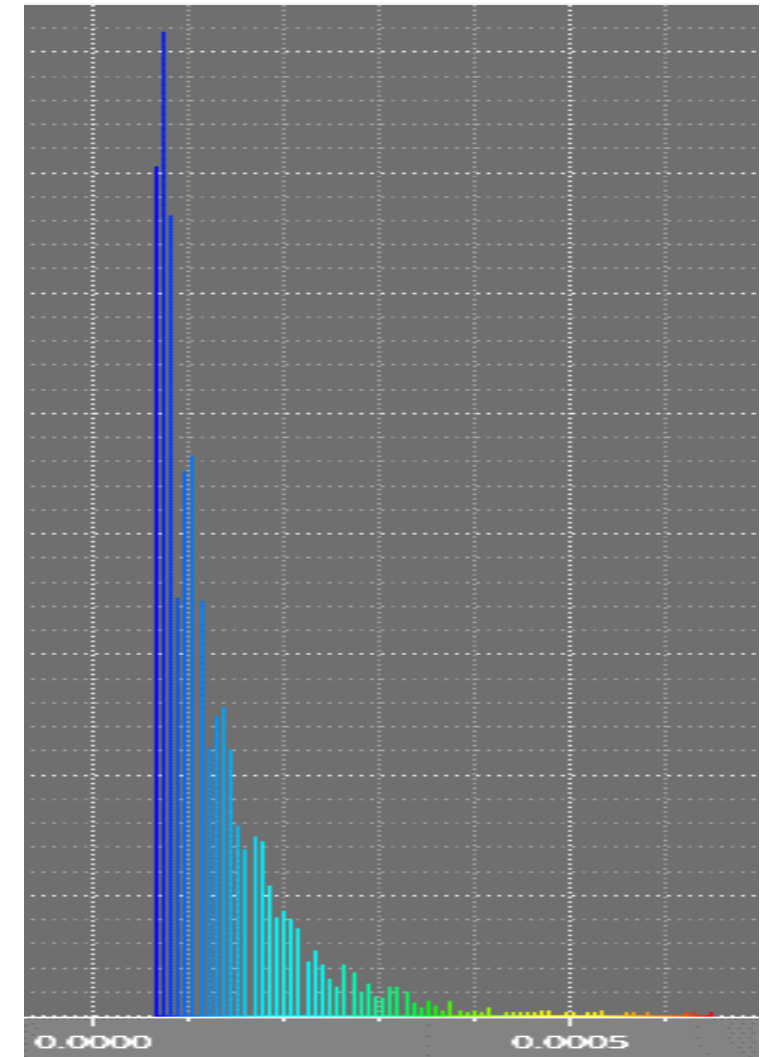
Euroopan unionin
osarahoittama



Huokosjakauma

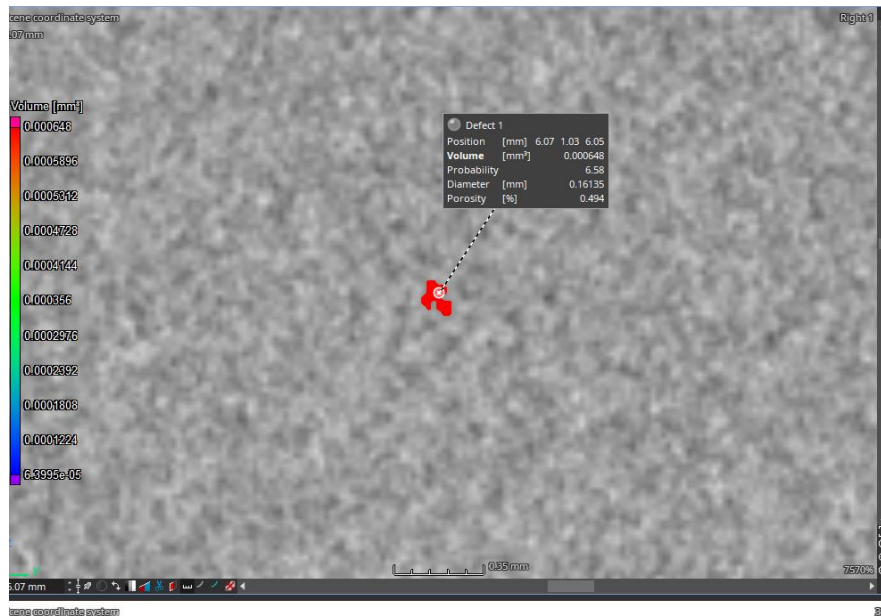
Esimerkkinäyte "waam 12b"

- Laskenta-asetuksilla **20% kontrasti ja Ø 10 vox** löydetty **4189 huokosta**, joiden kokonaistilavuus 0,556 mm³.
 - Suurin osa huokosista läpimitaltaan **65-140 µm**.
Läpimitaltaan pienin 49 µm, ja suurin 248 µm.
- Laskenta-asetuksilla **33% kontrasti ja Ø 30 vox** löydetty **69 huokosta**, joiden kokonaistilavuus 0,0053 mm³.
 - Läpimitaltaan pienin 63 µm, ja suurin 123 µm.
- Laskentaparametreilla on suuri vaikutus tulkintaan onko huokonen vai ei.

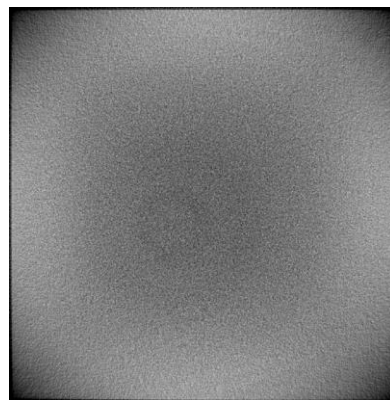
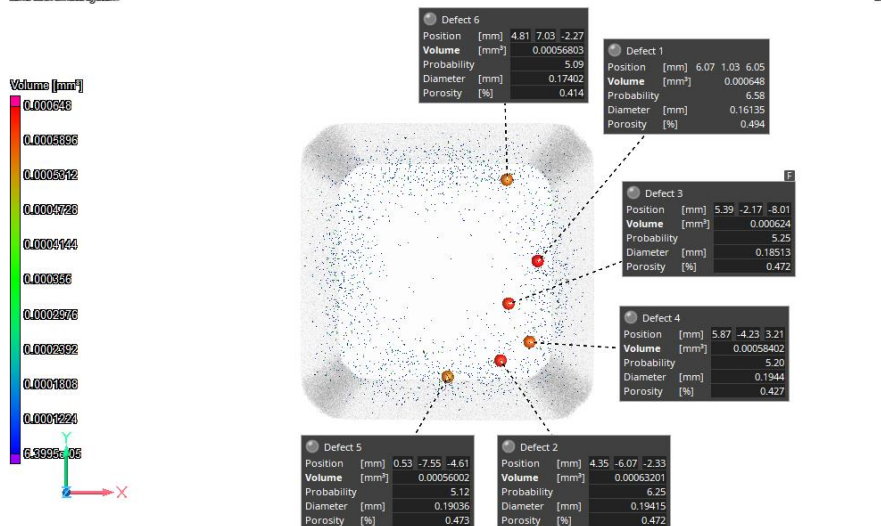


Huokosen tilavuus mm³





Huokosen siemenkohdan ero muihin tummentumiin nähden lasketaan osin alueen **'todennäköisyydellä'** (herkkä parametri).



Vertaa huokosten paikkajakautumista (kuva vasemmalla) ja leikekuvan (kuva keskellä) kontrastikorostettua sävyjakaumaa.

Huomioi löydettyjen huokosten asemoituminen: Keskeltä (pienet) huokokset pääosin puuttuvat.



Euroopan unionin osarahoittama



Kiitos!

uefconnect.uef.fi/tutkimusryhma/biomateriaalitekniologian-tutkimusryhma

www.uef.fi/fi/yksikko/sib-labs-palvelut



Euroopan unionin
osarahoittama

