

Opinnäytetyö (AMK)

Hammasteknikko

2022

Anna-Maria Rätzel & Petra Termonen

**3D-TULOSETETUN LASIKUITU-
NYLON-VAHVIKKEEN
PINTAKÄSITTELYN VAIKUTUS
PROTEESIAKRYYLIN
TAIVUTUSLUJUUTEEN**

Anna-Maria Rätzel & Petra Termonen

3D-TULOSETETUN LASIKUITU-NYLON-VAHVIKKEEN PINTAKÄSITTELYN VAIKUTUS PROTEESIAKRYYLIN TAIVUTUSLUJUUTEEN

3D-tulostaminen, eli lisäävä valmistaminen on menetelmänä kehittynyt valtavasti ja vuonna 2021 sen käyttö hammastekniikan alalla on jo saanut jalansijaa. Nykyään on mahdollista 3D-tulostaa erittäin kevyitä, pienikokoisia, mutta silti kestäviä kuituvahvikkeita, joita voitaisiin hyödyntää myös hammastekniikassa esimerkiksi akryylisten irtoproteesien vahvistamiseen.

Tämä opinnäytetyö oli kvantitatiivinen tutkimus siitä, miten eri menetelmin pintakäsittelyt 3D-tulostetut lasikuitu-nylon-vahvikkeet vaikuttavat proteesiakryylin taivutuslujuuteen. Tarkoituksena oli saada selville, miten pintakäsittely vaikuttaa 3D-tulostettujen kuituvahvikkeiden toimivuuteen proteesiakryylin kanssa ja pystyisikö 3D-tulostettuja vahvikkeita ylipäätään käyttämään hammastekniikan tarkoituksiin muiden perinteisempien ja jo markkinoilla olevien vahvikevaihtoehtojen tilalla.

Opinnäytetyön testiryhminä toimivat monomeerineesteellä käsitellyt 3D-tulostetut vahvikkeet, Rocatec-menetelmällä ja silanoinnilla käsitellyt vahvikkeet, alumiinioksidilla hiekkapuhalletut vahvikkeet sekä täysin käsittelemättömät vahvikkeet. Lasikuitu-nylon-vahvikkeet, jotka muodostuivat Nylon White muovista ja Fiberglass lasikuidusta, tulostettiin Markforged Mark Two 3D-tulostimella. Testikappaleet läpikävivät standardinmukaisen (ISO-20975-1:2013) kolmipistetäivutustestin, jossa mitattiin taivutuslujuutta, kuormankantokykyä ja kimmomoduulia. Lisäksi tuloksiin laskettiin vahvikkeiden kuituvolyymi ja lopuksi analysoitiin testikappaleisiin muodostuneita murtumia murtumatyypeittäin.

Testitulosten perusteella 3D-tulostettujen lasikuitu-nylon-vahvikkeiden pintakäsittely paransi jonkin verran proteesiakryylin taivutuslujuutta. Rocatec-ryhmä oli kontrolliryhmään verrattuna vahvin taivutuslujuudeltaan (96MPa), kun taas hiekkapuhallettu pintakäsittelyryhmä oli heikoin (84MPa). Kuituvolyymi jäi vahvikkeiden osalta odotettua matalammaksi n. 0,89 t%. Keskimäärin jokainen pintakäsittelyryhmä paransi sidoslujuutta kontrolliryhmään verrattuna. Tämän opinnäytetyön perusteella 3D-tulostetut lasikuitu-nylon-vahvikkeet eivät tällä hetkellä sovellu akryylisten irtoproteesien vahvistamiseen ja 3D-teknologiaa on vielä kehitettävä, jotta hammastekniikan alalla saataisiin käyttöön toimivia 3D-tulostettuja vahvikkeita.

ASIASANAT:

lasikuitu, nylon, akryyli, 3D-tulostus, pintakäsittely, taivutuslujuus, MMAM

BACHELOR'S THESIS | ABSTRACT

TURKU UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Dental Technology

2022 | 37 pages, 3 pages in appendices

Anna-Maria Rättel & Petra Termonen

THE EFFECT OF SURFACE TREATMENT OF 3D PRINTED GLASS FIBER NYLON REINFORCEMENT ON THE FLEXURAL STRENGTH OF DENTURE ACRYLIC

3D printing or additive manufacturing has come a long way and in the year 2021 its use has also gained ground in the field of dental technology. Nowadays it is possible to 3D print very lightweight, small but still durable fiber reinforcements that could also be used in dental technology for example to reinforce removable dentures that are made with acrylics.

This thesis was quantitative research focusing on the effect of different surface treatment methods on 3D printed glass fiber nylon reinforcements acrylated into denture acrylics. The purpose was to find out how surface treatment affects the strength of these reinforcements with acrylics and could 3D printed fiber-reinforcements possibly be used in the dental technology field instead of traditional and already available reinforcement methods.

The thesis included four different test groups: 3D printed reinforcements treated with monomer liquid, reinforcements treated with Rocatec™ -bonding system and silane, reinforcements treated with abrasive blast with aluminum oxide and reinforcements that had no surface treatment. 3D printed reinforcements, which consisted of Nylon White and Fiberglass, were printed on a Markforged Mark Two 3D printer. The test specimens underwent a standard (ISO-20975-1: 2013) three-point bending test measurement flexural strength, load-bearing capacity, and modulus of elasticity. The fiber volume of these reinforcements was also calculated, and fracture types were analyzed.

Based on the test results, the surface treatment of the 3D printed glass fiber nylon reinforcements some improved the flexural strength of the denture acrylic. The Rocatec group had the strongest flexural strength (96MPa) compared to the control group, while the sandblasted surface treatment group had the weakest (84MPa). The fiber volume for reinforcements was lower than expected by about 0.89% by volume, which explains the extremely low fiber content in the reinforcements. On average, each surface treatment group improved the bonding strength compared to the control group. Based on this thesis, 3D printed glass fiber nylon reinforcements are currently not suitable for reinforcing acrylic removable prostheses and 3D technology needs to be further developed to provide functional 3D printed reinforcements in the field of dental technology.

KEYWORDS:

glass fiber, nylon, acryl, 3D printing, surface treatment, flexural strength, MMAM

SISÄLTÖ

1 JOHDANTO	6
2 OPINNÄYTETYÖN TARKOITUS JA TAVOITE	7
3 TAUSTATEORIA	9
3.1 Materiaalit	10
3.2 Pintakäsittelymenetelmät	12
3.3 Akryylin vahvistaminen	14
3.4 3D-tulostetun muovin vahvistaminen	15
4 TUTKITTAVAT MATERIAALIT JA MENETELMÄT	17
4.1 Testikappaleiden valmistus	19
4.2 Testaaminen	22
4.3 Kuituvolyymien laskenta	24
5 TULOKSET	26
5.1 Taivutuslujuus	26
5.2 Kuormankantokyky	27
5.3 Kimmomoduuli	28
5.4 Murtumatyypit	29
5.5 Kuituvolyymi	31
6 POHDINTA	32
6.1 Tutkimuksen luotettavuus	33
7 JOHTOPÄÄTÖKSET	35
LÄHTEET	36

LIITTEET

- Liite 1. Kolmipistetaivutustestin tulokset
- Liite 2. Materiaalit ja laitteet

KAAVAT

Kaava 1. Kuituvolyymien laskentakaava (Lastumäki ym. 2001).	25
---	----

KUVAT

Kuva 1. Kuitulujitettyypit, konsentrisen (A) ja isotrooppinen - 0 °kerros (B) (mukaillen Araya-Calvo ym. 2018, 158).	10
Kuva 2. Rocatec-menetelmän silikointivaihe (mukaillen 3M ESPE).	13
Kuva 3. Markforged Mark Two tulostin.	17
Kuva 4. Vahvikkeen suunnitteluvaihe.	17
Kuva 5. Pintakäsittelyvaiheita.	19
Kuva 6. Testikappaleiden valmistusvaiheita.	20
Kuva 7. Taivutuslujuustesti.	23
Kuva 8. Murtumatyypit. (a) Kohesiivinen murtuma (b) Adhesiivinen murtuma (c) Kohesiivinen murtuma.	31
Kuva 9. Lasikuidun määrä polttovaiheen jälkeen.	31

KUVIOT

Kuvio 1. Taivutuslujuuden keskiarvot testiryhmittäin.	27
Kuvio 2. Kuormankantokyvyn keskiarvot testiryhmittäin.	28
Kuvio 3. Kimmomoduulin keskiarvot testiryhmittäin.	29

TAULUKOT

Taulukko 1. Pintakäsittelyt.	22
Taulukko 2. Murtumatyyppien luokat.	24
Taulukko 3. Murtumatyypit testiryhmittäin.	30

1 JOHDANTO

Ainetta lisäävä valmistus eli 3D-tulostaminen on jatkuvassa kasvussa ja sen kehittyminen on tärkeää myös hammastekniikan alalla. Nykyteknologia on mahdollistanut myös kevyiden ja pienikokoisten, mutta silti kestävien kuituvahvikekappaleiden 3D-tulostamisen. Tarve tämänkaltaiselle opinnäytetyölle oli ilmeinen, sillä 3D-tulostamista hammastekniikan alalla ei ole vielä niin laajasti tutkittu. Erilaiset valmistusmenetelmät kehittyvät huimaa vauhtia ja hammasteknikoille on hyödyllistä saada tietoa tulevaisuuden tekniikoista.

Tässä opinnäytetyössä tutkittiin miten 3D-tulostetun lasikuitu-nylon-vahvikkeen pintakäsittely vaikuttaa sen kykyyn vahvistaa proteesiakryyliä. Vahvikkeiden tulostamiseen oli valittu Markforged Mark Two 3D-tulostin, jolla pystyy tulostamaan samanaikaisesti muovia ja kuitua. Tutkimusmenetelmänä oli kokeilla kolmea erilaista pintakäsittelymenetelmää 3D-tulostetuille vahvikkeille, jonka jälkeen vahvikkeet liitettiin akryylin kanssa. Valmiit testikappaleet testattiin kolmipistetaivutuslaitteella, jolla mitattiin taivutuslujuutta, kimmomoduulia ja kuormankantokykyä.

Tämän opinnäytetyön avulla selvitettiin, pystyykö 3D-tulostettuja vahvikkeita käyttämään proteesiakryylin kanssa, miten nämä materiaalit sidostuvat keskenään ja millaisia taivutusvoimia lopulliset testikappaleet kestävät. Saadut tulokset antoivat uutta tietoa hammasteknikoille 3D-tulostetuista kuituvahvikkeista ja niiden luomista mahdollisuuksista.

2 OPINNÄYTETYÖN TARKOITUS JA TAVOITE

Opinnäytetyö ja tutkimus on toteutettu osana MMAM (Multicomponent Materials Centre of Expertise for Additive Manufacturing) projektia. MMAM-projekti on kansallinen lisäävään valmistukseen eli 3D-tekniikkaan keskittyvä osaamiskeskus, jonka kumppaneina toimivat Turun Ammattikorkeakoulun lisäksi Turun yliopisto, LUT-yliopisto, Åbo Akademi, 3DTech Oy, Brinter Oy sekä Koneteknologiakeskus. MMAM-projektin ansiosta hammastekniikan koulutusala on saanut käyttöönsä seuraavat 3D-tulostimet: Formlabsin Form2, joka toimii SLA-tekniikalla sekä Strauman P30 DLP-tekniikalla toimivan tulostimen. (MMAM 2021.)

Tämän myötä myös opiskelijat ovat päässeet tutustumaan lisäävän valmistamisen menetelmiin ja 3D-tulostimien toimintaan sekä mekanismeihin. Kanssaopiskelijoidemme toimesta valmistuivat myös tutkimukselliset opinnäytetyöt kuitugeometrian vaikutuksesta 3D-tulostetun lasikuitu-nylon-vahvikkeen taivutuslujuuteen sekä 3D-tulostetun lasikuitu-nylon-vahvikkeen vaikutuksesta proteesiakryylin taivutuslujuuteen. Nämä opinnäytetyöt toimivat osana isompaa kokonaisuutta tämän tutkimuksen kanssa.

Opinnäytetyön tarkoituksena on tutkia 3D-tulostetun lasikuitu-nylon-vahvikkeen pintakäsittelyn vaikutusta proteesiakryylin taivutuslujuuteen ja löytää optimaalinen pintakäsittelymenetelmä, joka lujittaa akryylin ja vahvikkeen välistä sidosta. Tutkimuksen tavoitteena on selvittää, miten jokaisen testiryhmän erilainen pintakäsittely soveltuu proteesiakryylin vahvikkeeksi ja toimiiko jokin pintakäsittelymenetelmä paremmin kuin toinen.

Tutkimuskysymyksinä on: Miten 3D-tulostetun lasikuitu-nylon-vahvikkeen pintakäsittely vaikuttaa proteesiakryylin taivutuslujuuteen ja millä menetelmällä saadaan hyvä sidoslujuus akryylin ja tulostetun kuituvahvikkeen välille?

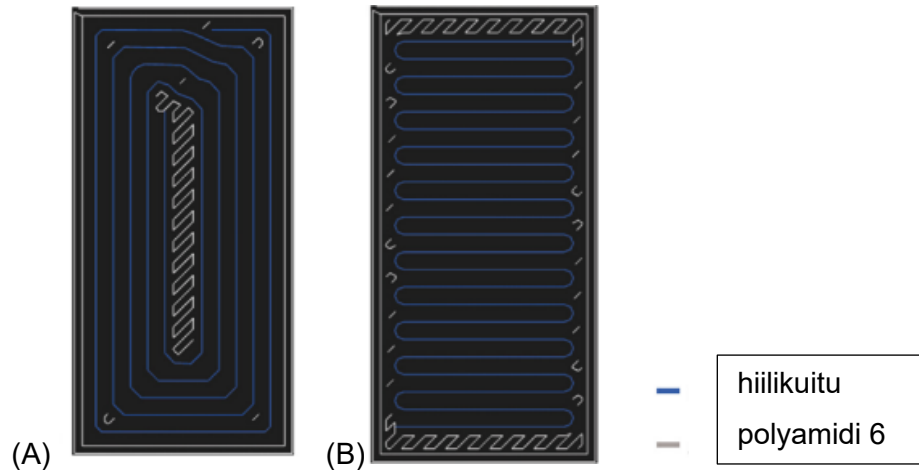
Opinnäytetyön aikana Turun AMK:lla oli käytössä ainoastaan Margforged Mark Two 3D-tulostin, jolla pystyi tulostamaan samanaikaisesti sekä muovie että kuitua ja siksi tutkitavaksi valikoitui siihen soveltuva 3D-tulostettu lasikuitu-nylon-vahvike. Tällä hetkellä markkinoilla on saatavilla myös muita 3D-tulostimia kuten Anisoprint, CEAD, Continuous Composites, EnvisionTEC, Impossible Objects, Orbital Composites ja 9T Lab, joista kaikki eivät kuitenkaan sovellu hammastekniikan käyttöön.

Opinnäytetyön lähdekirjallisuutta ja artikkeleita on etsitty muun muassa hammastekniikan koulukirjallisuudesta sekä tietokannoista, kuten Google Scholar ja Theseus. Lähteet, jotka tähän tutkimukseen poimittiin, olivat hammastekniikkaan liittyviä tieteellisartikkeleita 3D-tulostuksesta, eri materiaalien ominaisuuksista ja kestävydestä, sekä akryylin ja 3D-tulostetun muovin vahvistamisesta. Näiden artikkeleiden tukemana pystyttiin avaamaan 3D-tekniikan ja erilaisten vahvikemateriaalien ominaisuuksia ja toimivuutta, sekä kertomaan opinnäytetyössä käytettyjen materiaalien ja menetelmien taustateoriaa.

3 TAUSTATEORIA

Araya-Calvo ja kumppanit (2018) tutkivat Markforgedin kehittämällä CFF (Continuous Filament Fabrication) menetelmällä valmistettuja kuituvahvistettuja 3D-tulosteita. Kyseisessä 3D-tulostustekniikassa jatkuvaa kuitua ja muovia syötetään kahdesta eri suuttimesta kappaleeseen. Tutkimuksessa polyamidia vahvistettiin 3D-tulostetulla hiilikuidulla ja tarkasteltiin vahvikkeen muodon, asettelun, suunnan ja kuitujen määrän merkitystä kappaleen puristus- ja taivutuslujuuden kannalta. Markforgedin CFF-menetelmällä pystytään tuottamaan hiilikuidulla, lasikuidulla ja Kevlarilla vahvistettuja 3D-tulostettuja osia, mutta tässä artikkelissa on keskitytty tutkimaan ainoastaan hiilikuituvahvikkeiden toimivuutta. (Araya-Calvo ym. 2018.)

Tutkittavat kappaleet (kuva 1) suunniteltiin geometrisesti CAD-ohjelmalla ja muunnettiin STL-tiedostoiksi ennen niiden 3D-tulostamista. Kappaleista puolen vahvikkeet suunniteltiin kuvioltaan isotrooppisesti, eli joka suunnasta katsottuna yhdenmukaisiksi ja toisen puolikkaan konsentrisesti, eli samankeskeisesti. Näissä kappaleissa myös vahvikkeen suunta oli kahdella eri akselilla eri testausryhmissä eli XY ja ZX: vaaka- ja pystysuorasti kappaleeseen katsoen. Lisäksi testausryhmien välillä vahvikkeiden jakautuminen vaihteli: osassa hiilikuituvahvikkeet sijaitsivat vain kappaleen sivuilla, osassa keskellä ja sivuilla sekä osassa tasaisesti läpi kappaleen. Valmiit hiilikuidulla vahvistetut polyamidi-kappaleet varastoitiin tiiviisiin laatikoihin, jolla varmistettiin, etteivät ne joudu kosketuksiin kosteuden kanssa. Kuituvahvistetuille 3D-tuloskappaleille tehtiin taivutus- ja puristuslujuustestaus, joka toteutettiin Tinius Olsenin mekaanisestestauksen testikoneella. Testikappaleet tutkittiin lopuksi skannaavalla elektronimikroskoopilla (SEM), jolla saatiin selville tulostettujen kuitujen sijainti ja muoto testikappaleissa sekä murtumatyypit. (Araya-Calvo ym. 2018.)



Kuva 1. Kuitulujitetyypit, konsentrisen (A) ja isotrooppinen - 0 °kerros (B) (mukaillen Araya-Calvo ym. 2018, 158).

Lopputuloksena paras taivutuslujuus saavutettiin samankeskeisesti vaakasuunnassa suunnitelluiden vahvikkeiden kanssa, kun taas isotrooppisesti ja pystysuorassa olleet vahvikkeet olivat selkeästi heikointa laatua. Paras puristuslujuustulos todettiin olevan konsentrisesti suunnitelluilla ja tasaisesti kappaleen sisään jaetuilla vahvikkeilla. Isotrooppisten ja vain kappaleen reunoille sijoitettujen vahvikkeiden mekaaninen kestävyys oli puristuslujuustestin tuloksista heikoin. (Araya-Calvo ym. 2018.)

3.1 Materiaalit

PMMA

Muovi on molekyyliverkosto, joka koostuu polymeeriketjuista ja lisäaineista. Monomeerit ovat puolestaan molekyyliä, jotka muodostavat kovalenttisen sidoksen. Polymeeri taas muodostuu molekyylien liittyessä toisiinsa, jolloin muovi kovettuu. Kertamuoveiksi kutsutaan sellaisia muoveja, jotka ovat lujasti kiinni ristisidosten avulla. Kestomuovit taas muodostuvat ilman kovalenttista sidosta ja polymeeriketjut ovat heikosti kiinni toisissaan. (Lastumäki & Vallittu 1999.)

Muovin muokattavuus ja ominaisuudet riippuvat ristiinsitoutumisen voimakkuudesta. Kestomuoveja pystyy muokkaamaan uudelleen kovettumisen jälkeen, koska kesto-
muovit koostuvat lineaarisesta polymeeriketjusta. Yleisin hammasteknologiassa käytet-
tävä muovi on PMMA (polymetyylimetakrylaattijauhe), joka on kesto-
muovi. Kerta-
muoveja ei pysty muovaamaan uudelleen kovettumisen jälkeen, sillä polymeeriketjut
ovat tiukasti toisissaan kiinni. Proteesipohjalevypolymeeri on muovia, jota käytetään le-
vyproteesien valmistuksessa. PMMA- jauhe sekoitetaan kahden tai useamman mo-
nomeeri- nesteen kanssa. (Lastumäki & Vallittu 1999.)

Nylon

Nylon on yleisnimi tiettytyypisille lämpömuovipolymeereille, jotka kuuluvat luokkaan
polyamidit. Nämä polyamidit syntyvät diamiinin ja adibaanihapon kondensaatioreakti-
oissa. Nylonin käyttöä hammasproteesin perusmateriaalina on kuvattu kirjallisuudessa
1950-luvulla. Vaikka nylonia ei suositeltu tuolloin, sitä käytettiin erityisissä olosuhteissa,
kuten toistuvien hammasproteesin murtumien korjaamisessa ja oikomishoitolaitteiden
valmistamisessa. Nylonissa havaittiin myös haittoja, joita olivat esimerkiksi materiaalin
perusvärin heikkeneminen, tahraantuminen, voimakas veden sorptioituminen ja pinnan
muuttuminen karkeaksi lyhyessä ajassa. Nylonin luontaista joustavuutta parannettiin
myöhemmin ja jäykkyyttä lisättiin käyttämällä lyhyttä lasikuituvahvistusta. (Ynus, 2005.)

Eräässä tutkimuksessa Vojdani ym. (2015) totesivat, että nylonproteesien (polyamidin)
perusmateriaalien taivutuslujuus, kimmomoduuli ja jäykkyys ovat suhteellisen heikkoja,
mutta niillä on kuitenkin suuri iskulujuus, sitkeys ja murtumiskestävyys. On ehdotettu,
että lisäämällä lasikuituja polyamideihin niiden jäykkyyttä ja muita mekaanisia ominai-
suuksia voitaisiin lisätä.

Toisessa tutkimuksessa Katsumata ym. (2009) tutkivat autopolymeroivan hartsin leik-
kaussidoslujuutta nylonproteesipohjaiseen polymeeriin, joille oli suoritettu erilaisia pinta-
käsittelyjä. Niiden tuloksia verrattiin lämpöpolymeeroivaan hartsiin ja polykarbonaattipoly-
meeriin. Tutkimuksessa tulokset osoittivat selvästi, että piioksidipäällyste voisi parantaa
nylonproteesipohjaisen polymeerin sitoutumislujuutta. Myös Vojdani ym. totesivat, että
materiaalien sidoslujutta korjausmuovissa voitaisiin parantaa piioksidipäällysteellä Ro-
catec-menetelmällä. (Vojdani M. & Giti, 2015.)

Lasikuitu

Lasikuitu on sulasta lasimassasta valmistettu kuitumainen materiaali, jonka valmistus jatkuvana kuituna keksittiin 1930-luvun alussa (Saarela ym. 2007). Hammastekniikassa lasikuitua käytetään esimerkiksi vahvistettaessa PMMA-hartsia irtoprotetiikassa. Erityisesti huokoisella polymeerillä päällystetty Stick-kuitulujite on tällä hetkellä käytetyimpiä hammaslääketieteessä. Lisäksi markkinoilla on saatavilla EverStickC&B, jota käytetään yleensä yhdistelmämuovisiltojen vahvistamiseen. Se on esikostutettu lasikuitulujite, joka helpottaa käyttäjää huomattavasti.

Lasikuitujen mekaaniset ominaisuudet kuten isku- ja puristuslujuudet ovat erittäin suuria, ja niiden on katsottu olevan esteettisesti myös sopivia hammastekniseen tarkoitukseen. Kuiduilla vahvistetun PMMA-komposiittirakenteen mekaaniseen lujuuteen vaikuttaa monet tekijät, kuten kuidun tyyppi, jakauma ja määrä. Vahvistuksessa käytetyn kuidun pituus on myös tärkeässä roolissa. Pitkillä kuiduilla on paremmat mekaaniset ominaisuudet kuin lyhyillä lasikuiduilla. (Zhang ym. 2017.)

3.2 Pintakäsittelymenetelmät

Monomeerineste

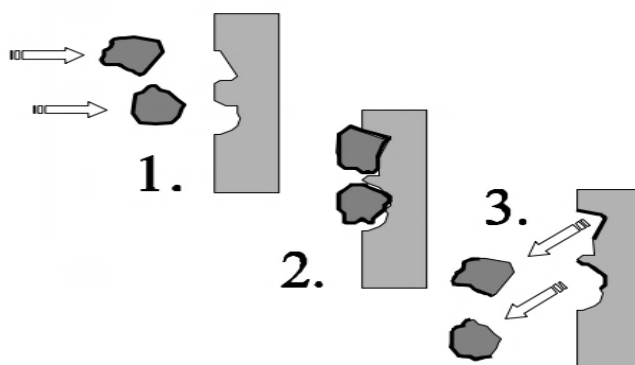
Monomeerit ovat toistensa kanssa kovalenttisiä sidoksia muodostavia molekyylejä ja kun monomeerit yhdistyvät toisiinsa syntyy polymeeri, jolloin muovi kovettuu. Kun puhutaan monomeereista, tarkoitetaan itseasiassa yleisesti ottaen kaikkia kovettumattomia muoveja, mutta tässä tutkimuksessa on kysymyksessä nimenomaan proteesien pohjalevyn valmistamisessa yleisesti käytetty monomeerineste, joka on monien eri monomeerien seos. Hammastekniikassa monomeerinestettä käytetään pintakäsittelyssä esimerkiksi tilanteissa, joissa haljennut hammasproteesi tarvitsee korjata tai vaikkapa proteesista irronneen hampaan tilalle uutta hammasta lisätessä. Korjattavaa pintaa kostutetaan monomeerinesteellä, jolloin monomeeri tunkeutuu muovin sisään ja aikaansaa IPN-mekanismiin (interpenetrating polymer network), joka kiinnittää muovit tiukasti toisiinsa. (Lähtämäki & Vallittu 1999.)

Silaani

Silanointi menetelmänä lisää adheesiota, eli aineiden tarttuvuutta toisiinsa ja se helpottaa jopa kemiallisesti keskenään erilaisten aineiden kiinnittymistä yhteen. Hammastekniikassa käytettävät silaanit, eli esikäsitteilyaineet ovat normaalisti jo valmiiksi käyttövalmiita. Tämä tarkoittaa sitä, että ne sisältävät metakrylaattifunktionaalista silaania noin 1–2til.%, jolloin silaanin laimennusaineena toimii lievästi hapan vesietanoliuos. Silanoinnin yhteydessä aineen pinta pitää ensin silikapinnoittaa, jolloin pinta käytännössä aktivoituu silaania varten ja haluttu kemiallinen sidos saadaan aikaan. Silika- eli piioksidipinnoitus toteutetaan hammastekniikassa Rocatec puhalluksella. Käytössä on tällöin erikoishiekka, jossa on tietty partikkelikoko ja hiekan partikkelit ovat itsessään päällystetty silikalla. (Matinlinna 2007.)

Rocatec

Rocatec pintakäsittelymenetelmä on otettu käyttöön ensimmäistä kertaa Saksassa vuonna 1989 ja se on nykyisin yksi parhaista adhesiivisista materiaalien sidostamistekniikoista hammastekniikassa. Rocatec-menetelmää käytetään yleisesti metallin ja resinin sidostamiseen ja sen muita käyttökohteita hammastekniikassa ovat muun muassa siltojen ja kruunujen pinnoitus ja keraamisten hampaiden sidostaminen proteesiakryyliin. (3M ESPE.)



Kuva 2. Rocatec-menetelmän silikointivaihe (mukaillen 3M ESPE).

Havainnollistava kuva (kuva 2) Rocatec toimintaperiaatteesta: 1. Silikapinnoitettua alumiinioksidia puhalletaan kappaleen pinnalle. 2. Pinnan mikroretentiivinen karheus saadaan aikaan. 3. Alumiinioksidi poistuu aktivoitulta pinnalta ja jättää jälkeensä silikapinnoitteen. Tämän jälkeen pinta pitää vielä silanoida, jotta menetelmä saadaan toimimaan ja materiaalit sidostumaan hyvin yhteen.

Rocatec-menetelmä on valikoitunut tutkimukseen pintakäsittelymenetelmäksi, sillä sen on todettu lisäävän adheesiota metallilla, resiinillä kuin myös keraameillakin sekä olevan pitkäkestoisesti materiaaleja sidostava. Sen vaikutus pintakäsitellyssä ja sidostetussa materiaalissa kestää parhaimmillaan useita vuosia. Rocatec-menetelmän etuna on myös se, että puhalletun metallipinnan tummuneesta väristä pystyy suoraan näkemään puhaltamisen onnistuneen. Menetelmä on lisäksi helppo ja tarkka, mekaanisia retentioita ja materiaaleja vahingoittavaa lämpökäsittelyä ei tarvita ja sillä on hyvä sidostumislujuus. (3M ESPE.)

Hiekkapuhallus

Materiaalin hiekkapuhaltamista käytetään esimerkiksi proteesihampaiden pinnoille ennen työn akrylointia sekä metallisiin proteeseissa käytettäviin vahvikelankoihin. Menetelmällä saadaan aikaan mekaanista retentiota, joka mahdollistaa akryylin tunkeutumisen ja lukkiutumisen hiekkapuhalletun kappaleen pinnalla oleviin hyvin pienikokoisiin koloihin, pinta muuttuu siis epätasaiseksi puhaltamisen vaikutuksesta, jolloin materiaalien sidostuminen paranee ja tapahtuu mikromekaanista kiinnittymistä. (Vallittu 1994.)

3.3 Akryylin vahvistaminen

Hammasproteesilla tarkoitetaan hammasteknistä laitetta, jolla korvataan puuttuvia tai menetettyjä hampaita. Hammasproteesit voivat olla akryylisiä, metallisia tai keraamisia. Tässä tutkimuksessa hammasproteesista puhuttaessa tarkoitetaan proteesia, joka valmistetaan akrylaatista tai vielä tarkemmin proteesinpohjalevypolymeereistä.

Proteesimateriaali koostuu siis yhdisteistä, jotka muodostuvat pääosin PMMA – jauheesta (polymetyylimetakrylaatti) ja MMA – monomeerineesteestä (metyylimetakrylaatti) (Hautaniemi & Vallittu 2003). Tässä opinnäytetyössä käytettiin kuitenkin akryyli -sanaa, sillä se on yleisemmin käytetty termi hammastekniikan alalla.

Akryyli on suhteellisen helposti rikkoutuvaa materiaalia ja siksi koko- ja osaproteeseja vahvistetaan useimmiten jo valmistusvaiheessa joko metallilangalla, lasi- tai polyetyleenikuiduilla. Vahvistamisella halutaan parantaa materiaalin mekaanisia ominaisuuksia ja lisäämään lujuutta kestävyteen. Toisinaan vahvistamiseen liittyy ongelmakohtia, kuten metallilangan ja polyetyleenikuidun heikot vahvistusominaisuudet tai vahvikkeiden huono sidostuminen akryyliin. Etenkin kustutusta vaativien lasikuitujen käsittely on osoittautunut hankalaksi välvaiheeksi. (Vallittu & Matinlinna 2017.)

Pekka Vallittu tutki väsymiskestävyyttä osaproteeseissa, jotka olivat vahvistettu metallilangalla tai jatkuvalla lasikuidulla. Näytteet testattiin taivutusväsymistestillä 180 N:n voimalla upotettuna 37° C asteiseen veteen. Tulokset osoittivat lasikuituvahvisteisen osaproteesin olevan väsymiskestävyydeltään huomattavasti parempi kuin vahvistamattoman. Lasikuidulla vahvistettu akryyli kesti väsytykertoja yli miljoona kertaa (~1,2mlj.) kun taas vahvistamaton akryyli kesti vain n.13 000 väsytykertoa ennen murtumista. Tutkimuksessa mitattiin myös murtuman sijaintia, joka osoittautui olevan tilastollisesti merkitsevä ($P < .001$). (Vallittu 1996.)

Perinteisen kuituvahvikkeen lujuuteen vaikuttaa mm. kuitukimpussa olevien kuitujen muoto, kuitukimpun koko, matriisimuovin ominaisuudet, sekä kuidun ja muovin suhde kuitukimpussa. Kuidun loppukäyttäytymiseen ja sen pitkäikäisyyteen vaikuttaa mm. kuidun suunta, paksuus ja hyvä pinnantarttuvuus. Kuidusta valmistetun testikappaleen vahvuuteen vaikuttaa esimerkiksi kappaleen säilytysolosuhteet valmistuksen jälkeen ja kuitukimppujen määrä. (Alander 2020.)

3.4 3D-tulostetun muovin vahvistaminen

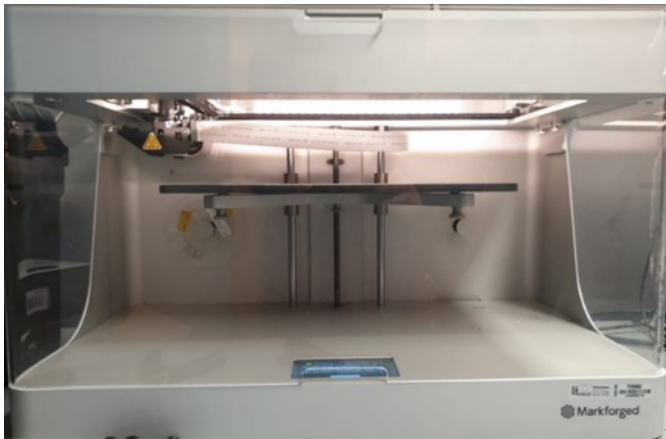
3D-tulostus on kokenut merkittävää kasvua viime vuosina ja kehitys jatkuu kovaa vauhtia myös hammasteknisellä alalla. Tänä päivänä voidaan tulostaa monimutkaisia komponentteja laadukkaasti. FDM (fused deposition modeling) -tulostustekniikkaa eli menetelmää, jossa materiaali pursottuu suuttimen läpi, käytetään tällä hetkellä eniten

maailmassa menetelmän kustannustehokkuuden ja yksinkertaisuuden vuoksi. (Kabir 2020.) 3D-tulostettuja muoveja voidaan vahvistaa käyttämällä esimerkiksi jatkuvaa kuitua, jolloin materiaalista saadaan vahvempi ja jäykempi tavanomaiseen tulostustekniikkaan verrattuna (Markforged 2020).

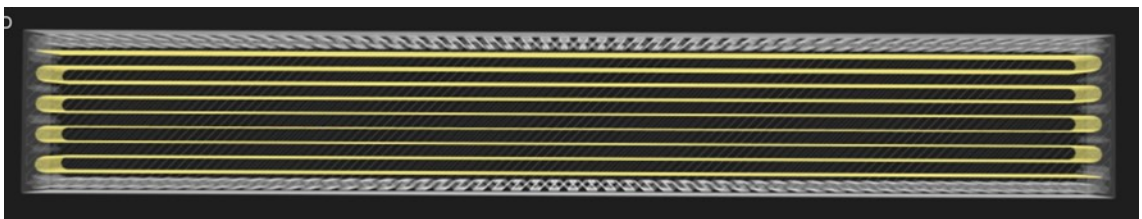
Kuituvahvistetuilla komposiiteilla on erinomaiset mekaaniset ominaisuudet ja siksi ne soveltuvat käytettäväksi myös hammaslääketieteen tarkoituksiin. Tärkeimmät tekijät 3D-tulosteen toimivuudessa ja onnistumisessa ovat materiaali, käytetty kone, prosessi sekä ympäristötekijät. Vahvikemateriaalit ovat tietenkin myös ratkaiseva tekijä tulostettujen osien ominaisuuksia tarkasteltaessa. Lisäksi suuttimen lämpötila vaikuttaa erilaisten materiaalien tulostamiseen, esimerkiksi Markforgedin koneissa suutin lämpenee automaattisesti valitun materiaalin mukaan, mikä takaa hyvän lopputuloksen. (Kabir 2020.)

4 TUTKITTAVAT MATERIAALIT JA MENETELMÄT

Tutkimus aloitettiin tulostamalla ensin lasikuitu-nylon-vahvikkeita Markforged Mark Two-kuitukomposiittitulostimella (kuva 3). Vahvikkeet koostuivat Markforged valmistajan Nylon White muovimatriisista ja Fiberglass lasikuidusta, joka tulostui nylonin sisälle. Lasikuitu-nylon-vahvikkeet suunnitteli toimeksiantaja Pasi Alander Markforgedin omalla Eiger-suunnitteluohjelmalla. Yksi vahvike muodostui 15 tulostuskerroksesta ja viidestä lasikuitukerroksesta. Lasikuitu suunniteltiin kulkemaan vahvikkeen pitussuuntaan nähden ja täyttökuviksi valikoitui ”Isotropic Fiber” (kuva 4). Lasikuidun tilavuusmäärä oli Eiger-ohjelmiston mukaan $0,16 \text{ cm}^3$.



Kuva 3. Markforged Mark Two tulostin.



Kuva 4. Vahvikkeen suunnitteluvaihe.

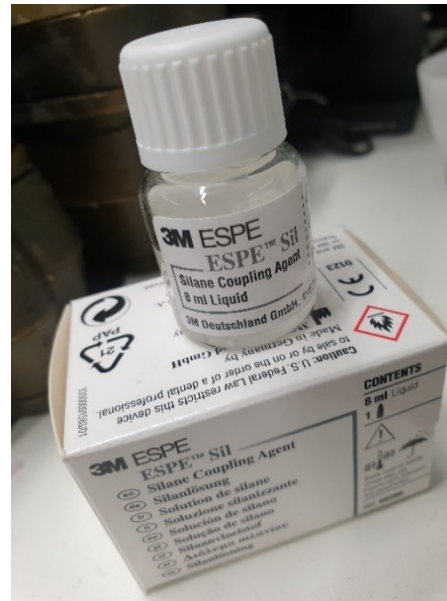
Testikappaleita valmistettiin kontrolliryhmä mukaan lukien yhteensä 40 kappaletta (n=40) ja jokaisessa testiryhmässä oli 10 testikappaletta (n=10). Testikappaleiden koko (64,0 x 3,5 x 10,0 mm, vaihteluväli $\pm 0,2$ mm) määräytyi standardin mukaan (ISO-20975-1:2013). Markforgedilla tulostetut vahvikkeet olivat hieman testikappaletta pienempiä, jotta ne mahtuivat kokonaan akryyliin sisään. Vahvikkeiden kooksi määräytyi 63,0 x 1,5 x 8,0 mm ja jokaisen vahvikkeen alapuolella oli myös kahdeksan pientä n. 1,0 x 1,0 x 1,0 mm kokoista koroketta, joilla varmistui, että akryyli pääsee myös vahvikkeen alapuolelle. Tulostetut vahvikkeet pintakäsiteltiin kolmella eri menetelmällä, jonka jälkeen vahvikkeet upotettiin akryyliin ja annettiin niiden polymerisoitua.

Tutkimuksen testiryhmät:

1. Käsittelemätön vahvike (kontrolli)
2. Monomeerineesteellä käsitelty vahvike
3. Rocatec pintakäsitelty vahvike + silanointi
4. Hiekkapuhallettu vahvike

Tutkimusryhmät jakautuivat pintakäsittelyiden mukaan (kuva 5). Tässä tutkimuksessa kontrolliryhmällä tarkoitettiin sitä, että akryyliin sisällä olevaa vahviketta ei käsitelty millään tavalla. Monomeerineeste-ryhmän vahvikkeita liotettiin 15 minuuttia monomeerineesteessä ennen akrylointia. Rocatec-ryhmän 3D-tulostettujen lasikuitu-nylon-vahvikkeiden pintaa hiekkapuhallettiin Rocatec-menetelmällä 2,8 bar paineella, jolloin saatiin vahvikkeisiin silikapinnoitus. Suuttimen etäisyys vahvikkeista oli n. 2 cm ja puhallussuunta oli kohtisuora vahvikkeisiin nähden. Heti tämän jälkeen vahvikkeet siveltiin kauttaaltaan 3M Espe™ Sil -aineella ja annettiin käyttöohjeen mukaisesti kuivua 5 minuuttia ennen akrylointia. Neljäs ryhmä hiekkapuhallettiin alumiinioksidihiekalla 110 μm karkeudella.

Suuttimen etäisyys, asento ja paine oli sama kuin Rocatec-menetelmässä. Akrylointi tapahtui heti pintakäsittelyn jälkeen.

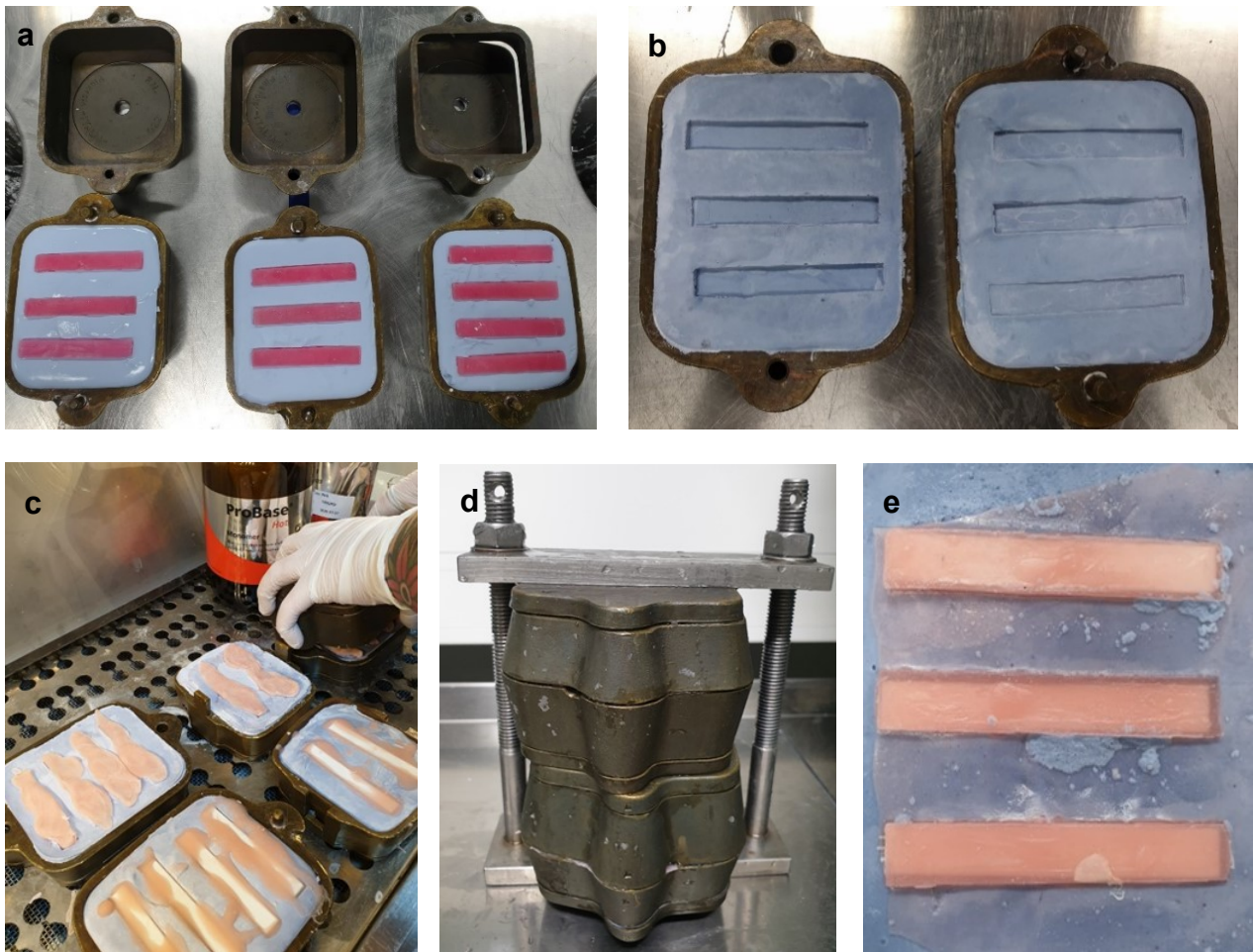


Kuva 5. Pintakäsittelyvaiheita.

4.1 Testikappaleiden valmistus

Akryylisten testikappaleiden valmistus alkoi siitä, kun otettiin standardinmukainen mallitestikappale, joka painettiin tarkasti Lab-Putty-kyvettisilikoniin. Sen annettiin kovettua normaalia reilumman ajan, noin 10 minuuttia. Silikonimuotteja tehtiin muutamia kappaleita, jotta prosessi nopeutuisi. Tämän jälkeen mallitestikappale poistettiin silikonista ja valmiiseen muottiin muodostui oikeankokoinen kolo. Seuraavaksi valmistettiin muottien avulla 40 vahakappaletta, jotka viimeisteltiin ja siistittiin vahaveitsellä. Jokaisen vahakappaleen mittoja tarkistettiin digitaalisen työntömitan avulla.

Kyvetin alaosaa täytettiin sen reunaan saakka kovakipsillä, joka sekoitettiin käyttöohjeen mukaisesti, 100 g: 30 ml sekoitussuhteella. Vahatut kappaleet painettiin tarkasti kipsin pintaan (kuva 6a), jonka jälkeen kipsi sai kovettua noin 40 minuuttia. Kipsin kovettua sen pintaan siveltiin ohut kerros eristysainetta. Lopuksi myös kyvetin yläosa täytettiin kovakipsillä, kipsivibraattorin päällä, ja annettiin kuivua noin 30 minuuttia. Valmiiksi kipsatut kyvetit asetettiin vahanhuuhtelulaitteeseen, jossa ne olivat 15 minuuttia. Tällä tavalla kyvettien sisällä olevat vahat sulivat kuuman veden vaikutuksen avustamina pois. Kyvetit avattiin ja niihin kuumaa vettä suihkuttamalla varmistettiin, että viimeisetkin vaha-jäämät poistuvat (kuva 6b).



Kuva 6. Testikappaleiden valmistusvaiheita.

Kyvettien jäähtyttyä, kipsille siveltiin kaksi ohutta kerrosta eristysainetta. Tämän jälkeen testausryhmä kerrallaan otettiin kymmenen 3D-tulostettua vahviketta, jotka pintakäsiteltiin testiryhmän mukaisesti juuri ennen akrylointia, pois lukien käsittelemätön testiryhmä. Kyvetissä oleviin koloihin valutettiin ensin pieni kerros keittoakryyliä, joka oli sekoitettu hieman löysemmäksi kuin normaalisti. Tämä varmisti sen, että vahvikkeen alapuolelle saadaan myös akryyliä. Keittoakryylin sekoitussuhteena tässä vaiheessa oli 15 g akryylijauhetta ja noin 10 ml akryylinestettä, eli 2/3 jauhetta verrattuna normaaliin sekoitussuhteeseen. Juoksevan akryylin päälle aseteltiin mahdollisimman keskelle lasikuitu-nylon-vahvike, joka painettiin aina pohjaan asti siten, että vahvikkeen alla olevat pienet korokkeet ottivat kiinni kipsiin. Vahvikkeiden päälle lisättiin paksumpaa akryylimassaa, joka valmistettiin käyttöohjeen mukaisella sekoitussuhteella eli 22,5 g: 10 ml (kuva 6c).

Kyvetit suljettiin ja asetettiin byggelein (kuva 6d) kanssa kyvettiprässiin, jossa painetta nostettiin 100 bar asti. Kyvetit pidettiin hetken aikaa paineen alla ja ylimääräiset, reunoilta pursuavat akryylimassat siistittiin pois. Työ upotettiin kylmään veteen Prothyl Polimer-keittimeen ja Probasen oma akryylikeitto-ohjelma käynnistettiin, jossa keittimen vesi lämpeni sataan asteeseen ja kyvetit pysyivät siellä 45 minuutin ajan. Kyvettien annettiin jäähtyä huoneenlämmössä noin tunti ennen avaamista. Kyvettien sisälle muodostuneet testikappaleet irrotettiin kipsistä (kuva 6e) ja lajiteltiin testiryhmittäin omiin pusseihinsa.

Valmiiksi saadut vahvikkeelliset akryylitestikappaleet mitattiin lopuksi vielä digitaalisella työntömitalla oikeiden mittasuhteiden varmistamiseksi. Testikappaleiden pintaa käsiteltiin hiomapaperin avulla, jotta testikappaleisiin saatiin mahdollisimman tasainen pinta. Kaikki testikappaleet kuivasäilytettiin huoneenlämmössä aina testaukseen saakka. Testiryhmät valmistettiin lähes samaan aikaan, mutta säilytysajat vaihtelivat jonkin verran, kuukaudesta yli kahteen kuukauteen (taulukko 1). Tämä johtui aikataulullisista syistä.

Taulukko 1. Pintakäsittelyt.

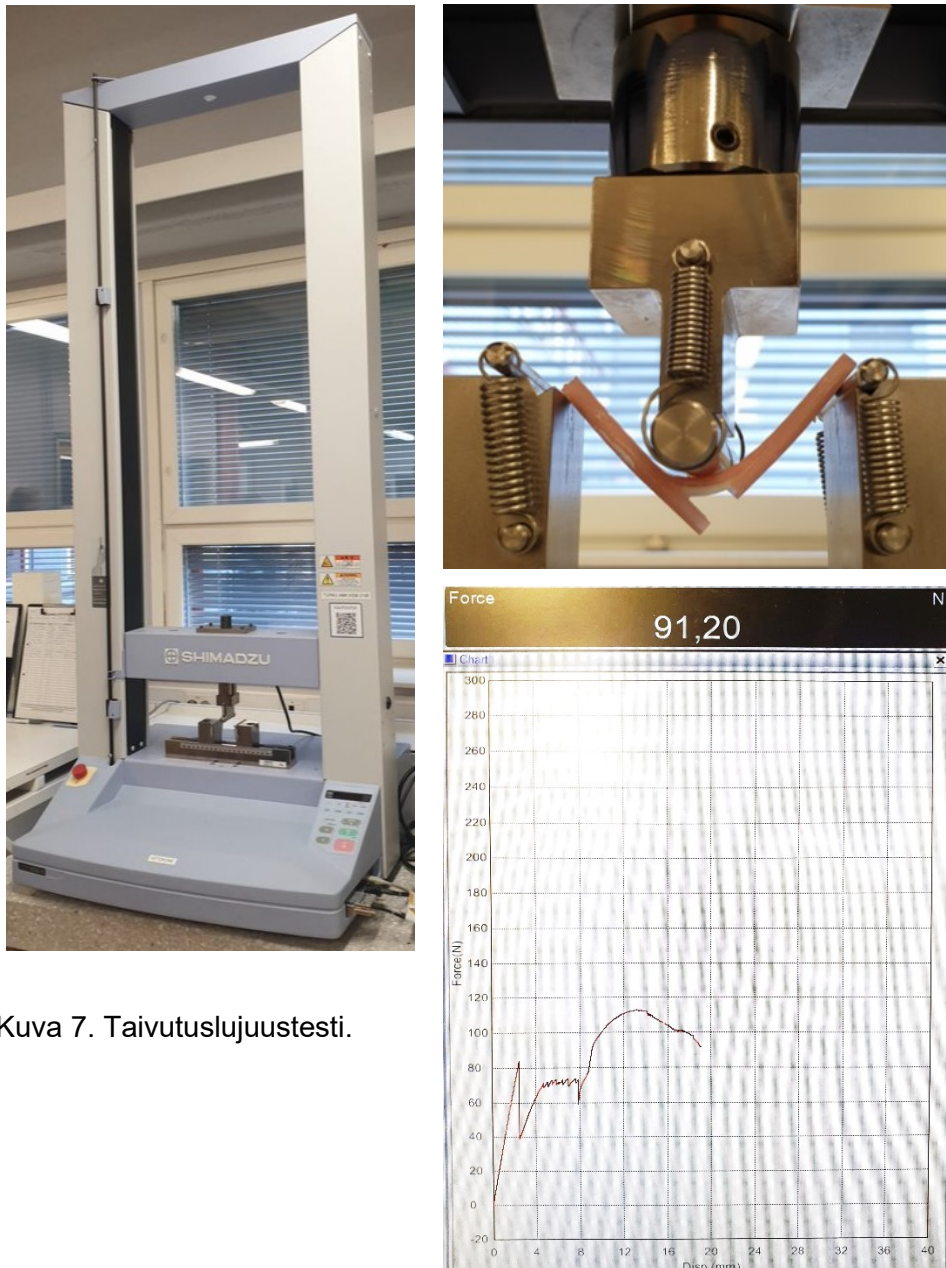
Ryhmän nimi	Aika pinnan käsittelystä akrylointiin	Mahdollinen käsittely ja siihen käytetty aika	Valmiin näytteen odotusaika ennen testaamista
Ryhmä 1. Käsittelemätön vahvike (kontrolli)		ei käsittelyä	30 päivää
Ryhmä 2. Monomeeriesteellä liotus	15min.	liotus monomeeriesteessä, odotus 15min.	31 päivää
Ryhmä 3. Rocatec hiekkapuhallus ja silanointi	heti silanoinnin jälkeen	puhallus n.2 cm etäisyydeltä ja silanointi heti perään, n.5 min. odotus.	72 päivää
Ryhmä 4. Hiekkapuhallus alumiinioksidilla	heti hiekkapuhalluksen jälkeen	puhallus n. 2 cm etäisyydeltä	31 päivää

4.2 Testaaminen

Testaaminen tapahtui Turun AMK laboratoriotestitiloissa ja testausmenetelmänä käytettiin (ISO-20975-1:2013) standardinmukaista kolmipistetaivutustestiä, joka toteutettiin Shimadzu AGS-X vetokoneella. Vetokoneeseen asetettiin testiin tarvittavat osat kuten pyöreäpintainen testikärki, jonka halkaisija oli 10 mm sekä tukikappaleet, joiden jänneväli oli 50 mm. Testiohjelmaan Trapezium X syötettiin tarvittavat parametrit kuten testi-nopeus ja jokaisen testikappaleen keskiarvopaksuuden mitat. Testauskärjen testinopeudeksi valikoitui 5 mm/min.

Testauksessa testikappaleen keskikohtaa kuormitettiin vakionopeudella sen ollessa kummastakin päästään vakaasti tuettuna. Kokeen aikana seurattiin, kuinka paljon voimaa vaaditaan testikappaleen murtumiseen ja selvitettiin materiaalin keskiarvoiset

taivutuslujuudet, kimmomoduulit ja kuormankantokyvyt (kuva 7). Tutkimuksen tarkoituksena oli saada kerättyä numeerista tutkimusaineistoa, joka analysoitiin tilastollisin analyysimenetelmin. Taivutuslujuustestiarvojen lisäksi tarkasteltiin murtumatyyppejä sekä laskettiin lasikuidun määrää eli kuituvolyymiä.



Kuva 7. Taivutuslujuustesti.

Murtumatyyppianalyysi

Murtumatyyppianalyysissa testatut kappaleet tarkasteltiin mikroskoopin avulla, miten ne ovat rikkoutuneet. Havaitut ilmiöt kirjattiin ylös ja lopuksi jaoteltiin murtumatyypeittäin kolmeen eri luokkaan (taulukko 2). Osa testikappaleista oli murtunut kokonaan, jolloin murtuma kulki kuituvahvikkeen ja proteesiakryylin läpi. Osassa testikappaleista oli selkeästi pettänyt sidos kuituvahvikkeen ja proteesiakryylin välillä. Kolmannessa ryhmässä havaittiin olevan murtumia vain proteesiakryylissä ja nylonissa.

Taulukko 2. Murtumatyyppien luokat.

Murtumatyyppien luokat	
I.	Kohesiivinen murtuma kuituvahvikkeessa ja proteesiakryylissä
II.	Adhesiivinen murtuma kuituvahvikkeen ja proteesiakryylin välillä
III.	Kohesiivinen murtuma proteesiakryylissä ja nylonissa

4.3 Kuituvolyymien laskenta

Kuitujen määrää vahvikkeessa selvitettiin laskemalla kuituvolyymi, jonka avulla voitiin pohtia sen mahdollista vaikutusta taivutustestauksen saatuihin tuloksiin. Nylon White vahvikkeessa olevan Fiberglass lasikuidun paino saatiin selville polttamalla kolme vahviketta upokkaassa, 700 asteisessa uunissa. Aluksi mitattiin vahvikkeiden paino sekä vahvikkeiden ja upokkaan yhteispaino. Tämän jälkeen vahvikkeet laitettiin kylmään esilämmitysuuniin, jonka lämpöä nostettiin 7°C astetta / minuutti. Loppulämmön saavutettuaan, vahvikkeet pidettiin uunissa tunnin verran, jolla varmistettiin, että kaikki nylonit olivat palaneet varmasti pois. Jäähdytys tapahtui myös hitaasti yli yön. Lopuksi mitattiin upokas ja jäljelle jääneet lasikuidut, vähennettiin loppupaino alkupainosta ja näin saatiin palaneen muovin paino selville. Kuituvolyymi laskettiin hyödyntäen testitukun ja vahvikkeen kokoa ja akryylin, lasikuidun ja nylonin tiheyttä.

Kuitupitoisuus tilavuusprosentteina laskettiin alla olevan kaavan mukaisesti (kaava 1), jossa W_g kuvaa lasikuidun painoa ja r_g lasikuidun tiheyttä. W_r puolestaan on polyamidin eli nylonin paino ja r_r nylonin tiheys.

$$V_g = \frac{\left(\frac{W_g}{r_g}\right)}{\left(\frac{W_g}{r_g} + \frac{W_r}{r_r}\right)}$$

Kaava 1. Kuituvolyymin laskentakaava (Lastumäki ym. 2001).

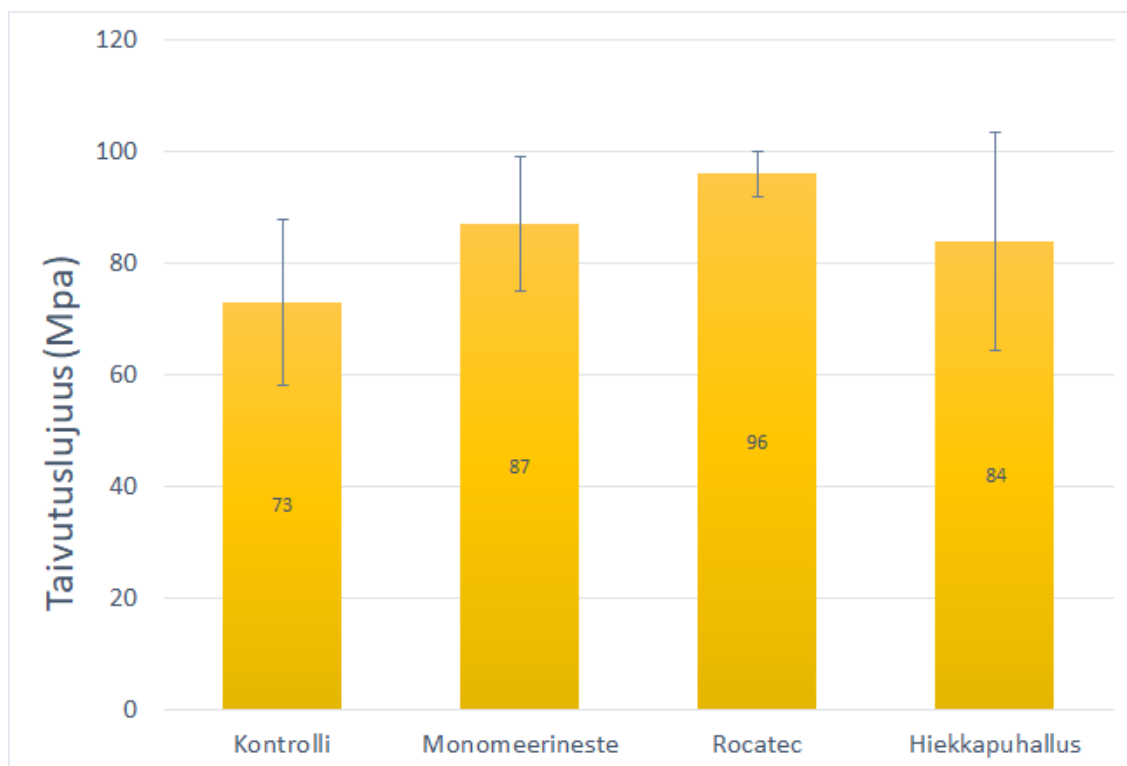
5 TULOKSET

Testikappaleille (n=40) tehtiin kolmipistetaivutustesti Shimadzu AGS-X-vetokoneella ja saatuja tuloksia tarkasteltiin taivutuslujuuden, kuormankantokyvyn ja kimmomoduulin avulla. Tulokset saatiin ohjelmasta raporttina, jonka avulla luotiin niistä taulukot.

Testitulokset on esitetty graafisin tuloksin testiryhmittäin ja jokaisesta ryhmästä on laskettu keskiarvot. Yksittäisen testikappaleen testitulokset ovat nähtävissä Liitteessä 1. Rocatec-ryhmän tuloksissa näkyy vain kahdeksan testikappaleen tulokset, testauksen aikana tulleen virheen vuoksi. Yhteensä tuloksiin saatuja testikappaleita oli siis 38. Testikappaleiden murtumatyyppianalyysin tuloksia on esitetty kappalemääräisesti ja prosentuaalisesti taulukkomuodossa ja tämän lisäksi on laskettu kuituvolyymi.

5.1 Taivutuslujuus

Taivutuslujuudella (MPa) mitataan materiaalin murtumavoimaa taivutuksessa. Alla olevasta kuviosta (kuvio 1) voidaan todeta, että keskimäärin korkeimmat taivutuslujuusarvot olivat Rocatec-ryhmällä (96MPa) ja heikoimmat arvot kontrolliryhmällä. (73MPa). Suurin keskihajonta oli hiekkapuhallusryhmällä, kun taas pienin oli Rocatec-ryhmällä.

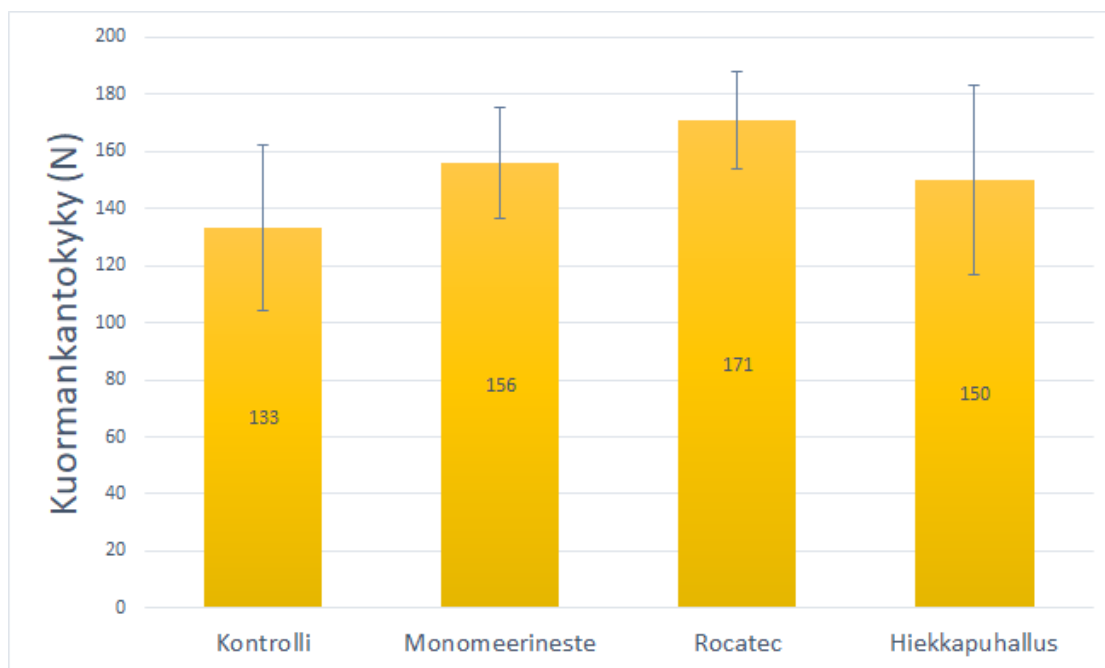


Kuvio 1. Taivutuslujuuden keskiarvot testiryhmittäin.

Taivutuslujuusarvot kontrolliryhmässä olivat välillä 60-92MPa, monomeerineeste-ryhmällä välillä 62-101MPa, Rocatec-ryhmällä välillä 87-112MPa ja hiekkapuhallusryhmällä välillä 43-102MPa.

5.2 Kuormankantokyky

Kuormankantokyvyllä mitataan voimaa (N), eli paljonko kuormaa kappale kestää ennen hajoamista. Saatujen tulosten mukaan (kuvio 2), tässäkin oli Rocatec-ryhmällä suurin tulos, (171N), ja heikoin oli kontrolliryhmällä (133N). Myös keskihajonta oli suurinta hiekkapuhallusryhmällä ja Rocatec-ryhmällä pienin kuten taivutuslujuudessa.

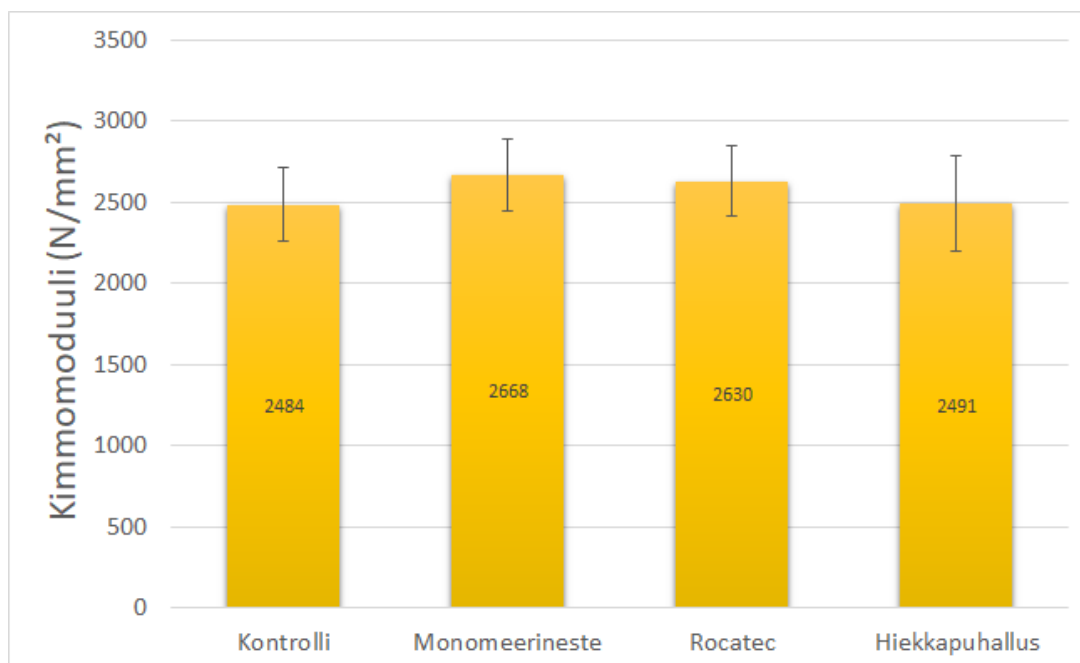


Kuvio 2. Kuormankantokyvyn keskiarvot testiryhmittäin.

Kuormankantokyvyn arvot kontrolliryhmässä olivat välillä 82-162N, monomeerineeste-ryhmällä välillä 118-182N, Rocatec-ryhmällä välillä 154-194N ja hiekkapuhallusryhmällä välillä 82-188N.

5.3 Kimmomoduuli

Kimmomoduulilla kuvataan materiaalin jäykkyyttä eli mitä suurempi on kertoimen luku, sitä jäykempi se on. Tulosten mukaan (kuvio 3) suurin kimmomoduuli oli monomeerineeste-ryhmällä (2668N/mm^2) ja pienin kontrolliryhmällä (2484N/mm^2). Tulokset olivat joka ryhmässä suhteellisen tasaiset. Keskihajonta oli suurinta hiekkapuhallusryhmällä ja pienintä Rocatec-ryhmällä.



Kuvio 3. Kimmomoduulin keskiarvot testiryhmittäin.

Tulokset olivat kontrolliryhmän välillä 2020–2764 N/mm², monomeerineste-ryhmän välillä 2346–2981 N/mm², Rocatec-ryhmän välillä 2237–2940 N/mm² ja hiekkapuhallusryhmän välillä 2115–2936 N/mm².

5.4 Murtumatyypit

Tutkimuksessa haluttiin lisäksi tarkastella erilaisia murtumatyyppejä ja tuloksissa ilmeni kolmenlaisia murtumaluokkia. Ensimmäinen murtumatyyppin luokka oli kohesiivinen, jossa murtuma oli sekä kuituvahvikkeessa että proteesiakryylissä eli testikappale rikkoutui kokonaan. Toinen ryhmä oli adhesiivinen eli murtuma tapahtui kuituvahvikkeen ja proteesiakryylin välillä. Toisin sanoen ainoastaan akryylin sidos petti ja lasikuitu-nylonvahvike pysyi ehjänä. Kolmas murtumatyyppin luokka oli kohesiivinen, jossa murtuma oli proteesiakryylissä ja nylonissa, mutta nylonin sisällä olevat lasikuidut pysyivät ehjinä.

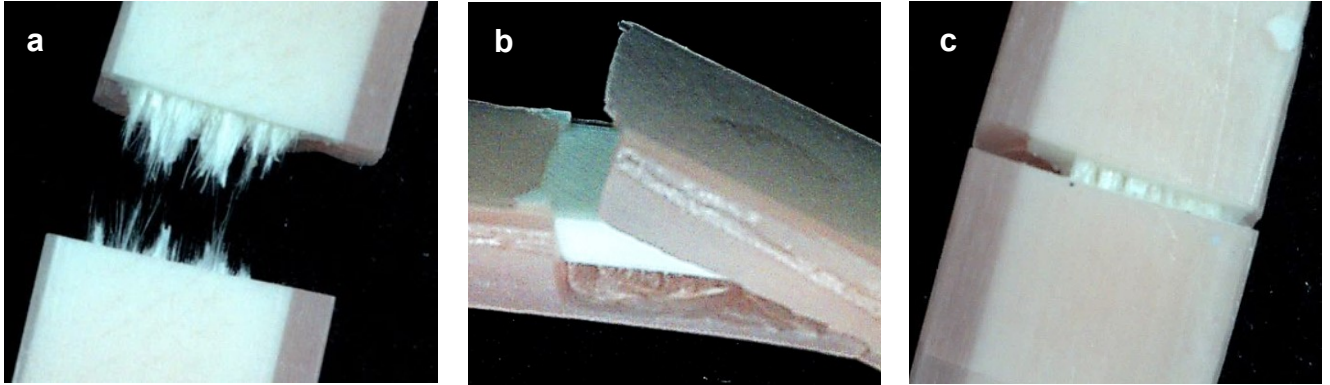
Taulukkotuloksiin ei otettu huomioon kontrolliryhmän murtumia, sillä se toimi vertailuryhmänä. Kontrolliryhmässä kaikki murtui adhesiivisesti. Tuloksista (taulukko 3) voidaan todeta, että kaikista testikappaleista (n=28) 43 % kuului kohesiiviseen murtumaluokkaan, jossa kappale rikkoutui kokonaan (kuva 8a). Suurin osa tähän murtumatyyppiin luokkaan kuului Rocatec-menetelmällä pintakäsitellyt vahvikkeet. Kaikista vähiten oli murtumia luokassa III, jossa kuidut pysyivät ehjinä muun kappaleen mennessä rikki (21 %).

Taulukko 3. Murtumatyypit testiryhmittäin.

Murtumatyyppien luokat				
I. Kohesiivinen murtuma kuituvahvikeessa ja proteesiakryylissä II. Adhesiivinen murtuma kuituvahvikkeen ja proteesiakryylin välillä III. Kohesiivinen murtuma proteesiakryylissä ja nylonissa				
	Monomeerineste	Rocatec	Hiekkapuhallus	Kaikki kolme ryhmää yhteensä
I.	20 % (2)	100 % (8)	20 % (2)	43 % (12)
II.	70 % (7)	0 %	30 % (3)	36 % (10)
III.	10 % (1)	0 %	50 % (5)	21 % (6)

Monomeerineste-ryhmän tulokset jakautuivat jonkin verran, mutta suurin osa (70 %) oli murtunut adhesiivisesti. Adhesiivisesti murtuneet kappaleet olivat rikkoutuneet vain proteesiakryylistä (kuva 8b).

Murtumatyyppiin luokat olivat jakautuneet melko tasaisesti hiekkapuhalletussa ryhmässä. Tässä ryhmässä eniten murtumia oli luokassa III, jossa testikappaleet olivat murtuneet vain akryylissä ja nylonissa (kuva 8c).



Kuva 8. Murtumatyypit. (a) Kohesiivinen murtuma (b) Adhesiivinen murtuma (c) Kohesiivinen murtuma.

5.5 Kuituvolyymi

Kuituvolyymillä tarkoitetaan kuidun määrää kappaleessa ja tässä tutkimuksessa se on saatu laskettua polttamalla (kuva 9) nylon pois lasikuidun ympäriltä. Jokainen vahvike painoi 0,8 g ja yhdessä vahvikkeessa Nylon White muovia oli 0,07 g ja Fiberglass lasikuitua 0,73 g. Näin ollen lasikuidun kuituvolyymin keskiarvoksi saatiin 0,89 t% (tilavuusprosenttia).



Kuva 9. Lasikuidun määrä polttovaiheen jälkeen.

6 POHDINTA

Opinnäytetyön tarkoituksena oli selvittää, miten 3D-tulostetun lasikuitu-nylon-vahvikkeen pintakäsittely vaikuttaa proteesiakryylin taivutuslujuuteen. Opinnäytetyö oli kvantitatiivinen ja tutkimusmenetelmänä käytettiin kolmipistetaivutustestiä. Tutkimukseen valitut pintakäsittelymenetelmät tulostetuille vahvikkeille olivat monomeerineste, Rocatec-menetelmä sekä hiekkapuhaltaminen ja näitä vertailtiin käsittelemättömään kontrolliryhmään.

Kolmipistetaivutustestin tulokset olivat odotettua heikompia, eikä kovin suuria eroja ryhmien välillä muodostunut. Nylonilla on todettu olevan huomattavasti pienempi taivutuslujuus kuin PMMA:lla (Yunus, 2005), mutta lisäämällä lasikuitua nyloniin, taivutuslujuutta voitaisiin parantaa (Vojdani M. & Giti, 2015). Tästä ei voida kuitenkaan päätellä, onko lasikuitu nylonin sisällä vaikuttanut proteesiakryylin taivutuslujuuteen vai ei, sillä tässä tutkimuksessa ei ollut vertailussa vahvistamatonta akryyliä.

Kun tarkastellaan tutkimuksen taivutuslujuutta ja kuormankantokykyä, huomataan, että käyttämällä Rocatec-menetelmää ja silanoimalla nylonin pinta saadaan paras testitulokset. Voidaan todeta, että pintakäsittelyllä on jonkin verran vaikutusta taivutuslujuuteen tämän tutkimuksen mukaan. Rocatec-menetelmällä saadaan parempia tuloksia, sillä sen on todettu lisäävän adheesiota mm. resiiniin, metalliin ja keraamiin (3M ESPE).

Tämän tutkimuksen kannalta oli myös tärkeää huomioida testikappaleiden murtumatyyppejä. Tarkoituksena oli selvittää, voiko pintakäsittelyllä saada akryylin ja nylonin välille kestävää sidosta. Murtumatyyppianalyysin perusteella voidaan todeta, että nylon sitoutuu kohtalaisen hyvin akryyliin, kun pintakäsittelynä käytetään hiekkapuhallusta tai Rocatec-menetelmää. Tuloksia tukee samankaltainen tutkimustulos, jossa todettiin, että materiaalien sidoslujutta korjausmuovissa voitaisiin parantaa Rocatec-menetelmällä ja silikapinnoituksella (Vojdani M. & Giti, 2015). Monomeerinesteellä pintakäsittellyt vahvikkeet puolestaan sitoutuivat keskimäärin huonommin akryyliin. Tästä voidaan päätellä, että nylonin pinta tarvitsee sopivampaa käsittelyainetta, sillä pelkällä monomeerinesteellä kostuttaminen 3D-tulostetun nylonin pintaan ei ole riittävä.

Kuituvolyymi eli lasikuidun määrä nylonissa jäi hyvin alhaiseksi, mikä todennäköisesti vaikutti taivutuslujuuden tuloksiin. Sardinha ym. (2019) osoittivat tutkimuksella, että 3D-tulostettujen nylon testikappaleiden mekaaniset ominaisuudet lisääntyvät kuituosuuden

kasvaessa. Tässä opinnäytetyössä lasikuidun rajallinen määrä johtui siitä, että tulostin ei pystynyt tulostamaan tarpeeksi tiheään lasikuitua nylonin sisälle. Vahvike jäi myös melko keskelle, eikä suunnitellusti pohjalle, sillä kuitu vaatii neljä kerrosta muovia ala- ja yläpuolelle. (Markforged 2020). Vahvikkeesta saatava hyöty olisi ollut suurempi, mikäli se olisi sijoitettu testikappaleen pohjalle, johon suurimmat vetojännitykset kohdistuvat.

Kun pohtii hammastekniikan käytännön näkökulmasta kuituvahvikkeiden käyttöä hammasproteeseissa, voidaan miettiä, sopiiko tämäntyyppinen ratkaisu vahvistamaan niitä. 3D-tulostetut vahvikkeet ovat tietenkin paljon helpommin käsiteltävissä kuin nykymarkkinoilla saatavat lasikuituvahvikkeet, mutta ongelmaksi voi koitua tulostetuissa kappaleissa juuri lasikuidun vähäinen määrä muovimatriisissa. Kuidun määrän lisääminen taas kasvattaisi vahvikkeen kokoa liian suureksi, joka ei sovellu käyttötarkoitukseen.

6.1 Tutkimuksen luotettavuus

Opinnäytetyön kaikissa työvaiheissa noudatettiin Tutkimuseettisen neuvottelukunnan (TENK) hyvän tieteellisen käytännön ohjeita. Tähän kuului mm. huolellinen perehtyminen opinnäytetyön aiheeseen alusta asti ja erityisesti lähteiden luotettavuuden tarkastelu. Lähteet perustuivat pääosin tieteellisesti tutkittuun kirjallisuuteen englannin kielellä ja tiedonhaussa käytettiin esimerkiksi Google Scholaria ja koulun kurssikirjallisuutta.

Testikappaleiden valmistamisessa jokainen työvaihe pyrittiin tekemään mahdollisimman tarkasti, jotta tuloksista saatiin luotettavaa ja vertailukelpoista dataa. Testikappaleiden koko määräytyy ISO 20795-1:2013 – standardin mukaan ja lopullisen testikappaleen koko oli 65,0 x 10,0 x 3,5 mm vaihteluväli $\pm 0,2$ mm. Vahvikkeet pintakäsiteltiin ja akryloitiin tarkasti ohjeiden mukaan ja työskentelytavassa tavoiteltiin toistettavuutta. Esimerkiksi testikappaleiden akrylointi tehtiin samoissa testiolosuhteissa testiryhmittäin. Akryloinnin jälkeen testikappaleiden pinnanlaatu ja koko tarkistettiin vielä ennen testausta. Mahdolliset naarmut ja kuopat hiottiin pois kappaleen pinnalta ja koko mitattiin digitaalisella tarkkuusmitalla.

Taivutuslujuustestin aikana testiohjelmassa määritettiin testin parametrit oikein, jonka mukaan testikone teki mittaukset. Taivutuslujuustestit olivat ns. sarjatyötä, jotta testiolosuhteet pysyivät mahdollisimman vakiona. Mittaussarjojen alussa kone kalibroitiin ja

jokaisen testikappaleen välissä tehtiin myös tarvittava nollaus. Kaikki laitteet tarkistettiin ennen käyttöönottoa ja materiaaleissa noudatettiin valmistajan käyttöohjeita.

Jokaista testiryhmää kohden valmistettiin 10 testikappaletta, eli yhteensä 40 testattavaa kappaletta kontrolliryhmä mukaan lukien. Testauksen aikana tapahtuneen virheen vuoksi, tuloksiin saatuja testikappaleita oli lopulta 38. Standardin 20795–1:2013 mukaan testikappaleiden lukumäärä katsotaan olevan riittävä, kun samanlaisia testauksia tehdään vähintään viidelle kappaleelle. Täten ei myöskään tiputettu testiryhmien tuloksista vahvinta ja heikointa testikappaletta pois, sillä tulokset eivät olisi muuttuneet radikaalisti.

7 JOHTOPÄÄTÖKSET

Tämänhetkisellä 3D-tekniikalla ei saa valmistettua tarpeeksi pieniä lasikuitu-nylon-vahvikkeita, jollaisia hammasproteeseihin tarvittaisiin. Tutkimus kuitenkin osoitti, että testiryhmistä eniten taivutuslujuutta paransi Rocatec-menetelmällä pintakäsittelyt vahvikkeet, sillä silanoinnilla on lujuutta parantava ominaisuus. Toisaalta Rocatec-ryhmä oli pisimpään kuivasäilytyksessä, mikä voi vaikuttaa sen parempiin tuloksiin. Muut pintakäsittelymenetelmät olivat hieman heikompia huonomman sidostavuuden takia.

Vaikka tutkimuksen testitulokset jäivät melko tasaisiksi ja mataliksi, keskimäärin jokainen pintakäsittelyryhmä paransi sidoslujutta kontrolliryhmään verrattuna. Voidaan siis todeta, että pintakäsittelyllä on vaikutusta lujemman sidoksen saamiseen ja hammas-tekniikan alalla voidaan nähdä kehityksen myötä vieläkin kestävämpiä ratkaisuja tulos-tettujen kuituvahvikkeiden osalta.

LÄHTEET

3M ESPE. Rocatec Bonding. Scientific Product Profile. Viitattu 10.4.2021 <https://multimedia.3m.com/mws/media/316727O/rocatectm-junior-bonding-system.pdf>

Alander, P. 2020. Hammastekniikan luento. Turun Ammattikorkeakoulu.

Araya-Calvo, M.; Chamberlain-Simon, N.; Corrales-Cordero, J.; Guillén-Girón, T.; León-Salazar, J.L.; López-Gómez, I.; & Sánchez-Brenes, O. 2018. Evaluation of compressive and flexural properties of continuous fiber fabrication additive manufacturing technology. *Additive Manufacturing*. Vol. 22, 157–164.

Hautaniemi, J. & Vallittu P.K. Lääkelaitoksen julkaisusarja. 4/2003. s. 25 Viitattu 11.01.2021. https://www.fimea.fi/documents/160140/753095/19687_Biomateriaalijulkaisut_2_Hammaslaaketied.pdf.pdf

ISO. SFS-EN ISO 20795-1:2013. Dentistry. Base polymers. Part 1: Denture base polymers.

Kabir, S.M.F.; Mathur, K. & Seyam, A.M. 2020. "A critical review on 3D printed continuous fiber-reinforced composites: History, mechanism, materials and properties", *Composite Structures*, vol. 232, pp. 111476.

Katsumata, Y.; Hojo, S.; Hamano, N.; Watanabe, T.; Yamaguchi, H.; Okada, S.; Teranaka, T. & Ino, S. 2009. Bonding strength of autopolymerizing resin to nylon denture base polymer. *Dent Mater J*. Jul;28(4):409–418.

Lastumäki, T, Lassila, L. & Vallittu, P. K. 2001. "Flexural Properties of the Bulk Fiber-Reinforced DC-Tell Used in Fixed Partial Dentures" *The International Journal of Prosthodontics*. vol. 1–4, No. 1. 22–26.

Lastumäki T, Vallittu P. 1999. Muovit hammasprotetiikassa. *Hammasteknikko-lehti* 54(3). 4–10. Luettavissa: http://hammasteknikko.fi/tiedostot/Muovit_hammasprotetiikassa.pdf

Markforged 2021. 3D Printing with Composites. *Markforged Design Guide*. Viitattu 20.04.2021 <https://static.markforged.com/downloads/CompositesDesignGuide.pdf>

Markforged 2021. The Mark Two Desktop 3D Printer. Viitattu 20.04.2021 <https://markforged.com/mark-two/>

Matinlinna, J. P. 2007. Silaanit, zirkonia ja adheesio hammastekniikassa. *Hammasteknikko-lehti* 62 (4). Luettavissa: <http://www.hammasteknikko.fi/tiedostot/Silanointi.pdf>

Saarela, O.; Airasmaa, I.; Kokko, J.; Skrifvars, M. & Komppa, V. 2007. *Komposiittirakenteet*. Helsinki: Muoviyhdistys ry.

Sardinha, M.; Diogo, P.; Vicente, C.; Leite, M.; Ribeiro, A. & Reis, L. 2019. Effect Of Fiber Fraction and Orientation On The Mechanical Properties Of Nylon Reinforced With Fiberglass By Continuous Fiber Fabrication.

Tutkimuseettinen neuvottelukunta. Viitattu 12.11.2020. <https://tenk.fi/fi/tiedevilppi/hyva-tieteellinen-kaytanta-htk>

Vallittu P.K. Metallivahvikkeet akryyliproteeseissa. *Hammasteknikko* 2/1994. Luettavissa: http://hammasteknikko.fi/tiedostot/HT2_1994.pdf

Vallittu P.K. 1996. Comparison of the in vitro fatigue resistance of an acrylic resin removable partial denture reinforced with continuous glass fibers or metal wires. *J Prosthodont* 5: 115–121.

Vallittu, P. & Matinlinna, J. 2017. Types of FRC used in dentistry. Teoksessa Vallittu, P. & Özcan, M. (toim.). *Clinical Guide to Principles of Fiber-Reinforced Composites in Dentistry*. Duxford: Woodhead Publishing.

Vojdani, M., & Giti, R. 2015. Polyamide as a Denture Base Material: A Literature Review. *Journal of dentistry*, 16(1 Suppl), 1–9.

Yunus, N.; Rashid, A.A.; Azmi, L.L.; & Abu - Hassan, M.I. 2005. Some flexural properties of a nylon denture base polymer. *Journal of Oral Rehabilitation*, 32: 65–71.

Zhang, D.; He, M.; Qin, S. & Yu, J. 2017. Effect of fiber length and dispersion on properties of long glass fiber reinforced thermoplastic composites based on poly (butylene terephthalate). *RSC Advances*, 7(25), p. 15439–15454.

Kolmipistetaivutuksen tulokset

Batch Reference	Sample Reference	Max Force (N)	MaxStress (N/mm ²)	Elastic Force (N/mm ²)	Initial failure force (N)
Kontrolli	1	112,767	63,1367	2272,85	83
Kontrolli	2	108,528	57,5742	2020,22	-
Kontrolli	3	151,838	84,0902	2645,47	-
Kontrolli	4	162,471	89,9791	2764,64	60
Kontrolli	5	82,2274	48,6606	2503,31	82
Kontrolli	6	157,905	79,8978	2289,22	82
Kontrolli	7	158,924	91,9696	2663,45	62
Kontrolli	8	146,378	80,1924	2613,88	79
Kontrolli	9	99,9308	60,4888	2573,60	100
Kontrolli	10	146,351	78,4718	2495,73	78
keskiarvo		133	73	2484	78
keskihajonta		29,0	14,8	226,1	12,7
Monomeeri	1	135,090	76,0497	2722,33	78
Monomeeri	2	149,775	90,6596	2894,06	84
Monomeeri	3	147,800	77,9928	2346,46	99
Monomeeri	4	169,156	89,7375	2526,20	80
Monomeeri	5	162,403	86,6148	2668,35	101
Monomeeri	6	171,952	93,6961	2498,74	74
Monomeeri	7	117,863	62,5264	2372,28	73
Monomeeri	8	170,622	100,971	2980,90	52
Monomeeri	9	182,091	102,510	2765,84	80
Monomeeri	10	156,515	91,5909	2904,72	61
keskiarvo		156	87	2668	78
keskihajonta		19,3	12,1	225	14,9
Rocatec	1	-	-	-	-
Rocatec	2	157	-	-	-
Rocatec	3	155,123	87,3277	2540,33	-
Rocatec	4	185,932	112,546	2940,07	-
Rocatec	5	177,447	93,6370	2539,09	-
Rocatec	6	-	-	-	-
Rocatec	7	157,480	83,9895	2237,21	-
Rocatec	8	194,030	105,726	2697,76	-
Rocatec	9	188,735	100,124	2702,55	-
Rocatec	10	153,963	91,1123	2750,17	-
keskiarvo		171	96	2630	
keskihajonta		17,0	10,3	220	

Hiekkapuhallus	1	144,595	81,4005	2116,66	80
Hiekkapuhallus	2	174,556	106,660	2115,44	65
Hiekkapuhallus	3	81,9174	43,2270	2360,49	75
Hiekkapuhallus	4	182,101	96,6046	2609,69	85
Hiekkapuhallus	5	148,293	79,0897	2511,10	67
Hiekkapuhallus	6	187,844	102,355	2811,10	95
Hiekkapuhallus	7	161,378	85,6109	2147,18	82
Hiekkapuhallus	8	176,789	104,620	2936,30	91
Hiekkapuhallus	9	125,211	70,4885	2692,49	107
Hiekkapuhallus	10	122,081	71,4406	2610,66	60
keskiarvo		150	84	2491	80,7
keskihajonta		33,3	20	296	14,6

Materiaalit ja laitteet

Materiaali		Tuotenimi	Valmistaja
Akryyli	Keittoakryyli jauhe Keittoakryylineste	Probase Hot	Ivoclar Vivadent
Alumiinioksidi		Cobra 110 µm	Renfert
Eristysaine		Separating Fluid	Ivoclar Vivadent
Kipsi	Kovakipsi	Moldano (sininen)	Kulzer
Kuituvahvike	Lasikuitu-nylon	Nylon White + Fiberglass	Markforged
Silaani		ESPE™ Sil	3M
Silikapinnoite		Rocatec™	3M
Laite		Tuotenimi	Valmistaja
Akryylikeitin		Prothyl Polimer	Zhermack
Esilämmitysuuni		Magma	Renfert
Hiekkapaperi		P 120	Buehler
Hiekkapuhallus- laite		Basic Eco	Renfert
Testilaite	Vetokone Ohjelmisto	AGS-X Trapezium X	Shimadzu
3D-tulostin	Tulostin Suunnittelu- ohjelmisto	Mark Two Eiger	Markforged
Vahanpoistolaite		Wapo-Ex	Wassermann